



Adaptation des méthodes et outils pour
le suivi des polluants chimiques et
l'évaluation des seuils de qualité en
application de la directive 2000/60/CE

Rapport d'activité 2003

Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable
Direction de l'Eau
20, avenue de Ségur – 75302 PARIS 07 SP

Convention DE n° CV03000081

Marina COQUERY

*Unité « Chimie Analytique et Environnementale »
Direction des Risques Chroniques*

22 décembre 2003

Adaptation des méthodes et outils pour le suivi des polluants chimiques et l'évaluation des seuils de qualité en application de la directive 2000/60/CE

Rapport d'activité 2003

Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable
Direction de l'Eau
20, avenue de Ségur – 75302 PARIS 07 SP

Convention DE n° CV03000081

22 décembre 2003

PERSONNES AYANT PARTICIPE A L'ETUDE :

A. BECUE - V. BONNOMET - J.M. BRIGNON - F. BRION - M. COQUERY - C. DELAHAYE- C. DENIZE - C. JOSSERAND - F. LE GOFF - B. LEPOT - H. MAGAUD - L. MALHERBE - V. MIGNE - K. MOIREZ - L. MEUNIER - P. MONBET - A. MORIN - P. PANDARD - J.M. PORCHER - V. POULSEN - S. SOLEILLE - M.P. STRUB - E. THYBAUD - V. VEG

Ce document comporte 27 pages (hors couverture et annexes).

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	M. COQUERY	H. MAGAUD	A. MORIN
Qualité	Ingénieur à l'Unité Chimie Analytique Environnementale	Ingénieur à l'Unité Evaluations des Risques Ecotoxicologiques	Responsable de l'Unité Chimie Analytique Environnementale
Visa			

Rappel des objectifs généraux du programme

La mise en place de la Directive Cadre européenne sur l'eau (DCE) au niveau français nécessite, pour une application correcte de l'article 8 concernant la surveillance de l'état des eaux, une intensification des contrôles des contaminants. Cette action passe par la mise au point de méthodes de référence et de technologies de mesure appropriées et validées au plan international (Cf. Annexe V, §1.3.6 de la DCE) ainsi que l'établissement d'une bonne traçabilité des résultats, essentiels pour une cohérence des données sur l'état de la contamination du milieu aquatique. L'INERIS a proposé de positionner la France de manière plus active dans le domaine de la normalisation des méthodes d'analyse physico-chimique de l'eau et des boues au plan national et international et de développer des méthodes normalisées pour les substances visées par la DCE dans les eaux, sédiments et boues (substances polluantes de l'annexe VIII et substances prioritaires de l'annexe X définies par la décision 2455/2001 du 16 décembre 2001). Afin d'obtenir une comparabilité satisfaisante des résultats concernant la pollution du milieu aquatique, l'INERIS a de plus proposé d'organiser des essais interlaboratoires spécifiques pour les micropolluants organiques visés par la DCE. De même, dans le domaine de l'écotoxicologie aquatique, l'INERIS a proposé de renforcer la position de la France au niveau international en participant plus activement aux commissions de normalisation et au développement d'essais d'écotoxicité normalisés sur les eaux et sur les sédiments.

Dans l'article 16 de la DCE, la Commission s'engage à définir des seuils de qualité environnementales applicables aux substances prioritaires dans les eaux de surface, les sédiments et le biote. L'INERIS a proposé de participer à la mise en place des seuils de qualité au sein du groupe technique européen (groupe EQS) chargé de leur détermination. Un accent particulier est mis sur le cas des métaux qui posent des problèmes spécifiques en raison et de leur présence naturelle (fond géochimique) et de la nécessité de la prise en compte des mécanismes de biodisponibilité. Par ailleurs, compte tenu des lacunes scientifiques importantes concernant la connaissance du compartiment sédimentaire, un suivi particulier s'attache à ce compartiment.

Afin d'analyser le caractère préoccupant des substances chimiques et de mettre à disposition d'un public plus large des caractéristiques physico-chimiques et écotoxicologiques des substances chimiques harmonisées, l'INERIS a proposé de construire une base de données contenant ces informations. L'INERIS a également proposé de poursuivre un travail de mise à jour des PNECs pour les substances dangereuses.

Afin d'optimiser le réseau de surveillance des masses d'eau et pour répondre à la nécessité du contrôle en continu des paramètres hydrologiques précisé par l'Annexe V de la DCE, l'INERIS a proposé de développer la standardisation de la chaîne de collecte de données (standard PLQ2000), mise en place par le Ministère chargé de l'Environnement, et de le généraliser au sein des différents services de l'eau.

L'INERIS enfin a proposé d'apporter à la Direction de l'Eau des éléments pour évaluer les enjeux économiques posés en France par la suppression des émissions des substances dangereuses prioritaires, et pour développer les outils permettant d'élaborer et de suivre des programmes de réduction des rejets polluants dans le cadre de la DCE.

Le présent rapport d'activité présente l'ensemble des travaux réalisés par l'INERIS sur la convention avec la Direction de l'Eau du MEDD au cours de l'année 2003. Le plan de ce rapport suit celui de la présentation des actions programmées au titre de l'année 2003 (annexe 1- Partie B de la convention n° CV03000081).

La liste des rapports techniques et de synthèse qui ont été réalisés (ou sont en cours de préparation) dans le cadre de cette convention est présentée dans le tableau 2 (page 24).

L'état d'avancement au 22 décembre 2003 avec les indicateurs de suivi et le pourcentage de réalisation est présenté dans le tableau 3 (page 25).

1. NORMALISATION « QUALITE DE L'EAU ET DES BOUES »

Compte tenu de l'importance du suivi des actions programmées pour répondre aux objectifs généraux de la convention (qualité des analyses et comparabilité des données pour les substances prioritaires et l'évaluation de la toxicité), les actions décrites ci-après pour l'année 2003 sont amenées à être poursuivies les années suivantes.

1.1 PARTICIPATION AUX COMMISSIONS DE NORMALISATION FRANÇAISE ET INTERNATIONALE DANS LE DOMAINE DE LA QUALITE DES EAUX ET DES BOUES AU NOM DE LA DIRECTION DE L'EAU

Le texte ci-dessous reprend les principaux faits marquants de l'année 2003 en terme de normalisation nationale et internationale. L'ensemble des comptes rendus de réunions (avant et après) sont présentés en annexe 1.

1.1.1 Analyses des eaux

A- Méthodes d'analyses chimiques :

- AFNOR :
 - **T90 A - Commission générale**, participation à 3 réunions :
 - Revue du programme de travail (normes en révision...);
 - Préparation et bilan de la réunion ISO TC147/SC2 (voir ci-après).
 - Suite à la proposition de l'INERIS, la commission T91M, devra statuer sur les besoins d'éventuels travaux sur l'analyse substances organiques prioritaires dans les eaux chargées en MES. L'INERIS a présenté les travaux AMPS aux experts français de la commission T91M de manière à ce que la commission puisse contribuer aux travaux du groupe AMPS (voir ci-après).
 - **T90Q - Contrôle de la qualité** : participation à 2 réunions en 2003 qui ont notamment permis la finalisation de la norme sur l'évaluation des incertitudes (T90-220) à laquelle l'INERIS a activement participé. Cette norme sera traduite en anglais et proposée en tant que « new working item » à l'ISO et au CEN. Début de travail sur la révision de la norme sur l'évaluation d'une méthode alternative par rapport à une méthode de référence (T90-210).

- **T91F – Micropolluants minéraux** : pas de réunion spécifique en 2003. Le travail a été poursuivi dans ce domaine dans des groupes de travail spécifiques à l'ISO (GT 32, voir ci-après réunion ISO TC147/SC2).
- **T91M – Micropolluants organiques** : participation à 3 réunions ; revue des normes en préparation, etc. :
- Projet PR NF T90-250 « Détermination de composés organo-étain sélectionnés dans les sédiments - Méthode par chromatographie en phase gazeuse ». Présentation par l'INERIS de l'organisation d'essais inter-laboratoires pour la validation du projet de norme (voir description détaillée au parag. 1.3). Le projet amendé a été discuté en totalité. Il est maintenant utilisable pour la réalisation de l'essai inter-laboratoires organisé par l'INERIS avec le concours de l'Université de Pau.
- XP T 90-130 : méthode d'analyse multi-résidus orientée vers les pesticides. Travaux initiés il y a 5 ans, au point mort depuis trois ans. Malgré l'intérêt de ce document, il n'a pas été finalisé faute d'essai inter-laboratoires. Une nouvelle réunion exceptionnelle spécifiquement dédiée à ce projet est programmée en janvier 2004.
- Dosage du glyphosate : cette analyse concerne un herbicide très employé, mais réputé rapidement biodégradable, c'est pourquoi les travaux de normalisation internationale, sont restés en suspens. Cependant, il apparaît que ce composé est pris en compte dans la teneur maximale en pesticide admissible pour les eaux de ressources destinées à la production d'eaux de consommation. Deux principales méthodes sont employées. Le laboratoire de Guidel se propose de rédiger un projet ISO sur la méthode par chromatographie en phase gazeuse qu'il pratique. L'INERIS indique que la méthode par chromatographie en phase liquide présente certains avantages en terme de manipulation de réactifs toxiques, et d'automatisation pour les grandes séries, et se porte candidat à la rédaction d'un projet national.
- Positionnement des groupes d'experts européens AMPS (Analysis and monitoring of priority substances) & QS (Quality standards) de l'EAF par rapport à la directive cadre : des experts de l'INERIS participant pour la France à ces groupes de travail, une présentation des travaux d'AMPS a été réalisée par M.P. STRUB. Les laboratoires sont à nouveau incités à faire remonter des informations pouvant être utilisées pour définir la position française vis-à-vis des travaux de ces groupes.
- Prise en compte des MES (matières en suspension) dans l'analyse des eaux : en liaison avec le point précédent, les MES paraissent de nature mal définie, et ne sont généralement pas prises en compte dans les méthodes d'analyse des eaux. Ceci induit le renvoi du thème de leur analyse vers une problématique de prélèvement et d'analyse des compartiments « sédiments » ou « boues », cette dernière thématique étant du ressort de la commission P16P. Avant de conclure sur la nécessité de normaliser au niveau français, les membres de la commission souhaitent être éclairés sur la mise en œuvre de ce point particulier de la directive cadre eaux dans les autres pays de l'Union. (voir aussi ci-après Bilan réunion ISO TC 147/SC2).
- **T91E – Echantillonnage et conservation des échantillons** : pas de réunion en 2003 (voir ci-après bilan de la réunion ISO TC147/SC2).
- **T91G – Analyses des eaux marines** : pas de réunion en 2003 ; en attente de rédaction par l'AFNOR, en collaboration avec l'IFREMER (présidence de la commission) des travaux accompli à date.

- **Groupe de travail « Dosage des organo-étains sédiments »** : sujet réactivé en T91M (voir ci-dessus).
- **T90L – Mesures en continu dans l'eau** : participation à 3 réunions qui ont permis de finaliser le projet de norme "Mesure en continu pour l'eau - spécifications pour l'étude, la mise en œuvre et l'exploitation" en vue de sa publication prévue au début 2004.
- ISO TC 147 « Qualité de l'eau, méthodes physiques et chimiques et biologiques » :
 - ISO TC147/ SC2 « Méthodes physiques, chimiques et biochimiques », Cardiff, UK, 2 au 10 octobre 2003 : Participation de 2 experts de l'INERIS dans les commissions suivantes :
 - Groupe ad' hoc ISO 6468
 - GT 17 : Phénols (4^{ème} réunion sur les alkylphénols)
 - GT 19 : HAP
 - GT 32 ICP / MS et ICP optique (métaux)
 - GT 44 : Organo-étains
 - GT 46 : Phtalates
 - GT 48 : Précision
 - GT 49 : Diphényléthers bromés (PBDE)
 - SC 2 : Réunion générale du sous comité de l'ISO TC 147

A noter : Aucun des groupes n'est animé par la France dans le SC 2. La France apparaît souffrir d'un réel sous investissement en matière de normalisation internationale dans le domaine de l'eau par rapport aux pays tels que l'Allemagne, les Pays Bas, la Grande Bretagne, et même les pays nordiques.

Bilan et commentaires INERIS :

- Le CEN TC 230 a décidé de réactiver le groupe « analyses des eaux » WG1. Le CEN a jugé que l'implémentation de la directive cadre eau en Europe rendait nécessaire cette réactivation, qu'il faut mettre en lien avec les travaux du groupe AMPS. L'objectif du CEN est de veiller à l'adéquation des besoins en normalisation évoqués en particulier lors de réunions d'experts européens.
- Les sédiments représentent un compartiment important à surveiller pour l'application de la directive cadre eau (i.e., site d'accumulation des contaminants organiques hydrophobes et des métaux), mais le classement de ce milieu dans les instances normatives diffèrent. Il n'y a aucun accord au CEN ou à l'ISO sur quel groupe de travail doit se charger de la normalisation des méthodes d'analyse dans les sédiments (chacun étant susceptible de revendiquer ce compartiment : qualité des eaux, qualité des sols, qualité des boues). Le projet européen « Horizontal » qui a vocation à établir des liens, voire à promouvoir la rédaction de méthodes harmonisées entre les domaines des déchets, sols ou boues, n'inclue pas le domaine de l'eau qui revendique le compartiment sédimentaire. En bref, les instances normatives doivent se positionner clairement sur cette question de manière à éviter les doublons, voire des désaccords.

- HAP : Les points techniques débattus au cours de cette réunion sont fortement liés aux programmes de travail proposés par l'INERIS à la direction de l'eau à savoir : a) étude de l'influence des MES sur les résultats de mesures, b) étude de la rationalisation des techniques analytiques pour diminuer les coûts d'analyse. Il y a en effet une forte demande de développement de méthodes applicables aux eaux résiduaires, non couvertes par les normes existantes. Des travaux sont en cours dans plusieurs pays, dont la France, sur l'efficacité des méthodes de prélèvement et d'extraction sur les eaux chargées en MES et seront remontés au coordonnateur d'ici avril 2004 ; l'usage de traceurs (et/ou marqueurs isotopiques) rajouté dès le début du processus d'extraction, permettant de contrôler le bon déroulement de chaque étape. D'autre part, les substances réglementées étant de plus en plus nombreuses, toutes les méthodes analytiques doivent être conçues comme « pluri-substances » : il est donc judicieux d'envisager l'extraction simultanée des PCB et des HAP.
- Métaux : Les normes ISO 15587-1 et ISO 15587-2 de préparation des échantillons d'eaux proposent un domaine d'application pour des eaux chargées jusqu'à 20 g/L. Cette valeur est évidemment très importante et il est difficile de continuer à appeler une telle matrice, une eau. Ces méthodes mériteraient d'être testées sur de telles quantités de MES (pour mémoire, la définition des boues commence à partir de 1 g/L).

Les 3 normes permettant l'analyse des métaux dans les eaux : ISO 15586 (absorption atomique), ISO 11885 (en révision : ICP optique), ISO 17294 (ICP masse), décrivent chacune des pré-traitements des eaux différents (dissous, particulaire et total) alors que le résultat ne devrait en aucun cas dépendre des techniques de pré-traitement, indépendantes de la technique analytique.

L'INERIS a proposé une réflexion sur ce thème à l'AFNOR afin que la normalisation ISO considère cette remarque liée à la préparation des échantillons d'eaux en amont de l'analyse.

- Organo-étains (ISO / CD 17353) : la problématique des matières en suspension a également été évoquée, la limite du domaine d'application de cette norme à 2 g/l de MES dans les eaux est maintenue, non pas comme la meilleure valeur technique, mais comme le compromis le plus acceptable sans mesure spécifique de la teneur en MES.

La discussion technique a principalement porté sur la pertinence des mesures des organo-étains dans l'eau dès lors qu'elle était chargée en MES. Chaque expert présent connaît la faiblesse de cette méthode qui ne tiendra pas compte des organo-étains adsorbés sur la matière solide.

C'est pourquoi l'INERIS préconise à l'AFNOR d'aboutir à un protocole français sur les mesures d'organo-étains dans les sédiments (projet NF T90-250) qui pourrait être validé par l'essai inter-laboratoires organisé par l'INERIS en 2004 dans le cadre de la convention avec la DE (Cf. paragr. 1.3).

- ISO / CD 22032 : « détermination de certains diphenyléthers bromés dans les sédiments et les boues d'épuration par GC / MS après extraction » : les travaux récents menés en France dans le domaine des boues, en particulier par ou en liaison avec l'INERIS, montrent que peu de laboratoires ont une maîtrise suffisante de toutes les étapes du processus analytique. La généralisation de cette détermination, et son application aux eaux, en principe moins chargées que les boues, semble aujourd'hui prématurée sans action préalable visant à définir le domaine d'application d'une méthode dérivée et les conditions minimales de recevabilité des résultats.

- La France va proposer un nouveau sujet de travail sur le dosage du glyphosate dans les eaux par HPLC/UV, directement à l'ISO (sans en faire une norme française au préalable). La France devra évidemment assurer le leadership du groupe de travail ISO (laboratoire de Guidel se propose de rédiger un projet par CPG). L'INERIS se porte candidat à la rédaction d'un projet national (avec CPL).
- La France va proposer un nouveau sujet de travail sur les incertitudes de mesures à partir du document XP T 90-220. Ce document va être traduit en anglais en janvier 2004 et proposé comme nouveau sujet de travail à l'ISO. L'INERIS a diffusé aux membres du GT 48 de l'ISOTC 147 SC2 un résumé en anglais de cette norme pour une première réflexion.
- Echantillonnage : la France a désapprouvé le document guide sur la conservation et la manipulation des échantillons d'eaux (ISO 5677-2) car ce guide n'est pas cohérent avec les normes analytiques et qu'il suggère un transport des eaux entre 1 et 5 °C qui est impossible à respecter sur de très courtes périodes.
- Hydrocarbures totaux : aucune activité n'était jugée nécessaire depuis la parution de la norme ISO 9377-2.

En France, l'utilisation de la NF T 90-114 utilisant l'extraction au CCl₄ et l'analyse infrarouge est toujours d'actualité. L'INERIS a décidé de ne plus utiliser cette norme à cause de la toxicité du solvant et a choisi la norme ISO 9377-2 avec extraction hexane et analyse par GC. Il existe des différences entre les résultats obtenus selon ces 2 méthodes. La norme NF T 90-114 prend en compte les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques contenus dans l'échantillon alors que la norme ISO 9377-2 ne prend pas en compte les aromatiques. Des résultats comparables peuvent être obtenus en combinant l'analyse des hydrocarbures aliphatiques selon la norme ISO et le dosage des BTEX par chromatographie en phase gazeuse. Une révision de l'arrêté d'agrément (12 novembre 1998) des laboratoires prestataires en analyse des eaux pour le contrôle environnemental paraît de ce point de vue à envisager.

B- Méthodes biologiques :

➤ AFNOR :

- **T90B – Biosurveillance de l'environnement** : participation à 1 réunion (juin 2003).

L'avancement des travaux de la T95E ont été rapportés par l'INERIS à la T90B.

- **T95E – Ecotoxicologie aquatique :**

Participation aux réunions de mars, septembre et décembre 2003 ayant pour sujets principaux les points suivants :

- Vote et établissement des commentaires français concernant la norme NF EN ISO 8692 (algues). Vote négatif.
- Examen des commentaires à l'issue de l'enquête probatoire sur la norme XP T90-380 (Daphnies acides humiques) – Norme approuvée et publiée depuis.
- Examen des commentaires à l'issue de l'enquête probatoire sur la norme XP T90-338-1 (Survie et croissance de *Hyallela azteca*) – Norme approuvée et publiée en sept. 2003.
- Vote et établissement des commentaires français concernant le projet de norme ISO CD 14442 (essais algues avec les substances difficiles). Vote positif.

- Vote et établissement des commentaires français concernant le projet de norme ISO CD 10253 (essais algues marines). Vote positif.
- Examen des commentaires à l'issue de l'enquête probatoire sur la norme XP T90-339-1 (survie et émergence de *Chironomus riparius*) Le projet a été accepté avec des modifications. Il est à noter que seul l'INERIS a fait parvenir des commentaires sur ce texte à l'AFNOR.
- Vote et établissement des commentaires français sur le projet de norme NF ISO 20079 (Inhibition de la croissance de *Lemna minor*).

Deux participants à la réunion ont fait des commentaires sur cette norme, dont l'INERIS. Il a été décidé de voter négativement sur ce texte de façon à ce que les commentaires puissent être pris en compte. Cette norme, une fois publiée par l'ISO, sera intégrée dans le catalogue de l'AFNOR. La norme expérimentale française existant sur ce sujet (XP T90-337) devrait donc être annulée et remplacée par la présente norme ISO.

- Vote sur le projet de norme ISO 16712 (amphipodes marins). Le vote a été positif, sans commentaires. Seul IFREMER s'est prononcé sur cette norme, étant le seul organisme à avoir les compétences techniques sur ce sujet.
 - ISO TC 147 « Qualité de l'eau, méthodes physiques et chimiques et biologiques » :
 - ISO TC147/ SC5 « Méthodes biologiques », Cardiff, UK, 2 au 10 octobre 2003 : Participation de 3 experts de l'INERIS ; Animation du SC5, du SC5/ WG10 et participation aux SC5/ GT 1-2-3-4-5-9.

1.1.2 Analyses des boues

- AFNOR :
 - Participation à 2 réunions de la commission P16P « caractérisation des boues » - (septembre et décembre 2003). Travaux principalement axés sur les retombées du projet européen « Horizontal ».
- ISO TC 308 : WG1 « Analyse des boues » :
 - Participation à 2 réunions du CEN TC 308/WG1 méthodes d'analyses (juin et août 2003).

1.2 ORGANISATION D'ESSAIS INTER-LABORATOIRES SUR L'ANALYSE DES SUBSTANCES POLLUANTES DE LA DCE

Un essai interlaboratoire visant l'analyse des substances prioritaires dans les eaux naturelles et résiduaires a été organisé en septembre 2003. Les deux familles de substances sélectionnées (suite au dépouillement de l'enquête préliminaire réalisée par l'INERIS en avril 2003 auprès des laboratoires prestataires d'analyse physico-chimique des eaux) sont :

- Composés organo-halogénés volatils (COHV) ;
- Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) (avec essai spécifique sur des eaux usées chargées en matières en suspension). Cet essai sur les HAP a été financé par la DPPR dans le cadre du titre IV de l'INERIS (programme DRC02).

35 laboratoires ont participé à ces essais. Le rapport final regroupant l'ensemble des résultats sur les 2 familles de substances sera adressé à la DE ainsi qu'à la DPPR (P. Lucas) et à chaque laboratoire participant en janvier 2004.

Les premiers résultats observés sur l'essai spécifique HAP sur une eau usée chargée (eau résiduaire contenant 250 mg/l de matières en suspension) par les 35 participants montrent que :

- Les HAP de haut poids moléculaire s'adsorbent préférentiellement sur la matrice solide (données issues de l'essai sur le benzo (b) fluoranthène et l'indéno (1,2,3-cd) pyrène : 99 % retrouvés dans les MES).
- Du fait de leurs propriétés hydrophobes, la solubilité des HAP dans l'eau est très faible, ce qui explique la répartition des HAP qui se concentrent ou s'absorbent en majorité sur les matières en suspension.
- Cet essai interlaboratoire met clairement en évidence l'influence de la présence ou non de matières en suspension dans un échantillon d'eau sur la mesure des HAP. Une séparation des matières en suspension avant le dosage est donc fortement conseillée pour ce type de substances organiques et hydrophobes.

Des essais interlaboratoires complémentaires sur d'autres substances organiques hydrophobes pourront être mis en place ultérieurement afin d'étendre ces résultats à d'autres familles de substances.

Un nouvel exercice interlaboratoire sera proposé au cours du premier trimestre 2004 pour les 2 familles organiques suivantes (familles retenues suite au dépouillement de l'enquête préliminaire réalisée en avril 2003) :

- Chlorophénols,
- Pesticides.

1.3 ORGANISATION ET PARTICIPATION A DES ESSAIS INTER-LABORATOIRES FRANÇAIS ET INTERNATIONAUX DANS L'OBJECTIF NOTAMMENT DE VALIDER LES NORMES INTERNATIONALES EN PREPARATION

- **PBDE** :

L'INERIS a participé à un essai international sur l'analyse des diphenyléthers bromés (PBDE) dans les boues, organisé par le Cambridge Isotope Laboratories, UK. Les résultats ne nous ayant pas encore été communiqués, le rapport complet sur les PBDE vous sera adressé dès réception de ces résultats par l'INERIS (Bécue, en préparation) ; (voir aussi partie 1.5).

• **Organo-étains :**

L'INERIS coordonne, conjointement avec l'université de Pau, l'organisation d'une formation des analystes, puis d'un essai inter-laboratoires pour le dosage des composés organo-étains dans les sédiments selon le projet AFNOR NFT90-250. Ces actions initialement programmées pour 2003 s'échelonnent sur une durée de 12 mois et ont impliqué la signature d'une convention de sous-traitance de l'INERIS vers l'université de Pau qui sera effective début janvier¹. (voir également « Note de l'INERIS à l'attention des membres de la commission T91M de l'AFNOR » en annexe 1, page 40).

L'objectif est de permettre au plus grand nombre de laboratoires français de se former aux techniques de dosage des composés organo-étains (OTC) afin de répondre aux exigences de la directive cadre eau qui inscrit cette famille de substances dans la liste des 33 substances à surveiller dans le milieu aquatique.

L'organisation d'un essai inter-laboratoires à l'issue de la formation des laboratoires permettra de s'assurer de la comparabilité des résultats issus des différents laboratoires sur un protocole analytique dont les laboratoires d'analyses environnementaux français ont encore peu l'habitude.

Les résultats de ces essais seront également proposés à la normalisation française (commission micropolluants organiques AFNOR T91 M de la qualité des eaux) afin de valider le projet de norme T90-250.

Ce projet était resté sans suite depuis 2002 faute de moyens pour organiser des essais inter-laboratoires qui aurait permis de valider le protocole (l'Université de Pau avait proposé une convention au ministère chargé de l'environnement qui n'a pas abouti). A l'époque, l'AFNOR avait relevé que 8 laboratoires étaient intéressés par cet essai.

La formation des analystes, la préparation des échantillons, la coordination des essais d'inter-comparaison seront réalisés par l'Université de Pau et des Pays de l'Adour. La saisie et l'analyse des résultats d'inter-comparaison obtenus seront réalisés à l'INERIS en collaboration avec l'Université de Pau qui aura préalablement centralisé les résultats.

Le programme d'étude comprend les parties suivantes :

- Préparation administrative, appel à participation et enregistrement des participants,
- Formation des analystes,
- Préparation et essais préliminaires sur des échantillons liquides,
- Préparation des échantillons solides,
- Essais inter-laboratoires sur sédiments,
- Exploitation des résultats et rédaction du rapport final,
- Réunion de présentation.

L'AFNOR a lancé un appel à participation des laboratoires auprès de la commission T91M « Qualité des eaux-micropolluants organiques » qui doivent s'inscrire auprès de l'INERIS avant la fin janvier 2004.

¹ Contrat de partenariat entre l'INERIS, l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, le CNRS et l'ADERA : « Réalisation d'un essai inter-laboratoires pour le dosage des composés organo-étains dans des sédiments selon le projet AFNOR NF T 90-250 », INERIS-DRC-03-CHEN-AMo/WM /03.0348.

1.4 RAPPORTS D'ACTIVITE TECHNIQUE CONCERNANT LA NORMALISATION EN ECOTOXICOLOGIE

• Dosage de la vitellogénine

En 2003, une proposition de norme concernant le dosage de la vitellogénine a été faite à l'AFNOR. Un premier protocole basé sur la méthode de Brion *et al.* (2002)² a été proposé et discuté lors de la commission T95E.

Parallèlement, une étude d'intercomparaison des méthodes de dosage de la vitellogénine de poisson zèbre (*Danio rerio*) a été réalisée à l'initiative de l'INERIS et en compléments des travaux OCDE sur la validation des tests sur poisson de caractérisation des perturbateurs endocriniens. Dix huit laboratoires, principalement européens et japonais, ont participé à l'étude. Six méthodes immunoenzymatiques ont été testées dont deux kits de dosage commerciaux. Cette étude a permis de montrer que, si dans l'ensemble les méthodes sont capables de distinguer des échantillons correspondant à des niveaux d'induction très différents, les résultats ne sont pas comparables d'un point de vue quantitatif. De plus, les méthodes diffèrent quant à leur sensibilité (limite de détection) et à leur capacité à distinguer des échantillons de concentrations voisines.

Une étape de validation des méthodes est maintenant nécessaire pour finaliser ces travaux.

• Toxicité des sédiments d'eau douce vis-à-vis de *Hyalella azteca*

Contexte

Ce sujet s'inscrit à la suite des travaux réalisés dans le cadre de la convention tripartite Direction de l'Eau – Cemagref – Ineris signée en 2001. Ces travaux ont permis d'aboutir à la définition d'un protocole pertinent et à la rédaction d'une norme expérimentale, relative aux effets sur la survie et la croissance de *Hyalella azteca*, publiée en septembre 2003. Toutefois, lors de l'enquête probatoire, certains membres de la commission T 95E se sont interrogés sur l'optimisation possible de ce protocole en terme :

- d'une part, de conditions de nourriture (série nourries et non nourries testées en parallèle),
- d'autre part, de durée d'essai (14 et 28 jours).

Bilan des travaux

Dans le cadre de la présente convention, il avait été envisagé, concernant *Hyalella azteca*, d'évaluer, pour différents sédiments, l'importance respective des deux temps de mesure (14 et 28 jours) et de s'assurer de la pertinence des deux séries (nourries et non nourries) effectuées en parallèle. L'objectif était, en cas d'informations redondantes, d'alléger le protocole expérimental.

Les travaux sur *Hyalella azteca* ont été en partie réduits au cours du second semestre 2003 compte tenu de la participation à la campagne d'essais organisée par SEDNET (Cf. chapitre 2.3). Actuellement, seuls des résultats sur sept sédiments sont disponibles. Ceux-ci sont présentés en annexe 2 dans les tableaux 1 et 2.

² Brion F., Nilsen B., Eidem J. Goksoyr A. and Porcher J.-M. (2002) Development and validation of an enzyme-linked immunosorbent assay to measure vitellogenin in the zebrafish (*Danio rerio*). Environmental Toxicology and Chemistry, 28 (8) : 1699-1708.

Certaines tendances apparaissent à partir de ces résultats :

- la confirmation, si besoin est, de la plus grande sensibilité du paramètre croissance par rapport au paramètre survie,
- l'absence d'effets toxiques en présence de nourriture par rapport à la série non nourrie,
- la récupération apparente des organismes à 28 jours par rapport à la mesure à 14 jours en conditions non nourries.

Il semble difficile d'établir des conclusions définitives par rapport aux données disponibles ; en effet trois sédiments sur les sept testés se sont avérés non toxiques. Ces résultats doivent plutôt être considérés comme des données préliminaires qu'il conviendra d'étoffer au cours de l'année 2004.

- **Inhibition de la croissance de la population de *Ceriodaphnia dubia***

L'essai d'inhibition de la croissance de la population de *Ceriodaphnia dubia* a fait l'objet d'un processus de normalisation au niveau français. Cet essai de toxicité chronique présente en effet de nombreux avantages : durée d'essai relativement courte (7 j) et renouvellement périodique des solutions d'essai. De plus, *Ceriodaphnia dubia* s'est révélée un réactif sensible à un large spectre de substances toxiques. Cet essai possède donc toutes les conditions requises pour s'intégrer dans un programme de suivi, en particulier pour les effluents.

La norme correspondant à cet essai (NF T 90-376) a été publiée par l'AFNOR à la fin de l'année 2000. Ce protocole a ensuite été proposé par la France au niveau international et accepté comme nouveau sujet de travail à l'ISO/TC 147/SC 5. A l'issue des circulations successives du document, de nombreux commentaires, émis pour la plupart par le Canada, ont remis en cause de façon significative le protocole proposé. Les points principaux de discussion étaient les suivants :

- la réduction possible du volume de milieu dans les récipients d'essai (25 ml au lieu de 50 ml),
- la modification de la durée de l'essai (entre 6 et 8 jours par rapport à une durée fixe de 7 jours, la durée effective étant conditionnée par l'obtention de 3 pontes pour 60 % des mères chez les témoins),
- la possibilité d'utiliser un autre milieu d'essai que le milieu M4 d'Elendt.

Les travaux réalisés sur ce sujet dans le cadre de la présente convention avaient pour but de vérifier, dans quelle mesure, ces modifications des conditions expérimentales pouvaient affecter :

- les conditions de validité de l'essai,
- le taux de reproduction de *Ceriodaphnia dubia*,
- la sensibilité à la substance de référence.

Les essais effectués dans le cadre de la présente convention (Pandard, 2003) ont permis de vérifier la faisabilité des essais d'inhibition de la croissance de la population de *Ceriodaphnia dubia* en utilisant un volume de milieu réduit de moitié (25 au lieu de 50 ml) dans le milieu M4. Même si le taux de reproduction s'est révélé inférieur, comparativement au volume initialement proposé de 50 ml, une partie des essais a été validée dès 7 jours d'exposition.

La prolongation de l'essai de 24 heures a amélioré le pourcentage d'essais validés en permettant d'atteindre : soit un nombre moyen de jeunes supérieur à 15 par mère vivante en fin d'essai, soit un pourcentage de mères ayant pondu un minimum de trois portées au cours de l'essai supérieur à 60 %.

En terme de sensibilité, les essais avec le pentachlorophénate de sodium n'ont pas mis en évidence de différence pour une prolongation de l'essai de 24 heures.

Ces essais, même si leur nombre est réduit, permettent de confirmer le bien fondé des modifications proposées dans le cadre des travaux à l'ISO sur cet essai de toxicité chronique. La prochaine version du texte (rédigée par la France en tant que chef de projet) intégrera ces modifications ; ce qui devrait assurer l'obtention d'un consensus international rapide sur ce sujet.

- **Evaluation d'une méthode de toxicité aiguë sur œufs de *Danio rerio* en alternative aux CL 50 96 heures**

Ces travaux s'inscrivent dans un cadre pré-normatif et ont pour objectif d'évaluer, dans quelle mesure, les résultats d'un essai de toxicité aiguë sur œufs de *Danio rerio* (24 heures) pourraient être prédictifs de ceux des essais classiques de mortalité 96 heures sur adultes.

L'évaluation des sensibilités respectives de ces deux essais, programmée sur une trentaine de substances, se poursuit actuellement. Les premiers résultats (Porcher *et al.*, 2003) montrent une bonne corrélation entre les deux tests pour les substances chimiques de référence et pour les tensioactifs. Par contre, les polymères cationiques apparaissent comme non toxiques sur les œufs alors qu'ils le sont sur poissons adultes. Des tests sur alvins sont envisagés, en particulier pour ces polymères cationiques, afin de déterminer la sensibilité du modèle biologique en fonction du stade de développement.

1.5 VALORISATION AU NIVEAU NATIONAL ET EUROPEEN DU TRAVAIL DE MISE AU POINT ANALYTIQUE EFFECTUE PAR L'INERIS POUR LES SUBSTANCES CHIMIQUES VISEES PAR LA DCE

L'INERIS a participé activement aux travaux de révision de la norme en préparation (ISO / WD 22032) sur l'analyse des diphényléthers bromés (PBDE) dans les sédiments et les boues. L'étude bibliographique et les essais expérimentaux préliminaires menés par l'INERIS ont permis d'apporter des propositions concrètes d'amélioration ou de modification du projet de norme, qui ont pour la plupart été pris en compte par le groupe de travail ISO en charge de ces travaux.

Les travaux de l'INERIS sur la mise au point de l'analyse des PBDE en utilisant cette méthode normalisée feront l'objet d'un rapport technique qui présentera également les résultats des essais interlaboratoires réalisés (Cf. partie 1.3) (Becue, en préparation).

- Perspectives 2004 :
- Suite à la mise au point de la technique analytique à l'INERIS, un essai interlaboratoires sur l'analyse des diphénylétherbromés dans les sédiments peut être proposé au niveau français.

- Chloroalcanes : suivi scientifique et 1^{ers} travaux de mise au point d'une méthode d'analyse sur les sédiments à l'INERIS dans la continuité de notre participation au Workshop organisé par le DIN les 27 & 28 novembre 2003³.
- Alkylphénols : état des lieux sur les méthodes disponibles et leur validation et travaux préparatoires pour l'organisation d'une journée technique et d'essais inter-laboratoires.
- Etude sur la rationalisation des techniques utilisées pour l'analyse des substances visées par la DCE afin de réduire les coûts analytiques (PCB et HAP ; méthode multi-résidus...).

2. DETERMINATION DES SEUILS DE QUALITE

2.1 METHODOLOGIE DE DETERMINATION DES SEUILS DE QUALITE DES SUBSTANCES PRIORITAIRES

L'INERIS a participé à la réunion EG EQS (Experts Group on Environmental Quality Standards) organisée par la Commission européenne du 12 au 16 mai à Bruxelles pour la détermination de normes de qualité environnementale.

