



**ACTION N° R2.6 : NOUVELLES METHODES DE CARACTERISATION DES MICROPOLLUANTS : ANALYSES PAR SCREENING QUALITATIF ET ECOTOXICOLOGIE**

## CONTEXTE

---

Les travaux réalisés dans les phases précédentes d'OPUR font émerger plusieurs questions liées à une caractérisation globale des micropolluants et de leurs effets : quelles sont les molécules émergentes et d'intérêt pour de futurs travaux ? Les eaux usées peuvent-elles être le reflet des pratiques des citoyens et consommateurs ? Quels sont les impacts environnementaux et sanitaires des micropolluants ? Quel est le devenir des micropolluants dans les systèmes d'assainissement ?

Les analyses de type non-ciblé, en particulier par spectrométrie de masse haute résolution, sont de plus en plus employées dans tous types d'études nécessitant l'identification précise de molécules. L'identification de molécules inconnues peut en effet être requise pour :

- mieux connaître la diversité de micropolluants présents dans les eaux (ex. dans les eaux usées domestiques et les eaux pluviales), les sédiments, les boues de station d'épuration, ou encore les molécules adsorbées sur les particules de types microplastiques. De nombreux travaux ont été réalisés pour l'identification de micropolluants dans les rivières (Merel et al., 2018; Ruff et al., 2015; Schwarzbauer and Ricking, 2010) mais les travaux sur les eaux usées et en particulier les phases particulières sont plus rares ;
- mettre en évidence l'émergence de molécules inhabituelles dans les eaux usées et par conséquent de nouvelles pratiques de consommation. La détection de molécules émergentes au cours du temps par ce type de technique analytique a fait récemment l'objet de plusieurs travaux (Plassmann et al., 2018, 2016) mais n'a pas encore été appliquée à des eaux urbaines (ou naturelles) ;
- caractériser le devenir des micropolluants dans les réseaux d'assainissement, les ouvrages et les filières de traitement (ex. biodégradation en STEP ou en ouvrage de gestion des eaux de ruissellement) et identifier les processus associés. Ce type de méthode a été utilisé avec succès ces dernières années pour identifier des molécules d'intérêt et leur devenir dans les procédés de traitement (Bergé et al., 2018; Merel et al., 2017) ;
- déterminer les polluants pouvant entraîner les impacts les plus importants sur les milieux. A ce titre, l'association de ce type d'analyse chimique avec des méthodes biologiques de caractérisation (bio-essais) s'avère nécessaire.

Les outils d'écotoxicologie développés au Leesu sur larves de poissons zèbre se sont appuyés pour l'instant sur 3 méthodologies : 1) l'approche classique par molécule individuelle en concentrations variables, relativement élevées, 2) l'approche par mélange de molécules (« cocktail ») en concentrations relativement élevées et 3) une approche par mélange de molécules en concentrations « environnementales ». L'ambition de l'action R2.6 est d'appliquer à terme les bio-essais développés à des échantillons complexes (type ERU).

## OBJECTIFS

---

Les objectifs de cette action sont :

- 1) Accompagner la mise en place de l'« Observatoire des micropolluants » par le développement d'une méthodologie adaptée aux analyses non-ciblées régulières visées et le traitement des données obtenues (cf stratégie et premières investigations du thème O2).

- 2) Développer une méthode d'analyse non-ciblée pour les phases particulières, qui sera alors appliquée à la caractérisation des micropolluants associés aux microplastiques et aux archives sédimentaires de chambres à sables (rétroobservation du thème O2).
- 3) Former un support analytique pour plusieurs actions et thèmes d'OPUR, basé sur les nouvelles méthodes de caractérisation des micropolluants par analyse en spectrométrie de masse haute résolution associées aux analyses écotoxicologiques. La complexité des méthodologies employées pour le traitement des données visant à l'identification de molécules inconnues sera palliée par l'application de ces méthodes de manière commune à des problématiques diverses.

Les méthodes analytiques développées au Leesu seront donc appliquées aux thèmes et actions suivantes :

- Thème O2 : Observation dans les eaux urbaines (eaux usées et archives sédimentaires)
- Thème 1 : Eaux de ruissellement à l'exutoire
- R2.1 : Microplastiques dans les bassins anthropisés
- R2.3 : Polluants émergents dans le continuum urbain
- R2.5 : Traitement tertiaire en station d'épuration : procédés d'oxydation des ERU
- R3.4 : Biodégradabilité des micropolluants organiques dans les sols des ouvrages de gestion à la source des eaux pluviales

L'ambition est d'associer le plus possible la caractérisation par screening qualitatif et l'écotoxicologie pour :

- mutualiser les efforts à fournir au niveau des étapes de collecte et de préparation des échantillons
- maximiser les informations obtenues et coupler les approches pour obtenir une vision globale des micropolluants présents dans les échantillons et de leur impact toxique. Les données d'analyse chimique et de toxicité seront stockées conjointement dans une démarche d'observation de long terme pour permettre la comparaison avec d'autres échantillons.

