



# Le double enjeu de l'analyse chimique ciblée



Evaluer l'efficacité des procédés de traitement étudiés et sélectionner les micropolluants pertinents pour caractériser ces procédés

Marion-Justine Capdeville

**Irstea** : M.J. Capdeville, F. Serveto, A. Roussel-Galle, L. Dherret, P. Bados, A. Larrose, G. Grisot, M. Coquery, C. Miège

**Université de Bordeaux** : K. Le Menach, P. Pardon, T. Geny, S. Augagneur, E. Geneste, MH. Devier, L. Peluhet, P. Labadie, H. Budzinski

**Cirsee Suez Environnement** : N. Noyon, C. Gogot, A. Bruchet



# Plan de la présentation

## I. Les eaux



## II. Les boues



### Matériel et méthodes

Les procédés de traitement étudiés et l'échantillonnage (rappel)

Les micropolluants pré-ciblés (organiques et métaux)

Les méthodes d'analyse

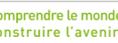
### Résultats

En entrée des procédés de traitement complémentaire

L'efficacité des procédés de traitement

En sortie des procédés de traitement complémentaire

Les micropolluants pertinents

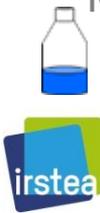




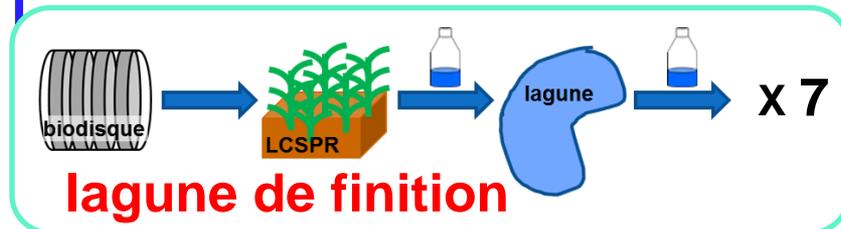
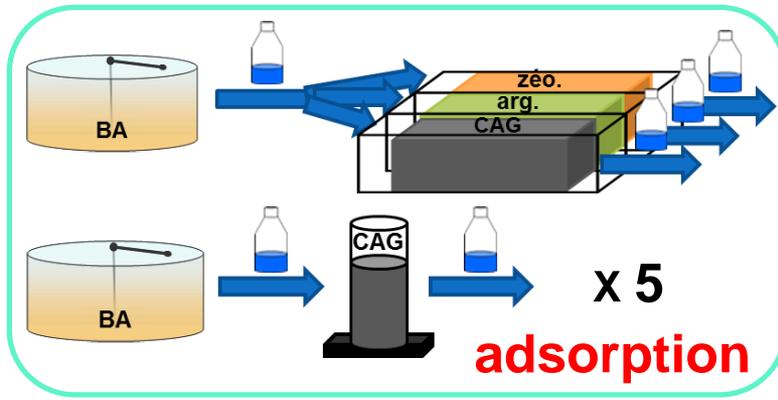
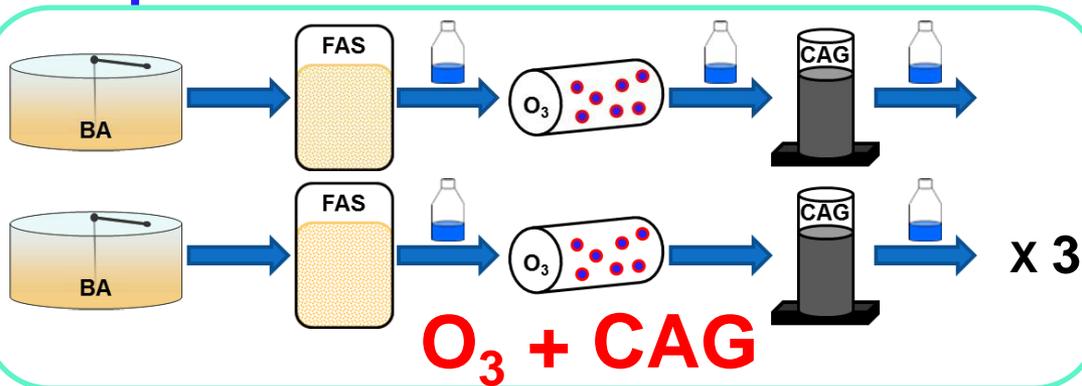
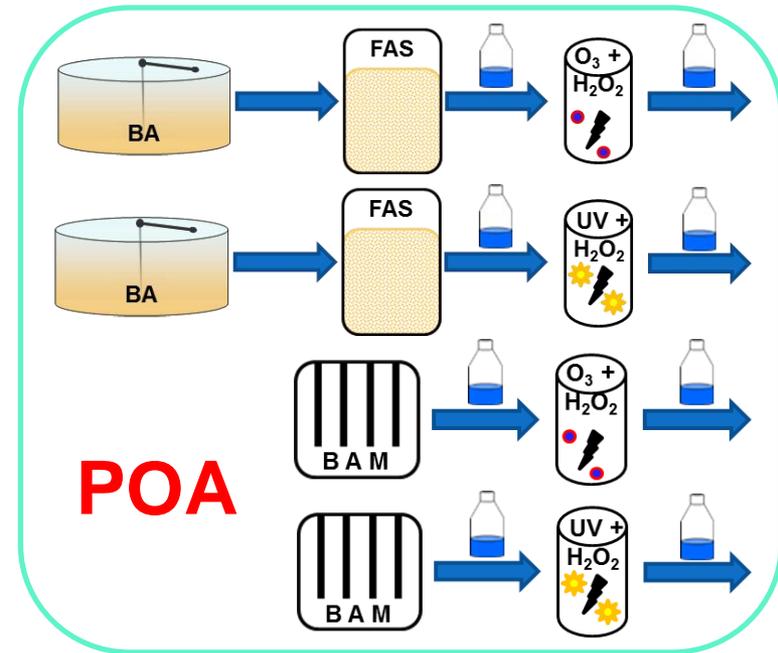
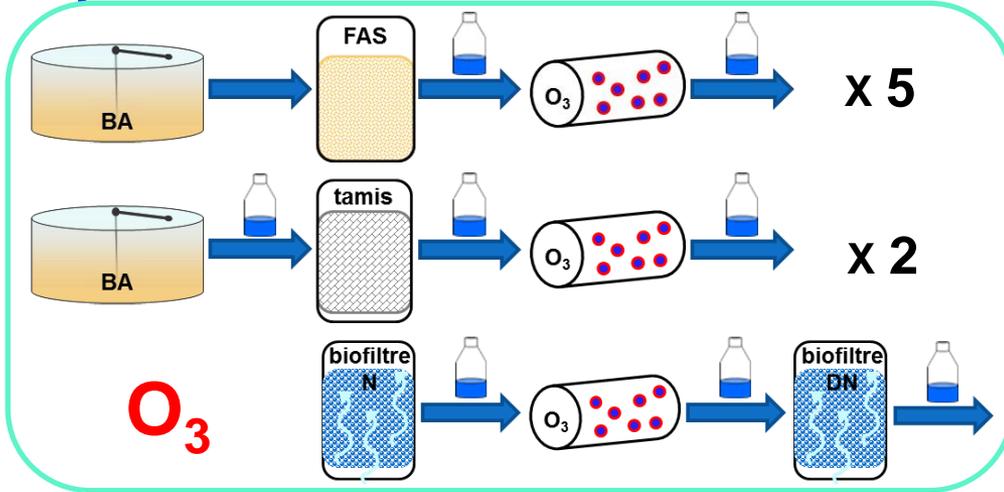
Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