Des commentaires et des propositions ont par la suite été envoyés à la Commission européenne et au Fraunhofer-Institute (FHI : cabinet conseil mandaté par la Commission européenne) pour la révision de certaines de ces normes.

Des avis et une assistance technique ont également été fourni au MEDD pour la préparation et le compte-rendu des EAF (Expert Advisory Forum) 5 (juin 2003) et 6 (novembre 2003).

Ces activités sont résumées dans le tableau 3 ci-après et les principaux documents sont présentés en annexe 3.

Les propositions de la Commission, qui n'ont pas pu être finalisées en 2003, contrairement à ce qui était planifié initialement, pourraient donner lieu à une poursuite de ces travaux en 2004. Par ailleurs, la liste des substances prioritaires doit être réactualisée dès la fin 2004 et l'INERIS pourra apporter son appui technique sur ce dossier.

³ Workshop on « The analysis of short chain chlorinated paraffins (SCCP) in the aquatic environment », 27-28 November, Berlin.

Tableau 1 : Méthodologie de détermination des seuils de qualité des substances prioritaires : Propositions et commentaires de l'INERIS

Document en annexe 2 n°	Date	Objet	Activités
1	12-16 mai 03	Réunion EG EQS	Préparation + participation Compte rendu envoyé le 19 mai
	23 mai 03	Préparation réunion EAF 5	Commentaires oraux et écrits sur document envoyé par le MEDD
2	18 juin 03	Post réunion EQS	Commentaires envoyés à la Commission + FHI
	26 juin 03	Commentaires EAF 5	Remarques et suggestions sur commentaires du MEDD pour envoi à la Commission
3	29 juillet 03	Commentaires EQS	Commentaires supplémentaires envoyés à la Commission et au FHI
4	15 sept. 03	Biodisponibilité du nickel	Participation au "2 nd Meeting of the Nickel EU Environmental Risk Assessment Research Program Peer-review Panel" (NERAP). L'objet était de discuter les propositions de prise en compte de la biodisponibilité
5	22 sept.e 03	Commentaires mercure	Réponse et remarques aux commentaires de l'Industrie sur le mercure (mail au MEDD)
6	30 sept. 03	Commentaires Lindane	Réponse à Peter Lepper (FHI)
7	13 nov. 03	Préparation EAF(6)	Commentaires et recommandations

2.2 PRISE EN COMPTE DE LA BIODISPONIBILITE DES METAUX

Les études bibliographiques et expérimentales sur la biodisponibilité des métaux, menées en 2003, ont servi de base à une réflexion générale sur la prise en compte de ce phénomène pour la détermination et l'application de seuils de qualité pour les métaux. Les avantages et les limites des techniques analytiques pour l'étude de la spéciation des métaux d'une part, et de l'utilisation de modèles type "*Biotic Ligand Model*" d'autre part, ont été mis en évidence. Ces nouvelles méthodologies ont commencé à être appliquées dans les évaluations des risques pour les métaux au niveau européen ; il semblait donc important de mieux les appréhender afin de pouvoir porter des jugements critiques et étayés sur leur éventuelle utilisation pour l'application de la directive cadre sur l'eau (i.e., définition et application des normes de qualité environnementale).

Afin de maintenir le niveau d'expertise acquis durant l'année 2003, la mise en place d'une veille bibliographique est nécessaire. Un appui technique sur le sujet (biodisponibilité des métaux : techniques d'analyse et modélisation) pourra également être assuré auprès de la Direction de l'Eau.

- **Analyse critique des études disponibles, soit dans la littérature soit par le biais de groupes de travail existants**

Une évaluation des possibilités de prise en compte de la biodisponibilité pour la détermination des seuils de qualité a été faite. Un rapport technique détaillant les approches dites "Biotic Ligand Model" (BLM : approche pour l'eau soutenue par l'Industrie et discutée dans d'autres réglementations sur les substances chimiques) a été rédigé (Le Goff et Bonnomet, 2003). Pour ancrer son expertise dans les travaux internationaux en cours (souvent encore non publiés dans la littérature ouverte), l'INERIS a participé activement aux propositions faites dans le cadre de la Directive 793/93 sur le zinc, concernant la prise en compte du BLM pour l'évaluation des risques dans le compartiment aquatique. L'INERIS a également participé à une réunion sur ce sujet organisé par l'industrie du nickel (Cf. tableau 1).

Une revue des techniques analytiques dédiées à la spéciation des métaux a été réalisée sous la forme d'un rapport technique (Monbet et Coquery, 2003). Cette revue présente une analyse critique des techniques analytiques de spéciation actuellement disponibles ainsi que leurs implications (avantages, inconvénients et limites) pour la prise en compte de la biodisponibilité.

Enfin, un rapport de synthèse consistant en une "analyse critique des méthodologies pour la détermination et l'application des normes de qualité environnementale pour les métaux" a été réalisé (Bonnomet et al., 2003). Ce rapport reprend de façon synthétique et critique les éléments faisant l'objet des deux rapports techniques (Le Goff et Bonnomet, 2003, et Monbet et Coquery, 2003).

- **Etudes visant à définir l'influence des paramètres physico-chimiques et environnementaux sur la biodisponibilité des métaux**

Grâce au dispositif expérimental des mésocosmes mis en place à l'INERIS, différents types de mesures de spéciation du cuivre dans les eaux ont été réalisés :

- électrode ionique spécifique (ISE),
- voltamétrie (ASV),
- diffusive gradient in thin film (DGT).

Une partie du rapport technique (Monbet et Coquery, 2003) sur la mesure de la spéciation des métaux présente un résumé et une comparaison des différents résultats obtenus.

Des expérimentations en aquariums ont également été réalisées. Il s'agissait, d'une part, de mieux appréhender l'influence de la matière organique sur l'accumulation du cuivre au niveau des branchies de l'épinoche (ligand biotique), et d'autre part, d'acquérir un ensemble de données nécessaire à des essais de modélisation (modèles de spéciation et BLM). Le rapport technique (Le Goff et Bonnomet, 2003) reprend le détail de ces expérimentations et présente les résultats obtenus.

2.3 SEUILS DE QUALITE POUR LES SEDIMENTS

SEDNET (Sediment Research Network) est un réseau européen d'échanges pour les pratiques environnementales, sociales et économiques viables pour la gestion des sédiments à l'échelle des bassins versants. Ce réseau est financé par l'Union Européenne (organisation des réunions uniquement) pour une durée de trois ans. En avril 2002, s'est tenue la conférence inaugurale où ont été constitués six groupes de travail sur diverses problématiques. L'INERIS intervient, pour sa part, dans le Work Package 3 « Evaluation de la qualité et de l'impact des sédiments » dont l'objectif final est l'harmonisation des méthodes d'évaluation des sédiments au sein de l'Union Européenne. L'INERIS a participé à la réunion SEDNET qui s'est tenue les 29 et 30 septembre à Venise (compte rendu en annexe 4).

La première phase de SEDNET (les premiers 18 mois) avait pour but, pour l'ensemble des groupes de travail, de poser les problèmes relatifs à l'évaluation et la gestion des sédiments contaminés. La deuxième phase (d'ici fin 2004) va consister à donner des solutions. A travers cet objectif, il a été demandé à SEDNET par l'Union Européenne de fournir plusieurs types de documents et de développer divers modes de communication, avec différentes dates butoir :

- Un guide général d'environ 50 pages concernant la « gestion durable des sédiments », pour fin 2004,
- Des états d'avancement (20 pages chacun), pour la mi-2004 concernant :
 - Les sédiments en relation avec la Directive Cadre Eau
 - Les sédiments en relation avec les Framework programmes 6 et 7 de l'UE.
- Un document guide sous forme de livre d'environ 200 pages, par groupe de travail, pour fin 2004 contenant :
 - L'état de l'art,
 - Des synthèses des méthodes existantes et expérimentations menées,
 - Des solutions et des recommandations.

Dans le cadre des travaux du Work Package 3 « Evaluation de la qualité et de l'impact des sédiments », une campagne d'essais a été organisée sur des sédiments considérés comme représentatifs afin de comparer les différentes méthodologies d'évaluation couramment utilisées en Europe. Cette campagne a été plus spécifiquement focalisée sur les outils biologiques. L'INERIS a participé à cette campagne en réalisant des essais de survie et émergence de *Chironomus riparius* et de survie et de croissance de *Hyalella azteca* sur 4 sédiments. Ces travaux sont présentés dans un rapport technique spécifique (Poulsen, 2003).

L'ensemble des résultats de cette campagne d'essai sera analysée lors de la prochaine réunion de SEDNET qui aura lieu à Lisbonne à la fin du mois de janvier 2004. De plus, au cours de cette réunion, le sommaire du document guide relatif aux tests d'évaluation de l'écotoxicité des sédiments sera discuté.

3. MISE EN PLACE D'UNE BANQUE DE DONNEES SUR LES PROPRIETES DES SUBSTANCES PRIORITAIRES

3.1 BASE DE DONNEES

La base de données regroupant des informations sur les propriétés physico-chimiques et écotoxicologiques des substances prioritaires a été mise en ligne et rendue accessible au public début décembre 2003. Elle est consultable sur le nouveau site INERIS "Portail Substances Chimiques" (<http://chimie.ineris.fr>), rubrique "base de données environnementales". Au cours de l'année 2003, 300 dossiers regroupant des informations sur les substances prioritaires ont été traités de manière à proposer, sur le site Internet, un nombre de "fiches substance" correspondant.

Un rapport technique reprend en détail les différentes étapes de la création de la base de données (Le Goff, 2003).

Cette première année, qui a vu la création et la mise en ligne de la base de données, a permis de mettre à disposition du public francophone un nombre conséquent d'informations sur les substances chimiques. Cependant, toutes les sources d'informations retenues n'ont pu être intégrées. Un travail continu d'alimentation de la base accompagné d'une activité de mise à jour des données entrées antérieurement, qui s'amplifiera avec la taille de la base, devra être mené dans les années à venir, ceci afin de garantir, au cours du temps, pour les utilisateurs, un niveau de validité équivalent à celui proposé lors de la mise en ligne de la base.

3.2 DETERMINATION DE PNECS

Par ailleurs, 30 PNECs, correspondant aux substances les plus fréquemment détectées lors de l'opération d'inventaire des substances dangereuses dans les rejets réalisée en 2002-2003 en Champagne-Ardenne ont été réactualisées. Ces substances sont pour la plupart des substances de la liste des 132 substances de la Directive 76/464/CEE. Pour cela un travail de recherche bibliographique approfondi a été effectué. Un rapport technique de présentation des PNEC révisées détaille le travail effectué (Migne, 2003).

La France a fait l'objet d'une condamnation le 12 juin 2003 pour insuffisance des programmes de réduction de la pollution et l'absence d'objectifs de qualité pour 99 substances des listes I et II de la Directive 76/464/CEE. Pour la définition de ces objectifs de qualité, il sera nécessaire de continuer en 2004 le travail de mise à jour des PNECs des substances de cette liste.

4. ACQUISITION DES DONEES NECESSAIRES EN MATIERE D'ANNONCE DES CRUES ET D'HYDROMETRIE EN GENERAL

4.1 CERTIFICATION PLQ2000

La version définitive de la station d'acquisition OPAL, soumise à la certification PLQ2000, a été fournie à l'INERIS à la fin du mois de mai 2003 (version logiciel du 22/05/2003). Dès lors, l'ensemble des tests de conformité, prévus dans le référentiel PLQ2000-INERIS, a été réalisé. L'analyse des tests effectués a mis en évidence plus d'une vingtaine de non conformités, qui ont été d'ores et déjà signalés au constructeur. Le rapport de certification conclut donc, conformément à la procédure de la certification PLQ200, à fournir un avis défavorable à la société PARATRONIC pour la certification de la station OPAL version du 22/05/2003.

Le rapport de certification va être envoyé prochainement au constructeur. Celui ci devra, s'il souhaite poursuivre la certification PLQ2000, mener les actions correctives nécessaires puis représenter la station corrigée pour une seconde phase de certification qui concernera uniquement les tests refusés et acceptés avec réserves.

L'INERIS a également poursuivi une surveillance active de la station NOE2000 de CENTRALP certifiée en octobre 2001.

4.2 TRAVAUX TECHNIQUES ASSOCIES AU CONCEPT PLQ2000

L'INERIS a effectué une étude sur la connexion du capteur limnimétrique LPN8 aux stations PLQ2000. Cette étude a permis d'analyser et de valider les câblages et les paramétrages (station - capteur) nécessaires pour les trois types de connectiques utilisés sur le terrain.

L'étude de faisabilité concernant la définition d'un protocole numérique commun pour les capteurs intelligents a été finalisée par la validation de la connexion de quatre capteurs différents (LPN8, capteur qualité Polymetron avec protocole Jbus, Thalimedes et Kalesto) avec le simulateur logiciel développé.

4.3 PROMOTION DE PLQ2000

L'INERIS a, d'une part, assuré l'administration et les mises à jour régulières du site Internet dédié au concept PLQ2000 ainsi que l'animation du forum réservé aux « utilisateurs PLQ2000 ».

D'autre part, deux sessions d'une formation intitulée « Présentation et prise en main d'une station PLQ2000 » ont été mises en place et animées par l'INERIS. Organisées sur 3 jours au mois d'avril et octobre 2003, chaque session regroupant huit participants a eu pour objectif, d'une part, de présenter les caractéristiques techniques et les fonctionnalités d'une station PLQ2000 et d'autre part, d'aborder le paramétrage à travers de nombreux travaux pratiques effectués sur les deux types de stations PLQ2000 opérationnelles à ce jour.

Dans le cadre du projet de démonstration « EUTROPH MONITOR », l'INERIS a poursuivi la promotion du concept PLQ2000 au niveau européen, en assurant notamment la mise en place et l'exploitation de la chaîne de collecte des données (12 paramètres « qualité des eaux » par station de mesure) mettant en œuvre des stations PLQ2000 de constructeurs différents.

4.4 EVOLUTION DU STANDARD PLQ2000

A l'occasion de la reprise du dossier « PLQ2000 » par le SCHAPI (Service Central Hydrométéorologique et d'Appui à la Prévision des Inondations), la Direction de l'Eau a souhaité une réflexion sur l'évolution du standard PLQ2000. Une enquête a été menée auprès des Services de l'Eau. La synthèse des avis a été présentée lors du dernier Comité de Pilotage PLQ2000 et a été suivie d'un débat sur l'évolution du standard PLQ2000. Le COPIL PLQ2000 a pris la décision de faire évoluer le standard actuel vers un standard allégé modulaire défini en niveaux hiérarchiques ou modules optionnels

Un groupe de travail animé par le SCHAPI et constitué de représentants des Services de l'Eau et des Milieux Aquatiques (SEMA) ainsi que des Services de Prévision des Crues (SPC), sera chargé dès janvier 2004, de définir les nouvelles spécifications de ce standard allégé. L'INERIS a été sollicité par la DE pour y apporter son expertise technique.

5. ENJEUX ECONOMIQUES

5.1 EVALUATION DES ENJEUX ECONOMIQUES LIES A LA SUPPRESSION DES SUBSTANCES DANGEREUSES PRIORITAIRES

- **Etudes détaillées sur les substances prioritaires dangereuses suivantes**

Les substances concernées sont : DEHP, pentachlorobenzène, hexachlorobutadiène, hexachlorobenzène, chloroalcane, nonylphénols. Nous faisons ci-après une rapide synthèse des résultats obtenus et des contacts en cours.

- DEHP :

Le Di(2-ethylhexyl)phtalate (DEHP), encore appelé dioctylphtalate (DOP) est utilisé majoritairement comme plastifiant dans le PVC. En France, le DEHP est produit exclusivement par ATOFINA sur le site d'ATOFINA Chauny (Aisne). L'industrie du compoundage de PVC est le principal utilisateur de DEHP (elle représente plus de 90% de la consommation de cette substance). D'autres usages ont été recensés (encres, laques, colles, vernis, peintures, lubrifiants, caoutchouc, papier). Les contacts suivants ont été pris et sont poursuivis : ATOFINA, pour la production et le compoundage, ECPI (European Council of Plasticisers and Intermediates), autres fabricants de compounds, autres industries consommatrices de DEHP, sociétés de distribution de produits chimiques.

- Hexachlorobenzène (HCB)

Anciennement utilisé comme fongicide, l'hexachlorobenzène (HCB) n'est plus fabriqué ni commercialisé en Europe mais peut être un sous-produit involontaire de certaines activités. En France, l'arrêté du 2 février 1998 fixe, pour la production de trichloroéthylène, de perchloroéthylène et de tétrachlorure de carbone, des valeurs limites de concentration de HCB dans les eaux résiduaires rejetées vers le milieu extérieur. Le HCB a été effectivement identifié comme sous-produit de la fabrication de solvants chlorés mais les progrès technologiques ont permis d'en réduire les émissions (informations Eurochlor). Parmi les autres industries potentiellement concernées, plusieurs indiquent ne pas avoir mesuré de HCB dans leurs rejets ou en avoir détecté à des teneurs si faibles qu'un traitement d'élimination est inenvisageable (information du SPMP).

De façon générale, les sources de HCB sont peu aisées à caractériser. Des pollutions résiduelles de HCB ont été mises en évidence en France (Rhin-Meuse).

- Tributylétain

Le tributylétain (TBT) sert principalement comme biocide dans les peintures marines antisalissures. En Europe, la mise sur le marché et l'utilisation de composés organostanniques dans les systèmes antisalissures destinés aux navires sont interdites. Les grands producteurs de peintures marines ont banni le TBT de leurs compositions mais la suppression du TBT ne s'est pas encore généralisée à l'ensemble des petits producteurs. D'autre part, la Marine Nationale a décidé en décembre 1994 de ne plus utiliser de peintures au TBT sur ses bâtiments de port et de rade (source : site du ministère de la défense). Le TBT est également cité comme produit de préservation du bois et de traitement du cuir. Les informations recueillies jusqu'à présent n'ont pas encore permis de confirmer ces usages.

- Nonylphénols

La plus grande partie des nonylphénols est utilisée pour produire des nonylphénols ethoxylés, qui sont ensuite incorporés dans des formulations. Ils sont produits en France mais leur production semble en fort déclin. Leur emploi est, au moins en théorie, très répandu dans l'industrie (nettoyage industriel, cuir, textiles, fabrication de polymères, industrie mécanique, industrie électronique) et les produits détergents et cosmétiques pour les particuliers. Une Directive Européenne de juin 2003 interdit à compter de début 2005 leur usage dans plusieurs de ces secteurs. L'appréciation de l'importance de ces produits requiert de prendre des contacts dans un grand nombre de secteurs industriels, ainsi qu'auprès des formulateurs et vendeurs de produits contenant des nonylphénols. Les premiers retours d'information semblent indiquer que beaucoup de secteurs et de formulateurs ont opté pour la substitution des nonylphénols par des alcools éthoxylés, sauf peut être pour les produits de nettoyage industriels.

- Chloroalcanes C10-C13

Ces substances sont souvent appelées paraffines chlorées à chaîne courte (SCCP). Considérées comme dangereuses depuis plusieurs années, ces substances sont de moins en moins utilisées. Dans la plupart de leurs applications, elles peuvent être remplacées par d'autres produits, souvent des chloroalcanes à plus longue chaîne, parfois par des produits non chlorés. Le décret n° 2003-879 du 8 septembre 2003 (transcrivant la directive 2002/45/CE) interdit, à partir du 1^{er} janvier 2004, la mise sur le marché des SCCP en tant que substances ou constituants d'autres substances ou préparations à des concentrations supérieures à 1 % pour l'usinage des métaux ou le graissage du cuir.

Il n'y a pas de production de ces substances en France et leur utilisation devient marginale. Elles sont encore utilisées pour le travail du métal (mais seulement jusqu'à fin 2003), en tant que retardateurs de flamme pour le caoutchouc et comme composants de peintures. Des contacts ont été pris avec l'industrie du caoutchouc et des producteurs de peintures.

- Hexachlorobutadiène (HCBD)

Cette substance n'est sans doute plus ni produite, ni utilisée en Europe. Le HCBD constitue un sous-produit de la production de certaines substances chimiques chlorées et est un contaminant retrouvé dans un certain nombre de substances. Actuellement, il semble qu'il puisse être émis pendant le processus de production ou l'élimination de certains solvants chlorés et au cours du processus de production du magnésium. Des contacts ont été pris avec l'industrie de la production de solvants chlorés.

- Pentachlorobenzene

Cette substance, qui n'est pas produite dans l'Union Européenne, est un intermédiaire de synthèse du fongicide Quintozene, ainsi qu'une impureté présente dans d'autres produits (comme l'hexachlorobenzene). Des contacts sont pris avec Eurochlor et le secteur phytosanitaire.

Des contacts ont également été pris et de la bibliographie rassemblée pour les études préliminaires sur les substances suivantes : Pentabromodiphenyléther, HAP, cadmium, tributylétain, trichlorobenzene.

Des contacts avec les Agences de l'Eau pour faire le point sur les données concernant la présence de ces substances dans les milieux et les rejets, ainsi que les informations disponibles sur leur origine ont été achevés. Toutes les données fournies n'ont pas été dépouillées, mais, dans les grandes lignes, la contamination des milieux aquatiques par des substances dangereuses prioritaires, soit ne fait pas l'objet de mesures, soit résulte de cas de pollution historique. Une exception est le cas des nonylphénols, présent dans la plupart des rejets de station d'épuration en Rhône-Alpes. Des contacts sont également en cours avec plusieurs DRIRE. Outre les contacts avec les fédérations industrielles concernées, un grand nombre de contacts directs avec des sites de production se sont avérés utiles pour obtenir une remontée d'information plus rapide.

L'ensemble des études sur les substances prioritaires sera regroupé dans un rapport (Brignon et al., en préparation).

En 2004, ce rapport sera complété, pour les substances ayant été traitées en 2003 sous la forme d' « études préliminaires ».

Suivi des travaux européens

L'INERIS a participé avec la DE à la réunion d'experts sur les contrôles des émissions des 2/3 octobre à Bruxelles. A cette occasion, l'INERIS a commenté les documents de travail européens et produit des documents contenant des propositions méthodologiques que la DE a transmis à la Commission.

5.2 OUTILS DE MODELISATION

L'INERIS a presque achevé le volet « enquête » de cette étude, qui a conduit à rencontrer les équipes impliquées en modélisation et planification dans les Agences de l'Eau, avec lesquelles un point sur les outils actuellement utilisés en France, et notamment le modèle PEGASE, a été fait. Des contacts sont également en cours avec les développeurs du modèle PEGASE. Les contacts et le recueil d'information ont également porté sur la modélisation biologique (Agences de l'Eau, travaux du CEMAGREF) et sur la caractérisation hydromorphologique des cours d'eau (Agence de l'Eau Rhin-Meuse). Des contacts et des informations ont également été rassemblés sur le modèle NOPOLLU (IFEN, DIREN Lorraine – Délégation de bassin Rhin-Meuse).

Le travail final de synthèse et d'analyse critique des outils disponibles par rapport aux besoins exprimés par la DCE est en cours. Les outils d'aide à la décision pour les objectifs de la DCE pour les substances prioritaires (baisse ou suppression des rejets) font également partie du travail réalisé.

Un rapport sera rédigé (Brignon, en préparation), qui comportera trois principales parties, consacrées respectivement, aux besoins de la DCE en termes d'outils de modélisation, à la description des outils actuellement utilisés en France, à une comparaison entre besoins et outils disponibles et l'analyse des développements à envisager dans les prochaines années.

En 2004, il est proposé de poursuivre dans le domaine des outils d'aide à la décision pour la Directive cadre Eau en abordant la modélisation économique. Il est envisagé de faire le point sur les applications existantes dans le domaine de l'eau, et de proposer des principes et des méthodes, concernant en particulier la définition des ratios coût/efficacité, les sources de données et les outils d'analyse économique actuellement disponibles ou devant être mobilisées dans l'avenir, et le lien avec les outils de modélisation des impacts de la pollution.

Tableau 2 : Liste des rapports techniques et rapport de synthèse

Opération	Titre et référence du rapport
<p>1 : Normalisation qualité des eaux et des boues</p>	<ul style="list-style-type: none"> - B. Lepot, M. Coquery, M.P. Strub, (en préparation). Résultat des essais interlaboratoires sur l'analyse des HAP et chlorophénols dans les eaux. INERIS DRC-03-46821/CHEN-BLe/JL-03 - A. Becue, (en préparation). Etude des polybromodiphényl éther (PBDE) : Mise en place d'une méthode d'extraction automatisée (ASE). INERIS DRC- 03-45699/CHEN-AB/AB-03.0522 - Pandard, 2003. Inhibition de la croissance de la population de <i>Ceriodaphnia dubia</i> – Influence de la modification du protocole sur la validité des essais. INERIS DRC-03-46821/ECOT PPa/CF 03CR296. - J.M. Porcher, C. Delahaye, F. Brion, V. Poulsen, 2003. Caractérisation du développement embryo-larvaire du poisson zèbre (<i>Danio rerio</i>) et comparaison des tests de toxicité sur les stades embryo-larvaire et adulte. INERIS DRC-03-46821-ECOT-JPr/CF-N°03CR287.
<p>2 : Détermination des seuils de qualité</p>	<ul style="list-style-type: none"> - V. Bonnomet, F. Le Goff, P. Monbet, M. Coquery, H. Magaud, déc. 2003. Analyse critique des méthodologies pour la détermination et l'application de normes de qualité environnementale pour les métaux. INERIS DRC-03-46822-HMa/JL-03.0681, 28p. - F. Le Goff et V. Bonnomet, déc. 2003. Biodisponibilité des métaux., INERIS DRC-03-46822-FLg/JL/03.0693, 64p. - P. Monbet et M. Coquery, déc. 2003. Approches analytiques pour l'évaluation de la biodisponibilité des métaux dans les milieux aquatiques. INERIS DRC-CHEN-03-46822-PhM/JL-03.0672, 90p. - V. Poulsen, déc. 2003. Evaluation de la toxicité de sédiments naturels vis-à-vis d'organismes benthiques – Essais réalisés dans le cadre de l'activité Sednet. INERIS DRC- ECOT 03-46822-VPe/CF 03CR293.
<p>3 : Banque de données substances toxiques</p>	<ul style="list-style-type: none"> - F. Le Goff, déc. 2003. Mise en place d'une base de données sur les propriétés des substances prioritaires. INERIS DRC-03-46824-FLg/JL/03.0687, 24p. - V. Migné, déc. 2003. Détermination des concentrations prédites sans effet de 30 substances potentiellement dangereuses pour le compartiment aquatique, INERIS DRC-03-46824-VMi/JL-03.0659, 17p.
<p>4 : PLQ 2000</p>	<ul style="list-style-type: none"> - C. Jossierand, déc. 2003. Certification PLQ2000 et travaux associés. INERIS DRC-2IEN-03-46826- CJo/JL-03.0119
<p>5 : Substances dangereuses prioritaires et outils d'aide à la décision</p>	<ul style="list-style-type: none"> - J.M. Brignon, L. Malherbe, S. Soleille (en préparation). Analyse de l'impact technico-économique en France des exigences de la Directive Cadre sur l'Eau sur les substances dangereuses prioritaires. - J.M. Brignon (en préparation). Les outils de modélisation des hydrosystèmes pour la Directive-Cadre Eau en France.

Tableau 3 : Etat d'avancement au 22 décembre 2003

Opération	Indicateurs de suivi	Résultat attendu	Avancement au 22 décembre 2003	Taux de réalisation en %
1 : Normalisation « qualité de l'eau et des boues »	Participation aux réunions de normalisation nationales et internationales	90%	<u>AFNOR</u> : T90A (3/3 réunions), T90Q (2/2 réunions), T91M (2/2 réunions), T90L (3/3 réunions), T95E (3/3 réunions), T90B (1/1 réunion) P16P (2/2 réunion) <u>ISO</u> : TC147/SC5 (1/1 réunion, 7 GT) TC147/SC2 (1/1 réunion, 8 GT + réunion générale) <u>CEN</u> : TC 308 WG1 (2/2 réunions)	100 = participation 100% aux réunions qui ont eu lieu
	Synthèse préalable présentant le programme des réunions et position de l'INERIS sur les points à considérer	avant chaque réunion	<u>AFNOR</u> : T90A (2 sur 3), T90Q (2 sur 2), T91M (2 sur 2), T90L (2 sur 3), T95E (1 sur 3), P16P (2 sur 2) <u>ISO</u> : TC147/SC5 (1 sur 1)	60
	Compte rendu de réunions T90A, T90Q, T91F, T91M, T91E, T91G, T90L, T95 E, T 90 B, P16P ; ISO TC 147-SC2 et SC5 ; ISO TC 308	après chaque réunion	<u>AFNOR</u> : T90A (3 sur 3), T90Q (2 sur 2), T91M (2 sur 2), T90L (3 sur 3), T95E (3 sur 3), T90B (1 sur 1), P16P (2 sur 2) <u>ISO</u> : TC147/SC5 (1 sur 1) TC147/SC2 (1 sur 1) <u>CEN</u> : TC 308 WG1 (2 sur 2)	100

Opération	Indicateurs de suivi	Résultat attendu	Avancement au 22 décembre 2003	Taux de réalisation en %
Suite : Normalisation « qualité de l'eau et des boues »	Essai interlaboratoire organisé par l'INERIS sur les substances prioritaires	1	Finalisation rapport technique en janvier 2004	90
	Essai interlaboratoire de validation des normes (ISO, AFNOR) pour les substances prioritaires	2	1 essai réalisé (PBDE dans les boues) ; 1 essai planifié (organo étains)	60
	Rapport d'activité technique sur la normalisation en écotoxicologie	4	3 rapports (dont 1 sur les essais Sednet non prévu à l'origine) plus 1 dans le rapport d'activité uniquement	100
	Nombre de sujets où l'INERIS est le relais français des groupes de travail ISO	2	TC147/SC5/ GT10 TC147/SC2/ GT49 (PBDE)	100
2 : Détermination des seuils de qualité	Participation aux réunions (groupe d'expert européen NQE)	100%	1 réunion EQS mai 2003	100
	Avis émis par l'INERIS en appui au MEDD	avant chaque réunion	Préparation et commentaires pour EAF 5 Préparation et commentaires pour EAF 6	100
	Prise en compte de la biodisponibilité des métaux pour la détermination et l'application des seuils de qualité		2 rapports techniques 1 rapport de synthèse	100
	Compte-rendu de réunion de groupe de travail du réseau européen SedNet sur les sédiments	après chaque réunion	1 compte rendu réunion septembre 2003	100
3 : Banque de données	Nombre de dossiers entrés dans la base	300	300	100
	Mise en ligne sur Internet de la base de données	décembre 2003	Mise en ligne début décembre 2003 (http://chimie.ineris.fr)	100
	Nombre de PNEC révisées	30	30	100

Opération	Indicateurs de suivi	Résultat attendu	Avancement au 22 décembre 2003	Taux de réalisation en %
4 : PLQ 2000	Nombre de dossiers de certification	1 certification	Certification station OPAL : 100% des tests de conformité effectués	100
		1 surveillance	Surveillance active de la station NOE2000	100
	Nombre de réunions du Comité de Pilotage de la certification PLQ2000	2	1 réunion INERIS /DE-SCHAPI 1 réunion Comité de Pilotage PLQ2000	100
	Nombre de mise à jour du site Web PLQ2000	6	6	100
	Nombre de notes techniques associées aux spécifications PLQ2000	2	3 notes techniques	100
	Nombre de formations à l'utilisation d'une station PLQ2000	2 sessions de 2 jours	2 sessions de 3 jours réalisées (avril et octobre 2003)	100
	Nombre de réunions de suivi du projet européen EUTROPH MONITOR	4	4	100
5 : Substances dangereuses prioritaires et outils d'aide à la décision	Rapport détaillé d'évaluation technico-économique d'une substance	6	En cours	60
	Rapport préliminaire d'évaluation technico-économique d'une substance	5	En cours	60
	Compte rendu de réunion sur les travaux de la Commission sur les rejets de substances prioritaires	100% des réunions	1 réunion « Emission » en octobre 2003	100
	Rapports des trois phases de travail successives prévues (Cf partie 5.2.2)	3 rapports	En cours	50

ANNEXE 1

COMPTES RENDUS DE REUNION DE NORMALISATION DANS LE DOMAINE DE LA QUALITE DES EAUX ET DES BOUES

ANALYSES DES EAUX - AFNOR

- T 90 A - « Qualité de l'Eau – Général »**
- T 90 Q - « Contrôle Qualité »**
- T 91 F - « Micropolluants minéraux »**
- T 91 M - « Micropolluants organiques »**
- T 90 L - « Mesures en continu dans l'eau »**
- T 90 B - « Biosurveillance de l'Environnement»**
- T 95 E - « Ecotoxicologie »**

ANALYSES DES EAUX – ISO 147

- SC 5 - « Méthodes biologiques »**
- SC 5 - « Méthodes biologiques »WG10 « Méthodes statistiques »**
- SC 2 - « Méthodes d'analyses chimiques »**

ANALYSES DES BOUES - AFNOR

- P16P - « Caractérisation des boues » GT 1 « Méthodes d'analyses »**

ANALYSES DES BOUES – CEN TC 308

- WG 1 - « Analyses des boues »**

TABLEAU RECAPITULATIF DES REUNIONS DES COMMISSIONS DE NORMALISATION

	Nom Commission	Responsable	Unité	Date Réunion	Compte-rendu	
					Avant	Après
ANALYSES DES EAUX	AFNOR					
	T90A "Qualité de l'Eau - général"	M. Coquery / A. Morin	CHEN	14-mai-03	13-mai-03	21-mai-03
				22-sept-03		8-oct-03
				5-déc-03	4-déc-03	18-déc-03
	T90Q "Contrôle Qualité" (incertitudes mesures)	M.-P. Strub	CHEN	14-mars-03	14-mars-03	21-mai-03
				26-sept-03	25-sept-03	29-sept-03
	T91F "Micropolluants minéraux"	A. Morin	CHEN	Aucune en 2003		
	T91M "Micropolluants organiques"	M.-P. Strub	CHEN	mai et oct. 02		5-mars-03
				30-sept-03	26-sept-03	15-oct-03
				12-déc-03	4-déc-03	23-déc-03
	T90L "Mesures en continu dans l'eau"	C. Jossierand	2IEN	5-mars-03		19-mars-03
				9-juil-03	4-juil-03	15-juil-03
				19-sept-03	15-sept-03	3-oct-03
	T90B "Biosurveillance de l'environnement"	E. Thybaud	ECOT	24-juin-03		30-sept-03
	T95E "Ecotoxicologie" sous groupe écotoxicologie aquatique	V. Poulsen / E. Thybaud / P. Pandar	ECOT	6-mars-03		4-juil-03
				9-sept-03	08/09/03 (non envoyé)	22-sept-03
	9-déc-03				22-déc	
ISO 147 "Qualité de l'eau, méthodes physiques, chimiques et biologiques"						
SC5 "Méthodes biologiques"	V. Poulsen / H. Magaud	ECOT	06-10 oct-2003	22-sept-03	20-oct-03	
SC5 "Méthodes biologiques" - WG10 Méthodes statistiques	H. Magaud	ECOT	11-févr-03		Envoyé	
			6-oct-03		15-oct-03	
SC2 "Méthodes d'analyses chimiques"	A. Morin / M.-P. Strub	CHEN	02-10/10/2003		22-déc	
ANALYSES DES BOUES	AFNOR					
	P16P "Caractérisation des boues" - GT1 Méthodes analyses	A. Morin / M.-P. Strub	CHEN	4-sept-03	3-sept-03	5-sept-03
				11-déc-03	9-déc-03	23-déc
	CEN TC 308					
WG1 "Analyse des boues"	A. Morin / M.-P. Strub	CHEN	28-mars-03		20-juin-03	
			27-août-03		5-sept-03	

AFNOR

T 90 A

« QUALITE DE L'EAU – GENERAL »

- Réunion du 14 mai 2003
- Réunion du 22 septembre 2003
- Réunion du 05 décembre 2003

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u> →DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Marina Coquery	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER Mme E. LOUVET
Thème : Qualité de l'Eau /T 90 A	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC/CHEN- MCo/03.0277	Copies (correspondant technique): Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 13/05/2003

Réunion de normalisation : T 90 A - Qualité de l'Eau

Date et lieu : 14 mai 2003 - AFNOR Paris

Enjeux de cette réunion :

- .♦ Préparation de la réunion ISO/TC/147/SC2 et du CEN/TC 230, 2-10 octobre 2003, Cardiff, UK (méthodes physico-chimiques et prélèvements) – délégation française.
- 2 experts de l'INERIS participeront au nom de la Direction de l'Eau.
- ♦ Examen quinquennal des normes ISO – position française à établir.
- ♦ Présentation d'une position française de nouveau sujet « DCO dure ».