Cette démarche sera en particulier développée avec la plus grande ampleur dans le thème O2.

## **METHODOLOGIE ET PLANNING**

---

Cette action s'articulera autour de 3 blocs :

- 1) La mise en place de l'« Observatoire des micropolluants » (thème O2) :
  - a. Développement d'une stratégie d'analyse non-ciblée adaptée (fréquence des prélèvements pour observer des évolutions pertinentes, injection directe ou extraction préalable) et de traitement des données obtenues (tests statistiques les plus pertinents pour identifier des tendances de long terme). Cette phase de définition stratégique se déroulera la première année, conjointement avec la finalisation de la méthode opérationnelle de suivi en phase dissoute en cours de développement.
  - b. Suivi sur eaux usées brutes pendant un an à des fréquences variables (à partir de la deuxième année, avec le support du doctorat mené dans le projet associé WaterOmics) puis sur 3 ans (cf thème O2). La robustesse et la sensibilité des outils analytiques sera également évaluée sur les eaux usées brutes au cours de la phase d'initiation de l'Observatoire (année 2), ainsi que la complémentarité des approches toxicité et screening chimique.
- 2) Le développement d'une méthode d'analyse non-ciblée en phase particulière (microplastiques et archives sédimentaires pour la rétroobservation) :
  - a. Ce développement sera initié à partir de la deuxième année
  - b. La rétroobservation sur archives sédimentaires sera alors menée dans le cadre d'un doctorat prévu dans l'action 3 du thème O2.

### 3) Le support analytique d'autres thèmes et actions (Thèmes 1 et 3, R2.1, R2.3, R2.5)

- a. Thèmes 1 et 3 : Caractérisation des eaux pluviales et de ruissellement à l'exutoire des réseaux et dans les ouvrages de gestion amont, étude de la variabilité temporelle et inter-sites. Dans l'action R3.4 : identification des produits de dégradation des molécules étudiées au sein des ouvrages de gestion des eaux pluviales, élaboration de profils d'évolution de ces produits au cours des cinétiques de biodégradation à partir des expériences de cinétiques de biodégradation en batch (année 1) puis des expériences en colonnes (année 2). Comparaison des empreintes et de l'évolution de la toxicité entre l'entrée et la sortie des colonnes de sols.
- b. R2.1 : Analyse des micropolluants associés aux microplastiques et expérimentations de sorption et désorption de micropolluants sur les microplastiques
- c. R2.3 : Suivi de la formation de sous-produits de dégradation des polluants étudiés dans le continuum urbain. Les expérimentations seront menées en conditions contrôlées en laboratoire (simulation de la dégradation des micropolluants ciblés - biocides) puis en conditions réelles dans les eaux urbaines, dans le cadre de la thèse prévue. Les matrices étudiées dans l'action R2.3 (eaux grises, eaux usées domestiques, eaux usées industrielles...) seront analysées pour déterminer les différences caractéristiques entre ces matrices.
- d. R2.5 : Identification de sous-produits d'oxydation et métabolites de micropolluants (composés pharmaceutiques) dans les procédés d'oxydation étudiés pour le traitement tertiaires des ERU. Comparaison d'empreintes globales pour estimer l'efficacité des procédés de traitement. Caractérisation fine des familles de micropolluants organiques par fractionnement, dans le cadre du projet associé *WaterOmics*, en association avec la toxicité. Les outils d'écotoxicologie permettront d'évaluer des matrices complexes, constituées notamment d'échantillons contrastés (avant/après traitement par oxydation) pour maximiser les différences entre les potentiels toxiques.

## RESULTATS ATTENDUS ET RETOMBEES

---

Les résultats obtenus dans cette action permettront de mieux connaître la diversité de micropolluants présents dans les différentes eaux urbaines et les phases particulières (peu étudiées par ces techniques jusqu'à présent). En lien avec le thème O2, l'observation de long terme permettra de mettre en évidence des molécules inhabituelles (réellement « émergentes ») dans les eaux usées et par conséquent de nouvelles pratiques de consommation. L'action apportera des outils analytiques qui seront utilisés dans plusieurs autres actions pour caractériser le devenir des micropolluants dans les réseaux d'assainissement, les ouvrages et les filières de traitement (ex. biodégradation en ouvrage de gestion des eaux pluviales) et identifier les processus associés.

## CONTACTS

---

Julien Le Roux (Leesu) – [julien.le-roux@u-pec.fr](mailto:julien.le-roux@u-pec.fr)  
Laure Garrigue-Antar (Leesu) – [laure.garrigue-antar@u-pec.fr](mailto:laure.garrigue-antar@u-pec.fr)  
Christophe Morin (Leesu) – [ch.morin@u-pec.fr](mailto:ch.morin@u-pec.fr)