# Matériel et Méthodes



# Les procédés étudiés et l'échantillonnage



# Les micropolluants pré-ciblés

Les critères de choix des micropolluants analysés :

- des micropolluants **prioritaires** (législation DCE) et **émergents**
- **leur occurrence** dans les effluents de traitement secondaire (bibliographie + résultats du projet ANR AMPERES)
- **leurs propriétés physico-chimiques** (large gamme)
- **leur toxicité** (bibliographie)
- la disponibilité d'une **méthode analytique fiable**

⇒ **136 molécules organiques et 12 métaux**  
analysés dans la phase dissoute des échantillons d'eau



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable

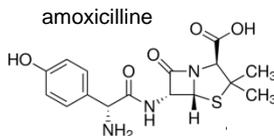




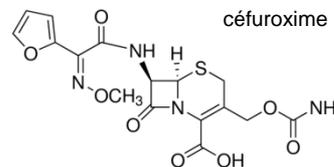
# Les molécules organiques

102 médicaments

7 pénicillines

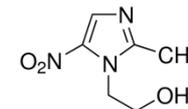


5 céphalosporines



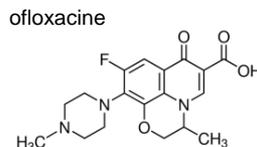
8 divers

métronidazole

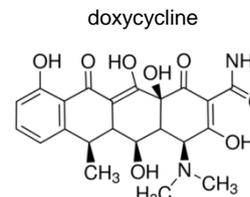


51 antibiotiques

8 fluoroquinolones

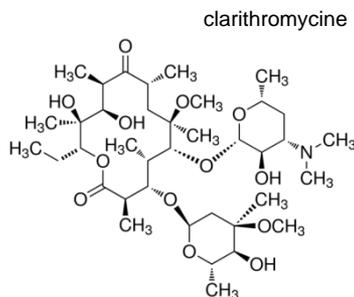


4 tétracyclines

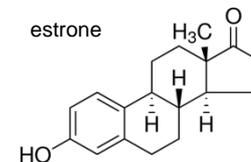
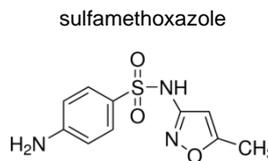


5 hormones œstrogéniques

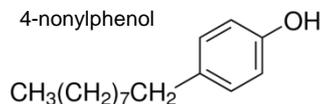
9 macrolides



10 sulfonamides

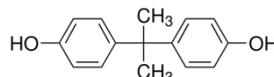


6 alkylphénols (AkP)



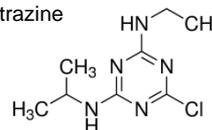
1 plastifiant

bisphénol A



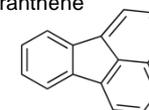
6 pesticides

atrazine



16 HAP

fluoranthène



# Les molécules organiques

1/102  
médicaments

diclofénac

16 molécules incluses dans la DCE (2013/39/UE) :

- 13 dans la liste des substances prioritaires
- 3 dans la liste de vigilance

2/5 hormones  
œstrogéniques

17  $\beta$ -E2  
17  $\alpha$ -EE2

2/6 alkylphénols  
(AkP)

NP  
OP

1 plastifiant

4/6 pesticides

atrazine naphthalène benzo(a)pyrène  
simazine fluoranthène indéno(c-d)pyrène  
diuron anthracène benzo(g,h,i)pérylène  
isoproturon benzo(b+j+k)fluoranthène

8/16 HAP



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



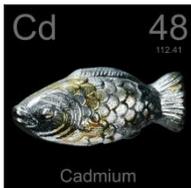
maîtriser le risque  
pour un développement durable



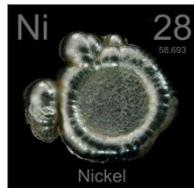


# Les métaux

cadmium (Cd)



nickel (Ni)



plomb (Pb)

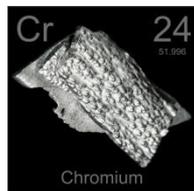


inclus dans la DCE,  
substances prioritaires

arsenic (As)



chrome (Cr)



cuivre (Cu)



zinc (Zn)



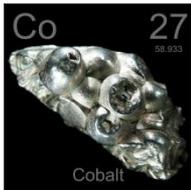
pertinents pour qualifier  
l'état écologique des eaux

bore (B)



traceur de l'activité domestique

cobalt (Co)



étain (Sn)



titane (Ti)



uranium (U)



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



# Les méthodes d'analyse



ex. : médicaments



filtration (0,7  $\mu\text{m}$ )



extraction SPE



analyse LC/MS/MS



ex. : HAP



filtration (0,7  $\mu\text{m}$ )



extraction SPME



analyse GC/MS



métaux



filtration (0,45  $\mu\text{m}$ )



acidification



analyse ICP/MS



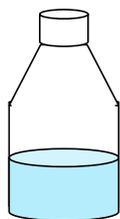
Comprendre le monde, construire l'avenir®



maîtriser le risque pour un développement durable



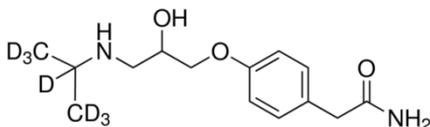
# Assurance Qualité / Contrôle Qualité



Des blancs de procédure (préparation/extraction)  
Des blancs d'analyse



Des échantillons certifiés ou enrichis avec une  
quantité connue de micropolluants



ex. : aténolol-d7

Des étalons de quantification (isotopes D ou <sup>13</sup>C  
ou <sup>15</sup>N des composés analysés)

Des limites de quantification faibles:

- molécules organiques : 0,1 - 100 ng/L
- métaux : 10 - 5 000 ng/L



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable





Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable



# Résultats

# Résultats

---

## En entrée des procédés de traitement complémentaire

**Parmi les 148 micropolluants ciblés, lesquels n'ont jamais été quantifiés ?**



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable





# Les micropolluants peu ou pas quantifiés

## ❖ 33 micropolluants jamais quantifiés :

- **30 médicaments** : 18 antibiotiques, 8 anticancéreux, 4 anti-VIH
- **2 hormones œstrogéniques** :  $17\alpha$ -estradiol,  $17\alpha$ -éthynylestradiol
- **1 HAP** : dibenzo(a,h+a,c)anthracène

## ❖ 17 micropolluants quantifiés seulement 1 ou 2 fois (30 échantillons) :

- **14 médicaments** : 1 antidépresseur, 1 bronchodilatateur, 10 antibiotiques, 2 anti-VIH
- **1 hormone œstrogénique** : estriol
- **2 HAP** : indéno(c,d)pyrène, benzo(g,h,i)pérylène

⇒ Ces 50 micropolluants ne sont plus étudiés par la suite



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable





# De 148 à 98 micropolluants ciblés

## médicaments

### **β-bloquants**

acébutolol  
aténolol  
bétaxolol  
bisoprolol  
métoprolol  
nadolol  
oxprénolol  
propranolol  
sotalol  
timolol

### **anti-inflammatoires**

aspirine+ac. salicylique  
diclofénac  
paracétamol  
ibuprofène  
kétoprofène  
naproxène

### **anticancéreux**

daunorubicine  
doxorubicine  
epirubicine  
ifosfamide  
cyclophosphamide  
docetaxel  
methotrérate  
tamoxifen  
gemcitabine

### **antidépresseurs**

alprazolam  
amitriptyline  
bromazépam  
diazepam  
doxépine  
fluoxétine  
imipramine  
nordiazépam  
carbamazépine

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique  
gemfibrozil

### **inhibiteurs**

#### **PDE 5**

sildénafil

amoxicilline  
ampicilline  
oxacilline  
cloxacilline  
dicloxacilline  
pénicilline G  
pénicilline V  
céfalexine  
céfotaxime  
ceftiofur  
cefopodoxime  
cefuroxime  
ciprofloxacine  
enrofloxacine  
marbofloxacine  
norfloxacine  
ofloxacine

### **antibiotiques**

acide pipémidique  
acide oxolinique  
fluméquine  
tétracycline  
oxytétracycline  
chlortétracycline  
doxycycline  
sulfadiazine  
sulfadiméthoxine  
sulfamérazine  
sulfaméthazine  
sulfaméthizole  
sulfaméthoxazole  
sulfapyridine  
sulfathiazole  
sulfanilamide  
triméthoprim

azithromycine  
clarithromycine  
érythromycine  
josamycine  
roxithromycine  
spiramycine  
tylosine  
clindamycine  
lincomycine  
monensine  
salinomycine  
virginiamycine  
chloramphénicol  
tiamphénicol  
bacitracine  
rifampicine  
métronidazole

### **antiviraux**

abacavir  
indinavir  
lamivudine  
nelfinavir  
nevirapine  
ritonavir  
saquinavir  
stavudine  
zidovudine

### **stimulants**

caféine  
théophylline

### **bronchodilatateurs**

clenbuterol  
salbutamol  
terbutaline

### hormones

E1  
α-E2  
β-E2  
E3  
EE2

### AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
4-NP1EC  
4-t OP  
4-t BP

### plastifiant

bisphénol A

### pesticides

**triazines**  
atrazine  
simazine  
**phénylurées**  
diuron  
isoproturon

#### **autres**

glyphosate  
AMPA

### HAP

naphtalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
fluoranthène  
pyrène

benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène  
indéno(c-d)pyrène  
dibenzo(a,h + a,c)anthracène  
benzo(g,h,i)pérylène

### métaux

arsenic	étain
bore	nickel
cadmium	plomb
chrome	titane
cobalt	uranium
cuivre	zinc



# De 148 à 98 micropolluants ciblés

## médicaments

### **β-bloquants**

acébutolol  
aténolol  
bétaxolol  
bisoprolol  
métoprolol  
nadolol  
oxprénolol  
propranolol  
sotalol  
timolol

### **anti-inflammatoires**

aspirine+ac. salicylique  
diclofénac  
paracétamol  
ibuprofène  
kétoprofène  
naproxène

### **antidépresseurs**

alprazolam  
amitriptyline  
bromazépam  
diazepam  
doxépine  
fluoxétine

### **antibiotiques**

acide pipémidique  
fluméquine  
tétracycline  
oxytétracycline  
doxycycline  
sulfadiazine

azithromycine  
clarithromycine  
érythromycine  
josamycine  
roxithromycine  
spiramycine