Proposition de conduite à tenir : (questions/propositions de l'INERIS)

- Plusieurs projets de normes (en préparation ou révision) sur lesquels des informations seront demandées à l'AFNOR afin de préparer une position française pour la réunion ISO/TC/147 d'octobre 2003 : HAP par GC/MS (ISO 17993) ; échantillonnage (ISO 5667-3) ; métaux (ICP optique – ISO 11885) ; alkylphénols (ISO CD 18857).
- Question sur l'avancement du document NF « analyse des eaux marines », qui devait être rédigé par l'AFNOR.
- Projet de norme française « organo-étains dans les sédiments » : l'organisation d'essais interlaboratoires est indispensable pour valider cette norme. Ils pourront être réalisés grâce à un financement de la Direction de l'Eau (dans le cadre du projet de convention de la Direction de l'Eau avec l'INERIS). Cependant, ces essais ne pourront être organisés d'ici la fin de l'année qu'à la condition de l'obtention rapide de ce financement ; l'INERIS pourra alors sous-traiter la réalisation des essais à l'université de Pau, comme cela était prévu de longue date. Si ce projet de norme AFNOR n'est pas validé rapidement par ces essais interlaboratoires, il ne pourra pas être porté à l'ISO, et c'est une norme allemande qui pourrait être adoptée à la place. En effet, les Allemands sont aussi en train de rédiger un projet de norme pour les sédiments, qui risque d'être aussi techniquement discutable que le projet allemand adopté à l'ISO pour l'analyse des organoétains dans les eaux (ISO CD 17353).
- Proposition de mise en place à l'AFNOR d'un groupe de travail *ad hoc* pour discuter de la problématique de l'analyse des contaminants organiques dans les phases « dissoutes vs. particulaire » et dans les sédiments.

L'INERIS informera la commission sur les travaux en cours du groupe de travail européen AMPS sur l'analyse et la surveillance des substances prioritaires en application de la Directive Cadre Eau (représentante française : Marina Coquery).

L'application de la Directive Cadre Eau nécessite la mesure des contaminants organiques soit dans les eaux de surface (concentration totale= dissous+particulaire), soit dans les MES ou dans les sédiments.

De plus l'opération d'inventaire des substances dangereuses dans les rejets des installations classées (Cf. circulaire du 4 février 2002) demande la détermination de nombreuses substances organiques dans les eaux de rejets, souvent chargées en MES.

Il n'existe actuellement pas de méthodes normalisées permettant de répondre de manière satisfaisante à ces problématiques : les pratiques de pré-traitement des échantillons chargés en MES pour l'analyse des contaminants « totaux » ou pour l'analyse des MES sont très diverses. Un groupe de réflexion devrait être engagé rapidement sur le sujet afin de permettre le développement de protocoles harmonisés d'isolement des phases, de traitement et d'analyse.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u> →DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Marina COQUERY	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Qualité de l'Eau /T 90 A	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC/CHEN- MCo/03.0315	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 21 mai 2003

Réunion de normalisation : T 90 A - « Qualité de l'Eau »

Date et lieu : 14 mai 2003 - AFNOR Saint-Denis

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

- ♦ **Approbation du compte rendu de la précédente réunion** (6 décembre 2003) avec discussion de quelques points, dont le développement de la norme pour l'analyse des organoétains dans les sédiments :
 - **Organo étains:** M. P. Thomas (Institut Pasteur Lille) indique qu'un essai interlaboratoire a été organisé au sein de la commission Sols TC 190 de l'ISO pour l'analyse des organoétains dans les sols et les sédiments. Deux échantillons de sédiments ont été distribués à 15 laboratoires (dont 3 laboratoires français). Une norme devrait être rédigée suite à cet essai ("new work item"). Selon l'INERIS, ceci ne devrait pas remettre en cause l'organisation d'essais interlaboratoire par l'université de Pau afin de valider la norme française qui est déjà rédigée (groupe de travail de la commission Qualité des eaux).
- ♦ **Préparation de la réunion ISO/TC/147/SC2 et du CEN/TC 230, 2-10 octobre 2003, Cardiff, UK** (méthodes physico-chimiques et prélèvements) – délégation française.
 - La discussion a permis de définir une représentation française de 2 personnes pour chaque groupe de travail pour lesquels les enjeux sont importants (analyses minérales, organiques, assurance qualité, échantillonnage).
 - Deux experts de l'INERIS participeront au nom de la Direction de l'Eau : Mmes Morin et Strub.
 - Participeront également : M. P. Thomas (Inst. Pasteur Lille), Mmes Rauzy, Durand et M. Danjou (CRECEP).
 - A noter qu'il n'y a pas de participation française pour les groupes de travail sur les analyses microbiologiques.
 - La demande d'information sur les projets de normes (en préparation ou révision) va être transmise à l'AFNOR : 15 HAP par GC/MS (ISO 17993) ; alkylphénols (ISO 18857) ; HAP par GC/MS (ISO 17993) ; échantillonnage (ISO 5667-3) ; métaux (ICP optique – ISO 11885) ; alkylphénols (ISO CD 18857) ; NF analyse des eaux marines.
- ♦ **Examen quinquennal des normes ISO** : position française établie pour plusieurs normes d'analyse. A noter la proposition de la commission de demander que la norme ISO 15586 (analyse des métaux par absorption atomique AAS-four) soit reprise en norme CEN, et que les 3 normes CEN sur l'analyse individuelle des métaux par AAS (Al, Cr, Cd) soient révisées en enlevant la partie AAS-four et en faisant référence aux nouvelles normes de minéralisation (ISO 15587).
- ♦ **Incertitudes de mesures** : la commission demande à l'AFNOR que la norme préparée par la commission T90Q soit traduite en anglais afin d'être proposée à l'ISO à l'occasion de la prochaine réunion à Cardiff. En effet, il n'existe pas de norme nationale ou internationale équivalente.
- ♦ **Problématique analyse phases dissous/particulaire pour les substances organiques** : L'INERIS a informé la commission des travaux nationaux et européen sur l'analyse et la mesure des substances prioritaires en application de la directive cadre eau. Suite à la proposition de l'INERIS, la commission proposera à l'AFNOR la mise en place d'un groupe de travail sur cette question (pré-traitement des échantillons chargés en MES)

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Marina COQUERY	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Qualité de l'Eau / T 90 A	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC/CHEN- MCo/03.0545	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 8 octobre 2003

Réunion de normalisation : T 90 A- « Qualité de l'Eau »

Date et lieu : 22 septembre 2003 - AFNOR Saint-Denis

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

♦ **Approbation du compte rendu de la précédente réunion** (14 mai 2003) avec discussion de quelques points, dont la proposition de création d'un groupe de travail spécifique au sein de la commission T91M sur l'analyse des polluants prioritaires de la Directive Cadre Eau.

L'INERIS informera la commission des travaux européens en cours sur l'analyse et la mesure des substances prioritaires en application de la directive cadre eau à l'aide d'un document de présentation succinct (travaux du groupe d'expert européen AMPS). L'INERIS a indiqué de nouveau que ces travaux étaient en cours et qu'**un travail collectif en France au niveau de l'AFNOR serait important en particulier sur la question de l'analyse des substances organiques prioritaires dans les eaux chargées en matières en suspension (ex : eaux fluviales, eaux estuariennes, eaux usées) étant donné l'insuffisance de la plupart des normes analytiques sur le sujet.**

♦ **Préparation de la réunion ISO/TC/147/SC2 et du CEN/TC 230, 2-10 octobre 2003, Cardiff, UK** (méthodes physico-chimiques et prélèvements)

- La participation française est suffisante pour cette réunion (dont deux experts de l'INERIS participeront au nom de la Direction de l'Eau : Mmes Morin et Strub).

- Le programme de travail (normes en révision) est revu. A noter : vote français négatif sur la norme ISO 22032 analyse des PBDE (août 2003); et vote français négatif prévisible également sur la norme 5667-3 prélèvements (octobre 2003).

♦ **Incertitudes de mesures** : M. Coquery présente de nouveau la proposition de traduction en anglais de la norme préparée par la commission T90Q afin qu'elle soit présentée à l'ISO à l'occasion de la prochaine réunion à Cardiff. En effet, il n'existe pas de norme nationale ou internationale équivalente. Cette question sera discutée en T90Q.

♦ **Echantillonnage** : le COFRAC travaille sur la révision de son guide technique (revue des différentes normes ISO 5667) qui devrait être élaboré d'ici fin 2003.

♦ **Contrôle sanitaire des eaux** : d'ici fin octobre 2003 l'AGHTM devrait finaliser trois documents sur le prélèvement des échantillons d'eaux pour le contrôle sanitaire qui seront ensuite diffusés à l'AFNOR :

- prélèvements distribution
- prélèvements production
- prélèvement ressource

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Marina COQUERY	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER,
Thème : Qualité de l'Eau /T90A	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN /MCo/03.0669	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 4 décembre 2003

Réunion de normalisation : T 90 A- « Qualité de l'Eau »

Date et lieu : 5 décembre 2003 – AFNOR St Denis

Document(s) joint(s) : Note à l'attention des membres de la commission T91M de l'AFNOR
(*INERIS-DRC-CHEN-AMo/03.0419 du 22 juillet 2003*)

Enjeux de cette réunion :

- ♦ Approbation du compte rendu de la précédente réunion (22 septembre 2003).
- ♦ Bilan des réunions de **l'ISO TC 147/SC 2 à Cardiff et du CEN/TC 230, 2-10 octobre 2003, Cardiff, UK** (méthodes physico-chimiques et prélèvements).

Point à noter relatif à la mise en place de la Directive cadre eau : « Le groupe de travail CEN/TC 230/WG1 Méthodes physico-chimiques sera réactivé lors de la prochaine réunion afin de discuter de l'adéquation des normes existantes à la liste des substances prioritaires figurant dans le document AMPS. »

L'INERIS informe la T90A que MP Strub fera une présentation en commission T91M sur les travaux européens en cours sur l'analyse et la mesure des substances prioritaires en application de la directive cadre eau (travaux du groupe d'expert européen AMPS). Cela apparaît nécessaire afin de motiver les laboratoires français à s'impliquer activement dans ces travaux européens, peu explicités dans le cadre de l'AFNOR ou de l'ISO.

Proposition de conduite à tenir :

Orientation nécessaire des travaux de la commission T91M à appuyer par la T90A : Les développements actuels en matière de méthodes analytiques portent pour une grande part sur des substances de faible hydrosolubilité, entrant dans la liste des substances prioritaires. Les travaux menés aussi bien à l'INERIS que dans d'autres organismes de premier plan au niveau international montrent la très grande importance du compartiment « solide », sédiments et matières en suspension, dans la connaissance de la contamination des milieux aquatiques par ces substances. L'INERIS a indiqué que ces travaux étaient en cours et propose de réitérer la proposition déjà faite au sein de cette commission de création d'un groupe de travail sur la question de l'analyse des substances organiques prioritaires dans les eaux chargées en matières en suspension (ex : eaux fluviales, eaux estuariennes, eaux usées) étant donné l'insuffisance de la plupart des normes analytiques sur le sujet.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NOTE A L'ATTENTION DES MEMBRES DE LA COMMISSION T91M DE L'AFNOR

REALISATION D'UN ESSAI INTER - LABORATOIRES POUR LE DOSAGE DES COMPOSES ORGANO - ETAINS DANS DES SEDIMENTS SELON LE PROJET AFNOR NF T 90-250

1. OBJECTIFS

Permettre au plus grand nombre de laboratoires Français de se former aux techniques de dosage des composés organo-étains (OTC) afin de répondre aux exigences de la directive cadre eau qui inscrit cette famille de substances dans la liste des 33 substances à surveiller dans le milieu aquatique.

L'organisation d'un essai inter-laboratoires à l'issue de la formation des laboratoires permettra de s'assurer de la comparabilité des résultats issus des différents laboratoires sur un protocole analytique dont les laboratoires d'analyses environnementaux Français ont encore peu l'habitude.

Les résultats de ces essais seront également proposés à la normalisation française (commission micropolluants organiques AFNOR T91 M de la qualité des eaux) afin de valider le projet de norme T90-250.

Ce projet est resté sans suite depuis 2002 faute de moyens pour organiser des essais inter-laboratoires qui aurait permis de valider le protocole. (L'Université de Pau avait proposé une convention au ministère chargé de l'environnement qui est resté sans suite)

A l'époque, l'AFNOR avait relevé que 8 laboratoires étaient intéressés par cet essai.

2. DEROULEMENT PREVISIONNEL

Aujourd'hui l'INERIS dispose de financement permettant d'organiser un tel essai qui se déroulera comme suit :

a) Formation des analystes

L'Université de Pau accueillera les stagiaires dans ses laboratoires (Laboratoire de chimie analytique) pour une session de formation de 5 jours à raison de 5 stagiaires par session. 15 personnes pourront être formées au cours de cette période prévue sur 1 mois. Il sera ainsi possible d'accueillir les représentants de laboratoires Français auxquels le protocole du projet de norme NF T 90-250 sera enseigné. La formation se déroulera de la façon suivante :

- Jour 1: Présentation du protocole opératoire, du matériel et de la procédure de décontamination et de vérification du matériel - Formation à l'étape de dérivation et réalisation de blancs de contrôle.
- Jour 2 : Formation à la GC-PFPD et réalisation de gammes étalons- Analyses d'eaux, d'extraits liquides - Commentaires des premiers résultats.
- Jour 3 : Formation à l'étape de mise en solution des analytes contenus dans un sédiment (extraction) et réalisation d'une extraction sur un matériau de référence (sédiment certifié).
- Jour 4 : Analyse du matériau de référence, réalisation d'une gamme étalon, calcul des coefficients de réponse de chaque organo-étain en fonction de plusieurs étalons, réalisation d'une deuxième extraction sur un autre sédiment.
- Jour 5 : Analyse du deuxième matériau par ajouts dosés et étalonnage interne - Comparaison et commentaires de résultats - synthèse des acquis.

b) Echantillons liquides

A l'issue de la formation, les laboratoires inscrits aux essais inter-laboratoires recevront des échantillons liquides. Cet essai préliminaire a pour objectifs :

- Faciliter la prise en main de la technique de dosage des organo-étains sur des liquides.
- Permettre à l'issu des essais sur solides de distinguer plus facilement si les écarts entre laboratoires proviennent de l'étape d'extraction sur solides ou de l'étape de dosage (étalonnage, quantification).

L'exploitation des ces essais préliminaires fera l'objet d'un pré-rapport permettant aux laboratoires participants de se situer par rapport à l'ensemble des participants et au-delà, d'obtenir des conseils de l'Université de Pau leur permettant de s'améliorer si de gros écarts sont constatés.

3 échantillons seront envoyés aux laboratoires inscrits aux essais :

- Solution étalon 1000 mg(Sn)/L pour l'étalonnage et la détection.
- 2 extraits dans le solvant organique (haut et bas de gamme).
- 1 eau dopée (type eau de consommation).

c) Echantillons solides

Les essais inter-laboratoires seront effectués sur 2 sédiments.

Chaque participant recevra 2 échantillons (de 20 g chacun) de chaque sédiment et devra réaliser sur chacun l'ensemble du protocole du projet de norme NF T-90-250 joint en annexe.

Ces échantillons seront préparés et conditionnés à l'Université de Pau.

Il s'agit :

- d'un sédiment côtier.
- d'un sédiment d'eau douce.

d) Réalisation des essais inter laboratoires

Les laboratoires recevront les échantillons et disposeront d'un délai de 2 mois (à préciser) pour envoyer les résultats à l'INERIS qui se chargera de la saisie sur support informatique adapté. Les résultats seront traités de manière anonyme au moyen d'un code pour chaque laboratoire qui sera attribué à l'inscription et connu de quelques personnes impliquées dans le projet. Les résultats seront transmis à l'Université de Pau pour avis si des corrections des laboratoires semblent manifestes (erreurs de saisies, d'unités, etc...).

La procédure de traitement des données sera distribuée à chaque participant lors de l'inscription.

e) Exploitation et analyse des résultats d'inter comparaison et rédaction du rapport final

L'étape d'exploitation conduira aux calculs de coefficient de variation intra-laboratoires ainsi qu'au coefficient de variation inter-laboratoires.

Un projet de rapport rédigé conjointement par l'INERIS et l'Université de Pau, inclura l'ensemble des résultats anonymes et tentera d'apporter des explications aux écarts éventuellement notés. Les mises en œuvre sur des protocoles différents seront également discutées dans ce projet de rapport si elles ont pu être réalisées (extraction différente, etc ...).

f) Réunion de présentation du rapport et actions correctives éventuelles

Une réunion finale sera organisée pour discuter des résultats et du projet de rapport.

Une participation active de chaque participant sera demandée afin de pouvoir porter cet essai au plus vite à la Normalisation Française et ainsi valider le projet de norme NF T 90-250.

Des représentants de la commission T91M de l'AFNOR, ainsi que de la direction de l'eau seront conviés à cette réunion qui se tiendra à Paris à l'issue de cette étude.

3. PARTICIPATION FINANCIERE

Les laboratoires intéressés par cette étude devront se manifester auprès de l'AFNOR qui transmettra les informations à l'INERIS.

L'étape de formation sur le site de l'université n'est pas obligatoire si le protocole est déjà utilisé en routine dans des laboratoires.

Il sera demandé une participation forfaitaire de 400 € pour la formation.

Il sera également demandé une participation forfaitaire de 400 € à tous les laboratoires souhaitant s'inscrire à l'essai inter-laboratoires (chaque laboratoire devra participer aux essais préliminaires sur liquides préalablement aux essais sur sédiments)

Ces participations couvriront les frais de gestion de dossiers.

Anne MORIN
Responsable de l'Unité
Chimie analytique et environnementale

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u>→DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Anne MORIN	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER,
Thème : Qualité de l'Eau /T90A	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN /MCo/03.0699	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 18 décembre 2003

Réunion de normalisation : T 90 A- « Qualité de l'Eau »

Date et lieu : 5 décembre 2003 – AFNOR St Denis

Document(s) joint(s) : N416 AFNOR : bref bilan réunion Cardiff (ISOTC147 SC2 et CEN TC230)
N421 AFNOR : bilan 2003 et perspectives 2004

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

1 - Bilan des réunions ISOTC 147 SC 2 et CEN TC 230 à Cardiff en octobre dernier

↪ Le résumé de l'AFNOR est joint à ce compte-rendu.

↪ **A noter** : la France va proposer un nouveau sujet de travail sur les incertitudes de mesures (discuté à Cardiff) à partir du document XP T 90-220. Ce document va être traduit en janvier 2004 et proposé comme nouveau sujet de travail à l'ISO. L'INERIS va diffuser aux membres du GT 48 de l'ISOTC 147 SC2 un résumé de cette norme d'ici fin décembre pour une première réflexion.

Les éléments les plus marquants des discussions techniques sont développés dans le CR de la réunion de Cardiff et ne sont donc pas reprises ici (CR pour la DE des experts INERIS ayant participé à ces réunions).

↪ Il faut toutefois noter que le CEN TC 230 a décidé de réactiver le groupe « analyses des eaux » WG1 qui était depuis 2 ans en sommeil dans la mesure où les travaux au sein de l'ISO TC 147 SC2 étaient identiques. Le CEN a jugé que l'implémentation de la directive cadre eau en Europe rendait nécessaire cette réactivation, qu'il faut mettre en lien avec les travaux du groupe AMPS. Un expert de l'INERIS participant pour la France à ce groupe de travail, une présentation des travaux d'AMPS est prévue au cours de la prochaine réunion de la commission T91M. L'objectif du CEN est donc de veiller à l'adéquation des besoins en normalisation évoqués en particulier lors de réunions d'experts européens.

↪ Les sédiments sont un compartiment au centre de la directive cadre eau mais le classement de ce milieu dans les instances normatives diffèrent. Il n'y a aucun accord au CEN ou à l'ISO sur quel groupe de travail doit se charger de la normalisation dans les sédiments (chacun étant susceptible de revendiquer ce compartiment : qualité des eaux, qualité des sols, qualité des boues). Le projet européen « Horizontal » qui a vocation à établir des liens, voire à promouvoir la rédaction de méthodes harmonisées entre les domaines des déchets, sols ou boues, n'incluent pas le domaine de l'eau qui revendique le compartiment sédimentaire. **En bref, les instances normatives doivent se positionner clairement sur cette question de manière à éviter les doublons, voire des désaccords (quel est l'avis de la DE ?)**

2 – Bilan 2003 et perspectives 2004

Le document présenté par l'AFNOR pour discussion reprend quelques éléments du point précédent avec quelques informations complémentaires :

- ↳ La France va proposer un nouveau sujet de travail sur le dosage du glyphosate dans les eaux par HPLC/UV, directement à l'ISO (sans en faire une norme Française au préalable). La France devra évidemment assurer le leadership du groupe de travail ISO (laboratoire de Guidel)
- ↳ MES et AMPS : sur proposition de l'INERIS, la commission T91M, devra statuer sur les besoins d'éventuels travaux sur l'analyse des eaux chargées en MES. De même, l'INERIS présentera les travaux AMPS aux experts français de la commission T91M de manière à ce que la commission puisse contribuer aux travaux du groupe AMPS.
- ↳ Eaux marines : l'AFNOR transmettra à la direction de l'eau un rapport rédigé par l'IFREMER sur les besoins de normalisation (méthodes analytiques) en matière d'eaux marines et côtières, qui démontre notamment les besoins de méthode spécifique de pré-concentration des métaux avant analyse (méthodes existantes). Pour les autres substances, il semble que l'inventaire des méthodes existantes ne montre pas de besoins spécifiques (travaux réalisés en 2001-2002 par la commission T91G, à la demande de la DE).
- ↳ Echantillonnage : la France a désapprouvé le document guide sur la conservation et la manipulation des échantillons d'eaux (ISO 5677-2) car ce guide n'est pas cohérent avec les normes analytiques et qu'il suggère un transport des eaux entre 1 et 5 °C qui est impossible à respecter sur de très courtes périodes.

3 – Informations relatives au contrôle sanitaire des eaux (DGS, AFSSA, CSH) :

Le décret du 20/12/2001 n'impose plus de normes et laisse le choix des méthodes analytiques aux laboratoires.

La DE a-t-elle réfléchi à ce type de fonctionnement pour les agréments « eaux » du MEDD ?

4 – Bilan financier :

L. Thomas présente le bilan financier du programme normalisation « qualité des eaux ».

Commentaires INERIS : les règles de chaque commission semblent différentes (prise en charge plus ou moins grande des pouvoirs publics, etc.) et mériterait un document explicatif pour les adhérents AFNOR qui participent à plusieurs commissions.

5 - Organisation du fonctionnement de la commission qualité des eaux.

Mme Rauzy, nouvelle présidente de la commission générale T90A, propose un nouveau fonctionnement autour des commissions.

- ↳ Fusion de la T91 A (paramètres majeurs) et T91K (paramètres de base) : nouvel intitulé : physico-chimie de base.
- ↳ Le groupe d'expert T90 Q : contrôle qualité se transforme en commission à part entière compte tenu de l'ampleur des travaux dans ce domaine.
- ↳ Les présidences des commissions T91M (organiques) T91 F (minéral), et physico-chimie de base sont vacantes. Les candidatures de l'INERIS pour la T91M (MP Strub), Pasteur Lille pour la T91F (P. Thomas) et CRECEP pour la physico-chimie de base (Mme Rauzy) doivent être formellement proposées à l'AFNOR.

AFNOR

T 90 Q

« CONTROLE QUALITE »

- Réunion du 14 mars 2003
- Réunion du 26 septembre 2003

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Marie-Pierre STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P.BERTEAUD - P.GUETTIER Mme E. LOUVET
Thème : Qualité des eaux, Contrôle Qualité, T 90 Q	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC – CHEN – MSr/JL-03.0159	Copies Direction de l'Eau : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de pages : 1	Date d'envoi : 14 mars 2003

Réunion de normalisation : T 90 Q Commission Contrôle Qualité

Date et lieu : 14 mars 2003- AFNOR Saint-Denis

Document(s) joint(s) : aucun

Enjeux de cette réunion :

Dépouillement des commentaires issus de l'enquête commission réalisée au sujet du projet de norme : « détermination des incertitudes de mesure pour les analyses physico-chimiques dans les eaux » (Document AFNOR/T 90 Q N 102 en votre possession via votre représentant).

10 avis ont été reçus :

- 4 approbations sans réserve,
- 5 approbations avec commentaires,
- 1 désapprobation avec exposé des motifs.

De nombreux commentaires sont purement rédactionnels (corrections de fautes d'orthographe et explicitation d'abréviations). Le dernier avis en particulier nous semble émaner d'un participant assidu ayant eu l'occasion de faire valoir son point de vue à l'occasion des réunions précédentes. A l'étude des commentaires, aucun ne nous semble de nature à remettre en question le passage du document à l'état XP T, moyennant les corrections évoquées plus haut.

Proposition de conduite à tenir :

Faire valoir la nécessité de diffuser au plus tôt un document opérationnel dans la profession, en vue d'améliorer la comparabilité des valeurs transmises aux autorités réglementaires.

Initier la démarche d'élargissement au niveau international.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Marie-pierre STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Qualité de l'Eau /T 90 Q	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-CHEN-MSr/JL	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 21 mai 2003

Réunion de normalisation : T 90 Q Commission Contrôle Qualité

Date et lieu : 14 mars 2003- AFNOR Saint-Denis

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

Discussion des avis recueillis à l'issue de l'enquête commission :

Un document reçu tardivement est distribué en séance.

Le représentant du BRGM donne lecture d'une position de principe de son organisme désapprouvant le projet de norme, car sensé défavoriser l'implication des laboratoires dans le démarche GUM.

Le BRGM ne souhaite pas que la normalisation favorise le développement de méthodes fondées sur l'emploi de données statistiques recueillies dans des conditions qui ne sont pas spécifique à la mesure de l'échantillon réel dans le laboratoire, telles que les méthode :

- « contrôle interne », souvent basées sur des solutions synthétiques ;
- « contrôle externe », impliquant des méthodes variées.

La commission remanie des points rédactionnels, et décide la mise en circulation de la norme à titre expérimental pour deux ans à compter de la fin avril, en principe.

Travaux futurs de la T 90 Q :

Le travail sur cas réels réalisé en T 90 Q a permis de mettre en lumière certaines anomalies dans les calculs statistiques prévus par la norme T 90-210 (*Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation d'une méthode alternative d'analyse physico-chimique quantitative par rapport à une méthode de référence*).

La commission souhaite donc poursuivre ses travaux en révisant cette norme, mise en circulatorin à titre expérimental en décembre 1999.

Une prochaine réunion est prévue le 26 septembre.

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u>→DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Marie-Pierre STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P.BERTEAUD - P.GUETTIER Mme E. LOUVET
Thème : Qualité des eaux, Contrôle Qualité, T90Q	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-CHEN-MSr/JL-03.0520	Copies Direction de l'Eau : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de pages : 1	Date d'envoi : 25 septembre 03

Réunion de normalisation : T 90 Q Commission Contrôle Qualité

Date et lieu : 26 septembre 2003- AFNOR Saint-Denis

Document(s) joint(s) : Aucun

Enjeux de cette réunion :

La norme expérimentale XP T 90-210 « Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation d'une méthode alternative d'analyse physico-chimique quantitative par rapport à une méthode de référence » est applicable depuis maintenant plus de trois années. Il convient donc de faire évoluer son statut actuel de norme expérimentale.

Parallèlement, l'utilisation de certains de ses paragraphes en appui à la rédaction de la norme expérimentale XP T 90-220 a mis en évidence des inexactitudes mathématiques auxquelles il convient de remédier.

Cette nouvelle réunion de la commission T90Q est une prise de contact pour l'ouverture d'un nouveau cycle consacré à l'équivalence des méthodes et à l'établissement des limites de détection et de quantification. Il conviendra également de confirmer (ou non) la présidence de cette commission, à la suite des modifications d'employeur du président.

Proposition de conduite à tenir :

Observation, position d'attente.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Marie-Pierre STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD - P. GUETTIER Mme E. LOUVET
Thème : Qualité des eaux, Contrôle Qualité, T 90 Q	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-CHEN-MSr/JL-03.0530	Copies Direction de l'Eau : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de pages : 1	Date d'envoi : 29 septembre 2003

Réunion de normalisation : T 90 Q Commission Contrôle Qualité

Date et lieu : 26 septembre 2003- AFNOR Saint-Denis

Document(s) joint(s) : Aucun – documents disponibles sur demande auprès de M.P. STRUB

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

- **CR de la réunion du 14 mars 03** : approuvé
- **Vote sur le projet ISO/CD 16489** « ligne directrice pour établir l'équivalence des résultats » : ce document est un compendium des tests statistiques utilisables pour comparer deux moyennes ou deux variances. A ce titre, il peut être utile aux laboratoires n'ayant pas une pratique quotidienne des statistiques. En revanche, le § 10 comporte une ambiguïté sur la possibilité d'utilisation comme moyen de valider l'équivalence de deux méthodes, qui semble dangereuse à la T90Q, car non fondée. Il est donc décidé d'émettre un vote positif avec réserves, en soulignant l'existence de la NF T 90-210 pour valider l'équivalence de deux méthodes, norme actuellement en révision qui aboutira rapidement à un texte mature pouvant servir de base à un « new working item » de l'ISO. Celui-ci serait porté par J.L. Guinamant, P. Caillaud et M.P. Strub.
- **Information sur le projet EN ISO TR 13550** « Guide de contrôle qualité pour l'analyse de l'eau » (document transcrit dans NF T 90-200) : Pas de commentaire ; il s'agit d'une refonte totale du document, initiée suite à la parution de ISO 17025, et ne faisant plus état du volet assurance qualité, mais introduisant les notions de LD/LQ et d'incertitude.
- **Point sur la participation à l'ISO TC 147 SC 2 à Cardiff** : l'AFNOR a peu d'information sur le sujet. Anjou recherche demande s'il est possible aux experts français d'assister à la réunion « chromatographie ionique » afin de suivre la fusion des normes ISO 1143-1 et 1143-2.
- **Révision de la norme XP T 90-210 « protocole d'évaluation d'une méthode alternative d'analyse physico-chimique quantitative par rapport à une méthode de référence »** J.L. Guinamant, P. Caillaud et M.P. Strub élaboreront en octobre un questionnaire destiné à recenser l'application faite par les laboratoires de la XP T 90-210. L'enquête sera faite par l'AFNOR entre novembre 2003 et janvier 2004. Les résultats seront dépouillés en février pour discussion en mars. La volonté est de :
 - rationaliser les plans d'expérience pour les rendre utilisables aussi pour l'application de la T 90-220 « incertitudes »,
 - introduire la notion de stabilité des échantillons dans les plans,
 - favoriser l'utilisation des échantillons réels,
 - prendre en compte les travaux de la commission X 06M.

- **Divers :**

La commission T 90 D prépare son propre document sur les incertitudes en microbiologie, avec une approche similaire à celle appliquée à la T 90-220 ; les membres de la T 90 Q qui le souhaitent pourront rejoindre le GT informel de la T 90D (réunion le 8/12/03) ;

Examen du document AMPS : ce document est mal aiguillé en t 90Q et sera discuté en T 91 M (micro polluants organiques) ;

Examen d'un projet ISO/CD xxx « essais d'aptitude » en vue de son inscription en « new working item » : ce document de travail préparé par l'Allemagne est une reprise de différents textes, Guides ISO 43, norme ISO 5725. Les outils nécessaires au suivi de la stabilité et de l'homogénéité de l'échantillon en sont curieusement absents. Les membres de toutes les commissions T 90 seront invités à faire connaître leur avis avant le 15/11/03. Avis réservé.

Inscription de la XP T 90-220 en tant que « new working item » simultanément à l'ISO et au CEN : il est demandé à l'AFNOR de réaliser la traduction ; J.L. Guinamant, P. Caillaud et M.P. Strub se proposent comme animateurs du TG correspondant.

Prochaine réunion le 18 mars 2004

AFNOR

T 91 M

« MICROPOLLUANTS ORGANIQUES »

- Réunion du 30 septembre 2003
- Réunion du 12 décembre 2003

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : M.P. STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Eaux - Micropolluants organiques/T91M	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN /MSr/03.0524	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 2 + 2	Date d'envoi : 26 septembre 2003

Réunion de normalisation : T 91 M-Eaux–Micropolluants organiques

Date et lieu : 30 septembre 2003 – AFNOR St Denis

Document(s) joint(s): INERIS-DRC-CHEN-AMo/03.0419 du 22 juillet 2003
(voir document joint avec CR réunion T90A du 5 décembre 2003)

Enjeux de cette réunion :

- **Projet prNF T90-250** (Water quality - Determination of selected organo-tin compounds in sediments - Method by gas chromatography):
Présentation et organisation du protocole sur les essais inter-laboratoires pour la validation du projet de norme pr NF T90-250. (cf note de l'INERIS jointe).
- Bilan sur les prochaines réunions de **l'ISO TC 147/SC 2 à Cardiff** début octobre.
- Synthèse et rappel des projets en cours comme :
 - ISO/FDIS 15680** « Qualité de l'eau – Dosage par chromatographie en phase gazeuse d'un certain nombre d'hydrocarbures aromatiques monocycliques, du naphthalène et de divers composés chlorés par dégazage, piégeage et désorption thermique. »
Clôture du vote FDIS initialement prévu le 10/09/03 et reporté au 10/10/03. Examen des commentaires reçus et mise au point de la position française correspondante.
 - ISO/CD 22032**
Qualité de l'eau – Dosage de certains éthers diphenyliques bromés dans les sédiments et les boues des eaux usées par extraction et GC-MS.
 - ISO/CD 17858**
Qualité de l'eau – "Determination of Co planar polychlorinated biphenyls – Method using gas chromatography and mass spectrometry"
 - NF EN ISO 15913**
« Dosage de certains herbicides phénoxyalcanoïques, y compris bentazones et hydroxybenzonnitriles, par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse après extraction en phase solide et dérivatisation ». Publication de la norme en cours.
- Questions diverses avec entre autres :
 - Présidence de la commission.
 - Création d'un site Web appelé «comité électronique» pour les travaux de la commission T91M.
 - Prochaine réunion.

Proposition de conduite à tenir :

Présidence de la commission : L'INERIS pourrait faire acte de candidature à la présidence de cette commission très importante pour les substances prioritaires de la directive cadre eau.

Toutefois, en tant que représentant de la DE, il nous faut l'accord de la direction de l'eau dans la mesure où cette mission nécessite des moyens supplémentaires qui seraient alors intégrés dans la convention INERIS-DE 2004.

Orientation des travaux de la commission : Les développements actuels en matière de méthodes analytiques portent pour une grande part sur des substances de faible hydrosolubilité, entrant dans la liste des substances prioritaires. Les travaux menés aussi bien à l'INERIS que dans d'autres organismes de premier plan au niveau international montrent la très grande importance du compartiment « solide », sédiments et matières en suspension, dans la connaissance de la contamination des milieux aquatiques par ces substances. Nous proposons donc de relayer en T91M la proposition déjà faite en T90A de création d'un groupe de travail sur le pré-traitement des échantillons chargés en MES.

(Cf. DRC/CHEN- MCo/03.0315 du 21/05/03).

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u>→DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : M.P. STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER,
Thème : Eaux – Micropolluants organiques/ T91M	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN /MSr/03.0556	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 15 octobre 2003

Réunion de normalisation : T 91 M- Eaux–Micropolluants organiques

Date et lieu : 30 septembre 2003 – AFNOR St Denis

Document(s) joint(s) : aucun

1. **Présidence de la commission :** Claude Hennequin souhaite quitter la présidence de la commission T 91M fin décembre 2003. Les candidatures écrites sont à faire parvenir à Laurence Thomas d'ici cette date. En dehors de l'animation de la commission, le précédent est sollicité par l'AFNOR pour la relecture des version françaises des normes internationales et pour le dépouillement des commentaires accompagnant le vote français à l'ISO.
2. **Projet PR NF T90-250** (Water quality - Determination of selected organo-tin compounds in sediments - Method by gas chromatography) : Les travaux sur cette norme ont été entamés à l'instigation du MEDD, et restent en suspens faute de certains compléments et d'un essai inter laboratoire.
Les compléments suivants seront apportés :
 - § « étalonnage externe » et § « purification sur Florisil » : par le CAR de Strasbourg
 - § « ASE » : déjà fourni, à intégrer par l'AFNOR,
 - § « CG/SM » semble à détailler plus en fonction de l'avancée de la technique, tâche néanmoins non attribuée.
 Présentation et organisation du protocole sur les essais inter laboratoires pour la validation du projet de norme PR NF T90-250. (cf. note de l'INERIS) : il y aurait 14 participants potentiels, dont seulement 5 sont des pratiquants réguliers.
Le texte sera finalisé à la réunion du 12/12/03, ainsi que le calendrier de l'inter laboratoire ; l'INERIS fournira un bulletin d'inscription d'ici fin novembre.
3. **Bilan sur les prochaines réunions de l'ISO TC 147/SC 2 à Cardiff** début octobre : se résume à la lecture du calendrier avec énoncé des participants ; aucune consigne.
4. **Synthèse et rappel des projets en cours comme :**
ISO/FDIS 15680
« Qualité de l'eau – Dosage par chromatographie en phase gazeuse d'un certain nombre d'hydrocarbures aromatiques monocycliques, du naphthalène et de divers composés chlorés par dégazage, piégeage et désorption thermique. »
Clôture du vote FDIS initialement prévu le 10/09/03 et reporté au 10/10/03. Examen des commentaires reçus et mise au point de la position française correspondante (*non examiné à Cardiff*).

ISO/CD 22032 :

« Qualité de l'eau – Dosage de certains éthers diphenyliques bromés dans les sédiments et les boues des eaux usées par extraction et GC-MS ». RAS (*non examiné à Cardiff*)

ISO/CD 1785 :

« Qualité de l'eau – Determination of Co planar polychlorinated biphenyls – Method using gas chromatography and mass spectrometry » : cette norme ne doit pas pouvoir remplacer l'ISO 6468, car elle est beaucoup plus lourde. Elle ne peut être allégée car l'emploi de 2 colonnes et d'un spectromètre à haute résolution reste impératif. Le protocole est calé sur une méthode EPA.. (*examiné à Cardiff, aucun expert français*)

NF EN ISO 15913 :

« Dosage de certains herbicides phénoxyalcanoïques, y compris bentazones et hydroxybenzonnitriles, par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse après extraction en phase solide et dérivatisation ». Publication de la norme en cours.

ISO 6468 :

« Qualité de l'eau. Dosage de certains insecticides organochlorés, des polychlorobiphényles et des chlorobenzènes. Méthode par chromatographie en phase gazeuse après extraction liquide-liquide » : un groupe ad hoc se réunira à Cardiff pour examiner les conditions de révision de ce texte qui arrive au bout de sa période de validité. Les experts français souhaitent l'intégration de la spectrométrie de masse. (*examiné à Cardiff*)

Travaux français : **XP T 90-130** : méthode d'analyse multi résidus orientée vers les pesticides. Travaux initiés il y a 5 ans, au point mort depuis trois ans. Malgré l'intérêt de ce document, il n'a pas été finalisé faute d'essai inter laboratoires. Les avis divergent sur l'opportunité de le finaliser en l'état, moyennant essai inter laboratoires pour ne pas perdre le travail fait, ou sur la nécessité d'introduire les avancées techniques acquises dans une version révisée, avant de relancer le processus normatif.

5. **Questions diverses avec entre autres :**

- Création d'un **site Web** appelé 'comité électronique' pour les travaux de la commission T91M : le sujet semble inéluctable, mais suscite peu d'enthousiasme aussi bien à l'AFNOR que de la part du président.
- Examen du **document AMPS** : l'ensemble des participants se montre peu motivé par un travail dans ce sens, malgré la demande sous tendue de production de données à un niveau non compatibles avec l'état de l'art.
- Opportunité de création d'un **GT « matières en suspension »** au sein de la commission T91 M.
Une prochaine réunion consacrera du temps à cerner les besoins, par rapport au cahier des charges RSDE et à l'avenant faisant mention d'une limite à 500 mg/l.

Prochaine réunion le 12 décembre 2003

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT</u> INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : M.P. STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER,
Thème : Eaux – Micropolluants organiques/ T91M	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN /MSr/03.0666	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 03 décembre 2003

Réunion de normalisation : T 91 M- Eaux–Micropolluants organiques

Date et lieu : 11 & 12 décembre 2003 – AFNOR St Denis

Document(s) joint(s) : aucun

Enjeux de cette réunion :

- Positionnement des **groupes AMPS & QS de l'EAF** par rapport à la directive cadre
- Prise en compte des **MES** : quelles actions engager ?
- Bilan sur les réunions de **l'ISO TC 147/SC 2 à Cardiff** début octobre.
- **Projet prNF T90-250** (Water quality - Determination of selected organo-tin compounds in sediments - Method by gas chromatography):
Examen de la dernière version du projet de norme pr NF T90-250 et présentation du protocole sur les essais inter-laboratoires pour la validation de ce projet. (présence de Mme G.Lespes, Université de Pau)
- Questions diverses :
 - Présidence de la commission
 - Prochaine réunion

Proposition de conduite à tenir :

Information sur la mise en place de la directive cadre : La réunion du 25/11/03 organisée par l'INERIS à l'ASIEM à Paris en présence de Mesdames Bordier et Golaszewki a montré que les laboratoires français spécialisés dans l'analyse de l'eau sont peu au fait du déploiement européen de la directive cadre. En particulier, les structures EAF, QS et AMPS leur sont pratiquement inconnues, et leur semblent ne pas s'inscrire dans leurs préoccupations. Il nous semble très important pour l'avenir que les laboratoires français puissent faire remonter des avis par le biais de la représentation nationale, c'est pourquoi une présentation sera réalisée par M.P. STRUB à partir de données fournies par M. COQUERY

Orientation des travaux de la commission : Les développements actuels en matière de méthodes analytiques portent pour une grande part sur des substances de faible hydrosolubilité, entrant dans la liste des substances prioritaires. Les travaux menés aussi bien à l'INERIS que dans d'autres organismes de premier plan au niveau international montrent la très grande importance du compartiment « solide », sédiments et matières en suspension, dans la connaissance de la contamination des milieux aquatiques par ces substances.

Nous proposons :

- de présenter à la commission ces données afin d'étayer la mise en œuvre de nouveaux travaux, peut-être transversaux, sur la séparation et la prise en compte des solides dans l'analyse des échantillons d'eau, et
- de suggérer un rapprochement avec la commission P16P.

Présidence de la commission : L'INERIS pourrait faire acte de candidature à la présidence de cette commission très importante pour les substances prioritaires de la directive cadre eau.

Toutefois, en tant que représentant de la DE, il nous faut l'accord de la direction de l'eau dans la mesure où cette mission nécessite des moyens supplémentaires qui seraient alors intégrés dans la convention INERIS-DE 2004.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u>→DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : M.P. STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER,
Thème : Eaux-Micropolluants organiques/T91M	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN /MSr/03.0709	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 23 décembre 2003

Réunion de normalisation : T 91 M- Eaux–Micropolluants organiques

Date et lieu : 11 & 12 décembre 2003 – AFNOR St Denis

Document(s) joint(s) : aucun

1. **Présidence de la commission** : Aucune candidature officielle n'étant parvenue à l'AFNOR le 11 décembre, le délai d'appel est repoussé à la fin 2003, pour décision lors de la première réunion non exceptionnelle de 2004.
2. **XP T 90-130** : méthode d'analyse multi résidus orientée vers les pesticides. Travaux initiés il y a 5 ans, au point mort depuis trois ans. Malgré l'intérêt de ce document, il n'a pas été finalisé faute d'essai inter-laboratoires. Les avis divergent sur l'opportunité de le finaliser en l'état, moyennant essai inter-laboratoires pour ne pas perdre le travail fait, ou sur la nécessité d'introduire les avancées techniques acquises dans une version révisée, avant de relancer le processus normatif. C. Hennequin souhaite laisser une situation nette sur ce dossier lorsqu'il quittera la présidence, c'est pourquoi une nouvelle réunion exceptionnelle spécifiquement dédiée à ce projet est programmée le **20 janvier 2004**.
3. **Dosage du glyphosate** : le dosage du glyphosate fait l'objet d'un GT à l'ISO, qui doit fournir un premier draft avant la fin de l'année, sous peine d'être dissous. Cette analyse concerne un herbicide très employé, mais réputé rapidement biodégradable, c'est pourquoi les travaux de normalisation internationale, sont restés en suspens. Cependant, il apparaît que ce composé est pris en compte dans la teneur maximale en pesticide admissible pour les eaux de ressources destinées à la production d'eaux de consommation. Deux principales méthodes sont employées, l'une par chromatographie en phase gazeuse après fonctionnalisation, l'autre par chromatographie liquide avec fonctionnalisation post colonne. Le laboratoire de Guidel se propose de rédiger un projet ISO sur la méthode par chromatographie en phase gazeuse qu'il pratique. L'INERIS indique que la méthode par chromatographie en phase liquide présente certains avantages en terme de manipulation de réactifs toxiques, et d'automatisation pour les grandes séries, et se porte candidat à la rédaction d'un projet national.
4. **Positionnement des groupes AMPS & QS de l'EAF** par rapport à la directive cadre : Exposé de MP. STRUB sur les instances impliquées dans le déploiement de la directive cadre au niveau européen, leur articulation avec les groupes AMPS et EQS, la composition et la nature des travaux de chaque groupe ; vue simplifiée du calendrier de mise en œuvre. Les laboratoires sont à nouveau incités à faire remonter des informations pouvant être utilisées pour définir la position française vis-à-vis des travaux de ces groupes. *Discussion houleuse au sujet des conditions de mise en œuvre de l'inventaire des substances dangereuses.*

- 5. Prise en compte des MES dans l'analyse des eaux :** en liaison avec le point 4, les MES paraissent de nature mal définie, et sont perçues par la majorité des présents comme des « sédiments en mouvements ». Ceci induit le rejet du thème de leur analyse vers une problématique de prélèvement et analyse du compartiment « sédiments » ou du compartiments « boues », cette dernière thématique étant du ressort de la commission P16P. Avant de conclure sur la nécessité de normaliser au niveau français, et sur la forme éventuelle des produits de sortie, les membres de la commission souhaitent être éclairés (par qui) sur la mise en **œuvre de ce point particulier de la directive cadre eaux dans les autres pays de l'Union.**
- 6. Projet PR NF T90-250** (Qualité de l'eau - Détermination de composés organo-étain sélectionnés dans les sédiments - Méthode par chromatographie en phase gazeuse).
Le projet amendé a été discuté en totalité. Il est maintenant utilisable pour la réalisation de l'essai inter laboratoires organisé par l'INERIS avec le concours de l'Université de Pau. Il sera transmis aux membres de la commission avant fin décembre, accompagné d'une note descriptive des conditions de déroulement de l'essai, et d'un formulaire d'expression d'intérêt, deux documents préparés par l'INERIS.
Le projet comporte encore quelques points à préciser : il est décidé que cela sera fait à la lumière des résultats de l'essai inter laboratoires.
- 7. Essai inter laboratoires « organo-étains » :** Voir point 6.
- 8. Bilan des réunions de l'ISO TC 147/SC 2 à Cardiff début octobre :** aucun bilan.

Prochaine réunion le 20 janvier 2004
(exceptionnelle « multirésidus »)

AFNOR

T 90 L

« MESURES EN CONTINU DANS L'EAU »

- Réunion du 05 mars 2003
- Réunion du 09 juillet 2003
- Réunion du 19 septembre 2003

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Christophe JOSSERAND	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Mesure en continu pour l'Eau / T90L	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC - 2IEN- CJo – 03.0031	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 19/03/2003

Réunion de normalisation : T 90 L Commission Mesures en continu pour l'eau

Date et lieu : 5 mars 2003 - AFNOR Paris

Document(s) joint(s) :

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

- **Approbation du compte rendu de la précédente réunion (4 décembre 2002).**
- **Discussion et élaboration du programme de travail et des priorités de la commission « Mesure en continu » pour les années 2003-2005.**
 - Norme « Mesure en continu - Spécifications » (priorité 1) :
 - jusqu'à septembre 2003 : poursuite de la rédaction du projet de norme. Relecture et remise en forme rédactionnelle,
 - septembre / octobre 2003 : Lancement de l'enquête probatoire,
 - début 2004 : publication de la norme.
 - Norme ISO 15839 « Qualité de l'Eau - Matériel d'analyse / capteurs directs de l'eau- Spécifications et essais de performance » :
 - validation de la position française sur l'ISO 15839,
 - lancement de l'enquête probatoire suite à la publication de l'ISO 15839,
 - publication de la norme NF ISO 15839 (2004),
 - déclinaison par paramètre du document ISO15839 - fin 2004 / début 2005 (priorité 4).
 - Fascicule de documentation : État de l'art de la mesure en continu (priorité 2) :
 - publication en début 2004 au plus près de la publication de la norme « Mesure en continu - Spécifications ».
 - Documentation technique de produits (capteurs /analyseurs) (priorité 3) : fin 2004
- **Poursuite de l'examen du projet de norme « Norme - Mesure en continu pour l'eau - Spécifications pour l'étude, la mise en œuvre et l'exploitation ».**

La commission a repris l'examen du document de travail (LN30) en ayant pour optique de le rédiger d'une façon plus « normative ». Ce travail de rédaction a été mené à partir du paragraphe 4. « Méthodologie pour l'utilisation de la mesure en continu ». Un sous-groupe d'experts de la Commission constitué de messieurs CECILE (Aquamétris), WACHEUX (Générale des Eaux) et JONCA (IRH) a été constitué, afin de revoir la rédaction des chapitres 1 à 4 du document dans une optique « spécifications ». La nouvelle rédaction sera présentée et soumise à l'avis des membres de la commission lors de la prochaine réunion le 11 juin 2003.

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u>→DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Christophe JOSSERAND	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Mesures en continu dans l'Eau – T90L	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-2IEN-CJo/JL-03.0050	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 04 juillet 2003

Réunion de normalisation : Mesures en continu dans l'Eau – T90L

Date et lieu : Le 09 juillet 2003 – AFNOR Saint-Denis

Document(s) joint(s) : Aucun

Enjeux de cette réunion :

1. Approbation du compte-rendu de la réunion AFNOR T 90 L tenue le 05 mars 2003.
2. Approbation du programme de travail et mise à jour du calendrier et des priorités.
3. Poursuite de l'examen du projet de norme « Mesure en continu pour l'eau – Spécifications pour l'étude, la mise en œuvre et l'exploitation » et du nouveau document réalisé par le groupe restreint (diffusion en cours de séance).

Proposition de conduite à tenir :

Participation active à l'examen du projet de norme en défendant, face aux constructeurs, les besoins et attentes des utilisateurs.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Christophe JOSSERAND	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Mesure en continu pour l'Eau – T90L	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-2IEN/CJo/03.0058	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 15 juillet 2003

Réunion de normalisation : T90L - Mesure en continu pour l'Eau

Date et lieu : 9 juillet 2003 – AFNOR Paris

Document(s) joint(s) : Aucun

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

- **Approbation du compte rendu de la précédente réunion du 05 mars 2003.**
- **Validation du programme révisé de travail et priorités de la Commission « Mesure en continu pour l'Eau » année 2003-2005.**
- **Analyse de la recherche bibliographique effectuée par l'AFNOR concernant les travaux menés sur la mesure en continu pour l'eau au niveau européen, Amérique du Nord et Australie.**

Il a été décidé de retenir et d'analyser 5 normes qui pourraient présenter un intérêt particulier pour la Commission T90L dans le cadre de ses travaux.

- Autriche : Normes M5893 et M5875,
- Espagne : Norme 77077,
- Etats-Unis : Norme ASTM D3864-96,
- Pays-Bas : Norme NPR 6650.

- **Poursuite de l'examen du projet de norme « Mesure en continu pour l'Eau - Spécifications pour l'étude, la mise en œuvre et l'exploitation ».**

La Commission a repris l'analyse du document de travail (LN32 révisé) en ayant pour objectif d'examiner la rédaction de plusieurs points proposés par Monsieur JONCA (IRH).

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u>→DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Christophe JOSSERAND	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Mesures en continu dans l'Eau – T90L	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-2IEN-CJo/JL-03.0065	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 15 septembre 2003

Réunion de normalisation : Mesures en continu dans l'Eau – T90L

Date et lieu : Le 19 septembre 2003 – AFNOR Saint-Denis

Document(s) joint(s) : Aucun

Enjeux de cette réunion :

4. Approbation du compte-rendu de la réunion AFNOR T 90 L tenue le 09 juillet 2003.
5. Bilan sur le programme de travail et présentation des travaux en cours.
6. Poursuite de l'examen du projet de norme « Mesure en continu pour l'eau – Spécifications pour l'étude, la mise en œuvre et l'exploitation ».

Proposition de conduite à tenir :

Participation active à l'examen du projet de norme en défendant, face aux constructeurs, les besoins et attentes des utilisateurs.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Christophe JOSSERAND	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Mesure en continu pour l'Eau – T90L	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-2IEN/CJo/03.0071	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 03 octobre 2003

Réunion de normalisation : T90L - Mesure en continu pour l'Eau

Date et lieu : 19 septembre 2003 – AFNOR Paris

Document(s) joint(s) : Aucun

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

- **Approbation du compte rendu de la précédente réunion du 9 juillet 2003.**
- **Norme ISO 15839 « Qualité de l'eau - Matériel d'analyse / capteurs directs pour l'eau - Spécifications et essais de performance »**

La norme NF ISO 15839 devrait être publiée dans quelques semaines. Suite à sa publication, une enquête probatoire sera lancée. La position de la Commission T90L, qui avait participé au vote ISO/DIS sur le projet ISO15839, est de l'accepter en vue de son homologation.
- **Fascicule de documentation : État de l'art de la mesure en continu**

Les 5 normes étrangères qui ont été retenues par la Commission ont été transférées à M. MONTFORT (École des Mines d'Alès) en vue d'élaborer une synthèse de ces documents. Cette synthèse sera présentée lors de la prochaine réunion de la Commission.
- **Examen du projet de norme « Mesure en continu pour l'Eau - Spécifications pour l'étude, la mise en œuvre et l'exploitation »**

La Commission a repris et terminé l'analyse du document de travail (LN38). Une lecture finale de ce projet aura lieu lors de la prochaine réunion de la Commission. L'objectif est de lancer l'enquête probatoire fin 2003 en vue de la publication de cette norme lors du premier semestre 2004.
- **Création du CTME (Centre Technique de la Mesure dans l'Eau)**

M. CECILE (président de la Commission) a informé la Commission de la création du Centre Technique de la Mesure dans l'Eau au mois de juillet à Alès. Le CTME a été créé à l'initiative de trois organismes : FABRILABO, représentant le GPM (Groupement des Professionnels de la Mesure), l'IRA (Institut de Régulation et d'Automatisme) et l'EMA (Ecole des Mines d'Alès). Placé sous la présidence de Patrick Hell d'Endress Hauser, il s'est fixé pour missions :

 - l'évaluation, la qualification, et la certification d'équipements et de méthodes de mesure, avec un accent particulier sur le développement de nouvelles procédures et méthodologies ;
 - la formation à la mise en œuvre des équipements ;
 - la diffusion des connaissances et la promotion de la mesure dans l'eau.

Certains constructeurs (SERES par exemple) ont d'ores et déjà exprimé leurs doutes sur la légitimité de ce centre pour la certification des appareils de mesures (dépendance CTME - constructeurs) et ont regretté que l'INERIS n'intervienne pas dans ce domaine comme cela est fait pour l'évaluation des appareils de mesures dans le domaine de la surveillance de la qualité de l'air (LCSQA).

▪ **Travaux de l'ISO/TC147 « Qualité de l'Eau »**

Suite à une concertation avec le DIN (Organisme de normalisation allemand) et avec l'appui de Catherine MOUTET (coordinatrice Grand programme de Normalisation Analyse de l'Eau à l'Afnor) il avait été envisagé de créer un groupe de travail à l'ISO pour l'application de la norme ISO15839 au niveau des paramètres. Les travaux de déclinaison par paramètre n'étant pas suffisamment avancés, cette démarche est reportée ultérieurement.

AFNOR

T 90 B

« BIOSURVEILLANCE DE L'ENVIRONNEMENT »

- Réunion du 24 juin 2003

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : E. THYBAUD	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Biosurveillance de l'environnement – T90B	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-ECOT/ETH/03DR204	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 30 septembre 03

Réunion de normalisation : T90B – Biosurveillance de l'environnement

Date et lieu : 24 juin 2003 - AFNOR

Document(s) joint(s) :

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

Les principaux points présentés ci-après sont relatifs aux travaux de la commission T95E – Ecotoxicologie – Domaine Ecotoxicologie aquatique.

Au niveau national

- Publication de la norme (XP T90-380) Détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* par les substances chimiques en présence de carbone organique sous forme d'acides humiques – Essai de toxicité aiguë.
- Norme XP 90-338-1 Qualité de l'eau – Détermination de la toxicité des sédiments d'eau douce vis-à-vis de *Hyalella azteca* en cours de publication.
- Projet de norme T90-339-1 Détermination de la toxicité des sédiments d'eau douce vis-à-vis de *Chironomus riparius* – Partie 1 – Sédiment naturel prochainement en enquête.
- Poursuite des travaux sur le projet de norme T90-386-1 Dosage de la vitellogénine chez le poisson par méthode ELISA compétitif – Partie 1 *Danio rerio* – Un essai circulaire comparatif organisé par INERIS pour l'OCDE est en cours. Les résultats de cet essai permettront d'amender le projet de norme.

Au niveau international

- Faiblesse des commentaires français concernant le projet ISO/CD 20281 (lignes directrices relatives à l'interprétation statistique des données écotoxicologiques).
- Difficulté concernant le projet ISO/CD 21-427 (évaluation de la génotoxicité par mesurage des micronuclés) du fait des réticences allemandes. Depuis le président du GT9 (génotoxicité) a fait une nouvelle proposition écartant le xénope et le pleurodèle au profit de la lignée cellulaire V79 (cellule ovarienne de hamster chinois) pour laquelle on peut se poser des questions en terme de pertinence pour l'environnement.

Point sur les financements

Au 20 juin, le montant des financements signés représente 68 793 euros pour un montant négocié de 120 820 euros. Dans ces conditions il sera sûrement difficile d'équilibrer le budget 2003 de la commission. Pour 2004, des difficultés encore plus grandes sont à prévoir du fait de l'incertitude concernant le renouvellement des financements INERIS à la hauteur de ceux de 2003.

AFNOR

T 95 E

« ECOTOXICOLOGIE »

- Réunion du 06 mars 2003
- Réunion du 09 septembre 2003
- Réunion du 09 décembre 2003

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Véronique POULSEN	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Qualité de l'Eau/ T 95E	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-ECOT/VPe/03DR148	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 4 juillet 2003

Réunion de normalisation : T 95E – « Qualité de l'Eau – Ecotoxicologie aquatique »

Date et lieu : 6 mars 2003 – AFNOR Paris

Document(s) joint(s) : Aucun

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

◆ **Norme Vitellogénine Danio**

Des essais circulaires sont en cours dans le cadre de l'OCDE. 21 laboratoires participent à ces essais organisés par l'INERIS. Les résultats seront récupérés en avril-mai 2003. D'ici là, la norme est en attente de façon à pouvoir intégrer d'éventuelles modifications.

◆ **Norme NF EN ISO 8692 (algues)**

Dans le cadre de la révision de cette norme, un certain nombre de commentaires avaient été effectués par l'INERIS et n'avaient pas été pris en compte dans la version précédente. Ces commentaires concernent notamment les critères de validité basés sur les variations de pH qui ne nous semblent pas fondés, le critère de croissance des algues qui nous semble trop faible et qui, en l'état, n'est pas sélectif... Nous avons donc proposé un vote négatif avec commentaires pour la version finale.

◆ **Norme XP T90-380 (Daphnies acides humiques)**

Cette norme est approuvée avec un statut de norme expérimentale. Elle sera révisée en 2005. Une modification va être apportée sur la version finale : les avertissements vont être mis en valeur de façon à ce que cette norme ne soit pas utilisée dans le cadre des dossiers de notification.

◆ **Norme XP T90-338-1 (Hyaelles)**

Cette norme était soumise à enquête. Elle est approuvée en intégrant les commentaires qui ont été faits.

◆ **Projet de norme sur Chironomes**

Un certain nombre de précisions techniques sont à apporter par le Cemagref concernant le déroulement des essais décrits, et notamment en ce qui concerne l'alimentation des organismes pendant la durée des essais.

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : V. POULSEN	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Qualité de l'Eau/ T 95E	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN /V. Poulsen/03DR186	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 8/09/03 (non envoyé)

Réunion de normalisation : T95E – Ecotoxicologie aquatique

Date et lieu : 9 septembre 2003 – Afnor, St Denis

Document(s) joint(s) : Aucun

Enjeux de cette réunion :

Faire le point sur l'avancée de deux normes : Dosage de la vitellogénine chez le poisson – Toxicité des sédiments vis-à-vis de *Chironomus riparius*.

Préparer la réunion ISO de Cardiff de début octobre :

- Voter sur deux normes : Essai algues avec des substances difficiles – Essai sur algues marines
- Désigner la délégation française et définir la position française sur les points inscrits à l'ordre du jour
- Point sur le votre concernant la norme « statistiques » ISO 20281

Proposition de conduite à tenir :

Nous avons quelques remarques techniques concernant la norme algues ISO pour les substances difficiles.

Nous avons des informations complémentaires à fournir à propos de la norme *Chironomus riparius*, suite à des essais que nous avons réalisés pendant l'été.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Véronique POULSEN	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Qualité de l'Eau/ T 95E	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-ECOT/VPe/03DR200	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWSKI
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 22 septembre 2003

Réunion de normalisation : T 95E – « Qualité de l'Eau – Ecotoxicologie aquatique »

Date et lieu : 9 septembre 2003 – AFNOR Paris

Document(s) joint(s) : Aucun

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

◆ **Norme Vitellogénine Danio**

Des essais circulaires ont été réalisés et l'INERIS est en train d'analyser les résultats. De manière générale, il y a de grandes disparités des résultats selon les méthodes utilisées. La commission propose donc que, dans le cadre de l'Afnor, cette méthode soit proposée comme méthode de référence en France. Par contre, des critères de validité devront être définis de façon à pouvoir intégrer d'autres méthodes ultérieurement.

◆ **Norme ISO 20281 - Statistiques**

Des commentaires ont été faits par de nombreux pays, dont la France. A l'INERIS, nous avons proposé que la norme soit plus centrée autour de son utilisation et par conséquent autour du chapitre 8 qui doit plus être mis en évidence. D'autre part, il nous semble qu'elle ne répond pas pleinement aux attentes des utilisateurs car certaines questions restent en suspend ; par exemple, le nombre de réplicats à mettre en place lors de la réalisation des différents essais, nécessaires pour le traitement optimal des résultats, n'est pas explicité. Nous pensons que cette norme doit avant tout vivre et doit être utilisée. Si des explications spécifiquement tournées vers les utilisateurs ne sont pas rajoutées, elle ne le sera pas.

La commission a adopté le fait que cette norme soit publiée sous forme de Spécification Technique.

◆ **Projet de norme sur Chironomes**

Le Cemagref n'a pas avancé sur la révision de cette norme.

L'INERIS a réalisé, depuis la dernière réunion, des essais afin de revoir les critères de validité. En effet, le Cemagref proposait une taille de fin d'essai pour les lots témoins qui n'est pas systématiquement obtenue par les autres laboratoires. Nous avons donc proposé, en fonction des résultats que nous avons obtenus sur une série d'essai, de diminuer la taille minimale des chironomes témoins en fin d'essai. Le Cemagref doit à présent intégrer les résultats obtenus dans les différents laboratoires afin de proposer un nouvel intervalle.

◆ **Vote sur la norme ISO CD 14442 (essais algues avec les substances difficiles)**

Nous proposons un vote positif avec les commentaires principaux suivants :

- Intégrer les méthodes de double flaconnage pour les substances colorées : ces essais sont couramment utilisés pour la réalisation des dossiers de notification des substances nouvelles et il serait nécessaire d'accorder les normes expérimentales avec la réglementation en vigueur en Europe.
- L'INERIS se pose une question concernant la concentration en MES, tampon pouvant être utilisé pour stabiliser le pH. Nous allons réaliser des essais complémentaires afin de vérifier si la concentration proposée est compatible avec le développement des organismes.

◆ **Vote sur la norme ISO CD 10253 (essais algues marines)**

Nous proposons un vote positif avec les commentaires principaux suivants :

- Dans les définitions, il faudrait ajouter « mixture ».
- Supprimer l'INERIS de la liste des fournisseurs.

◆ **Désignation la délégation française à l'ISO et définition de la position française sur les points inscrits à l'ordre du jour**

Deux experts de l'INERIS participeront aux réunions des groupes de travail :

- Hélène Magaud au groupe de travail 10.
- Véronique Poulsen aux groupes de travail 1, 2, 3, 4, 5 et 9.

La position française sur les principaux points à l'ordre du jour a été définie. Le détail est cité dans la fiche référencée 03DR201 (compte rendu avant réunion de l'ISO du 2 au 10 octobre 2003).

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Véronique POULSEN	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER,
Thème : Qualité de l'Eau/ T 95E	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-ECOT/VPe/03DR292	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 22 décembre 2003

Réunion de normalisation : T 95E – « Qualité de l'Eau – Ecotoxicologie aquatique »

Date et lieu : 9 décembre 2003 – AFNOR Paris

Document(s) joint(s) :

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

◆ **Vote sur le projet de norme sur Chironomes**

Le dépouillement des commentaires relatifs à cette norme a été réalisé pendant la réunion. Seul l'INERIS avait fait des commentaires. Le projet a été accepté avec des modifications.

◆ **Vote sur la norme NF ISO 20079 (lentilles)**

Deux participants à la réunion ont fait des commentaires sur cette norme, dont l'INERIS. Le vote a été négatif de façon à ce que les commentaires puissent être pris en compte. Cette norme sera intégrée dans le catalogue de l'Afnor. La norme française existant sur ce sujet sera donc annulée et remplacée.

◆ **Vote sur la norme ISO 16712 au stade DIS (amphipodes marins)**

Le vote a été positif, sans commentaires. Seul IFREMER s'est prononcé sur cette norme, étant le seul à avoir les compétences techniques pour le faire.

◆ **Bilan de la réunion ISO du TC 147**

V. POULSEN a fait le point des relevés de décision prises à la réunion ISO d'octobre dernier, suite au compte rendu qu'elle avait transmis à l'Afnor.

ISO 147

SC 5

« METHODES BIOLOGIQUES »

- Réunion du 06 - 10 octobre 2003

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : V. POULSEN	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET
Thème : Qualité de l'Eau – ISO/TC 147/SC 5	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN /V. Poulsen/03DR201	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 22/09/03

Réunion de normalisation : ISO/TC 147/SC 5

Date et lieu : 2 au 10 octobre 2003 – Cardiff (Pays de Galle)

Document(s) joint(s) : Aucun

Enjeux de cette réunion :

Soutenir la position française sur les points techniques à l'ordre du jour lors de la réunion ISO de Cardiff.

Les points principaux sont les suivants :

- **WG 2 : Invertébrés** : les essais avec solvant peuvent être réalisés en tenant compte d'un certain nombre de paramètres :
 - Les concentrations d'essai doivent contenir la même concentration de solvant.
 - C'est le témoin solvant qui sert de référence pour la détermination des effets et non le témoin blanc.
- **WG 3 : Poissons**

La norme danio ISO 7346, lors de sa révision, fusionnera les deux parties (statique et semi-statique). D'autres espèces sont susceptibles d'être proposées. La France ne souhaite pas voir introduites d'espèces marines. D'autres espèces d'eau douce peuvent être introduites sous réserve qu'elles soient faciles à se procurer et que les conditions d'essai soient parfaitement spécifiées dans la norme.
- **WG 5 : Végétaux aquatiques**
 - **NORME ISO 8692 (Algues)** : la France maintien son avis négatif sauf si les commentaires effectués au stade DIS ont été pris en compte.
 - **VOTE SUR LA NORME ISO CD 14442 (essais algues avec les substances difficiles)** :
 - ✓ Intégrer les méthodes de double flaconnage pour les substances colorées : ces essais sont couramment utilisés pour la réalisation des dossiers de notification des substances nouvelles et il serait nécessaire d'accorder les normes expérimentales avec la réglementation en vigueur en Europe.

✓ L'INERIS se pose une question concernant la concentration en MES, tampon pouvant être utilisé pour stabiliser le pH. Nous allons réaliser des essais complémentaires afin de vérifier si la concentration proposée est compatible avec le développement des organismes.

→ **VOTE SUR LA NORME ISO CD 10253 (essais algues marines) :**

- ✓ Dans les définitions, il faudrait ajouter « mixture ».
- ✓ Supprimer l'INERIS de la liste des fournisseurs.

• **WG9 : Génotoxicité**

ISO 16240 (test d'Ames applicable aux effluents) : la France est opposée à ce projet, le test d'Ames par fluctuation étant plus adapté pour tester les effluents.

ISO 21427 (micronoyaux) : le texte concernant les pleurodèles a disparu et a été remplacé par des cultures cellulaires. Il y a un problème à creuser.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Véronique POULSEN	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER,
Thème : Méthodes Biologiques	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-ECOT/VPe/03DR234-ISO-TC147-SC5après	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 3	Date d'envoi : 20 octobre 2003

Réunion de normalisation : ISO/TC 147/SC 5 – Working Groups 1-2-4-5-9

Date et lieu : 2 au 10 octobre 2003 – Cardiff (Pays de Galle)

Principaux points de discussion et relevé de décisions

WG 1 : BACTERIES ET WG 4 : BIODEGRADABILITE

Les WG 1 et 4 fusionnent pour devenir le WG 1 : Toxicité vis-à-vis des bactéries et biodégradabilité

- **ISO 8192 : Inhibition de la consommation de l'oxygène** : proposition de suppression de la partie 1 de cette norme, en raison de sa non utilisation. En outre, cette partie est actuellement couverte par l'OCDE. Une version au stade CD va être soumise au vote.
- **ISO 9509 : Inhibition de la nitrification** : Un essai inter laboratoire va être réalisé avant fin juillet 2004. L'annexe C proposée par la Grande-Bretagne, relative aux cultures isolées de bactéries, fera l'objet d'une méthode séparée et ne sera pas incluse dans la norme actuelle.
- **ISO 11348 : Microtox** : l'Allemagne va réviser cette norme et proposer une nouvelle version qui sera soumise au vote au stade CD avant fin décembre. Les commentaires éventuels doivent être envoyés à Hans Pluta.
- La **méthode flash** proposée par la Finlande fera l'objet d'un nouveau sujet de travail (pour l'instant à un stade préliminaire : pas d'inscription officielle). Une nouvelle version du document technique sera diffusé par la Finlande avant fin décembre. Un essai inter laboratoire sera effectué plus tard.
- **ISO 15522 : Inhibition de la croissance des microorganismes de boues activées** : mise à jour nécessaire sur plusieurs points. L'Allemagne fera une proposition pour une nouvelle version avant avril 2004. Elle devra fournir également des données concernant les résultats issus de la méthode ayant subi quelques modifications (ex : la capacité tampon du milieu sera augmentée afin d'éviter une variation trop importante du pH qui rend difficile le calcul de la courbe de croissance). Les données de l'essai inter laboratoire précédent seront reprises pour effectuer les calculs sur la base du taux de croissance au lieu de la biomasse. Si les données ne peuvent être retrouvées, un nouvel essai inter laboratoire sera organisé.
- **ISO 15462 : Sélection de tests de biodégradabilité** : Spécification technique consistant à regrouper les méthodes existantes. Envoyer les commentaires éventuels à Udo Pagga avant fin novembre pour vote du document CD.
- Suite au départ à la retraite courant 2004 de M. Pagga, un nouvel animateur allemand a été nommé.

WG 2 : INVERTEBRES

- **Nomination du nouvel animateur** du WG : Hans Pluta (Allemagne)
- **ISO 16712 : Toxicité aiguë de sédiments marins ou estuariens vis-à-vis des amphipodes** : En cours de révision. Préciser dans les commentaires nationaux si la liste des espèces pouvant être utilisées dans l'essai doit être une liste informative (permettant de réaliser l'essai sur d'autres espèces) ou normative (obligeant à utiliser une des espèces présentes). Les pays peuvent demander à rajouter des espèces en précisant les caractéristiques des organismes proposés.
- **ISO 50665 : Toxicité chronique vis-à-vis des cériodaphnies** : Aucune nouvelle version n'a été reçue à l'ISO depuis les commentaires émis par les autres pays. S'il n'y a pas de nouvelle version d'ici fin 2003, l'ISO supprimera cette norme. Je me suis engagée pour la France à fournir une version intégrant les commentaires essentiellement canadiens et allemands avant fin décembre. Si le Cemagref le souhaite, je peux reprendre la responsabilité de ce projet. Une nouvelle version du stade CD circulera pour commentaires avant fin février 2004.
- **ISO 20666 : Toxicité chronique vis-à-vis de Brachionus** : Une nouvelle version avait été envoyée à l'ISO par C. Gancet. Les pays doivent faire des commentaires et les lui envoyer avant fin décembre avant le passage au stade DIS.
- **Rapport Technique CEN TC308/WG1/DOC 647-1 (issue 5) : Protocole pour la réalisation d'essais interlaboratoires** : Il est demandé aux pays membres de collecter toutes les données provenant d'essais d'intercalibration, notamment concernant les essais daphnies, de façon à introduire ces données dans les futures versions des différentes normes.
- **Document ISO/TC 147/SC5 N 0383 : Utilisation des solvants** : Aucune discussion n'a été engagée lors de la réunion. Les participants préfèrent demander que des discussions soient effectuées en commun avec les autres groupes de travail de façon à avoir une réflexion commune.