### **antiviraux**

abacavir  
ritonavir  
zidovudine

### **anticancéreux**

nordiazépam  
carbamazépine

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique  
gemfibrozil

### **bronchodilatateurs**

salbutamol  
terbutaline

cyclophosphamide

ciprofloxacine

sulfaméthizole  
sulfaméthoxazole  
sulfapyridine

salinomycine

### **stimulants**

caféine  
théophylline

### **inhibiteurs**

#### **PDE 5**

sildénafil

norfloxacine  
ofloxacine

sulfanilamide  
triméthoprim

métronidazole

## hormones

E1  
β-E2

## AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
4-NP1EC  
4-t OP  
4-t BP

## plastifiant

bisphénol A

## pesticides

**triazines**  
atrazine  
simazine  
**phénylurées**  
diuron  
isoproturon

**autres**  
glyphosate  
AMPA

## HAP

naphtalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
fluoranthène  
pyrène

benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène

## métaux

arsenic  
bore  
cadmium  
chrome  
cobalt  
cuivre  
étain  
nickel  
plomb  
titane  
uranium  
zinc

# Résultats

## En entrée des procédés de traitement complémentaire

**Les profils de contamination sont-ils les mêmes sur tous les sites ?**



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable

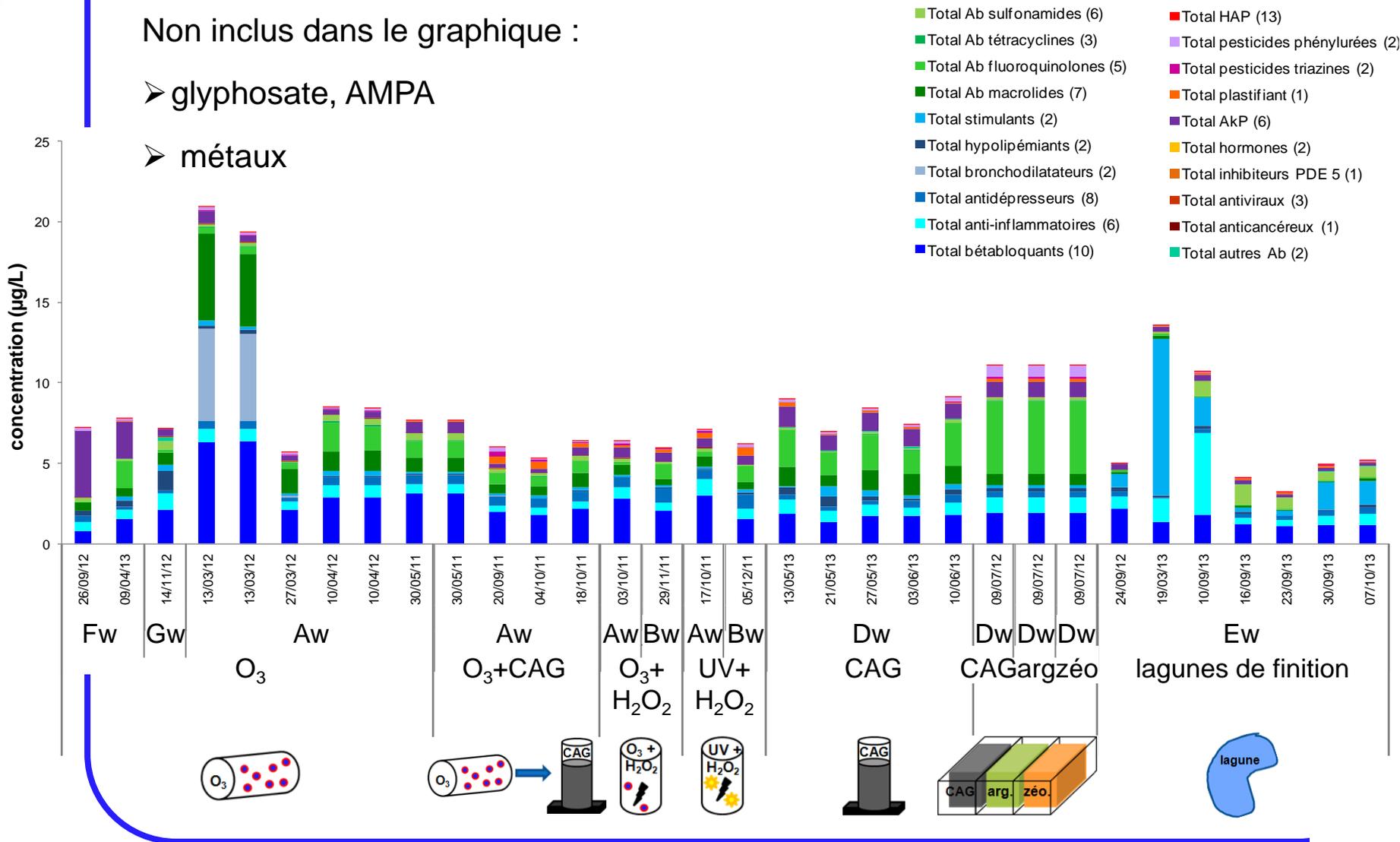


# Profils de contamination en entrée

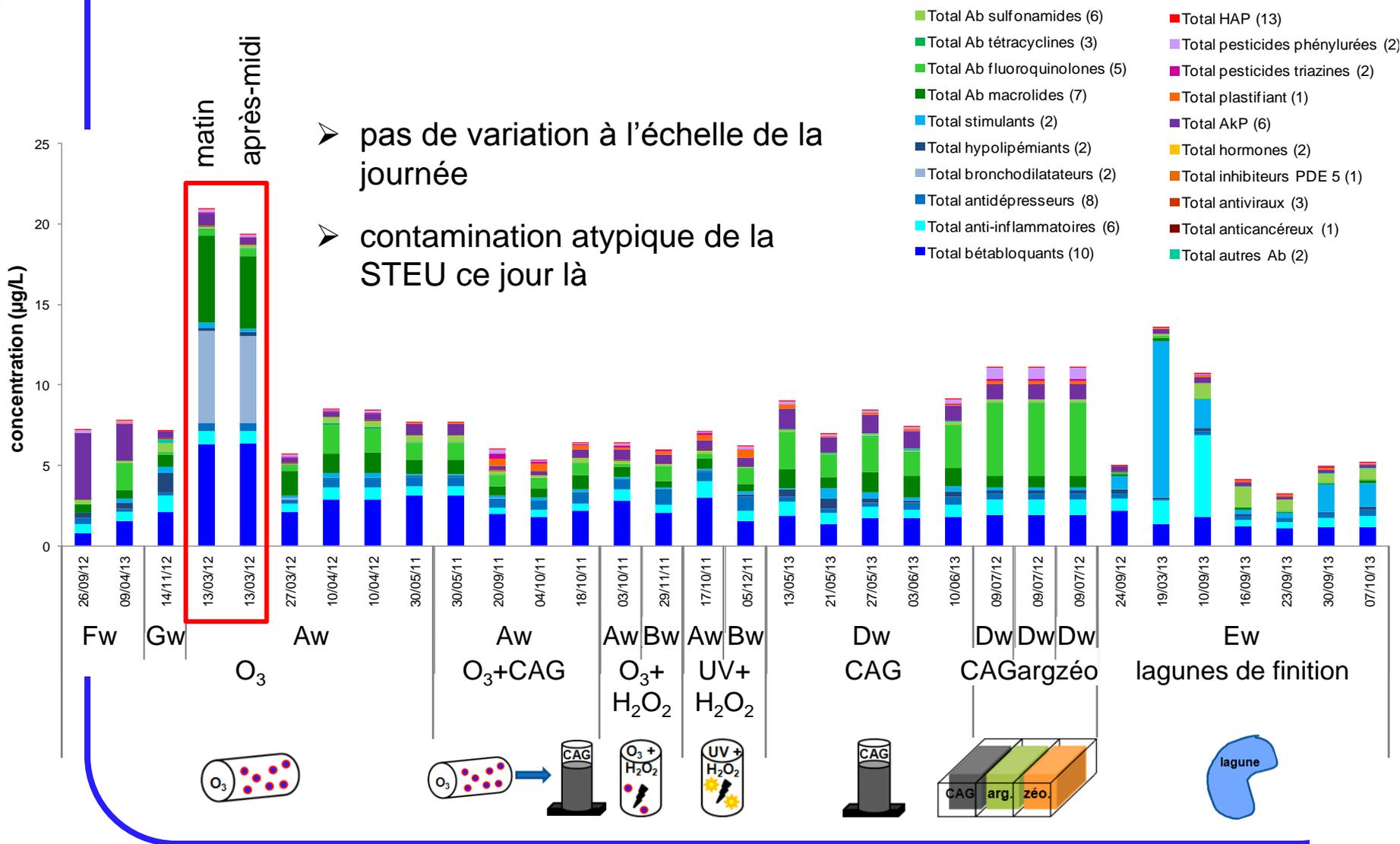
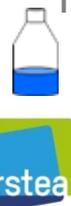
Non inclus dans le graphique :