WG 3 : POISSONS

- **ISO 23893-1 : Mesures biochimiques et physiologiques sur poissons – Partie 1 : Echantillonnage** : Les commentaires doivent être envoyés à l'animateur (Dave Göran, Suède). Le stade CD circulera dans 3 mois.
- **ISO 23893-2 : Mesures biochimiques et physiologiques sur poissons – Partie 1 : Dosages EROD** : Les commentaires doivent être envoyés à l'animateur. Le stade CD circulera dans 3 mois. Il a été noté la nécessité d'effectuer un essai d'intercalibration, qui sera pris en charge par l'Allemagne (Hans Pluta et Peter Hansen). Il débutera en 2004 de façon à disposer des résultats en juin 2005.
- **ISO 7346 : Toxicité aiguë vis-à-vis des poissons** : Les parties 1 et 2 vont fusionner. La partie 3 va être supprimée. Les deux types de poissons (d'eau douce et marins) resteront dans la même norme. Les modifications techniques concernant l'utilisation des poissons marins par rapport aux poissons d'eau douce apparaîtront sous forme de notes. Les milieux concernant les espèces marines doivent être transmis à l'animateur par les utilisateurs. Les commentaires sur le projet de révision doivent être envoyés à l'animateur du groupe de travail. Une version révisée circulera dans les semaines ou mois à venir.
- **Essais sur œufs de poissons** : L'Allemagne n'a pour le moment travaillé que sur danios. Leur proposition concerne les échantillons de type effluents et eaux usées. Ils refusent d'utiliser cette méthode pour les substances chimiques, les corrélations entre les CL50-96h adultes et les CL50-48h œufs ne sont satisfaisantes que pour 60 à 70 % des substances testées (il y a un problème avec les polymères notamment). Les canadiens ont confirmé en proposant un autre modèle : la truite arc-en-ciel (essai de 7 jours). Ils estiment qu'il y a un manque de données disponibles pour ajouter d'autres espèces et que les substances doivent être traitées par l'OCDE. La proposition de norme, qui sera fournie avant la prochaine réunion, sera en deux parties : 1-Danios ; 2-Truites.

ISO 147

SC 5 « METHODES BIOLOGIQUES »

WG10 « METHODES STATISTIQUES »

- Réunion du 11 février 2003
- Réunion du 06 - 10 octobre 2003

Report of the meeting of ISO TC147/SC 5/WG 10 and OECD Expert Group for the development of a Guidance Document on Statistical Analysis of Ecotoxicity Data

February 11th and 12th, 2003 - France

**AFNOR
11 av. Francis de Pressensé
93571 Saint Denis La Plaine Cedex**

Countries represented : Denmark, France, Germany, The Netherlands, United Kingdom, United States.
Presence of a representative from OECD

LIST OF PARTICIPANTS

Bödeker Wolfgang – Germany
Chapman Peter - United Kingdom
Damman Martina – Germany
Green John W. - United States
Hartless Christine - United States
Jager Tjalling – Netherlands
Kooijman Bas – Netherlands
Magaud Hélène – France
Nyholm Niels –Denmark
Slob Wout – Netherlands
Springer Tim - United States
Toda Esaku- OECD
Vindimian Eric – France

RESOLUTIONS

Paris 1. The working group recognises that document N18 is not a comprehensive guidance document but is a very useful first step in achieving guidance to the ecotoxicologists. It agreed to forward N18 to ISO TC147/SC5 as a committee draft and to submit it to OECD as a draft guidance document.

Paris 2. The group acknowledge the fact that there is a need for a separate document giving some advice to guideline writers and regulators

This will include information on :

- experimental design
- the use of confidence intervals
- hormesis
- family wise error rates
- power and confidence interval in non parametric test
- the use of statistical test for checking assumption
- the problem of ties
- and all the issues in the “discussion chapter”

Paris 3. As some technical points have not been completely handled in the current document due to lack of time, the group acknowledge that some additional discussion should be dealt with in the future. As a non limited list is:

- limit test
- the issue of weighting the data
- replicated of dose groups

Depending on the comments received from OECD and ISO after the circulation of the draft, these will be included either in the next draft or in the future separate document.

Paris 4. The group acknowledge the fact that a two days joint OECD meeting should be held in Cardiff (October 2nd – 10th, 2003 in conjunction to ISO TC147 meeting) in order to discuss the documents received from both organisation at that time. The convenor of the group will organise this meeting with ISO and OECD.

Paris 5. As the draft should be send by the convenor to both ISO and OECD on April 1st, the following agenda has been decided:

- the convenor will send the modified document, according to what has been said during the meeting, to the meeting attending people, in a form such that modifications will be apparent on February 14th.
- the part of text in yellow will need proposals from anybody in the group.
- All the writers of the different part of the document are asked to send their modifications for March 8th.
- The convenor will prepare a new version of the document and send it to the group for last modification on March 19th.
- Final comments will be accepted by March 29th.

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u>→DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : H. Magaud	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER,
Thème : Analyse Statistique des données d'écotoxicologie/ TC147/SC5/WG10	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN/HMa/03.0231	Copies (correspondant technique) : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 15 octobre 2003

Réunion de normalisation : ISO TC 147/SC5/WG10 – Qualité de l'eau- Méthodes biologiques- Statistiques et OCDE "préparation d'un document guide pour l'analyse statistique des données d'écotoxicologie"

Date et lieu : 6 octobre 2003 suivi du 7 et 8 octobre 2003 à Cardiff (UK)

Les deux réunions étaient animées par H. Magaud (INERIS).

Enjeu : Faire en sorte que le document soit plus facilement utilisable et soit publié assez rapidement.

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

Il a été acté par le WG10 que ce document serait une spécification technique et non une norme à proprement parler. De ce fait il sera plus rapidement publié. Par ailleurs il a été acté que les documents ISO et OCDE sur le sujet devaient rester aussi proche que possible. Les décisions techniques prises lors de la réunion ISO sont résumées dans les résolutions de la réunion (disponibles).

La réunion a été suivie d'une réunion de deux jours organisée par l'OCDE afin de résoudre les questions techniques permettant de faire évoluer le document. Le programme concernant ce document est le suivant : prise en compte des commentaires et modification du document pour envoi en mars d'un draft à l'ISO pour commentaires en tant que spécification technique et à l'OCDE pour discussion lors de la prochaine réunion des coordinateurs nationaux en mai 2004.

ISO 147

SC 2 « METHODES D'ANALYSES CHIMIQUES »

- Réunion du 02-10 octobre 2003

NORMALISATION CYCLE DE L'EAU

PARTICIPATION DE L'INERIS AUX GROUPES DE TRAVAIL DU SOUS-COMITE N° 2 DE L'ISO/TC 147	
Rédacteur : Anne MORIN / Marie-Pierre STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUX – P. GUETTIER
Thème : Sous-comité : Qualité de l'eau méthodes physiques, chimiques et biochimiques	Destinataire entité pilote : DIREN Haute Normandie : P. FERLIN
Réf. INERIS DRC/CHEN-AMo/03.0686	Copies : Mme G. GOLASZEWKI
Nombre total de pages : 6	Date d'envoi : 22 décembre 2003

Réunion de normalisation : ISO TC 147 SC 2 Qualité de l'eau

Date et lieu : CARDIFF – ROYAUME -UNI : 2 au 10 octobre 2003

Document(s) joint(s) : Résolutions de chacun des groupes de travail (envoyées par courrier)

Préambule : Aucun des groupes n'est animé par la France dans le SC 2 (méthodes d'analyses chimiques). La France apparaît souffrir d'un réel sous investissement en matière de normalisation internationale dans le domaine de l'eau par rapport aux pays tels l'Allemagne, les Pays Bas, la Grande Bretagne, et même les pays nordiques.

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

1 – Participation aux réunions des représentants de la direction de l'eau (A.MORIN / M.P. STRUB)

- Groupe ad' hoc ISO 6468
- GT 17 : Phénols
- GT 19 : HAP
- GT 32 ICP / MS
- GT 44 : Organo-étains
- GT 46 : Phtalates
- GT 48 : Précision
- GT 49 : Bromophényléthers (diphényléthers bromés)
- SC 2 : Réunion générale du sous comité de l'ISO TC 147 , « Qualité des eaux : méthodes physiques, chimiques et biochimiques »

La réunion du GT 15 Produits pétroliers / indice d'hydrocarbures totaux a été remplacée par celle du groupe ad' hoc sur l'opportunité d'une révision de la norme ISO 6468, aucune activité n'étant jugée nécessaire pour les hydrocarbures totaux depuis la parution de la norme ISO 9377-2.

Commentaires INERIS : *en France, l'utilisation de la NF T 90-114 utilisant l'extraction au CCl₄ et l'analyse infrarouge est toujours d'actualité. L'INERIS a décidé de ne plus utiliser cette norme à cause de la toxicité du solvant et a choisi la norme ISO 9377-2 avec extraction hexane et analyse par GC. Il existe des différences entre les résultats obtenus selon ces 2 méthodes. La norme NF T 90-114 prend en compte les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques contenus dans l'échantillon alors que la norme ISO 9377-2 ne prend pas en compte les aromatiques. Des résultats comparables peuvent être obtenus en combinant l'analyse des hydrocarbures aliphatiques selon la norme ISO et le dosage des BTEX par chromatographie en phase gazeuse.*

Une révision de l'arrêté d'agrément (12 novembre 1998) des laboratoires prestataires en analyse des eaux pour le contrôle environnemental paraît de ce point de vue à envisager.

→ **Groupe ad'hoc : Révision quinquennale de la norme ISO 6468** : « *Qualité de l'eau - Dosage de certains insecticides organochlorés, des polychlorobiphényles et des chlorobenzènes - Méthode par chromatographie en phase gazeuse après extraction liquide-liquide.* »

Coordinateur : Paul Frintrop (Pays Bas)

A l'occasion de cette révision, tous les membres souhaitent que soit prise en compte la technique CG/SM, qui est largement répandue dans les laboratoires pour ce type d'analyses. Certains souhaitent élargir le domaine d'application à tous les composés chlorés faisant l'objet d'une réglementation.

Toutefois, l'élargissement du domaine d'application à plusieurs techniques et à un nombre de substances notablement plus important risque d'entraîner des difficultés de validation.

Il convient de définir exactement le besoin : est-ce de normaliser une méthode de dosage de l'hexachlorobutadiène (auquel cas la méthode actuellement décrite par l'ISO 6468 convient très bien, et il suffit de faire une validation sur le composé), ou est-ce de normaliser une méthode par CG/SM, et pourquoi ?

La discussion a mis en évidence la dualité entre le concept de **classe chimique** (les PCB par exemple), au sujet duquel on peut développer des méthodes dédiées, et le concept d'**effet d'usage** (les pesticides, par exemple), au sujet duquel plusieurs techniques analytiques seront à combiner, et donc aucune normalisation globale envisageable.

Le projet de norme français NF T 90-130 (méthode multi-résidus) semble difficile à élargir à l'international compte tenu des pratiques actuelles de l'ISO (une norme, une méthode).

Un accord est trouvé sur la nécessité de définir **une** méthode analytique par CG/SM pour les composés apolaires volatils et semi-volatils dans les eaux résiduaires, de surface, de ressource, de boisson, au regard du travail induit par les nouvelles réglementations.

Il s'agit d'un texte nouveau, qui n'écrasera pas la norme ISO 6468 actuelle, celle-ci restant utilisable dans le domaine d'application qu'elle recouvre.

Le domaine d'application du nouveau texte sera défini en fonction de classes chimiques, et validé sur des composés représentatifs de chaque classe, la représentativité étant *a minima* définie comme l'appartenance à un texte réglementaire.

Le groupe ad hoc souhaite donc être institué en WG (groupe de travail). Un WD (document de travail) sera élaboré par les Pays-Bas, diffusé de manière à permettre la demande d'un nouveau sujet de travail lors de la prochaine réunion du SC2 prévue en 2005.

→ **GT 17 : Phénols** :

Coordinateur : Ernst Stottmeister (Allemagne)

Projet ISO / CD 18857-1 : « *Qualité de l'eau - Détermination de certains alkylphénols : Partie 1 : Méthode pour des échantillons non filtrés par extractions liquides, liquid et GC / MS.* »

Projet F.DIS bientôt soumis au vote des pays membres.

Les commentaires sur la version française ont été transmis par erreur par l'AFNOR : le coordonnateur demande aux experts français de bien vouloir assister l'AFNOR pour amender la traduction.

Le GT 17 propose que l'extension à l'extraction solide par SPE avec un domaine d'application qui pourrait inclure de bisphénol A et quelques alkylphénols éthoxylés fasse l'objet du WD 18857-2, qui sera communiqué à tous les participants pour discussion lors de la prochaine réunion, en vue de la demande d'un « new working item » si le projet est assez avancé.

Il n'est pas possible d'y inclure la méthode LC/MS produite par l'Allemagne car une norme ISO ne peut traiter que d'une technique. La majorité des représentants juge d'ailleurs la normalisation de cette technique prématurée.

La délégation japonaise produit un document concernant une *Méthode de détermination de certains alkylphénols pour des échantillons non filtrés par entraînement à la vapeur et GC / MS* permettant la reconnaissance de certains isomères spécifiquement toxiques dont elle souhaite faire un « new working item ».

Commentaires INERIS : *La préparation des échantillons n'est pas sans rappeler la mesure de l'indice phénol.*

→ **GT 19 : HAP :**

Coordinateur : Paul Frintrop (Pays Bas)

Le GT 19 avait demandé aux experts de fournir à l'animateur des informations sur la détermination des HAP après extraction en phase solide (SPE), qui ont été fournies et devraient être intégrées rapidement dans les textes.

Concernant l'éventualité d'un projet sur le dosage des HAP par GC/MS, des précisions sur la technique SM sont rendues nécessaires par la progression de cette technique depuis le démarrage des travaux en 1997.

L'examen des directives eaux de boisson et environnement ont montré une différence d'appellation des HAP pour la même molécule : le lien dans les normes est assuré par leur n° CAS.

La réunion, très dense, conduit à 4 résolutions techniques portant sur :

- Les **matrices** visées : de l'avis général, il y a une forte demande sur les eaux résiduaires, non couvertes actuellement : la méthode doit s'appliquer principalement à cette matrice, et doit ensuite pouvoir se décliner aux autres types d'eaux ;
- En corollaire, l'efficacité des méthodes de prélèvement et d'extraction sur les **eaux chargées en MES** : des travaux sont en cours dans plusieurs pays, dont la France, et seront remontés au coordonnateur d'ici avril 2004. A cette occasion, il a été mis en lumière que l'usage du dichlorométhane comme solvant d'extraction, banni pour des raisons de sécurité et d'environnement, n'avait en réalité cessé qu'en Allemagne. Le Danemark et les Pays-bas affirment sa supériorité technique sur l'hexane ;
- L'usage de traceurs (et/ou marqueurs isotopiques) : la quantification des HAP par GC/MS ne peut s'envisager qu'en présence d'un étalon rajouté dès le début du processus d'extraction, permettant de contrôler le bon déroulement de chaque étape ;
- Les substances réglementées étant de plus en plus nombreuses, toutes les méthodes analytiques doivent être conçues comme « pluri-substances » : il est donc judicieux d'envisager l'extraction simultanée des PCB et des HAP.

Commentaires INERIS :

Les points techniques débattus au cours de cette réunion sont fortement liés aux programmes de travail proposés par l'INERIS à la direction de l'eau à savoir : étude de l'influence des MES sur les résultats de mesures, étude de la rationalisation des techniques analytiques pour diminuer les coûts d'analyse,...

→ **GT 32 : ICP / MS**

Coordinateur : Ulrich Borchers (Allemagne)

ICP / MS

Le projet ISO / DIS 17294-1 : « guide pour l'utilisation de l'ICP/MS » sera modifié en accord avec les commentaires discutés au cours de la réunion qui fait suite à l'enquête DIS. La nouvelle version sera proposée avant fin décembre 2003 et les commentaires finaux des experts du groupe GT 32 devront parvenir avant le 28 février.

La partie 2 de la norme ISO 17294 sur la détermination de 62 éléments a déjà été publiée (2003).

ICP optique

La révision quinquennale de la norme ISO 11885 a conduit à l'élaboration par l'Allemagne d'un document ISO/WD 11885 qui a été longuement discuté lors de la réunion. Certains commentaires liés au domaine d'application et à la préparation des échantillons avant analyses (pour avoir des méthodes de préparation uniformes pour les 3 techniques analytiques concernant les métaux : ICPOES, ICPMS et AAS), seront pris en compte dans le document qui va être révisé et proposé aux experts avant la fin décembre 2003 pour commentaires avant fin mars 2004.

Un essai inter laboratoire sera organisé sur un petit nombre d'éléments au stade DIS du document car les essais de la version de 1998 sont très anciens et la technique a beaucoup progressé.

Le GT 32 demande le changement de nom du groupe de travail et propose : « techniques ICP ».

Commentaires INERIS :

Les normes ISO 15587-1 et ISO 15587-2 de préparation des échantillons d'eaux propose un domaine d'application pour des eaux chargées jusqu'à 20 g/L. Cette valeur est évidemment très importante et il est difficile de continuer à appeler une telle matrice, une eau. Ces méthodes mériteraient d'être testées sur de telles quantités de MES (pour mémoire, la définition des boues commence à partir de 1 g/L).

Cependant, ces méthodes existent et les 3 normes permettant l'analyse des métaux dans les eaux :

ISO 15586 (absorption atomique),

ISO 11885 (en révision : ICP optique),

ISO 17294 (ICP masse),

décrivent chacune des pré-traitements des eaux légèrement différents (dissous, particulaire et total) alors que le résultat ne devrait en aucun cas dépendre des techniques de pré-traitement indépendantes de la technique analytique.

L'INERIS a proposé une réflexion sur ce thème à l'AFNOR afin que la normalisation ISO considère cette remarque liée à la préparation des échantillons d'eaux en amont de l'analyse.

→ GT 44 : organo-étains :

Coordinateur : Sybille Schmidt

ISO / CD 17353 : « *Qualité de l'eau – Dosage de certains organoétains- méthode par GC* »

Il n'y a pas eu de réunion du GT 44 en Floride (2002) et le document discuté précédemment en 2000 en Turquie a ensuite été soumis au vote à l'étape CD.

Le DIS a circulé et a été soumis au vote en 2003.

Les commentaires issus du vote ont été discutés lors de cette réunion, et des modifications apportées au texte, en particulier afin de rendre l'analyste attentif à l'impact des conditions de transport sur les prélèvements, et l'inciter à contrôler le bon déroulement de la dérivatisation.

La problématique des matières en suspension a également été évoquée, la limite du domaine d'application à 2 g/l de MES est maintenue, non pas comme la meilleure valeur technique, mais comme le compromis le plus acceptable sans mesure spécifique de la teneur en MES.

Dès que possible, le FDIS sera mis en ligne sur le site du SC2, où il sera soumis au vote pendant 4 semaines. Si le vote est positif la méthode sera finalisée et le GT 44 dispersé.

Commentaires INERIS :

La discussion technique a principalement porté sur la pertinence des mesures des organo-étains dans l'eau dès lors qu'elle était chargée en MES. Chaque expert présent connaît la faiblesse de cette méthode qui ne tiendra pas compte des Organo-étains adsorbés sur la matière solide.

C'est pourquoi l'INERIS préconise d'aboutir à un protocole français sur les mesures d'organo-étains dans les sédiments (projet NF T90-250) qui pourrait être validé par l'essai inter-laboratoires organisé par l'INERIS en 2004 dans le cadre de la convention avec la DE.

→ GT 46 : Phtalates :

Coordinateur : Ute Brull (Allemagne)

ISO / CD 18856 : « *Qualité de l'eau – Dosage de certains phtalates par GC/MS* »

Présentation des résultats de l'essai inter laboratoire de validation de la méthode, réalisé entre mai et août 2003, en application de la résolution 4 de Floride.

La version anglaise a actuellement un statut FDIS, bien que cette dernière version n'ait pas encore circulé en dehors du groupe des laboratoires participant à l'essai : des modifications du DIS étaient nécessaires avant le début de l'essai inter laboratoires.

Les matrices :

- « eau de boisson »,
- « eau de surface rivière Rhin »,
- « eau de sortie de la station d'épuration de Düsseldorf »,

ont été testées.

Parallèlement, l'essai a porté également sur des solutions étalon et des extraits connus afin de tenter d'évaluer la part du processus d'extraction et celle de la partie analytique dans la variabilité de la méthode. Peu de laboratoires ont participé (10 en tout, dont 5 pratiquaient la méthode pour la première fois, et dont 2 n'ont pas respecté le protocole d'extraction).

Les conclusions immédiates sont peu encourageantes : on constate des valeurs de blanc très élevées, de mauvaises répétabilités et des dispersions inter laboratoires pouvant atteindre 200 % sur certains composés.

Les données vont donc être retraitées en écartant les valeurs fournies par des laboratoires n'ayant pas la maîtrise de leurs blancs.

Il apparaît par ailleurs nécessaire de fixer une limite maximale autorisée pour les blancs (0,08 ng/l), la valeur de ceux-ci étant révélatrice de la compétence du laboratoire. Cette limite rend difficile le maintien de l'intervalle d'application entre 0,02 et 0,150 ng/l.

La suite du projet sera menée comme suit :

- les résultats de l'essai inter laboratoire ainsi que la limite maximale souhaitable du blanc seront intégrés en annexe à la version en cours de validation ;
- les LDD & LDQ seront établies après le retraitement des données évoqué ci-dessus ;
- les modifications du domaine d'application (zone de concentration visée, blanc ...) seront intégrées, soit dans le domaine d'application modifié, soit dans une annexe normative.

Commentaires INERIS : *Les phtalates présentent aujourd'hui un caractère ubiquitaire, et, si la mesure de la pollution des eaux est techniquement réalisable, les résultats devront en être examinés avec beaucoup de précautions, en fonction des données permettant d'évaluer la capacité des laboratoires (blanc, ...), données qui sont indissociables des résultats analytiques. Compte tenu de la faible participation française à l'essai inter-laboratoires de validation, il pourrait être opportun de générer un exercice national avant le début de la collecte de mesures.*

→ GT 48 : Precision

Coordinateur : David Westwood (GB)

Discussion sur le rapport technique : TR 13530 (WD 13530) « water quality,- guide to analytical control for water analysis ».

Ce rapport technique est en révision quinquennale et la discussion a porté sur la nature du document à l'issue de la révision (norme, guide, rapport technique).

La France et les Pays-Bas ont insisté pour qu'un document spécifique soit proposé sur les incertitudes de mesures à l'instar du document français XP T90-220 (applicable depuis août 2003), dans la mesure où la norme ISO 17025 requière une estimation rigoureuse (et traçable) des incertitudes associées à une mesure analytique.

Commentaires INERIS : *L'INERIS, qui a participé activement à la rédaction de cette norme française au sein du groupe T90Q, a proposé de faire circuler parmi des experts du GT 48, un résumé du document français, afin de le soumettre à la réflexion des autres pays en attendant une traduction de la norme française.*

→ GT 49 : Bromophényléthers :

Coordinateur : Sabine Geiss (Allemagne)

ISO / CD 22032 : « détermination de certains diphényléthers bromés dans les sédiments et les boues d'épuration par GC / MS après extraction ».

Discussion des commentaires de vote CD :

La liste des composés visés a été établie sur la base de la composition des produits commerciaux utilisés comme retardateurs de flamme. Le congénère 205 a été choisi comme représentant des octabromodiphényléthers, mais, après examen plus approfondi, il ne semble pas plus présent que le congénère 203. La littérature doit donc être ré-examinée pour confirmation.

Les travaux des différents représentants ont montré que la stabilité photochimique du décabromodiphényléther (congénère 209) conduisait, en l'absence de précaution, à un biais de méthode. Une note sera intégrée au DIS en ce sens.

En revanche, le coordinateur du WG 49 n'accepte pas d'inclure un critère d'acceptabilité sur l'efficacité de l'extraction, alors que la plupart des autres groupes l'acceptent.

La procédure d'extraction et la procédure de « clean up » seront amendées pour :

- Inclure une purification au Florisil,
- Ajouter des étalons internes pour la quantification des congénères penta et hexa bromés en EI,
- Inclure des éléments sur le rapport des fragments quantifiants et qualifiants en EI.

Il est maintenant nécessaire d'envisager un essai inter laboratoire :

- Recherche d'un financement,
- Recensement des participants potentiels (5 en Allemagne, 5 en France +)

Enfin, le WG 2 souhaite que le SC2 établisse une relation officielle avec le CEN/TC 308 (boues), dont les travaux s'inscrivent dans une même stratégie.

Commentaires INERIS : les travaux récents menés en France dans le domaine des boues, en particulier par ou en liaison avec l'INERIS, montrent que peu de laboratoires ont une maîtrise suffisante de toutes les étapes du processus analytique.

La généralisation de cette détermination, et son application aux eaux, en principe moins chargées que les boues, semble aujourd'hui prématurée sans action préalable visant à définir le domaine d'application d'une méthode dérivée et les conditions minimales de recevabilité des résultats.

AFNOR

P16P « CARACTERISATION DES BOUES »

GT 1 METHODES D'ANALYSES

- Réunion du 04 septembre 2003
- Réunion du 11 décembre 2003

NORMALISATION BOUES

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : M.P. STRUB/Anne MORIN	Destinataires Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET, C. PORTALEZ
Thème : AFNOR P16P « Boues »	Destinataire entité pilote : AE Artois Picardie : M. R. LAVARDE
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN/MSr/03.03.0474	Copies (correspondant technique) : Mme A-S ALLONIER
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 03 septembre 2003

Réunion de normalisation : AFNOR P16P « Boues » - REUNION EXTRAORDINAIRE

Date et lieu : Le 4 septembre 2003 – St Denis

Enjeux de cette réunion :

1. Nomination de l'animateur du CEN TC 308 / WG1/TG1 métaux lourds
2. Nomination des animateurs des P16P/GT1 (métaux lourds) et GT 4 (micro biologie)
3. Nomination des animateurs des P16P/GT2 et GT 3 (guides de bonnes pratiques)
4. Organisation face à HORIZONTAL

Proposition de conduite à tenir :

1,2,3 : RAS

4 : l'INERIS se propose d'intégrer les groupes ad hoc relatifs aux micro polluants organiques et à certains polluants minéraux. Il est néanmoins difficile de trouver l'entrée de ces groupes via le CEN, car les groupes ont été constitués en mai lors d'une réunion qui s'est tenue en Italie, en l'absence de représentants français, et travaillent en dehors des réunions du CEN. L'appui de l'AFNOR et des autorités françaises pourrait être d'une aide précieuse pour « forcer la porte » de ces groupes, dans lesquels se déroulent toutes les discussions techniques, le TG du WG 1 du CEN TC 308 se bornant à entériner leurs travaux.

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION BOUES

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : M.P. STRUB	Destinataires Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET, C. PORTALEZ
Thème : P 16P « Boues »	Destinataire entité pilote : AE Artois Picardie : M. R. LAVARDE
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN/MSr/03.0480	Copies (correspondant technique) : Mme A-S ALLONIER
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 05 septembre 2003

Réunion de normalisation : AFNOR P 16P « Boues »

Date et lieu : Le 4 septembre 2003 – Saint-Denis

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

1. Adoption du CR de la réunion précédente : RAS
2. Compte-Rendu de la réunion TC 308 d'HELSINKI par C. Bonnin
 - WG 1 :
 - Paramètres physiques : RAS 1 travail en doublon sur la centrifugation a été éliminé ;
 - Micro polluants organiques : une liaison avec les CEN/TC 292 & ISO/TC 190 a été établie au sujet des HAP & PCB, répondant à l'objectif de rationalisation de HORIZONTAL ;
 - Le programme de travail a été étendu au protocole d'essais inter laboratoires (document AM Feuille) ;
 - Le programme de travail a été étendu au protocole de préparation des échantillons par lyophilisation ;
 - Tous les experts en microbiologie étaient absents.
 - WG 2 :
 - Les guides de bonnes pratiques relatifs au séchage et la mise en décharge des boues sont rédigés, mais les avancées depuis la réunion spécifique de Rome sont peu nombreuses. La réunion du WG 2 des 27 & 28/10 à Douai doit-elle être maintenue ? Le sujet risque d'être rayé du CEN.
 - Le programme de travail a été étendu au guide de bonnes pratiques sur l'hygiénisation.
 - WG 3 :
 - La réunion a été houleuse : malgré deux résolutions évoquant la voie « HACCP » et la voie « management du risque environnemental », le responsable du projet « analyse de risques » mandaté par le BSI n'a produit aucune proposition : les délégations allemandes et italiennes sont très mécontentes. L'on s'achemine vers une réorganisation du WG 3, soit par changement d'animateur, soit par fusion avec le WG 2. Il est demandé à l'AFNOR de requérir l'appui du BSI.

3. Réorganisation de la P16P

- GT2/GT3 : en fonction des données précédentes, le GT 3 de la P16P n'a pas vu la valorisation d'un travail amont pourtant important. Le GT 2 est également freiné dans la production de documents standardisés par la faible réactivité du WG 2. Il est donc décidé de fusionner GT2 et GT3 en un « nouveau » GT 2 « bonnes pratiques et prospective », dont l'animation sera confiée à l'animateur du WG 2. Ni Madame Branchereau, ni Monsieur Nardin ne souhaitant poursuivre leurs mandats GT et/ou WG, Mr Vignoles prend l'animation du nouveau GT 2 et sera proposé à la tête du WG 2 à l'issue de la réunion de Douai.

- GT1/GT4 : si le GT 1 a bien fonctionné, le GT 4 rencontre des difficultés à obtenir un consensus sur les méthodes de microbiologie ; en particulier, le dénombrement des œufs d'helminthes est actuellement dans l'impasse. Ces deux groupes envoient peu de représentants au WG1, et cette constatation est dommageable pour la pression française sur la normalisation européenne.

GT1 & GT 4 fusionneront donc en un nouveau GT 1 « analyses », avec des sous groupes par pôle d'intérêt, reproduisant la structure européenne du TC 308 : on en espère une meilleure lisibilité, et un meilleur retour des informations issues du CEN vers les experts français à même de les commenter.

L'animation en est confiée à Michel GIVELET (ex-CGE), le secrétariat à Roland Hue. Le « nouveau GT 1 » se réunira le 5/11 afin de répartir les tâches dans les sous-groupes et de nommer leurs animateurs. Une structure séparant chimistes et microbiologistes est à prévoir, et un recensement préalable des experts à réaliser. Devant la pression du WG 1, MM. Cizielski et Thomas sont nommés animateurs du TC 308/WG1/TG1 (et du sous-groupe analyse chimique, éléments traces et minéraux du GT1). Il est urgent que le WG1 dispose d'un interlocuteur vis-à-vis d'HORIZONTAL pour débattre de la méthode de minéralisation des échantillons. (Ceci règle le point 4. de l'ordre du jour).

5. TC308/WG1 – Hambourg :

Le WG1 se découpe maintenant entre les intervenants d'HORIZONTAL, et le TG 5 microbiologie.

Les « desk studies » sont en ligne sur le site du DIN, les commentaires sont à remonter au secrétariat de la P16P pour le 15/10 dernier délai.

Les résultats de l'enquête AOX ont été transmis début septembre.

Le WG 1 souhaite que les organismes nationaux mettent leurs listes d'experts à jour.

6. Points divers :

- La commission donne un avis favorable à la publication de deux normes expérimentales de microbiologie : *escherichia coli* et *salmonella*, et à un rapport technique, le « guide 5 »

La prochaine réunion se tiendra le 11 décembre 2004 à l'AFNOR.

NORMALISATION BOUES

<u>COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS</u>→DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Marie-Pierre STRUB	Destinataire Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, C. PORTALEZ
Thème : AFNOR P16P « Boues »	Destinataire entité pilote : AE Artois Picardie : M. R. LAVARDE
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN-MSr/JL-03.0680	Copies (correspondant technique) : Mme A-S ALLONIER
Nombre total de Pages : 1	Date d'envoi : 09 décembre 2003

Réunion de normalisation : AFNOR P16P « Boues »

Date et lieu : 11 décembre 2003- AFNOR Saint-Denis

Document(s) joint(s) : aucun

Enjeux de cette réunion : propositions INERIS en italique

Préparation de la réunion ISO TC 308 15 & 16 janvier à Thessalonique : nomination de la délégation, préparation de la position française : *il serait intéressant que l'INERIS puisse prendre part à la délégation française.*

Projet Horizontal : examen des desk studies : *à implémenter dans la réflexion de transversalisation entre TC 308 et TC 280*

Activité des WG 2 & 3 (liés aux techniques de valorisation) : *néant*

Activités du WG 1 : suite première réunion de 5/11/03,

Dépouillement d'enquêtes de normalisation (*aucune remarque de la part de l'INERIS*)

Sujets nouveaux : protocole essais interlabos, *garder une homogénéité avec les essais « eaux » pré-traitement des échantillons par congélation sera à implémenter dans les documents à l'usage des laboratoires participant à l'inventaire des substances toxiques dans le cadre de la directive cadre eau*

Accord Direction de l'eau et entité pilote du thème :

NORMALISATION BOUES

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
REDACTEUR : M.P. STRUB	Destinataires Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, C. PORTALEZ
Thème : P 16P « Boues »	Destinataire entité pilote : AE Artois Picardie : M. R. LAVARDE
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN/MSr/03.0710	Copies (correspondant technique) : Mme A-S ALLONIER
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 23 décembre 2003

Réunion de normalisation : AFNOR P 16P « Boues »

Date et lieu : Le 11 décembre 2003 – Saint-Denis

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

1. Adoption du CR de la réunion précédente : RAS

2. Préparation de la réunion ISO TC 308 15 & 16 janvier à Thessalonique : Cette réunion concerne essentiellement la consolidation des travaux des différents GT. Thessalonique étant mal desservie, la délégation française se composera seulement des animateurs de GT français de la P16P, à savoir Messieurs GIBERT, VIGNOLES, AUBRY ou CHABRIER, SIMONART et Madame PIERLO.

4. Projet Horizontal :

La réunion du TC Environnement de la DG environnement n'a pas permis de dégager d'avancée importante, une partie des intervenants n'ayant pu se libérer pour y assister. La TF 151 émet cependant des recommandations au travers du Doc. 495 :

- Le délai d'examen des produits de sortie passe à 3 mois au lieu de 6 semaines,
- L'objectif contenu dans le mandat est modifié pour prévoir la transformation en norme des résultats des travaux, et le CEN est mandaté pour informer les TC, consolider les information en circulation et arbitrer la répartition entre les TC. Horizontal n'est donc ni maître d'œuvre ni décideur ;
- Le TC 308 acquiert un droit de regard sur la création de WG, TF et autres structures au sein d'HORIZONTAL.

Suite au steering committee des 5 & 6 décembre, le CEN est en attente d'une réponse du SAB pour l'octroi d'une représentation au sein du TF 151. Le projet HORIZONTAL était également représenté le 18 novembre à Ispra, afin d'inciter les PECO à le rejoindre : les 10 PECO ont adhéré au CEN, mais peu d'entre eux ont désigné un représentant, car l'avancement de leurs plans environnementaux d'assainissement est très disparate en raison son aspect économique.

5. Révision de la directive européenne « Boues » : il s'agit d'une grande réflexion intégrée sur la qualité des sols. Les travaux seraient réactivés à partir du dernier draft (dit « draft 3 ») mais peu d'information sont disponibles sur les dernières modifications :

- Métaux lourds : les valeurs à long terme seraient abandonnées,
- Traces de composés organiques : 2 ou 3 des 8 axes de travail d'horizontal seraient pris en compte, vraisemblablement les HAP et le PCB.

Le calendrier prévisionnel est le suivant :

- Transformation en norme des produits de sortie d'HORIZONTAL : ~2005

- Directive cadre « sols » : ~2006-2007

La connaissance des travaux « boues » s'inscrira alors dans une connaissance des travaux « sols » ce qui semble très lourd à la P16P.

- 6. Travaux du TC308 WG1 analyse :** la P16P fusionné son GT analyse physico-chimique et son GT microbiologie pour avoir une structure identique à celle du CEN TC 308WG1. La philosophie générale est de trouver au moins un correspondant pour lire chaque document émis par le CEN. La structure est très souple et réunit en tant que de besoin des experts en microbio ou en analyse chimique.

Une délégation est formée pour la réunion du TC308 WG1 à Copenhague fin janvier. Elle se positionnera en particulier sur la méthode de minéralisation à l'acide nitrique. Réunion de briefing le 13 janvier à 9 H30.

Les experts microbiologistes se réuniront à 14 h pour dépouiller l'enquête sur le projet de norme sur le dénombrement des œufs d'helminthes et élaborer un **document d'alerte destiné** aux pouvoirs publics (COS eau, **Ministères** de l'agriculture, de la santé, **de l'environnement** et de l'intérieur), car il semble que les indicateurs retenus ne soient pas pertinents au regard des espèces considérées, vis-à-vis du risque sanitaire existant.

- 7. Travaux du TC308 WG 2 hygiénisation :** CR des travaux de la réunion de Douai :

- Le guide « mise en décharge » est considéré comme terminé et sera mis à l'enquête ;
- Le guide « épandage » sera révisé en fonction d'avancées techniques récentes en Allemagne et en France, et le draft correspondant mis à l'enquête ;
- Un guide « hygiénisation » est à mettre en chantier (chef de projet : M. Lavarde) en gardant à l'esprit les désagréments techniques en matière de structure mécanique induits par une hygiénisation poussée de type pasteurisation.

Le WP4 d'HORIZONTAL « stability », animé par M. Leschber, appelle les experts du TC 308 WG 2 à le rejoindre. Il apparaît eu cours de la discussion que la notion de stabilité est très différente pour le producteur de boues (le traiteur d'eau, liée au taux de matière organique dans les boues) et pour l'utilisateur (l'agriculteur, liée aux aspects mécaniques nécessaires à l'épandage). Il conviendra donc de définir préalablement la notion sur laquelle le travail pourra être engagé.

Le CEN TC 165 « eaux usées » semble également concerné. Ce TC travaille actuellement à la révision de la norme de vocabulaire de son secteur. Les observateurs s'accordent à souligner la très grande diversité des approches et l'inhomogénéité des traductions. Le TC 165 dit souhaiter coordonner ses travaux avec ceux des autres TC, mais sans action concrète. Le groupe miroir de l'AFNOR a engagé les mêmes travaux, et espère une position française transversale d'ici fin 2004.

- 7. Travaux du TC308 WG 3 évaluation des risques :** le WG est dans l'impasse. La réunion plénière de Thessalonique pourrait être l'occasion de trouver une sortie honorable « par le haut ».

*La prochaine réunion de la commission P16P se tiendra le 16 juin 2004 à l'AFNOR.
(GT analyse le 13 janvier)*

CEN TC 308

WG 1

« ANALYSES DES BOUES »

- Réunion du 28 mars 2003
- Réunion du 27 août 2003

NORMALISATION BOUES

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS → DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : Anne MORIN	Destinataires Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET, C. PORTALEZ
Thème : CEN TC 308 / WG1 « Analyse des Boues »	Destinataire entité pilote : AE Artois Picardie : M. R. LAVARDE
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN/AMo/03.0352	Copies (correspondant technique) : Mme A-S ALLONIER
Nombre total de Pages : 2	Date d'envoi : 17 juin 2003

Réunion de normalisation : CEN TC 308 / WG1 « Analyse des Boues »

Date et lieu : Le 28 mars 2003 - Oslo

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

Méthodes de caractérisation des boues.

Ce groupe de travail est divisé en 5 groupes thématiques « taskgroup » :

TG 1 : métaux lourds

TG2 : analyse de l'azote, nitrate, phosphore,...

TG 3 : propriétés physiques

TG 4 : micro polluants organiques

TG 5 : microbiologie

Ces task groups s'étaient réunis à Oslo les 26 et 27 mars pour aborder dans le détail chacune des normes ou projets couvrant leurs domaines.

La réunion plénière a permis de faire un point de chacun des ces ITEMS et d'approuver les résolutions prises par ces Task Groups.

L'objectif pour l'INERIS d'une participation à ces commissions européennes « boues » à l'instar de la commission « qualité de l'eau » ISO TC 147 est de rapporter les progrès des différents projets de normes en particulier pour tout ce qui touche aux substances chimiques citées dans la directive « cadre eau » à nos correspondants techniques de la direction de l'eau dans le cadre de la convention en cours de signature à la DE.

Par ailleurs, cette représentation de la DE aux commissions « qualité de l'eau » et « boues » doit permettre un relais des positions Françaises (proposées le cas échéant à la DE par l'INERIS avant les réunions par le biais des avant-rapports de réunion diffusés à nos correspondants quelques jours avant ces réunions AFNOR, CEN ou ISO).

Pour l'INERIS, c'est également le lieu de créer des contacts avec des partenaires internationaux sur les analyses physico-chimiques en particulier, mais également sur les aspects de métrologie de l'environnement.

Les discussions de ce WG 1 ont essentiellement été orientées vers le projet européen « horizontal » (Horizontal European programme, version 3/12/2002, AFNOR P16P, GT1 N331) dont l'objectif est de rationaliser autant que possible les différentes méthodes normalisées pour les sols (CEN TC 245 et ISO TC 190, déchets (et plus spécifiquement compost CEN TC 292, et Boues CEN TC 308).

Ce projet horizontal s'inscrit dans le 5ème PCRD et est piloté par Mr Van Der Slot (Pays Bas). Il est relayé sur chacun des items (TG1 à 5) par différents animateurs (Suède, Allemagne, France pour la microbiologie, ...).

Le premier contrat a été signé récemment (janvier 2003) et doit permettre de faire un état des lieux de toutes les méthodes normalisées communes ou proches pour les matrices précitées.

La prochaine réunion des ces différents animateurs devrait (entre juin et septembre) permettre de rédiger un rapport de synthèse de cette première étape.

Certains points techniques ont pu être discutés lors de ce WG1.

- ◆ **TG1** : Activité réduite de ce groupe, nécessité de réactiver (voir avec MR Hue AFNOR Mme Andersen, Danemark).
- ◆ **TG 3 (propriétés physiques)**
 - Reprendre la méthode « freeze drying » (lyophilisation) établie pour les sols pour les boues ?
 - Il est demandé à la France de vérifier s'il n'existe pas de méthodes rapides pour la mesure du pouvoir calorifique des boues autre que celle en projet actuellement (dans le TG 3) qui préconise la mesure de C, H, N, O, S. Les renseignements doivent être envoyés à l'animateur du groupe Mr Spinoza avant fin juin si elles existent.
- ◆ **TG 4 : micro-polluants organiques**
 - Les essais inter-laboratoires pour validation de la norme PCB dans les déchets démarreront dès que le projet sera fin prêt.
 - Pour les HAP, des méthodes de pré-traitement des échantillons doivent être discutées dans le cadre du projet « horizontal ».
 - De nouveaux contaminants doivent être proposés au projet Horizontal même s'ils ne font pas l'objet de normes aujourd'hui.
- ◆ **TG5 : microbiologie**
 - Mme de Roubin (animatrice du groupe) était absente. Le groupe d'experts n'est constitué que de 3 pays dont la France et la Grande Bretagne. Il faut essayer de convaincre les autres membres de la nécessité d'avoir plus de pays impliqués dans ces travaux. Il faut également rapprocher les travaux de ce GT avec ceux de l'ISO TC 147 (eaux).

*La prochaine réunion du WG1 se déroulera à Hambourg le 29 août.
TG2 et TG 3: le 27, TG4 le 28*

La suivante est déjà programmée à Copenhague en janvier 2004.

La réunion de la commission P16P miroir Française du TC 308 s'est tenue le 4 avril 2003 à Paris. Concernant le GT1/WG1 « analyses des boues », les principaux points abordés à Oslo sont rappelés lors de la réunion.

Le TG1 métaux lourds, ne s'étant pas réuni à Oslo, une demande officielle de réactivation de ce groupe va être adressée à l'AFNOR dans le cadre du programme de recherche horizontal.

Sur le TG4, quelques difficultés ont été rencontrées en France suite aux départs de Mrs Hennequin et Guinamant qui devaient organiser une validation des méthodes sur les LAS, Phatales, Nonylphénol, ...

Une réunion du GT1 (miroir Français du WG1) doit être organisée le plus rapidement possible.

NORMALISATION BOUES

COMPTE-RENDU SUCCINCT INERIS→DIRECTION DE L'EAU ET ENTITE PILOTE DU THEME	
Rédacteur : M.P. STRUB/Anne MORIN	Destinataires Direction de l'Eau : MM. P. BERTEAUD, P. GUETTIER, Mme E. LOUVET, C. PORTALEZ
Thème : CEN TC 308 / WG1/TG4 « Analyse des Boues – micro polluants organiques »	Destinataire entité pilote : AE Artois Picardie : M. R. LAVARDE
Réf. INERIS : DRC-03-CHEN/MSr/03.0479	Copies (correspondant technique) : Mme A-S ALLONIER
Nombre total de Pages : 3	Date d'envoi : 05/09/03

Réunion de normalisation : CEN TC 308 / WG1 /TG4 « Analyse des Boues – micro polluants organiques »

Date et lieu : Le 27 août 2003 - Hambourg

Principaux points de discussion et relevé de décisions :

Le TG 4 s'est réuni le 27/08 au matin, dans le cadre de la réunion du WG1, planifiée entre le 27 et le 29/08/03. Pour mémoire, le WG 1 est divisé en 5 groupes thématiques « taskgroup » :

TG 1 : métaux lourds

TG2 : analyse de l'azote, nitrate, phosphore,...

TG 3 : propriétés physiques

TG 4 : micro polluants organiques

TG 5 : microbiologie

Le TG 1 ne pourra se réunir, faute de coordinateur. La proposition d'un coordinateur par la commission P16P de l'AFNOR est attendue avec impatience.

Après examen des points 1 à 4 de l'ordre du jour, essentiellement administratifs (adoption CR réunion précédente, feuille de présence, ...), les discussions de ce TG 4 ont essentiellement été orientées vers le projet européen « **HORIZONTAL** » (Horizontal European program, version 3/12/2002, AFNOR P16P, GT1 doc 465, *point 5 de l'ordre du jour*) dont l'objectif est de rationaliser autant que possible les différentes méthodes normalisées pour les sols (CEN TC 245) et ISO TC 190, déchets (et plus spécifiquement compost CEN TC 292, et Boues CEN TC 308).

Ce projet **HORIZONTAL** s'inscrit dans le 5ème PCRD et est piloté par Mr Van Der Slot (Pays Bas). Il est relayé sur chacun des items (TG1 à 5) par différents animateurs (Suède, Allemagne, France pour la microbiologie, ...).

Toutes les « desk studies » prévues dans le cadre du programme « **HORIZONTAL** », et particulièrement celles liées aux micro polluants organiques, sont financées, sauf celles liées à la microbiologie. Les premiers produits de sortie sont attendus pour fin août. Il est ensuite prévu de les diffuser par courrier électronique aux différents experts, afin de recueillir leurs commentaires. Il est arrêté que les commentaires des experts issus du TG 4 n'engagent que leurs auteurs.

Le délai de commentaire a été fixé à 6 semaines, à l'issue desquelles le coordinateur du projet assurera leur compilation. Les produits de sortie accompagnés de leurs commentaires seront ensuite transmis au « stirring committee » qui les examinera jusqu'en décembre, afin de les présenter aux TC.

Les groupes ad hoc dépendant du TG 4 sont :

- Phtalates (animateur M. LITZ),
- LAS/NP (animateur M. HANSEN),
- HAP (animateur M. WIN),
- PCB (animateur M. HARMSSEN),

Il est à noter que cette structure est directement issue d'HORIZONTAL, avec les mêmes intervenants.

Les **groupes ad hoc** travaillent en marge des réunions du TG 4, et devaient rapporter lors de cette réunion (*point 6 de l'ordre du jour*). Aucun groupe n'avait fait parvenir de document préparatoire au TG 4.

Les travaux décrits ci après sont à suivre :

- Point 6.1 : AOX :
un projet de norme circule actuellement (P16P/GT1 N0328) mais aucun commentaire n'a été émis, ni par l'AFNOR P16 P, coordinatrice, ni par un autre état. Le sujet est néanmoins jugé non prioritaire car il y a déjà une méthode existante.
- Points 6.2, 6.3. : HAP, PCB :
les groupe HAP et PBC semblent au point zéro.
- Point 6.4 : LAS/NP :
le groupe LAS/NP a prévu de se réunir le 28/08.
- Point 6.5 : phtalates
Seul M. LITZ, était présent, et a présenté les travaux de son groupe, dont 5 experts se sont réunis le 26/08/03. La « desk study » a compilé 9 méthodes issues de l'ISO, de l'EPA et de la littérature. Elles ont été comparées du point de vue des matrices traitées, des processus et limites de détection. Un protocole sans dichlorométhane, utilisant peu de solvant a été mis au point (CEN TC 308/WG1/TG4 ad-hoc-group « phtalates » WD1). I est accepté par le TG 4 comme base des travaux ultérieurs. (*résolution 1*)

La réunion des groupes ad hoc rencontre des difficultés logistiques, car il est nécessaire que le TG 4 soit informé de leur activité et puisse l'orienter, mais néanmoins le couplage de réunions WG/TG/ad hoc génère des plannings qui se heurtent à la surcharge des agendas de chacun.

Liaison avec les ISO/TC 190 (déchets), CEN/TC 292 (Caractérisation des composts), CEN/TC 245 (sols) :

Ces TC doivent statuer sur la création dans leurs GT de groupes miroirs de « groupe ad hoc ». En ce qui concerne les AOX, le TC 292 doit décider lors de sa réunion des 12 & 13 décembre à Paris s'il souhaite travailler sur le projet de norme ou seulement participer à l'essai d'inter-comparaison est planifié.

Nouveaux thèmes de travaux :

- Des demandes de création de groupes ad hoc ont été rejetées, aux motifs indiqués :
 - Dioxines : sujet perçu comme maîtrisé,
 - Médicaments : sujet trop large, financement insuffisant ;
- Protocole d'essai inter laboratoire, diffusé par l'AFNOR P16P : à commenter ;
- Pré traitement par lyophilisation :
Il existe à l'ISO/TC 147 une norme (ISO 5667-15) qui est insuffisante car ne tenant pas compte de floculats et de leur pouvoir séquestrant. Interrogé sur le sujet, l'ISO n'a recueilli que trois expressions d'intérêt, donc ne traitera pas le sujet. Il n'y a pas lieu de créer dans HORIZONTAL un groupe ad hoc sur le sujet car le comportement des boues est très différent de celui des sols.

Il restera donc interne à la TC 308, et, lors de la réunion plénière du 29/08, il sera proposé au WG 1 de commenter le document CEN/TC 308/WG 1/TG 4/N 0058 pour fin décembre (*résolution 2*)

***La prochaine réunion du WG1 se déroulera avec celle du TC 308
à Copenhague du 26 au 28 janvier 2004.
La suivante à Paris du 6 au 8 septembre 2004.***

Pour information, le TC 292 se réunira à Brno fin octobre.

ANNEXE 2

Toxicité des sédiments d'eau douce vis-à-vis de *Hyaella azteca*

Résultats des essais réalisés dans le cadre de la campagne d'essais organisés par SEDNET

Tableau 1 : Résultats des essais *Hyaella azteca* en conditions non nourries

	Survie		Croissance			
	14 jours	28 jours	14 jours (µm)	Inhibition / témoin	28 jours (µm)	Inhibition / témoin
Sédiment témoin 1	94 %	86 %	599,4	-	677,9	-
Sed A	92 %	90 %	145,1	75,8 %	973,8	0
Sed B	88 %	74 %	65,3	89,1 %	793,7	0
Sed C	96 %	92 %	158,0	73,7 %	1266,7	0
Sed D	66 %	46 %	77,6	87,1 %	655,3	3,3 %
Sédiment témoin 2	98 %	100 %	363,7	-	984,2	-
Sed E	86 %	90 %	442,7	0	1842,6	0
Sed F	94 %	88 %	550,9	0	1235,7	0
Sédiment témoin 3	92 %	100 %	463,0	-	1095,9	-
Sed G	82 %	84 %	441,3	4,7 %	1499,1	0

Tableau 2 : Résultats des essais *Hyaella azteca* en conditions nourries

	Survie		Croissance			
	14 jours	28 jours	14 jours (µm)	Inhibition / témoin	28 jours (µm)	Inhibition / témoin
Sédiment témoin 1	100 %	96 %	994,5	-	1377,1	-
Sed A	96 %	96 %	825,0	17,0 %	1829,1	0
Sed B	100 %	96 %	1128,5	0	1845,8	0
Sed C	98 %	100 %	1037,0	0	2390,5	0
Sed D	92 %	90 %	1036,4	0	1552,5	0
Sédiment témoin 2	98 %	87,5 %	1306,7	-	1758,3	-
Sed E	94 %	96 %	1039,9	20,4 %	2649,1	0
Sed F	100 %	98 %	1363,5	0	2468,7	0
Sédiment témoin 3	98 %	90 %	1016,6	-	1876,1	-
Sed G	98 %	92 %	1087,7	0	2211,0	0

ANNEXE 3

METHODOLOGIE DE DETERMINATION DES SEUILS DE QUALITE DES SUBSTANCES PRIORITAIRES :

Propositions et commentaires de l'INERIS

- 1) Compte rendu de la réunion "Quality standard expert group meeting".
(Bruxelles, 12-16 mai 2003)**
- 2) Comments from France on EQS derivation (18 juin 2003)**
- 3) Additional French comments for the derivation of quality standards (29
juillet 2003)**
- 4) Compte rendu «2nd Meeting of the Nickel EU Environmental Risk
Assessment Research Program Peer-review Panel (NERAP), (Arona, 15
septembre 2003)**
- 5) Commentaires envoyés à G. Golasweski (MEDD) à propos du mercure (22
septembre 2003)**
- 6) Mail à Peter Lepper (FHI) à propos du Lindane (30 septembre 2003)**
- 7) Préparation "Agenda Item 3 : Environmental Quality Standards -
outstanding issues" (13 novembre 2003)**

1) COMPTE RENDU DE LA REUNION "QUALITY STANDARD EXPERT GROUP MEETING"

Bruxelles, 12-16 mai 2003

Participation et Rédaction : Chrystèle Tissier et Hélène Magaud

Cellule ARC (IFREMER-INERIS) - INERIS, 19 mai 2003

Diffusion : G. Golaszewski, E. Louvet (MEDD, DE), V. Bonnomet, M. Coquery, A. Morin, E. Thybaud (INERIS), M. Marchand (ARC), D. Cossa (IFREMER), Marc Babut (Cemagref), JL Rivière (INRA)

REMARQUES GENERALES

La réunion ne s'est pas tenue comme nous l'attendions compte tenu des consignes données dans l'"Introductory Paper". Alors que nous nous attendions à une réunion fixant les seuils pour le milieu aquatique de façon "définitive", il est apparu que pour la plupart des substances une nouvelle proposition serait faite qui sera discutée dans le futur.

De nouvelles propositions devraient être faites par le FHI pour fin septembre.

Globalement cette réunion a été utile, permettant de mieux cerner quelle pourrait être notre contribution dans le futur.

DISCUSSION METHODOLOGIQUE

La plupart des points de méthodologie soulignés dans la l'"Introductory Paper" ont été discutés. Il a été rappelé que seuls les seuils de qualité pour l'eau seraient dérivés. Cependant au cours des discussions pour chaque substance tous les commentaires ont été discutés y compris ceux pour les sédiments.

La volonté de prendre la moyenne annuelle et la MAC-QS et non pas le 90ème percentile a été réaffirmée.

Les seuils de qualité pour les substances organiques seront exprimés en concentrations totales bien que certains Etats Membres aient clairement manifesté leur désaccord, conformément à ce qui est fait en évaluation de risques (NL).

Pour les eaux de transition il a été proposé de prendre la valeur du seuil de qualité pour les eaux côtières et non pas celui des eaux douces. Cette proposition de la France a reçu le soutien des Pays Bas et du Royaume-Uni. Ce point devrait être évoqué au prochain EAF.

Une proposition du FHI a été préparée avec F et UK concernant les facteurs à appliquer pour dériver les QS en milieu marin pour les différentes substances. Cette proposition sera distribuée rapidement et soumise à commentaires pour fin mai.

Eau de boisson

Une présentation a été faite par Eureau pour rappeler les problèmes qui risquent de survenir à long terme pour les substances dont l'EQS est plus élevé que les concentrations requises dans la directive eau de boisson. Ce cas concerne environ 15 substances sur 33. La Commission demande à ce qu'une réflexion sur ce problème à long terme ait lieu au sein des EM. La prise en compte des seuils eau de boisson sera discutée lors du prochain EAF.

Les principales conclusions concernant la dérivation des seuils aquatiques sont données ci-dessous, afin de guider la préparation de la prochaine réunion EAF du 26 et 27 mai. Un compte rendu plus détaillé des discussions devrait être posté sous peu sous CIRCA. Un summary report devrait également être distribué avant l'EAF.

Il existe des fiches pour certaines substances supplémentaires; ces substances sont déjà réglementées. Elles n'ont pas été discutées.

NL doit faire une proposition à l'EAF concernant l'équation utilisée pour dériver la concentration dans les MES à partir de l'eau, car celle utilisée par le FHI serait fautive.

Benzene

La valeur pour l'eau de boisson a été retenue pour le moment puisque aucun seuil pour la santé humaine n'a pu être proposé. AA-QS = 1 µg/L.

La MAC-QS et le seuil pour les organismes pélagiques doivent encore être discutés. En effet, la MAC est inférieure au QS. La question est de savoir si on augmente la MAC ou si on diminue le QS.

DEHP

Aucun seuil n'a été proposé. Le seuil définitif devrait être proposé sur la base de l'empoisonnement secondaire et de la santé humaine. De nouvelles données sur ces deux points doivent être discutées au prochain TM dans le cadre de l'évaluation des risques européenne sur le DEHP.

Tributyltin compounds

La valeur proposée par FHI a été acceptée. De nombreux doublons dans les données sont présents dans la datasheet. NL se propose de les éliminer.

DISCUSSION METHODOLOGIQUE POUR LES PESTICIDES

La méthodologie utilisée pour les pesticides a été discutée également et plus particulièrement les données à utiliser pour dériver les seuils, la MAC, la prise en compte des métabolites et les questions relatives au monitoring de ces substances.

En ce qui concerne les données à utiliser, toutes les substances ont été étudiées ou sont en cours d'études sous la Directive 91/414. A plusieurs reprises il a été souligné le besoin de transparence et la nécessité de partir le plus possible des données validées dans le cadre de la Directive 91/414. L'évaluation de toutes les substances devrait être terminée avant la fin de l'année et par conséquent tous les QS déterminés à partir des versions finales des monographies.

Les questions relatives au monitoring devraient être traitées par un groupe particulier.

Aucun choix n'a été fait sur les autres points soulignés (MAC, métabolites).

Pour chaque pesticide le pays rapporteur de la monographie était présent.

Hexachlorocyclohexane (lindane)

Des questions quant à la validité des données utilisées ont été soulevées. Les données doivent être validées avant de proposer un seuil définitif.

De manière générale pour les hexachlorocyclohexanes se pose la question de savoir si un seul seuil de qualité sera proposé pour l'ensemble des isomères ou des seuils différents.

Cette question est renvoyée à l'EAF.

Chlorfenvinphos

Les données doivent être validées avec le pays rapporteur. Pas de proposition définitive.

Endosulfan

L'Espagne, pays rapporteur, était présent. La commission a proposé qu'une nouvelle factsheet intégrant les données de la monographie soit envoyée d'ici fin septembre.

De manière générale pour les pesticides l'utilisation de la SSD pour la dérivation du AA-QS ainsi que de la MAC a été proposée en parallèle de la méthode par facteur d'extrapolation.

Chlorpyrifos

L'Espagne est pays rapporteur. La factsheet doit être mise à jour d'ici fin juin.

Trifluralin

La Grèce est pays rapporteur. La monographie n'est pas encore passée au niveau ECCO. A priori l'ensemble des participants est d'accord sur le AA-QS.

Isoproturon

La monographie est quasiment finalisée et est passée par toutes les étapes de validation au sein de la 91/414. Les valeurs de seuils acceptés par le groupe sont AA-QS = 0.32µg/L et MAC-QS = 1.3µg/L.

Diuron

Le Danemark est pays rapporteur. De nouvelles données doivent être fournies en septembre. Une révision de la factsheet devrait être faite pour mi-septembre.

Simazine

UK est pays rapporteur. Une nouvelle proposition incluant les données de la monographie devrait être fournie mi-septembre.

Atrazine

UK est pays rapporteur. Une nouvelle proposition incluant les données de la monographie devrait être fournie fin septembre.

Alachlor

L'Espagne est pays rapporteur. Le document est encore en cours de discussion au niveau européen.

Hexachlorobenzene

La valeur proposée par le FHI pour la MAC-QS a été acceptée. L'empoisonnement secondaire pour cette substance est la valeur la plus sensible. Cependant il est difficile de dériver à partir de la valeur dans le biota une valeur dans l'eau du fait de la grande gamme de BCF proposée. La proposition de la Commission est de prendre comme QS la valeur dans le biota. Cette proposition devra être discutée par l'EAF.

Parallèlement, une étude sur les BCF doit être réalisée (FHI, G, EUROCHLOR) en prenant en compte les données disponibles. Dans ce cadre, il est demandé aux Etats Membres de fournir les données mesurées dans l'eau et le biota dont ils disposent d'ici fin mai.

Une proposition quant au BCF à utiliser devrait être fournie d'ici mi-septembre par le FHI.

Hexachlorobutadiene

L'EQS est dérivé à partir d'une donnée dont la validité n'a pas été évaluée. L'EQS ne sera fixé qu'après validation des données. L'Allemagne envoie l'étude d'ici fin mai.

Pentachlorobenzene

Même problème que pour l'hexachlorobenzène et mêmes conclusions.

Pentachlorophenol

Le FHI doit re-analyser les données par l'approche statistique (Species Sensitivity Distribution), si le nombre et la diversité des données chroniques le permettent. Une nouvelle proposition sera faite pour mi-septembre.

Dichloromethane

Suite au rejet de certaines valeurs (produites par Birge et Black) une nouvelle proposition de QS sera faite pour mi-septembre.

Trichloromethane

Suite à la nouvelle version d'évaluation des risques du chloroforme (dont la France est rapporteur dans le cadre du règlement 793/93), une nouvelle proposition de QS a été faite.

La PNEC aquatique est de 146 µg/l. Cette valeur pourrait être utilisée en tant que AA-QS. Il a été souligné que la Directive 86/290 fixait une limite de 12 µg/l pour le chloroforme dans les eaux de surface. Le choix de la norme de qualité sera posé à l'EAF.

Pour la MAC-QS, la CL50 de 13,3 mg/l pourrait être utilisée. Nous proposons d'y appliquer un facteur de 50 menant à une MAC-QS de 266 µg/l.

Problèmes soulevés à étudier: l'eau potable, la fraction naturelle de la substance dans le milieu.

Une nouvelle proposition sera faite en juin. Cependant la substance devant être discutée au TM substances existantes de septembre, les éventuels changements pourront être pris en compte.

1,2 dichloroethane

Dépendra de la Directive Eau Potable.

Trichlorobenzene

La commission contactera l'ECB pour voir ou en est l'évaluation des risques dans le cadre du règlement 793/93.

Il existe une directive fille de la 76/464 fixant le seuil à 0,4 µg/l.

Le groupe suggère à l'EAF de retenir cette valeur.

C10-C13 chloroalcanes

Le FHI vérifiera l'évaluation des risques dans le cadre du règlement 793/93, afin de rester consistant.

Nonylphenols

Les QS proposés par le FHI ont été acceptés en consistence avec l'évaluation des risques dans le cadre du règlement 793/93.

Octylphenols

UK doit valider les données afin que les différentes évaluations restent cohérentes (OSPAR). L'utilisation de la donnée aiguë vis à vis des gammars reste à discuter pour la dérivation des QS. Une nouvelle proposition sera faite par le FHI.

Anthracene

Nous avons fait remarquer que l'anthracène devait être discuté au TM de juin sur les substances existantes. Le QS sera accepté en cohérence avec les conclusions du TM.

Naphtalene

L'évaluation des risques étant finalisée, le QS est adopté. L'INERIS pourra tout de même vérifier que les données françaises ont été prises en compte.

PAH

Concerne le **Benzo(a)pyrène**, le **benzo(b)fluoranthene**, le **benzo(k)fluoranthene**, le **benzo(g,h,i)perylene** et l'**indeno(1,2,3 cd)pyrene**.

La question a été posée quant à la pertinence de grouper ces substances pour dériver un QS pour la somme de celles ci. Par ailleurs, faudrait-il dériver des QS pour ces substances individuellement ?

Les conclusions du groupe sont les suivantes:

- à part pour le BaP, il n'existe pas suffisamment de données pour établir des seuils individuels.
- Un QS pour la somme de ces 5 HAP est accepté
- Le premier draft du "Risk Assessment for coal tar pitch" préparé par le RIVM étant disponible, il sera utilisé pour la prochaine proposition.
- DK et NL fourniront pour fin juin un document présentant les résultats issus de (Q)SAR ainsi qu'une proposition utilisant l'approche des unités toxiques. Cette proposition sera distribuée à l'EAF ainsi qu'à l'Expert Group pour commentaires écrits avant fin août.

Une nouvelle proposition sera faite par le FHI pour fin septembre.

Fluoranthene

La France doit envoyer les données validées dont elle dispose pour fin mai, sous le format requis.

Brominated Diphenyl Ethers

- **PentaBromoDiphenylEther**

L'évaluation des risques étant publiée, les QS proposés sont acceptés.

L'utilisation, l'importation et la production de cette substance seront interdits en Europe à partir de 2004.

- **OctaBromoDiphenylEther**

Comme pour le pentabromodiphenyl ether, l'importation, la production et l'usage de l'octa bromodiphenyl ether seront interdits à partir de 2004. Les QS proposés sont très élevés, cependant il semble qu'une très grande incertitude existe quant à la dérivation de ces QS.

Il sera demandé à l'EAF de discuter de la pertinence d'établir un QS pour cette substance.

De plus, seul un QS dans le biote pourra être dérivé (cela n'aurait pas de sens dans l'eau compte tenu de la très faible solubilité).

- **DecabromoDiphenylEther**

L'évaluation des risques est publiée. Il n'est pas possible de dériver un QS pour cette substance.

DISCUSSION METHODOLOGIQUE POUR LES METAUX

Pour les métaux, il est bien précisé que c'est la concentration dissoute qui sera prise en compte.

Risque ajouté

S et DK ont exprimé leur réserve concernant cette approche.

La Commission supporte très fortement l'approche.

UK a insisté pour que la concentration naturelle soit prise en compte dans la dérivation de la MPA.

Concentrations Naturelles

Discuté au sein de l'AMPS.

Qualité de l'Eau

Bien que plusieurs EM aient supporté le fait de prendre en compte la biodisponibilité des métaux dans la dérivation des seuils, la Commission supporte le fait que les propositions en ce sens ne soient pas suffisamment avancées. Ces propositions seront discutées au cas par cas pour les différents métaux.

MES et Sédiments

Il a été proposé d'utiliser des valeurs de Kp propres à chaque bassin versant pour dériver les concentrations dans les MES et les Sédiments.

Cette question sera posée à la prochaine réunion de l'EAF.

Utilisation des données

La question qui est revenue plusieurs fois sur le tapis concernait le fait de prendre la plus petite valeur (plutôt que la moyenne géométrique) lorsque plusieurs essais étaient disponibles pour une même espèce.

Il a été rappelé que pour la classification harmonisée, la moyenne n'était faite que s'il existait au moins 4 données. Cette question devrait cependant être discutée lors de la prochaine réunion du groupe Classification and Labelling début Juin pour le Nickel.

Cadmium

DK et S ont suggéré de ne pas utiliser l'approche du risque ajouté pour le cadmium, en accord avec ce qui a été fait dans l'évaluation des risques. Ceci sera discuté à l'EAF.

Afin d'affirmer une position française il serait vraiment utile d'avoir une vision plus claire de la distribution des concentrations naturelles en France.

Une discussion portant sur le QS pour les eaux très douces aura lieu lors du prochain EAF.

Afin de dériver un QS pour le milieu marin les données marines validées devront être fournies au FHI pour la fin mai. Les données concernant la bioaccumulation dans les organismes marins devront également être fournies dans ce délai.

Pour les sédiments les conclusions de l'ER seront acceptées.

Concernant l'empoisonnement secondaire il a été décidé de se conformer à l'ER.

Nickel

Un nouveau draft concernant les effets sera présenté au TM de septembre.

Il a été accepté que les QS seraient homogènes avec l'évaluation des risques, suite au TM de septembre.

Lead

Le problème est plus difficile pour le plomb et le mercure pour lesquels il n'existe pas d'évaluation des risques européenne. Pour le plomb, une évaluation des risques proposée par l'industrie est en cours. La partie concernant le milieu aquatique devrait être finalisée pour septembre 2003.

DK insiste sur la nécessité de trouver des données pour mieux évaluer l'empoisonnement secondaire. Le QS devrait être fixé en fonction de l'empoisonnement secondaire de l'homme.

Le groupe a convenu du fait qu'il était nécessaire d'explorer ce problème.

Toute nouvelle donnée devra être envoyée pour mi-juin (vérifier en particulier que les données par voie orale sont bien présentes).

Il a été réclamé que la discussion concernant le choix de l'AF soit plus transparente. A cette fin, une proposition du FHI sera faite pour fin mai, que nous pourrions commenter pour mi-septembre (nous avons fait remarquer que le choix de l'AF dépendait du jeu de données utilisé).

Mercury

Le groupe a convenu du fait que le QS serait guidé par l'empoisonnement secondaire. Cependant compte tenu de la grande incertitude concernant la bioaccumulation et la toxicité du mercure (organique en particulier) il semble difficile de dériver un QS pour l'instant. En effet les phénomènes de spéciation, bioconcentration, biomagnification et transformation sont extrêmement complexes.

Très schématiquement:

Dans la phase aqueuse, le mercure inorganique est généralement présent à plus de 90%. Celui ci est moins toxique que le mercure organique. Le mercure inorganique se transforme en mercure organique dans les organismes et dans les sédiments sous l'action des microorganismes (souvent plus de 70% est sous forme organique). La bioaccumulation- biomagnification du mercure organique est très importante. Les prédateurs sont alors exposés à de fortes concentrations en mercure organique qui est très toxique.

Il sera probablement nécessaire de réviser également le QS dans les organismes existant.

Il serait très utile de mobiliser les compétences françaises sur ce sujet afin de faire une revue courte et précise sur les options qui pourraient être prises pour la dérivation d'un QS.

Autres questions en suspens (seront peut être discutées à l'EAF)

"Cut off" value pour dériver un seuil pour les sédiments et les matières en suspension: $\log K_{ow} > 3$ ou $K_p \text{ susp} > 3$?

2) COMMENTS FROM FRANCE ON EQS DERIVATION

June 18th 2003

Rédaction : H. Magaud, V. Bonnomet (INERIS)

Diffusion : M. Braettemark (DGE_{Env}), P. Lepper (FHI), G. Golaszewski (MEDD)

PAHs

Note that quality standards determined for benzo(a)pyrene by INERIS¹ (0.0003 µg/L), WRc (0.005 µg/L), Suter et al. 1996² (0.014 µg/L) are lower than the proposed QS_{freshwater}. It may be of concern to take into account additional risks due to genotoxicity. This was proposed by Nisbet and Lagoy (1992)³ and in the INERIS report on PAH (Vindimian et al. 2000⁴)

When referring to the INERIS report on PAHs, could you please cite :

“Vindimian et al. 2000 : Complément au SEQ-Eau : méthode de détermination des seuils de qualité pour les substances génotoxiques. Rapport final. Client : Agence de l’eau Rhin Meuse.”

rather than Bisson et al 2000.

Fluoranthene

As stated by Germany, please correct the concentration unit (µg/L instead of µg/kg) for data for sediment from Suedel et Rodgers (1996) in table 6.1. In this experiment, sediment was contaminated, but toxicity for the above water was studied. See attached PDF file.

A PNEC for secondary poisoning may be proposed at 11.53 mg/kg food. See attached Excel file.

Naphthalene

Note that quality standard in water is at 1.2 µg/L from RIVM⁵, and at 1.9 µg/L from INERIS (because of uncertainties about genotoxicity).

Hexachlorobenzene

- By referring to many data proposed in the FHI datasheet, to GDCh report 119⁶, and by screening Aquire database, large BCF are observed for long term exposure to Hexachlorobenzene, especially for fishes. It is highly probable that assessing BCF for fishes at 18000 is not safe. 76 BCF data for Hexachlorobenzene from McGeer et al. 2003⁷ were considered. The authors have collated or calculated BCF from literature in which

¹ Vindimian et al. 2000

² Suter GW, Tsao CL. (1996). Toxicological benchmarks for screening potential contaminants of concern for effects on aquatic biota : 1996 revision. Health Sciences Research Division, Oak Ridge. 54 pages + Annexes.

³ Nisbet ICT, Lagoy PK. (1992). Toxic equivalency factors (TEFs) for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs). Regulatory Toxicology and Pharmacology, 16 :290-300.

⁴ Vindimian et al. 2000 : Complément au SEQ-Eau : méthode de détermination des seuils de qualité pour les substances génotoxiques. Rapport final. Client : Agence de l’eau Rhin Meuse.

⁵ Kalf DF, Crommentuijn GH, Posthumus R, Van de Plassche EJ. (1995). Integrated environmental objectives for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs). RIVM report n° 679101 018. 154 pages.

⁶ GDCh-Advisory Committee on Existing Chemicals of Environmental Relevance (BUA). Hexachlorobenzene – BUA report 119 (June 1993). German Chemical Society (Gesellschaft Deutscher Chemiker) ; S Hirzel. Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft Stuttgart.