➤ glyphosate, AMPA

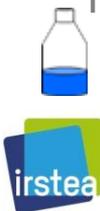
➤ métaux



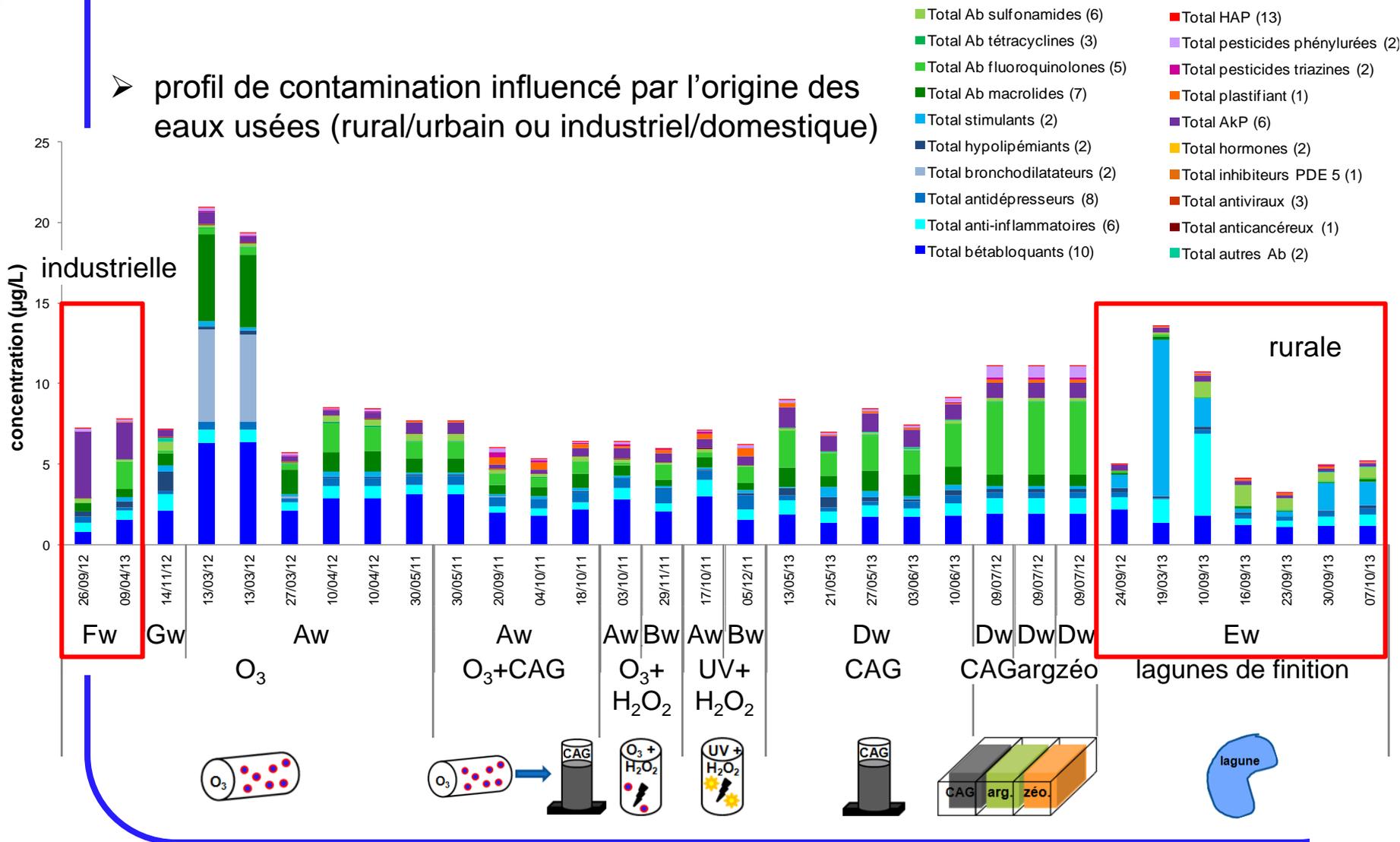
# Profils de contamination en entrée



# Profils de contamination en entrée



➤ profil de contamination influencé par l'origine des eaux usées (rural/urbain ou industriel/domestique)