⁷ McGeer JC, Brix KV, Skeaff JM, DeForest DK, Brigham SI, Adams WJ, Green A. (2003). Inverse relationship between bioconcentration factor and exposure concentration for metals : implication for hazard assessment of metals in the aquatic environment. Environ. Toxicol. Chem. 22(5) : 1017-1037. Data available at SETAC Supplementary Data Archive, Item ETC-22-05-001 ;

suitable (i.e. concentration measured by accepted analytical techniques, and guidelines associated with standard BCF test methodologies) data for both experimental exposure, and whole-body concentration were available. When the exposure duration was at least 28d for fish and 14d for invertebrates and plants or shorter periods if equilibrium had been demonstrated. They have calculated the arithmetic mean on these data : 18391. Note that the standard deviation reported in the paper is false⁸. The true standard deviation is at 22627, which reflects the huge variability of BCF data. For these data, fishes have the highest BCF. According to Kolmogorov-Smirnov test, on the log scale, BCF for fishes (22 data) are quite normally distributed (p= 0.38). The 90th percentile of the BCF for fishes is close to 40000 (38795, 4.59 on the log scale). However, it should be noted that cyprinids have systematically larger BCF values : the 90th percentile of the BCF for cyprinids is close to 80000 (78700, 4.90 on the log scale). **We would agree on the use of the BCF value of 50000.**

- According to literature⁹, biomagnification for Hexachlorobenzene may be moderate in fishes. **We would agree on the use of the BMF value of 10 for both freshwater and seawater.**
- As part of the US Clean Water Act, US-EPA recommends water quality standard for Hexachlorobenzene at 0.00028 µg/L for human health for consumption of water and organism¹⁰. According to table 8.1 of the FHI datasheet for Hexachlorobenzene, this would correspond to an intermediate risk scenario (high BCF, low biomagnification).

Finally, according to the 3 above arguments, we believe that a risk scenario based on high BCF and moderate biomagnification is needed to take into account secondary poisoning for Hexachlorobenzene. **We would accept a QS_{secpois.water} of 0.000033 µg/L.** Nonetheless, since Hexachlorobenzene is a very hydrophobic substance, it may be relevant to derive the QS in suspended matter.

Note that there is apparently an error when calculating QS_{sediment} (§ 8.2). It seems that the AF of 10 (because of log K_{ow}>5) was not taken into account when reporting results. It rather should be 3.7 µg/kg (wet wt) and 16.9 µg/kg (dry wt).

<http://etc.allenpress.com/archive/0730-7268/022/05/extref/i0730-7268-022-05-1017-ETC-22-05-001.PDF>

⁸ Standard deviation for a sample means was calculated, i.e. $s.d./\sqrt{n}$. This does not make any sense in this context.

⁹ See for example :

- Zitko V, Hutzinger O. (1976). Uptake of Chloro- and Bromobiphenyls, Hexachloro- and Hexabromobenzene by Fish. Bull. Environ. Contam. Toxicol. 16(6) 665-673. **(BMF<1 for juvenile *Salmo salar*)**
- Fisk AT, Norstrom RJ, Cymbalisky CD, Muir DCG. (1998). Dietary Accumulation and Depuration of Hydrophobic Organochlorines : Bioaccumulation parameters and their relationship with the octanol/water partition coefficient. Environ. Toxicol Chem. 17(5) :951-961. **(BMF<2.5 for juvenile *Oncorhynchus mykiss*)**
- Strandberg B, Bandh C, van Bavel B, Bergqvist PA, Broman D, Näf C, Petersen H, Rappe C. (1998). Concentrations, biomagnification and spatial variation of organochlorine compounds in a pelagic food web in the northern part of the Baltic Sea. Sci Total Environ 217 : 143-154. **(BMF zooplankton to Mysis <2, BMF Mysis to herring <8, BMF zooplankton to herring <10)**
- Strandberg B, Strandberg L, Bergqvist PA, Falandysz J, Rappe C. (1998). Concentration and biomagnification of 17 chlordane compounds and other organochlorines in harbour porpoise (*Phocoena phocoena*) and herring from the southern Baltic Sea. Chemosphere 37(9-12) :2513-2523. **(BMF herring to porpoise < 10)**
- Borgå K, Gabrielsen GW, Skare JU. (2001). Biomagnification of organochlorines along a Barents Sea food chain. Environ. Pollut. 113 : 187-198. **(BMF for zooplankton < 2, BMF for fish < 5, BMF for birds can exceed 100).**

¹⁰ National Recommended Water Quality Criteria : 2002. US-EPA, november 2002. EPA-822-R-02-047. <http://www.epa.gov/waterscience/pc/revcom.pdf>

Lead

- The major concern for Pb is about bioaccumulation and food uptake by humans or predators. 66 BCF data for lead from McGeer et al. 2003¹¹ were considered. Arthropods and molluscs have systematically the highest BCF value. According to Kolmogorov-Smirnov test, on the log scale, BCF for molluscs (16 data) and for crustaceans (11 data) are quite normally distributed ($p=0.95$ and $p=0.74$ respectively). The 90th percentile of the BCF is at 2279 for molluscs, and at 1153 for crustaceans. Note that log BCF values for fishes are also normally distributed ($p=0.94$), and the 90th percentile is at 405). According to Commission Regulation 466/2001/EC, Pb levels should not exceed 400 µg/L in fishes, 500 µg/L in crustaceans and 1000 µg/L in molluscs (§ 7 of the FHI datasheet). To be in line with this regulation, $QS_{\text{hh,food,water}}$ should not exceed 0.99 µg/L for fish, 0.43 µg/L for crustaceans, and 0.44 µg/L for molluscs.
- Another approach is by considering secondary poisoning via oral toxicity. From Edens et al. 1976¹², the NOEC (12 wk) for percentage hatch of egg on Japanese quail is at 10 mg Pb/kg_{food} (see attached Excel file). According to TGD § 3.8.3.5, $PNEC_{\text{oral}}$ is then derived at $10/30=0.3$ mg Pb/kg_{food}. Then, $QS_{\text{secpois,water}}$ should not exceed 0.74 µg/L for fish, 0.26 µg/L for crustaceans, and 0.13 µg/L for molluscs.

These results are consistent with the former proposal of $QS_{\text{water}} = 0.3 \mu\text{g/L}$.

As stated in McGeer et al. 2003, theoretical basis underlying the BCF model are inaccurate for metals : BCF model is essentially a hydrophobicity model, assuming simple diffusion of the pollutant. For metals, complex processes like ligand binding, interactions, sequestering, storage,... occur. BCF is then generally not independent of metal exposure concentration. Metal-specific bioaccumulation models may be more appropriate but further scientific developments are needed.

Additional remarks

We have a different position on the choice of the trigger criteria for need in deriving quality standard in sediment : taking log $K_{\text{ow}} > 3$ as trigger criteria is more protective than the current trigger criteria ($\log K_p > 3$).

Concerning the effect of averaging the data per species for the estimation of an HC5 in SSD method, we have submitted an article on this topic:

Duboudin, C Ciffroy, Ph and Magaud H. (2003) Effects of data manipulation and statistical methods on species sensitivity distributions, accepted in Environ. Toxicol. Chem.

We have tried different ways of weighting the data for a given species when several data are available, weighting the data within the different trophic levels and different statistical methods for the estimation of the HC5.

The results on 15 toxicants show that taking into account the intra species variability lowers the HC5 (by increasing the range for the distribution). Therefore we would recommend to weight the data in such a way that all the data are taken into account but the same weight is given for each species.

Concerning the importance of the availability of the data from the different trophic levels, it is more difficult to solve as this might bias the result. Nonetheless, we would recommend the use of different weighting when possible: no weighting (same weight for each species), same weight for each of the trophic level or weight for each of the trophic level according to what is present in the ecosystem.

As far as the statistical methods are concerned, direct weighted bootstrap (parametric or non parametric) is recommended, the effect of the method will modify the estimate of the confidence interval, but will have very little impact on the HC5 value.

The results on the HC5 depends more on the way in which the data are taken into account than on the statistical method used or even on the distribution adopted. Anyway, on the 15 substances studied, the differences between all the different HC5 (63 calculations per substances with all the options suggested) vary at most by a factor of 15 (1.2 on a log scale).

¹¹ McGeer JC, Brix KV, Skeaff JM, DeForest DK, Brigham SI, Adams WJ, Green A. (2003). Inverse relationship between bioconcentration factor and exposure concentration for metals : implication for hazard assessment of metals in the aquatic environment. Environ. Toxicol. Chem. 22(5) : 1017-1037.

¹² Edens FW, Benton E, Bursian SJ, Morgan GW. (1976). Effect of Dietary Lead on Reproductive Performance in Japanese Quail, *Coturnix coturnix japonica*. Toxicol. Appl. Pharmacol. 38 :307-314.

3) ADDITIONAL FRENCH COMMENTS FOR THE DERIVATION OF QUALITY STANDARDS

July, 29th 2003

Rédaction: H. Magaud (INERIS), V. Bonnomet, (INERIS), MH. Lamy (INERIS), C. Tissier (INERIS-IFREMER), D. Cossa (IFREMER)

Diffusion : P. Lepper (FHI), M. Braettemark (DGEnv), , G. Golaszewski (MEDD)

Information is given below on :

- ◆ Benzene
- ◆ Chloroform
- ◆ Anthracene
- ◆ Mercury

- **Benzene**

- Environmental Quality Standards

QS_{freshwater} is based on NOEC (32 days) for *Pimephales promelas* larvae (<24 h) at 800 µg/L (Russom and Broderius 1991). AF of 10 is applied for deriving QS freshwater :

$$\Rightarrow QS_{\text{freshwater}} = 80 \mu\text{g/L}$$

MAC is based on LC50 (96 h) for *Oncorhynchus necra* at 4 900 mg/L L (Moles et al 1979). AF of 100 is applied for deriving the MAC :

$$\Rightarrow MAC = 49 \mu\text{g/L}$$

We have $MAC < QS_{\text{freshwater}}$

The current methodology is inappropriate for substances with an Acute to Chronic Ratio that is inferior to 10. We suggest to apply an AF of 50 for deriving MAC with such substances.

- Drinking water issue

Anyway, since

- we should have $QS_{\text{global}} = \text{Min} (QS_{\text{drinking water after simple treatment}}, QS_{\text{freshwater}})$,
- max concentration of benzene in drinking water should not exceed 1 µg/L (Directive 98/83/EC),
- the fraction of benzene that can be extracted for drinking water after simple, treatment (coagulation + sand filtration) could not exceed 40%,

QS_{global} should not exceed 1.7 µg/L.

Note also that US.EPA water quality criteria¹³ for benzene is at 2.2 µg/L which is in the same order of magnitude.

¹³ National Recommended Water Quality Criteria : 2002. US-EPA, november 2002. EPA-822-R-02-047. <http://www.epa.gov/waterscience/pc/revcom.pdf>

- **Chloroform**

France is rapporteur for this substance. The following comments are mainly based on the last updated (will be submitted in August 2003) draft of the Risk Assessment Report (RAR).

- **Chronic quality standard**

According to TM3-02 (Sept. 2002), the lowest chronic valid study has been published by Toussaint et al., 2001.

14 day old fry Japanese Medaka fish were continuously exposed to chloroform in a flow-through system for 6 and 9 months. Measured test concentrations ranged from 0.017 to 1.463 mg/l. Endpoints were growth, survival, hepatocarcinogenicity, hepatocellular proliferation, histopathology and intrahepatic chloroform concentration.

After 6 months exposure, there was a suggestion of growth reduction, but these results were statistically not significant. At 9 months, no reduction in growth was found for length nor weight. Chloroform did not either appear to bioconcentrate in fish livers.

Chronic toxicity effects could only be found on histopathology of gallbladder (lesions) and bile ducts (abnormalities) after 6 and 9 months exposure at 1.463 mg/L (Toussaint, et al., 2001). At the highest concentration (1.463 mg/L), a significative effect was found only on one endpoint in the males (bile duct hyperplasia). In contrast, at the same concentration, female exhibited nine significant findings in the bile ducts of the liver and the gallbladder : bile duct hyperplasia, bile duct epithelium hyperplasia, dilatation of the bile ducts, concretions in the lumen, inflamations around bile ducts, concretions in the lumen of the gallbladder, gallbladder and cystic duct hyperplasia and cystic duct dilatation.

These observations and abnormalities could not be explained in the case of medaka. Chloroform target organs in medaka were only gallbladder and bile ducts which showed abnormalities. The reason of occurrence of concretions in the gallbladder and the bile ducts of the medaka is unknown. The cause of these concretions is usually an infection. But according to the author, further investigations are necessary to determine the origin and makeup of these concretions. Finally, the relation between these histological effects and a possible effect on the population is not shown.

However despite there was no effect on growth at this concentration, the NOEC = 1.463 mg/L will be considered in the risk assessment to take into account the abnormalities and all other effects that were observed on these fish. This value is also consistent with the results from Loekle et al. 1983 and Röderer 1990.

Therefore, we recommend to set $QS_{freshwater}$ at 146 $\mu\text{g/L}$.

- **Acute data from Stewart et al. 1979 was invalidated**

48h LC50 on *Crassostrea virginica* at 0.385 mg/L from Stewart et al 1979 was discarded since TM3-02 (Sept. 2002).

This value is 100 fold lower than the lowest valid result on *Daphnia* (29 mg/L). The study by Stewart et al., 2002 is dealing with several disinfection byproducts. Testing methods and endpoints were not that much described

Because of these uncertainties in methodology and because the lowest result was based on a graphical extrapolation and an assumption about the loss of substance during the course of exposure, another study with a better maintenance of the exposure level was conducted in accordance with ASTM Method E724-942002 (WRc, 2002¹⁴). 48h EC50 = 152.5 mg/L was then found. The difference in the results from the test by Stewart et al with the new by WRc could be explained by several factors :

- 1) In the study by Stewart et al. (1979), assumption had to be made to derive concentrations taking into account a decrease of the substance during the test. Losses of the substances might have been overestimated. In addition, chemical analyses of chloroform might have been improved since the test by Stewart,

¹⁴ WRc (2002), Report on a study to assess the toxicity of chloroform to oyster (*Crassostrea gigas*) embryos, report No.:CO5045, February 2002, 13p.

- 2) In the oyster tests, microscopy examination need trained persons. Even with trained persons, interpretation of the endpoints might be slightly different from one to the other laboratory : some are considering the larvae as abnormal only if they could not observe the D-form whereas other are taking into account any abnormal aspect with an accurate observation. Such differences in endpoints might partly explain the gap between both results. In the Stewart et al (1979) study, the effects were based on whether the D-shaped were alive or dead. No information is given in the paper as to how this was carried but it is assumed it is based on whether the organisms were motile in the unfixed sample. Since chloroform has narcotic properties, larvae in the Stewart et al. paper could have been considered to be dead when in fact they were immobile because they were narcotised. In the study conducted by WRc (2002), the assessment of the proportion of larvae in a sample which have developed to the D-shaped is made after the organisms are fixed with formaldehyde. Therefore, endpoints of both studies are not directly comparable in terms of endpoints.
- 3) Tests have been performed on different species. Although no information is available on the difference of sensitivity between both species, we could assume that *C. virginica* might be more sensitive than *C. gigas*.

The results from the test by WRc will be preferably considered because the test is completely described, analytical measurements were performed at every concentrations and the methodology was close to an international standardised method (ASTM). In addition the EC 50-48h seems to fit more closely to other acute toxicity results on invertebrates (LC 50-48h ranging from 29 to 79 mg/L for *Daphnia magna*).

• Deriving the MAC

72h EC50 = 13.3 mg/L on *Chlamydomonas reinhardtii* from Brack and Rotter 1994 is then the lowest valid acute value.

Therefore, applying an application factor of 100 leads to a MAC at 133 µg/L. Since MAC < QS, acute to chronic ratio should be further investigated for chloroform. For substance with acute to chronic ratio lower than 10, we recommend to use an AF of 50 instead of 100 to derive the MAC from acute data. We therefore suggest MAC = 266 µg/L

• Global QS

- Following the $QS_{global} = \text{Min}(QS_{drinking\ water\ after\ simple\ treatment}, QS_{freshwater})$ rule,
- and since max concentration of chloroform in drinking water should not exceed 100 µg/L (98/83/EC),

the fraction of removal of chloroform during water treatment should be assessed to know whether $QS_{drinking\ water\ after\ simple\ treatment}$ or $QS_{freshwater}$ should be chosen to derive QS_{global} .

According to SIMPLETREAT model, removal in STPs is 83.1 % (high volatile substance). That leads to $QS_{drinking\ water\ after\ simple\ treatment} = 592\ \mu\text{g/L}$. ***Therefore, QS_{global} should be equal to $QS_{freshwater}$***

• Sediment

Some concern for the sediment compartment has been identified in the RAR. Therefore, testing has been asked on benthic organisms.

It may be relevant to assess a quality standard for sediment, although the $\log K_{p_{susp}}$ is <3. The actual proposed QS are : $QS_{sed} = 55\ \mu\text{g/kg (dw)}$ and $QS_{sed} = 21.2\ \mu\text{g/kg (ww)}$. This might be revised later.

Note that the wet weight to dry weight conversion factor (2.3) for deriving the $PNEC_{sed}$ is erroneous in the RAR. Using generic parameters for sediment (80% water, 20% solid) ***it should be 2.6***. However, since a factor of 4.6 was used in the others FHI substances datasheets (by applying generic parameters for SPM, in accordance with the new TGD), ***to be consistent, 4.6 factor may be used also for chloroform.***

• Natural sources

One can not deny that chloroform might be released by natural processes. However, due to high volatility of chloroform, these natural releases will mainly influence the final air concentration. For the purpose of deriving surface¹⁵ water quality standards, this natural background concentration may be neglected.

Although there is no direct evidence of a natural source of chloroform, industrial chloroform releases are not large enough to account for the observed global chloroform burden. Whether known indirect sources of chloroform (such as water chlorination, pulp mill effluents and other by-product emissions from non-chemical industry) are large enough to account for the observed burden or whether a natural source of chloroform exists is a matter for speculation (BRE, 1994¹⁶).

Many studies were conducted to assess the global atmospheric chlorine cycle and the role of natural processes. To address this issue, emissions of the major reactive chlorine species in the troposphere were calculated. Four major sources were considered : oceanic and terrestrial biogenic emissions, sea-salt production and dechlorination, biomass burning, and anthropogenic emissions (industrial sources, fossil-fuel combustion and incineration).

According to Keene et al. (1999)¹⁷, the major global sources for tropospheric chloroform would be direct emissions from the surface ocean, soils and fungi, although biological processes are not well defined (Keene et al., 1999). Estimated emissions from anthropogenic sources would account for only about 10% of the total emitted from all sources. However, there is still a large inconsistency between the estimated sources and sinks, partly due to sparse observational data currently available.

Although there are very few data for concentrations of chloroform in seawater, these data show a supersaturation suggesting that the oceans are a source of chloroform to the atmosphere. Using a standard model for the exchanges of gases between ocean and the atmosphere, an oceanic emission is estimated to represent half of the total chloroform emissions (Khalil et al., 1999)¹⁸. Natural production associated with the oxidation of methyl chloride produced by algal activity is also mentioned by other authors (Nightingale et al., 1995 in Environment Canada & Health Canada, 2000)¹⁹. However, the real contribution of the natural process in the global chloroform flux is not known. The supersaturation of chloroform in seawater is therefore not explained and there is no evidence that oceanic emission is a major source for chloroform concentration in the atmosphere.

Coastal areas were specifically investigated for chloroform natural emissions. Some algae species were found to release “significant” quantities of chloroform (up to 2,400 ng.g⁻¹.h⁻¹) (Euro Chlor, 2002)²⁰. Although some authors tried to calculate the global flux of chloroform from sea shore, it was recognized by themselves to be highly empirical (Nightingale et al., 1995 in Euro Chlor, 2002).

Besides, global chloroform emissions from biomass burning have been quantified and it was estimated that the amounts emitted from fires represented only 0.4% of their global source strengths (Lobert, et al., 1999)²¹. It is also suggested that chlorination of soil organic matter is one possible source of chloroform. Several pathways were suggested for the formation of chloroform above soils (Frank et al., 1989)²²:

¹⁵ in the case of groundwater, exchange with atmosphere will not take place as readily

¹⁶ Building Research Establishment (1994). Environmental hazard assessment : Chloroform. Watford, Building Research Establishment, Toxic Substances Division, Directorate for Air, Climate and Toxic Substances, Department of the Environment : 46 pp.

¹⁷ Keene, W.C., Khalil, M.A., Erickson III, D.J., McCulloch, A., Graedel, T.E., Lobert, J.M., Aucott, M.L., Gong, S.L., Harper, D.B., Kleiman, G., Midgley, P., Moore, R.M., Seuzaret, C., Sturges, W.T., Benkovitz, C.M., Koropalov, V., Barrie, L.A., Li, Y.F., (1999). Composite global emissions of reactive chlorine from anthropogenic and natural sources: reactive chlorine emissions inventory. Journal of Geophysical Research, 104 (D7), 8429-8440.

¹⁸ Khalil, M.A.K., Moore, R.M., Harper, D.B., Lobert, J.M., Erickson, J., Koropalov, V., Sturges, W.T., Keene, W.C., (1999). Natural emissions of chlorine-containing gases: reactive chlorine emission inventory. Journal of Geophysical Research, 104 (D7): 8333-8346.

¹⁹ Environnement Canada and Health Canada (2000) Canadian Environmental Protection Act, 1999. Priority substances list. Assessment Report Chloroform, Draft for Public comments, June 2000, 151 pp.

²⁰ Euro Chlor (2002). Chloroform in the environment – Occurrence, sources, sinks and effects. Science Dossier, May 2002 (www.eurochlor.org), 38p

²¹ Lobert, J.M., W.C. Keene, J.A. Logan and R. Yevich, 1999 : “Global chlorine emissions from biomass burning : reactive chlorine emissions inventory.” Journal of geophysical research 104 (D7): 8373-8383.

- (a) wet deposition of airborne trichloromethane,
- (b) reaction with chlorocarbon precursors (e.g. tetrachloroethylene),
- (c) chlorination of humic acids.

(a) With a Henry's law constant of $275 \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{mol}^{-1}$ at 20°C , chloroform is unlikely to contribute to wet deposition. Some experimental studies on wet deposition of chlorinated hydrocarbons confirmed that this phenomenon is not an important process that could explain chloroform formation in soils (Frank et al., 1989, ECSA, 2003²³).

(b) In a recent study (ECSA, 2003), chloroform concentrations in the atmosphere at approx. 40-60 cm above 18 forest soils were measured for a 5 months period (august to december 2002). Test sites with high trichloroacetic acid (TCA) levels were chosen in South –Western Germany and Eastern France. The study was performed to explore the possible role of Perchloroethylene (PCE) in respect of high levels of trichloroacetic acid. However, chloroform concentrations were measured to investigate the photochemical activity of the atmosphere in TCA degradation processes. Results indicated an average chloroform concentration at $0.11 \pm 0.02 \mu\text{g}/\text{m}^3$. This concentration was stable except in three test sites where the concentration increased over $0.20 \mu\text{g}/\text{m}^3$ during the autumn. However, these concentrations could not be correlated to the concentration of other chlorinated hydrocarbons indicating that reaction with chlorocarbon precursors is not an important process for the formation of chloroform in soils. The results of this study are not in accordance with a previous study by Haselmann et al., 2000a in ECSA, 2003: the rate of production of chloroform in laboratory conditions was doubled by spiking the soils with trichloroacetic acid. These chemical processes might be highly dependent to environmental conditions.

(c) Finally, the source of chloroform in soils and atmospheric air above soils could be explained by the microbially induced halogenation of organic matter in the upper soil layers (Laternus, et al., 2000)²⁴.

Khalil & Rasmussen, (2000)²⁵ measured chloroform emissions from five soils representing different ecosystems. Emissions ranged from 0 (arctic grass, crops in China) to $52 \mu\text{g}/\text{m}^2/\text{d}$, with a middle value of $8 \pm 4 \mu\text{g}/\text{m}^2/\text{d}$. As the scale of values is extensive and none of the five ecosystems was taken from an European environment, it is not possible to extrapolate the data for Europe. Other studies showed that chloroform was mainly emitted by soils that contain a humic top layer or are covered by wood chips. In the study by Hoekstra, et al., 2001²⁶, wood degrading areas and soils with a humic layer were found to emit up to $1,000 \text{ ng CHCl}_3\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$ and seemed to be the largest chloroform sources over the other studied areas. However, above canopy, all concentration gradients indicated deposition. Other studies reported highly variable rates: 0.1 to $4 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{d}^{-1}$ in Danish forest soils (Haselmann et al., 2000a)²⁷. Results from the same group indicated an expected flux of $12 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{d}^{-1}$ (Haselmann et al., 2000b)²⁸. As these processes seem to be highly dependent on environmental conditions, the derivation of the global contribution of these natural processes for chloroform concentrations in air and in soils would need specific measurements all over European ecosystems. With a great uncertainty in extrapolation of a median emission value, Khalil et al. (1999) estimated that chloroform land-based biogenic emission could represent between 15% and 60% of the global emission. At the moment it is not clear whether or not soils in temperate zones contribute significantly to the atmospheric burden.

²² Frank, H., Frank, W., Thiel, D. (1989). C1-und C2-Halocarbons in soil-air of forests. Atmospheric Environment, 23(6), 1333-1335.

²³ ECSA (European Chlorinated Solvent Association) (2003). Monitoring TCA in forest soils and deposition. Phase I – TCA levels and PER trends. Final report R001-4216903RCB-D01-D by Tauw, 12 June 2003, 37p.

²⁴ Laternus, F., F.R. Lauritsen and C. Gron (2000). "Chloroform in a pristine aquifer system: Toward an evidence of biogenic origin." Water Resources Research 36(10): p 2999-3009.

²⁵ Khalil, M.A., Rasmussen, R.A., (2000) : "Soil-Atmosphere exchange of radiatively and chemically active gases." Environmental Science and Pollution Research 7 (2): 79-82.

²⁶ Hoekstra, E.J., J.H. Duyzer, E.W.B. de Leer and U.A.T. Brinkman, 2001 : "Chloroform - concentration gradients in soil air and atmospheric air, and emission fluxes from soil." Atmospheric Environment 35 (1): 61-70.

²⁷ Haselmann, K.F., Laternus, F., Svensmark, B., Gron, C. (2000a). Formation of chloroform in spruce forest soil – results from laboratory incubation studies. Chemosphere, 41: 1769-1774.

²⁸ Haselmann, K.F., Ketola, R.A., Laternus, F., Lauritsen, F.R., Gron, C. (2000b). Occurrence and formation of chloroform at Danish forest sites. Atmospheric Environment, 34: 187-193.

- **Anthracene**

Anthracene will probably not be discussed before TM IV (at least Dec. 03) under 793/93.

- About the lowest valid chronic data

The source for the *Daphnia magna* NOEC at 0.63 µg/L denoted as from “Holst 1991” in RAR is not yet elucidated. Holst and Giesy (1989)²⁹ may be the correct reference but NOEC at 0.63 µg/L is not explicitly given there.

In the study by Holst & Giesy (1989) on *Daphnia magna* reproduction, the total number of neonates produced within 21 days by daphnia exposed to 2.1 µg/L anthracene without UV exposure was 5.3 % lower than for the unexposed daphnia. At the concentrations of 4.0 and 8.2 µg/L, the inhibition of neonates production was respectively 8.0 and 13.8%. As the effect at the lowest concentration (2.1 µg/L) was considered as statistically significant, this concentration could be assimilated to a LOEC. According to TGD, a NOEC can be derived from a LOEC when the effect is between 10 and 20%. As this is not the case and as the effect is very low (about 5%), we would suggest to use directly the LOEC as a NOEC for the derivation of the PNEC. By using this result, the intrinsic toxicity of anthracene is considered and phototoxicity is not taken into account. Besides, test conditions are well described in the article and the authors put a lot of effort maintaining test concentrations during the test (food addition and contamination was taken into account). This result is also consistent with the result by Foran, J.A. et al., (1991) on the reproduction of *Daphnia magna*.

Therefore, a NOEC=2.1 µg/L for *Daphnia magna* could be used to derive the QS.

- Deriving Environmental Quality Standards

- About phototoxicity

With light exposure, toxicity seems to be strongly enhanced at very short term. For example, EC50 after 1 hour and UV exposure for *Artemia salina* and *Daphnia magna* is 20 µg/L (Kagan et al. 1985). Less than 15 min was required for 50% immobilisation of *Daphnia pulex* at 1.2 µg anthracene /L under natural sunlight (Oris et al. 1984³⁰).

On longer term, toxicity excess due to light may be moderated: NOEC values from experiments on *Daphnia magna* with or without UV are in the same order of magnitude (1.9 - 2.2 µg/L, Foran et al. 1991). This would need to be confirmed by supplementary studies.

Since it is difficult to normalise illumination (intensity, wavelength spectrum,...), **we would recommend to consider only assays without UV radiation. This should reflect the intrinsic toxicity of anthracene.**

However, to take into account additional hazard due to phototoxicity, we would recommend to apply a supplementary factor of 5 when deriving the quality standards.

- Deriving the QS

Chronic results are available for daphnia, fish and algae. Except for algae where illumination is necessary for the growth of the biomass, tests performed in the absence of UV radiation are preferred in order to assess intrinsic toxicity of anthracene. However, we cannot ignore the excess hazard due to phototoxicity. Many tests are demonstrating that anthracene toxicity is enhanced with solar radiation (Holst & Giesy, 1989; Foran et al., 1991; Bowling et al., 1983; Oris & Giesy, 1985). Therefore, we would suggest raising the assessment factor from 10 (3 chronic results) to 50.

²⁹ Holst LL, Giesy JP. (1989). Chronic Effects of the Photoenhanced Toxicity of Anthracene on *Daphnia magna* Reproduction. Environ. Toxicol. Chem. 8(10):933-942

³⁰ Oris, J. T.; Giesy, J. P.; Allred, P. M.; Grant, D. F.; Landrum, P. F., Photoinduced toxicity of anthracene in aquatic organisms: an environmental perspective. Stud. Environ. Sci. (1984), 25(Biosphere: Probl. Solutions), 639-58.

In this case, an assessment factor of 50 applied to the lowest NOEC (2.1 µg/l), **would give a QS_{freshwater}=0.042 µg/L.**

- Deriving the MAC

Since there is no information whether data from Verschuereen 1996 are from radiated experiments or not, we propose to use the 2 days LC50 at 36 µg/L for *Daphnia magna* from Abernethy (1986) to derive (with circumspection however) an indicative MAC. The regular assessment factor of 100 is raised with a factor 5 to take account of phototoxicity.

⇒ MAC = 36/500 = 0.072 µg/L

However, toxicity enhancement due to light may be greater than 5 on short term. ***We are quite unconvinced by the relevance in deriving a MAC for anthracene (diffuse emissions principally).***

• Mercury

• Environmental quality standard

The main concern in the development of an EQS for mercury is the secondary poisoning of predators by methylmercury.

As a consequence, we propose to derive an overall quality standard for the protection of aquatic organisms based on the secondary poisoning of methylmercury and then to calculate the quality standard for inorganic mercury from this value.

Actually, a number of studies have shown that methylmercury typically amounts to 1 – 10 percent of total mercury in water (UNEP, 2002)³¹. This range will be used in the determination of the EQS for inorganic mercury.

Table 1 : Oral toxicity data (CH₃Hg) relevant for the assessment of non-compartment specific effects relevant for the food chain.

Organisms	Species	Exposure time(d)	NOEC (mg CH ₃ Hg/kg food)	Reference
Birds	<i>Anas platyrhynchos</i> (3 generations)	20 d	0.25	Heinz, 1979 ³²
Mammals	<i>Mamaca sp.</i> (growth)	365 d	0.22	Kawasaki <i>et al.</i> , 1986 ³³
	<i>Mustela vison</i> (mortality)	93 d	1.2	Wobeser <i>et al.</i> , 1976 ³⁴

The results reported in table 1 are from laboratory experiments. A lot of field experimental data on birds and mammals are also available in the literature and are in agreement with these values. For example, field studies on free-living common loons (piscivorous aquatic bird) indicate negative impacts on reproduction when mercury in prey fish reaches 0.2 – 0.4 mg/kg (wet weight) (Barr, 1986 cited in UNEP, 2002 and Wiener *et al.*, 2003³⁵).

³¹ UNEP. 2002. Global Mercury Assessment. UNEP Chemicals, Geneva, Switzerland, December 2002.

³² Heinz, G.H. (1979) Methylmercury: reproductive and behavioral effects on three generations of Mallard ducks. *J. Wildl. Manage.*, **43**, 2, 394-401.

³³ Kawasaki, Y. (1986) Long term toxicity study of methylmercury chloride in monkeys. *J. Food. Hyg. Soc. Jap.* **27**, 528-552.

³⁴ Wobeser, G., N.O. Nielsen and B.Schiefer (1976) Mercury and mink II. Experimental methyl mercury intoxication. *Can. J. Comp. Med.*, **40**, 34-45.

³⁵ Wiener, J.G., D.P. Krabbenhoft, G.H. Heinz, A.M. Scheuhammer. (2003.) Ecotoxicology of Mercury. In Handbook of Ecotoxicology. Ed. D.J. Hoffman, B.A. Rattner, G.A. Burton Jr, J. Cairns Jr. Lewis Publishers. 2nd Edition.

Therefore we propose to calculate the PNEC_{oral} from the value of 0.25 mg CH₃Hg/kg food (wet weight) obtained with *Anas platyrhynchos*. Since this value is from a bird chronic study, an assessment factor of 30 will be used as recommended by the TGD.

$$\text{PNEC}_{\text{oral}} = 0.25 / 30 = 0.0083 \text{ mg/kg food} = 8.3 \text{ } \mu\text{g/kg food (ww)}.$$

Concentrations of methylmercury in fish commonly exceed those in ambient surface water by a factor of 10⁶ to 10⁷ L/kg (bioaccumulation factor BAF) both in the freshwater and in the marine environments (Wiener *et al.*, 2003; UNEP, 2002). For this reason *we propose to use the same quality standard for the marine and the freshwater*. The BAF value of 10⁷ L/kg is commonly reported for top predators.

The quality standard in water is thus calculated from the BAF fish of 10⁶ – 10⁷, which takes into account the BMF, and the PNEC_{oral}.

This results in:

$$\text{QS}_{\text{sec.poiso.water, predators}} = 8.3 \text{ (}\mu\text{g/kg)} / 10^6 = 8.3 \text{ pg CH}_3\text{Hg/L}$$

$$\text{QS}_{\text{sec.poiso.water, top-predators}} = \mathbf{8.3 \text{ (}\mu\text{g/kg)} / 10^7 = \mathbf{0.83 \text{ pg CH}_3\text{Hg/L}}$$

We suggest to use the latter value as QS_{water}.

As said before, methylmercury generally accounts for about 1 to 10% of the total mercury in oxic surface water. Higher percentage are reported in the Mediterranean Sea where the percentage of Hg as methylmercury was found to be about 20 % (Horvat *et al.*, 2003³⁶). Using a ratio of 10 %, a quality standard expressed as total mercury in the water can be proposed:

$$\text{QS}_{\text{sec.poiso.water, predators}} = 0.083 \text{ ng Hg}_{\text{tot}}/\text{L}$$

$$\text{QS}_{\text{sec.poiso.water, top-predators}} = \mathbf{0.0083 \text{ ng Hg}_{\text{tot}}/\text{L}}$$

We suggest to use the latter value as QS_{water}.

We suggest, then, to determine the environmental quality standard for mercury based on the above concentrations and the natural regional background concentrations of mercury using the added risk approach.

³⁶ Horvat, M., J. Kotnik, M. Logar, V. Fajon, T. Zvonaric, N. Pirrone (2003) Speciation of mercury in surface and deep-sea waters in the Mediterranean Sea. *Atmosph. Environm.*, **37**, Suppl. 1, 93-108.

4) COMPTE RENDU «2ND MEETING OF THE NICKEL EU ENVIRONMENTAL RISK ASSESSMENT RESEARCH PROGRAM PEER-REVIEW PANEL (NERAP)

Arona, Italy

15 September 2003

Rédaction : Hélène Magaud (INERIS)

Lors de cette réunion organisée par l'industrie et présidée par Peter Calow, des présentations un peu générale sur la prise en compte de la biodisponibilité dans les évaluations des risques pour les métaux ont été faites par les experts scientifiques:

“The basis for incorporating bioavailability considerations into environmental risk assessments of nickel and other metals” Dominic DiToro, University of Delaware, Newark, DE, USA

“The importance of bioavailability in the expression of nickel toxicity in water and sediment” Karsten Liber, University of Saskatchewan, Canada

Par ailleurs, les programmes engagés par l'industrie pour la production des données relatives au Nickel ont été présentées, Nickel EU Environmental Risk Assessment Research Program (Colin Jansen, Eric Smolder)

Quelques échanges ont pu avoir lieu. Quelques points techniques soulevés ont retenu mon attention :

- La matière organique n'influe pas sur la toxicité aiguë du Nickel mais elle modifie la toxicité chronique
- Le nickel se complexe plus avec les acides humiques qu'avec les acides fulviques
- Les hyalines semblent sensibles. L'utilité de normaliser cet essai à un niveau international a été soulignée!
- "Acute to chronic ratio" très important pour le nickel. Ce ne sont pas les mêmes facteurs qui modifient la spéciation à faibles et fortes concentrations.
- Concentration naturelle très importante en France (Brécly / Bourgogne) (environ 100 mg/kg)
Quel sens va avoir une PNEC < 1mg/kg ?
La question de définir des seuils régionaux a été posée.
- Les sulfures s'oxydent très lentement, mis à part le sulfure de fer. La stabilité des métaux liés au soufre lors des remises en suspension par exemple crédibilise l'approche "AVS/SEM".

Ce groupe se réunira régulièrement pour évaluer les travaux en cours sur le Nickel. La participation de l'INERIS reste à décider.

5) COMMENTAIRES ENVOYES A G. GOLASWESKI (MEDD) A PROPOS DU MERCURE

22 septembre 2003

Nous avons déjà soumis des commentaires pour le mercure à Peter Lepper et à Maria Braettemark le 29 juillet dernier.

Le méthyl mercure est beaucoup plus biodisponible et ainsi plus toxique que le mercure inorganique. La teneur en méthyl mercure dépend de la teneur en mercure inorganique. Le méthyl mercure représente 1 à 10% du mercure total dans les eaux naturelles (UNEP, 2002). Du fait que les émissions anthropogéniques sont sous forme de mercure inorganique, les limites d'émissions sont donc définies par rapport au mercure inorganique. Une fraction du Hg introduit sous forme inorganique sera converti en méthylmercure par les processus naturels dans l'environnement (notamment par les bactéries réductrices de sulfate). Ainsi dans une démarche d'analyse de risque, on ne peut traiter séparément les deux formes. Il est donc nécessaire de définir des seuils de qualité cohérent entre les deux formes et il serait préférable de faire un suivi du méthyl mercure

Il n'y a aucun doute sur la dangerosité et le fort potentiel de bioaccumulation du mercure. En milieu naturel le facteur de bio concentration varie de 10^4 à 10^7 suivant le niveau trophique considéré (la place dans la chaîne alimentaire: le phytoplancton concentrant dix mille fois et les prédateurs bioamplifiant jusqu' dix million de fois le méthylmercure).

- Le FHI proposait de prendre un facteur de bioconcentration de 3600 et un facteur de biomagnification de 1 à 4.
- Dans notre proposition, nous avons mentionné des facteurs de bioaccumulation de l'ordre de 10^6 à 10^7 (Wiener *et al.*, 2003; UNEP, 2002).
- Dans la deuxième annexe, préparée par le Royal Haskoning (RH), du document des industriels (Attachment2.doc), il est mentionné que le RIVM considère un facteur de bioconcentration de 21700 pour le mercure total. En faisant l'hypothèse que le mercure inorganique représente 90% du mercure total dans l'eau et 20% dans le poisson, le BCF pour le mercure inorganique est abaissé à $21700 \cdot (0.20/0.90) = 4822$ (4774 dans le rapport du RH avec les erreurs d'arrondis...). Selon la même logique, le BCF pour le méthyl mercure devrait être corrigé à $21700 \cdot (0.80/0.10) = 173\ 600$. Mais le RH assimile le BCF du méthyl mercure à celui du mercure total (21700), ce qui n'est pas très cohérent...
- Le RH et les industriels proposent de prendre la moyenne géométrique des différents BCF. Ce n'est absolument pas protecteur. Dans ce genre de cas, nous proposons plutôt de prendre le 90^{ème} percentile. (Voir notre proposition du 18 juin dernier)

Compte tenu de la grande variabilité naturelle, des incertitudes résiduelles sur la bioaccumulation et parce qu'il est actuellement impossible de mesurer les très faibles concentrations qu'impliquent les seuils dans l'eau, il serait souhaitable de faire le suivi directement dans les biotes (faire peut être une proposition dans ce sens pour les « monitoring matrices » de AMPS). S'il faut absolument définir un seuil dans l'eau, dans le doute, le principe de précaution nous dicte de le baser sur des valeurs de BCF conservatrices.

En ce qui concerne les seuils proprement dit, l'industrie propose de prendre un seuil pour le mercure total dans l'eau à 100 ng/L sans autre forme de justification qu'une référence (non

détaillée) à des données du RIVM. On ne sait pas s'ils utilisent des valeurs pour le mercure total, inorganique ou méthylé, que ce soit pour leur BCF ou leurs données de toxicité orale. D'après les experts de la question (D. Cossa IFREMER) de tels seuils condamneraient les pêcheries.

Au contraire, notre proposition suit les recommandations proposées par le TGD et s'appuie sur des données validées... Le BCF et les données de toxicité orales sont pour le méthyl mercure, qui est, nous l'avons vu, le plus problématique. La correspondance avec le mercure total est faite en faisant l'hypothèse, réaliste, que le méthyl mercure représente 10% du mercure total.

A noter aussi : à l'évidence, il y a une erreur d'opérateur (signe * au lieu de +) dans la formule reportée du §3.2 dans le rapport du RH :

$$WC = \frac{(TD * [1/UF]^o * W_{t_A})}{WA \# [(FD_3)(FA * BAF_3) + (FD_4)(FA * BAF_4)]}$$

6) MAIL A PETER LEPPER (FHI) A PROPOS DU LINDANE

30 septembre 2003

Dear Dr Lepper,

The quality standards for the French quality assessment system, the SEQ-Eau (see file SEQ EAU V1 etude agence 64.pdf) were in fact established by WRc consultants in 1996 (see attached file R-CompI-SEQ-Eau-Annexe4.doc).

We are also quite puzzled by the data they presented for lindane. There are undoubtedly many mistakes in references. Furthermore, we are quite unconfident about the reliability of these data.

We scrutinised Aquire database for lindane (see attached file lindane_aquire.xls) to check the bibliographic citations.

 Ref #4 for *Scenedesmus obliquus* (algae) is probably false since :
 “Macek, K.J., and W.A. McAllister (1970) Insecticide Susceptibility of Some Common Fish Family Representatives *Trans.Am.Fish.Soc.* 99(1):20-27”
 is referencing ecotoxicity data for fishes only.

In fact, we suppose that Krishnakumari (1977) should probably be linked to Ref#4, since we found in Aquire a 5 days LC100 at 5000 µg/L for algae (but for *Scenedesmus acutus*) from this author.

 Data from Yi-xiong and Bo-Zen (1987) (Ref#1) for *Scenedesmus obliquus* are not reported in Aquire.

 Ref#6 for “larve de mouche” (dipteran larvae in French) is probably false since :
 “Krishnakumari, M.K. (1977) Sensitivity of the Alga *Scenedesmus acutus* to Some Pesticides *Life Sci.* 20:1525-1532”
 is referencing ecotoxicity data for algae only.

There is no 96 h LC50 at 1.1µg/L for dipterian larvae in Aquire. This may come from Cope (1965) since a 96 h LC50 at 1 µg/L is present for *Pteronarcys californicus* nymphs (Plectoptera stoneflies)

 Data from Bluzat and Seuge (1979) (Ref#3) for *Gammarus pulex* are present in Aquire and correctly reported.

 Data from Macek et al. (1976) (Ref#2) for *Gammarus fasciatus* are present in Aquire and correctly reported.

 We did not find data for *Salmo trutta* (Ref#5) from Cope (1965) in Aquire. Nevertheless, there is a 96 h LC50 for *Salmo trutta* at 2 µg/L from Macek and Mc Allister (1970).

 Data from Macek et al. (1976) (Ref#2) for *Salvelinus fontinalis* are present in Aquire and correctly reported.

To summarise, we suppose that :

- Macek et Mc Allister (1970) should be referenced as ref#5
- Cope (1965) as ref#6
- Krishnakumari as ref#4

I am afraid we do not have these publications at the INERIS...

I am not quite sure this had helped you... Anyway, if you need some further informations, do not hesitate to contact me.

Yours sincerely,

Vincent BONNOMET

INERIS DRC/ECOT
Parc Technologique ALATA BP2
60550 Verneuil-en-Halatte
FRANCE

Tel. : +33 (0)3 44 55 69 54

Fax : +33 (0)3 44 55 67 67

>>> Peter Lepper <peter.lepper@ime.fraunhofer.de> 09/29 4:03 >>>

Dear Mr Bonnomet,

together with Austria as reporting member state I need to verify some critical toxicity data that were used to derive the proposed quality standards for Lindane in the context of the Water Framework Directive.

The data are taken from the INERIS report:

Les Etudes des Agences de l'Eau N° 64: Système d'Évaluation de la Qualité de l'Eau des Cours d'Eau. SEQ-Eau (version 1) Annexe A – Grilles de seuils par altération avec justifications (Annexe 4: Classes d'Aptitude Pour Divers Micropollutants, Fonction "Potentialités Biologiques de l'Eau", 2.59 Lindane, p67 - Fiche de Données). Agences de l'Eau, Janvier 1999. ISSN 1161-0425

The critical studies are:

1. 96h CL50 1,1 µg/l, larve de vache. In tableau 1 of the Lindane section (2.59) the reference is given as "Krishnakuman (1977)", however, in the section "References" I could only find a full citation for "Krishnakumari, M.K (1977) Sensitivity of the alga *Scenedesmus acutus* to some pesticides. Life Sciences 20, 1525-1532"
2. 96h CL50 2,0 µg/l, *Salmo trutta*. The reference is given as "Cope, O.B. (1965) Sport fishery investigations. In "Effects of pesticides on fish and wildlife", 1964. Research findings of the Fish and Wildlife

Service. Circular 226, pp 51-63"

I tried to order these references via the library service of the University of Hannover (Germany) but was informed that they could not find any papers matching the above citations.

As you are with INERIS, I'd appreciate it very much if you could check whether:

- the citations are correct
- these publications are available at the INERIS library and if so, provide me with copies thereof (preferably as scanned documents or by fax, i.e. as fast as possible).

In advance, thank you very much for your help!

Best regards,
Peter Lepper

--

Dr. Peter Lepper
Fraunhofer IME
Am Aberg 1
57392 Schmallenberg
Germany

Phone: +49 (0)2972 302 224
Fax: +49 (0)2972 302 319
<http://www.ime.fraunhofer.de>

CC : ctissier@ifremer.fr; genevieve.golaszewski@environnement.gouv.fr; Hélène MAGAUD;
Maria.Braettemark@cec.eu.int; Martin WIMMER

7) PREPARATION AGENDA ITEM 3 "ENVIRONMENTAL QUALITY STANDARDS" - OUTSTANDING ISSUES

13 novembre 2003

Rédaction : H. Magaud, V. Bonnet, (INERIS)

Diffusion : G. Golaszewski (MEDD), C. Bordier (MEDD)

D'une manière générale les commentaires qui ont été envoyés le 27 juin à la commission peuvent être repris.

Potabilisation de l'eau

La norme globale doit être déterminée en prenant la plus faible norme parmi celles déterminées pour l'eau, les sédiments, l'empoisonnement secondaire des prédateurs, l'impact sur la santé humaine, la potabilisation de l'eau (directive 98/83/CE). Par ailleurs, en vertu de l'article 4(9) les normes de qualité environnementale définies dans le cadre de la 2000/60/CE ne peuvent pas être moins protectrices que les normes européennes en vigueur (par exemple dans les directives filles de la 76/764).

- Les normes « eaux potables » utilisées doivent obligatoirement être en accord avec la directive 98/83/CE. Mais si la substance n'est pas listée dans la 98/83/CE, faut-il prendre en compte les recommandations de l'OMS, EPA, ou autres ? Ces recommandations n'ont pas de statut légal, mais il est évidemment préférable d'en tenir compte.
- Doit-on déterminer des normes pour la potabilisation de l'eau pour toutes les masses d'eau ou seulement pour celles utilisées pour le captage d'eau potable ? Toutes les masses d'eau sont interdépendantes et la pollution se distribue entre toutes les masses d'eau du réseau hydrographique (pollution diffuse), c'est l'un des grands apports de la DCE que de tenir compte de cela. Pour rester dans l'esprit de la Directive, il serait préférable de tendre vers une EQS globale (cad prenant en compte les normes eaux potables) quelque soit le type de masse d'eau.
- Prendre en compte la dépollution après un traitement simple de l'eau ? Cela ne pourrait se faire que sous réserve que l'on connaisse et maîtrise le taux de dépollution après le traitement et que l'on soit certain que ce traitement sera appliqué, ce qui n'est pas le cas.

Par conséquent nous suggérons de choisir l'option 1, qui consiste à systématiquement utiliser les normes eaux potables pour les eaux de surface.

Statut de la MAC

Il est indispensable de reposer la question : quelle sera la méthode d'application concrète ("compliance checking") pour la MAC? Quelle fréquence de mesure ? (une fois par mois?)

Les deux options ci dessous ne devraient pas être discutées indépendamment de l'application de la MAC en terme de suivi.

Option 1 : seul le AA QS doit être suivi réglementairement et les actions liées à un dépassement de la MAC sont laissées aux Etats Membres.

Option 2 : comme option 1 + pour les eaux de captages, la MAC a une valeur réglementaire.

Ceci est une décision politique.

Finalisation des seuils

Pour les substances pour lesquelles il n'y a pas suffisamment de données pour définir des seuils suffisamment fiables, faut-il :

Option 1 : renoncer à définir ces seuils pour l'instant et attendre des données supplémentaires (par exemple dans le cadre de la nouvelle politique chimique REACH), (mais quels sont les délais...),

Option 2 : définir des seuils provisoires qui pourront être révisés dès que possible ? C'est une solution raisonnable, qui permettrait en outre de valoriser le travail déjà effectué.

Seuils pour les eaux de transition

L'idéal serait de spécifier un seuil propre à ces eaux, mais c'est évidemment irréaliste...

Dans l'estuaire il y a vraiment trois zones si on veut être réaliste : l'amont qui est complètement assimilable aux eaux douces (aussi bien pour les métaux que les organiques), le bouchon vaseux (comportement très particulier, très riche en particule et matières organiques donc pratiquement toutes les substances sont associées aux particules), et la partie aval où se fait notamment le relargage (remise en solution) de bon nombre de métaux et qui est très semblable aux eaux côtières.

La biodisponibilité des métaux est en général conditionnée par la salinité de l'eau : les métaux sont désorbés des particules et deviennent plus biodisponibles dès que la salinité commence à augmenter. C'est typiquement le cas pour le cadmium.

Il est donc préférable d'assimiler le seuil pour les eaux de transition avec celui pour les eaux marines (=eaux cotières).

Par ailleurs, dans le TGD il est précisé d'appliquer un facteur 10 supplémentaire par précaution en l'absence de données sur organismes marins afin de tenir compte :

- du manque de connaissance des effets de la substance vis à vis d'espèces marines,
- d'une plus grande biodiversité observée dans le milieu marin, d'où une variabilité inter espèces probablement plus importante.

Les estuaires, appartenant aux eaux de transition, sont des milieux où, du fait des différents stress rencontrés (notamment la salinité), la biodiversité est souvent très faible. En effet, une espèce peut représenter jusqu'à 99% de la biomasse. Cette faible biodiversité entraîne la nécessité de protéger toutes les espèces présentes. Par conséquent un facteur de précaution de 10 doit être appliqué pour dériver la PNEC en l'absence de données spécifiques. Il est évident que cela ne concerne pas forcément l'ensemble des systèmes estuariens, cependant il semble que cela soit le cas pour la majorité des grands estuaires où une forte contamination chimique est présente. Par conséquent, par précaution pour ces écosystèmes il semble plus pertinent d'appliquer les valeurs de seuil de qualité déterminées pour les eaux côtières aux eaux de transition.

Option 1 : Utiliser les seuils continentaux pour les estuaires (= eaux de transition)

Option 2 : Utiliser les seuils AA QS côtiers (marins) et appliquer les MAC déterminées pour le milieu continental (éventuellement en adaptant le facteur d'extrapolation). Cette option est recommandée.

A défaut de données sur des espèces caractéristiques de l'estuaire, et afin de protéger l'ensemble des systèmes estuariens il semble plus pertinent d'appliquer aux eaux de transition le seuil de qualité déterminé pour les eaux côtières.

Pour décider du facteur d'extrapolation adapté à la détermination d'une MAC en estuaire, il serait nécessaire de savoir à quelles mesures va être comparé cette MAC.

Seuils pour les MES

Pour les substances qui s'adsorbent fortement sur les particules en suspension (substances très hydrophobes et métaux), se pose la question de savoir si le suivi doit être effectué dans l'eau ou dans la phase solide. Cette question doit être réglée par le groupe AMPS (pour l'instant ce groupe a suggéré de suivre un certain nombre de substance dans l'eau, les PBDE dans les sédiments et n'a pas statué pour les autres substances). En attendant, il est demandé aux Etats membres de décider entre deux options :

Option 1: le suivi devra être effectué à la fois dans l'eau et dans les MES, mais seul le seuil dans l'eau aura valeur légale

Option 2: les Etats membres sont libres de choisir la matrice à suivre (avec au moins soit l'eau soit les MES)

Il est nécessaire de rappeler que les choix de la Commission sont les suivants :

Pour les **substances organiques**, c'est la **concentration totale** qui sera comparée à l'EQS, c'est à dire la phase dissoute plus la phase particulaire. Il n'est donc pas nécessaire de choisir l'une ou l'autre des phases. Cependant, excepté pour les substances volatiles, il est nécessaire de mesurer indépendamment la phase dissoute de la phase particulaire dès que la concentration en matière en suspension devient élevée (par filtration ou centrifugation), pour des raisons techniques d'analyse chimique. Il est indispensable que le groupe AMPS détermine les moyens techniques qui devront être mis en œuvre pour ces analyses.

Pour les **métaux**, c'est la **concentration dissoute** qui sera comparée aux EQS (nous soulignons d'ailleurs ici que dans le SEQ on ne parle que d'eau brute, c'est à dire de concentration totale alors que les seuils ont été déterminés comme pour l'UE c'est à dire sur des concentrations dissoutes. Ceci implique que la qualité de l'eau semblera moins bonne en France si on conserve ce système de surveillance). De même que pour les substances organiques, il est nécessaire de séparer la phase dissoute de la phase particulaire pour les analyser lorsque la concentration en MES atteint un certain seuil (qui reste à déterminer).

D'une manière générale (ou théorique) il serait préférable de faire un suivi dans le compartiment qui a servi à déterminer l'EQS, car la méthode de l'équilibre de partage reste un modèle théorique. Par exemple pour le pentabromo diphenyl ether, pour les C10-13 chloroalcanes, le chlorfenvinphos, le DEHP, l'hexachlorobenzene l'hexachlorobutadiène, le pentachlorobenzene le plomb et le mercure il serait préférable de faire un suivi dans le biota puisque les EQS ont été déterminés à partir de QS biota. Pour le fluoranthène et le cadmium un suivi dans les sédiments serait préférable puisqu'il existe des QS sédiment.

De façon pratique, faute de données d'effets sur les organismes benthiques ou sur les prédateurs, un certain nombre d'EQS ont été dérivé à partir des données d'écotoxicité vis à vis des organismes aquatiques.

L'option 2 est donc préférable mais doit être complétée: suivi dans le biota également.

Les commentaires envoyés le 27 juin pourraient être repris (Monitoring relative questions), en particulier, il est préférable de monitorer en premier lieu les sédiments et de ne s'intéresser aux MES que si le milieu est contaminé.

Absence de données pour les organismes marins - cas de l'isoproturon

L'Isoproturon a un mode d'action spécifique sur les végétaux. Du fait de l'absence totale de données sur des organismes marins, nous appuyons la proposition du FHI d'appliquer un facteur 10 supplémentaire par précaution (option 2).

Cas des perturbateurs endocriniens- Octylphénol

Option 1 : l'EQS est dérivé comme pour n'importe quelle substance chimique

Option 2 : un facteur d'extrapolation supplémentaire est utilisé pour dériver l'EQS en raison du caractère perturbateur endocrinien de la substance.

Cette question est délicate car on connaît encore très mal les effets des faibles doses (qui sont souvent non monotones, contrairement à ce qui est observé pour la plupart des substances chimiques) et n'a pas été tranchée jusqu'à présent pour d'autres substances (pour le nonylphénol c'est l'option 1 qui a été retenue).

L'octylphénol sera probablement PS. La question des perturbateurs endocrinien devra être rediscutée lors de la révision des seuils dans le futur, lorsque la recherche aura un peu avancé dans ce domaine.

HCHs et lindane

En ce qui concerne l'analyse, les différents isomères sont dosés simultanément.

En ce qui concerne la détermination des seuils, le seuil pour les HCH autre que le lindane repose sur un nombre plus restreint de données que celui sur le lindane.

Option 1 : on utilise 2 seuils: 1 pour le lindane et 1 pour la somme des autres isomères,

Option 2 : on applique le seuil déterminé pour le lindane (le plus faible) à la somme des isomères.

Remarque: dans le SEQ, seul un seuil pour le lindane est utilisé. L'option 2 est donc plus protectrice que ce qui se fait actuellement en France, par contre l'option 1 nécessite que le suivi des autres isomères soit effectué.

Utilisation du risque ajouté

Pour les métaux, qui peuvent être naturellement présents dans l'environnement, il est légitime de prendre en compte les concentrations de fond naturelles comme référence, et d'avoir des seuils de qualité adaptés aux caractéristiques géochimiques locales. Dans le cas contraire, du fait des facteurs d'extrapolation utilisés pour la dérivation des seuils, on peut aboutir à des seuils qui sont en deçà du fond géochimique naturel.

La méthode du risque ajouté se propose de fixer l'apport anthropique à ne pas dépasser pour garantir un risque acceptable d'effet sur les écosystèmes.

Il est demandé aux Etats membres s'ils souhaitent utiliser ou pas cette méthode :

Option 1 : les seuils sont des seuils à comparer aux concentrations mesurées dans le milieu (le risque ajouté n'est pas utilisé),

Option 2 : les Etats membres ont la possibilité d'utiliser la méthode du risque ajouté : les concentrations mesurées dans le milieu sont comparées à la somme des "seuils ajoutés" et de la concentration de fond naturelle. Les concentrations de fond naturelles utilisées devront alors être approuvées de façon consensuelle.

Quatre métaux sont concernés : le cadmium, le plomb, le mercure, le nickel.

- Le cadmium est peu répandu dans la croûte terrestre. Il ne se trouve pas à l'état élémentaire dans la nature ; il est généralement présent dans des minerais de zinc ou de plomb. Sa présence dans les eaux est surtout d'origine anthropique.
- Le plomb peut être présent naturellement. Cependant, des eaux naturelles avec présence de plomb sont assez rares.
- Le mercure est retrouvé dans la croûte terrestre, plus particulièrement dans les zones volcaniques. Du fait de sa très grande volatilité, le mercure peut être largement répandu dans la nature sous forme de traces. Dans les sédiments, le mercure est transformé par des bactéries en méthylmercure. C'est sous cette forme, qui a une grande affinité pour les lipides, qu'il s'accumule fortement dans les graisses animales et augmente au fur et à mesure que l'on s'élève dans la pyramide trophique. Par ailleurs, le mercure organique est très toxique pour les organismes vivants. Cela se traduit par la détermination de seuils de qualité très bas, qui impliquent concrètement que tout apport anthropique supplémentaire doit être banni. (Ce qui est cohérent avec la classification du mercure comme PHS).
- Le nickel est relativement abondant dans la croûte terrestre et peut être retrouvé dans les eaux naturelles (oxydation de la pyrite contenant du nickel substitué au fer).

Il semble donc indispensable d'utiliser la méthode du risque ajouté au moins pour le mercure, voire pour le nickel et le plomb (nous n'avons pas pour l'instant assez de recul sur les concentrations naturelles en plomb et nickel dans l'eau pour juger de ce point).

Cependant, la détermination des concentrations de fond naturelles n'est pas nécessairement facile. Elle dépend de l'homogénéité géologique du bassin hydrographique. Les bassins Seine-Normandie et Artois-Picardie, situés sur terrains sédimentaires ont des teneurs en métaux naturellement basses. Le cas des bassins drainant des terrains cristallins, naturellement riches en métaux, est plus complexe : de très fortes teneurs naturelles peuvent être localement observées (présence de filons). C'est le cas des bassins Loire-Bretagne, Rhin-Meuse, Adour-Garonne. Il est néanmoins envisageable, à terme, de définir une concentration de fond moyenne en métaux par hydroécocorégions, unités retenues en France pour l'évaluation de l'état de l'eau. La détermination de ces hydroécocorégions prennent en effet en compte la géologie du milieu (cf. travaux Cemagref).

Explication des choix

10.2. EQS pour le biota et les sédiments

Nous ne comprenons pas le texte : pourquoi il est dit que les seuils pour le biota ou les sédiments seront déterminés lorsque des concentrations seront mesurées dans ces compartiments. En effet :

- pour déterminer des seuils il est nécessaire d'avoir des données d'effet, c'est à dire des données d'effets vis à vis des organismes benthiques pour les seuils pour les sédiments et des données d'effets pour les prédateurs pour les seuils dans le biota. Ce sont ces données qui manquent pour déterminer les seuils et non pas le suivi dans le milieu.
- Il semble que dans la plupart des pays européens, ce sont déjà les sédiments et le biota qui font l'objet du monitoring le plus important.

Substances spécifiques

- Mercure

Cf. nos précédents commentaires (en pièces jointes et ci-dessus) + article de Hope 2003
Objectif d'interdiction de rejet.

- Cadmium

• *Choix de l'EQS: PNEC eau ou PNEC sédiment?*

Dans l'évaluation des risques du cadmium, une PNEC pour l'eau (dépendant de la dureté de l'eau) a été dérivée à partir des résultats d'essais sur organismes aquatiques et une PNEC pour les sédiments a été dérivée à partir de résultats d'essais sur organismes benthiques. La commission souhaite appliquer la méthode du coefficient de partage au seuil estimé sur les sédiments et choisir entre les deux valeurs (PNEC eau et PNEC sédiment dans l'eau) pour déterminer l'EQS.

Nous trouvons dommage de faire un tel choix. En effet ces deux valeurs sont pertinentes. La méthode du coefficient de partage est une méthode théorique à utiliser lorsque nous n'avons pas d'autre information. Cependant elle fait l'hypothèse que le système est en équilibre (ce qui n'est pas forcément le cas) et elle nécessite de choisir une valeur de K_p (coefficient de partage eau-solide) qui est par nature très variable.

Par conséquent nous préconisons de garder les deux valeurs de QS et de les utiliser en fonction des données monitoring (les concentrations mesurées dans le sédiment seront comparées au QS sédiment et les concentrations mesurées dans l'eau sera comparée au QS eau).

- *Prise en compte de la dureté*

La biodisponibilité du Cd dépend aussi de la dureté. Il est donc légitime de prendre en compte la dureté pour la définition des seuils, ce qui correspond à l'option 1.. Ceci reste en accord avec le SEQeau.

- *Prise en compte du risque ajouté (voir ci-dessus)*

Le cadmium est peu répandu dans la croûte terrestre. Il ne se trouve pas à l'état élémentaire dans la nature ; il est généralement présent dans des minerais de zinc ou de plomb. Sa présence dans les eaux est surtout d'origine anthropique.

Par ailleurs, la méthode du risque ajouté n'a pas été retenue pour l'évaluation des risques européenne.

L'utilisation du risque ajouté pour le cadmium n'apparaît donc pas absolument nécessaire.

- **Brominated Diphenylethers**

Le penta BDE et l'octa BDE sont interdits. Pour le deca BDE, il n'a pas été possible de déterminer un seuil en raison de sa très faible solubilité.

Il faut cependant envisager le fait que le deca BDE puisse à terme se transformer en octa ou penta BDE. La position technique du bureau des substances au sein de la réglementation substances chimiques existantes est de demander une réduction de risque pour cette substance. La suite est une décision d'ordre politique.

Nous ne comprenons pas bien la question posée à l'EAF. En effet, il n'est pas du ressort de l'AMPS de déterminer un seuil pour les substances.

- **Plomb**

- *Seuil de qualité*

Le seuil pour le plomb est conditionné par sa bioaccumulation. Le FHI propose de suivre notre proposition du 18/06/2003 d'utiliser le 90^{ème} percentile des BCF.

- *Classement en substance dangereuse prioritaire (Agenda item 5)*

Dans le document présenté, il est proposé de ne pas classer le plomb comme substance dangereuse prioritaire. Par nature, le plomb est persistant dans l'environnement. Il est bioaccumulable mais surtout pour les mollusques, et comparativement moins que pour le cadmium ou le mercure. Il est toxique, mais là encore comparativement moins que pour le cadmium ou le mercure. Compte tenu des informations techniques il est difficile de trancher. La décision est plutôt d'ordre politique.

- Depuis la suppression du plomb comme additif dans l'essence, les émissions atmosphériques ont considérablement diminué.
- Les émissions industrielles ont également diminué. Les rejets subsistant concernent principalement l'industrie métallurgique et les usines de traitement par incinération des ordures ménagères.
- Les plombs de chasse (6000 tonnes par an dispersés dans la nature !) posent un problème, en particulier pour le gibier d'eau : les tirs sont concentrés au niveau d'un plan d'eau, et les oiseaux ont tendance à ingérer les plombs et à les stocker dans leur gésier. Il existe des munitions de substitutions, mais elles sont très peu utilisées en France.
- Il n'existe en revanche pour l'instant pas de solutions de substitutions pour certains usages : batteries automobiles, et certains verres techniques. Il conviendrait donc d'améliorer le recyclage de ces produits arrivés en fin de vie (aujourd'hui, 10% des batteries automobiles échappent au recyclage).

(source : G. Miquel, Rapport sur les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé. Office parlementaire d'évaluation des choix scientifiques et technologiques. Avril 2001. N°2979 Assemblée Nationale, N°261 Sénat)

- Nickel

- *Prise en compte du risque ajouté*

Les concentrations naturelles en nickel peuvent être localement très élevées et au delà du seuil déterminé. Il est donc recommandé d'utiliser la méthode du risque ajouté.

- *Seuil de qualité pour l'eau marine*

En se basant sur les données aiguës (pour lesquelles on a beaucoup de données), il semblerait que les organismes marins sont moins sensibles au Ni que ceux d'eau douce. Pourtant la PNEC calculée pour l'eau marine est plus basse que celle pour l'eau douce. Cela vient des différences des méthodes de calculs (SSD pour l'eau douce où l'on a suffisamment de données chroniques, AF pour l'eau marine où l'on a peu de données chroniques). 2 options sont possibles : prendre une PNEC pour l'eau marine plus basse (1µg/l : option 1), ou prendre une PNEC commune à l'eau marine et à l'eau douce (1.3 µg/l option 2).

Les deux options sont du même ordre de grandeur. Il est peut être plus simple de prendre un seuil unique.

- HAP

- *Utilisation de QSARs*

En général les QSARs donnent des résultats plutôt satisfaisants pour prédire la toxicité narcotique des HAP (une approche de ce type avait été utilisée dans le rapport Ineris destiné à l'agence Rhin-Meuse³⁷).

Mais le principal problème posé par les HAP, c'est leur génotoxicité. Il est pour l'heure difficile de caractériser ce caractère génotoxique, et bien sûr de le modéliser. Les effets génotoxiques n'apparaissent pas sur l'échelle de temps des essais d'écotoxicité. Pour le SEQ (conformément au rapport Ineris pour Rhin-Meuse) un facteur supplémentaire de 10 est appliqué pour les HAP réputés génotoxiques.

C'est le cas du benzo(a)pyrène (qui est d'ailleurs utilisé comme étalon pour évaluer le caractère cancérigène des substances), il y a lieu de privilégier le seuil le plus faible proposé : 0.03 µg/l (option 1).

- *Cas de l'eau marine*

Seules des données expérimentales sur organismes d'eau douce sont disponibles. Par ailleurs la valeur calculée par QSAR sur une espèce marine (Mysid shrimp) est nettement la plus sensible. Par conséquent pour la détermination du seuil de qualité pour les eaux côtières et de transition il semble pertinent d'appliquer un facteur 10 sur les valeurs proposées pour les eaux douces tel que recommandé par le TGD.

³⁷ Vindimian et al. 2000. Complément au SEQ-Eau : méthode de détermination des seuils de qualité pour les substances génotoxiques. Rapport final. Client : Agence de l'eau Rhin-Meuse.

ANNEXE 4

SEDNET - Compte-rendu de la conférence tenue à Venise du 28 au 30 septembre 2003

Véronique POULSEN – INERIS. DRC/ECOT

Contexte et évolution générale

Cette conférence a fait le point sur l'avancée des travaux de Sednet à mi-parcours, les attentes de l'Union Européenne compte tenu des financements, la nouvelle organisation des groupes de travail et la suite des travaux ainsi que les rendus attendus.

La première phase de Sednet (les premiers 18 mois) avait pour but, pour l'ensemble des WG, de poser les problèmes relatifs à l'évaluation et la gestion des sédiments contaminés. La deuxième phase (d'ici fin 2004) va consister à donner des solutions. A travers cet objectif, il a été demandé à Sednet par l'Union Européenne de fournir plusieurs types de documents et de développer divers modes de communication, avec différentes dates butoir :

- Un guide général d'environ 50 pages concernant la « gestion durable des sédiments », pour fin 2004,
 - Des états d'avancement (20 pages chacun), pour la mi-2004 concernant :
 - Les sédiments en relation avec la Directive Cadre Eau
 - Les sédiments en relation avec les Framework programmes 6 et 7 de l'UE.
 - Un document guide sous forme de livre d'environ 200 pages, par WG, pour fin 2004 contenant :
 - L'état de l'art
 - Des synthèses des méthodes existantes et expérimentations menées
 - Des solutions et des recommandations
 - Des informations mises à jours régulièrement sur le site Web
- D'une manière générale, il a été demandé de se focaliser sur des cas concrets.

Réorganisation des groupes de travail

Ces demandes précises de la part de l'UE font suite à un manque de rendu des différents WG, notamment le WG 1 « Etude et caractérisation des sédiments ». Ce manque de communication autour de l'activité de ce WG a conduit à la réorganisation des 6 WG en 5 « Work Packages », les WG 1 et 2 fusionnant en WP 3 :

- WP 1 : Comité de coordination, de synthèse, de diffusion au niveau des acteurs
- WP 2 : Gestion au niveau du bassin versant
- WP 3 : Evaluation de la qualité et de l'impact
- WP 4 : Traitement des matériaux dragués
- WP 5 : Gestion du risque

Suite du travail pour le WP 3

En ce qui concerne le WP 3, la prochaine étape va consister à faire circuler la table des matières du livre que nous devons rédiger. Une personne sera chargée de faire la compilation des textes par chapitre. Je me suis engagée à participer à la rédaction de cet ouvrage en apportant mes compétences dans le domaine de l'écotoxicologie d'eau douce. Le travail, à ce niveau, consistera à faire la compilation des méthodes biologiques existantes et utilisées pour évaluer la toxicité des sédiments contaminés, chacun dans son pays.

Lors du prochain workshop qui se tiendra fin janvier 2004 à Lisbonne, dont le thème sera la biodisponibilité des contaminants et les TIE, une réunion de travail aura lieu la veille afin de faire le point et définir le contenu du livre. D'autre part, au cours de ce workshop, les résultats des essais sur sédiments naturels actuellement en cours (à l'INERIS, essais sur chironomes et hyalelles) seront présentés et discutés (cf tableau des essais réalisés en annexe).

Une autre réunion, spécifiquement sur l'avancée du document, aura lieu au printemps. Date et lieu exacts à définir.

ANNEXE : ESSAIS REALISES SUR SEDIMENTS NATURELS

INSTITUTE	COUNTRY	ACTIVITY
Flemish Environment Agency	Belgium	sampling chemical analysis
University of Antwerp	Belgium	coordination oligochaeta
Facultad de Ciencias del Mar y Ambientales / Universidad de Cadiz	Spain	microtox analysis bioassays with Equinocardium
Department of Oceanography and Marine Environment/AZTI	Spain	bioassays with Corophium s.p.
RIKZ	Netherlands	corophium volutator acute
		corophium volutator chronic
		nereis diversicolor chronic
INERIS	France	bioassays with Hyallella azteca
		bioassays with Chironomus riparius
Bundesanstalt fur Gewasserkunde / Federal Institute of Hydrology	Germany	community level physiological profiling bioassay (CLPP)
CNRSSP	France	microtox analysis
		Pseudokirschneriella subcapitata
University of Metz	France	Brachionus calyciflorus
ISSeP	Belgium	Microtox
RIKZ	The Netherlands	
RIZA	The Netherlands	chironomids
		chydorides
		nematodes
		bacteriaporewater
		daphnia porewater
Federal Institute of Hydrology	Germany	alga
		bacteriaporewater
		daphnia porewater