# Résultats

## L'efficacité des procédés de traitement complémentaire

**Les procédés testés sont-ils équivalents pour réduire les concentrations en molécules organiques ?**



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



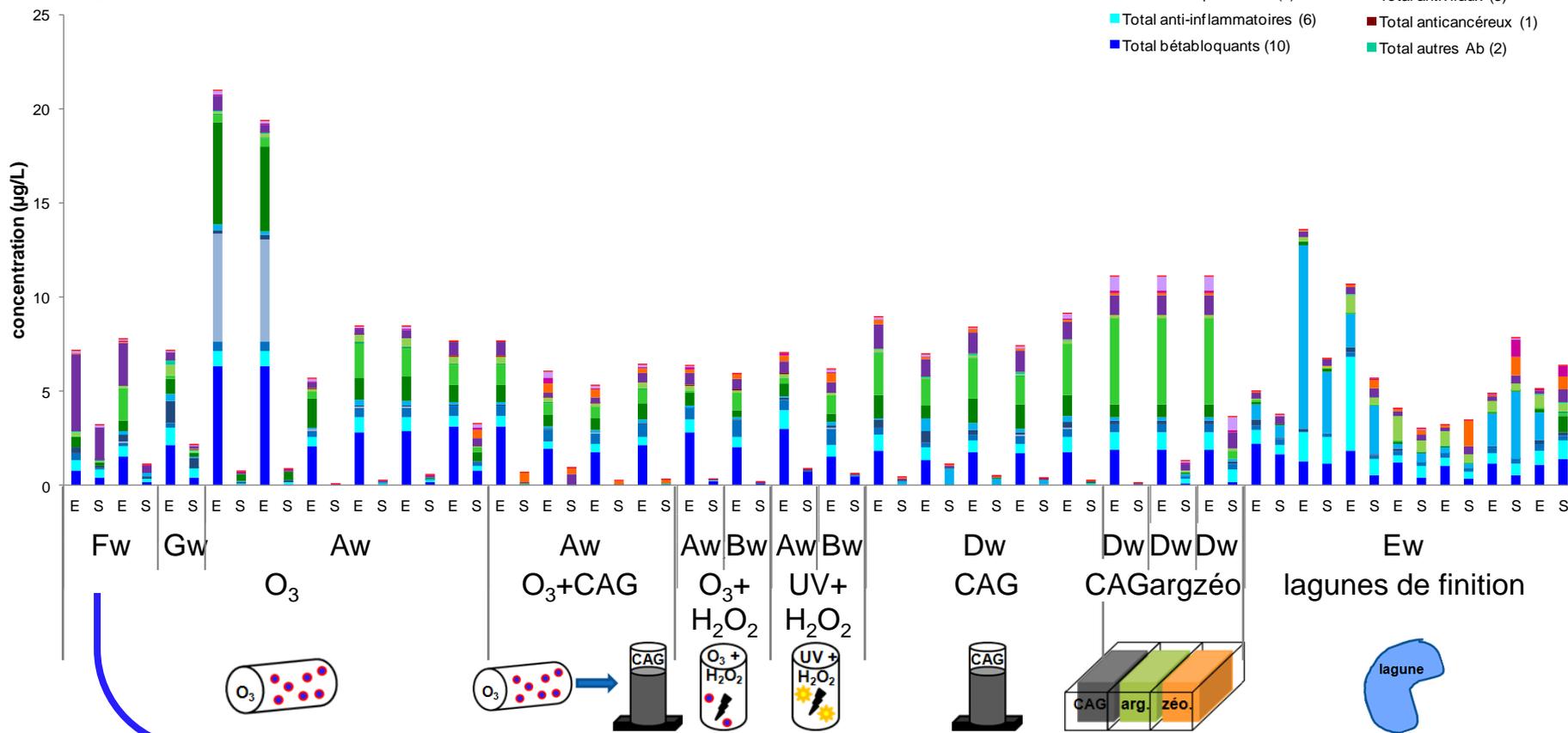
maîtriser le risque  
pour un développement durable



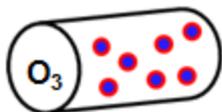
# Évaluation globale de l'efficacité par comparaison des concentrations entrée/sortie

- E : entrée
- S : sortie

- Total Ab sulfonamides (6)
- Total HAP (13)
- Total Ab tétracyclines (3)
- Total pesticides phénylurées (2)
- Total Ab fluoroquinolones (5)
- Total pesticides triazines (2)
- Total Ab macrolides (7)
- Total plastifiant (1)
- Total stimulants (2)
- Total AkP (6)
- Total hypolipémiants (2)
- Total hormones (2)
- Total bronchodilatateurs (2)
- Total inhibiteurs PDE 5 (1)
- Total antidépresseurs (8)
- Total antiviraux (3)
- Total anti-inflammatoires (6)
- Total anticancéreux (1)
- Total bêta-bloquants (10)
- Total autres Ab (2)

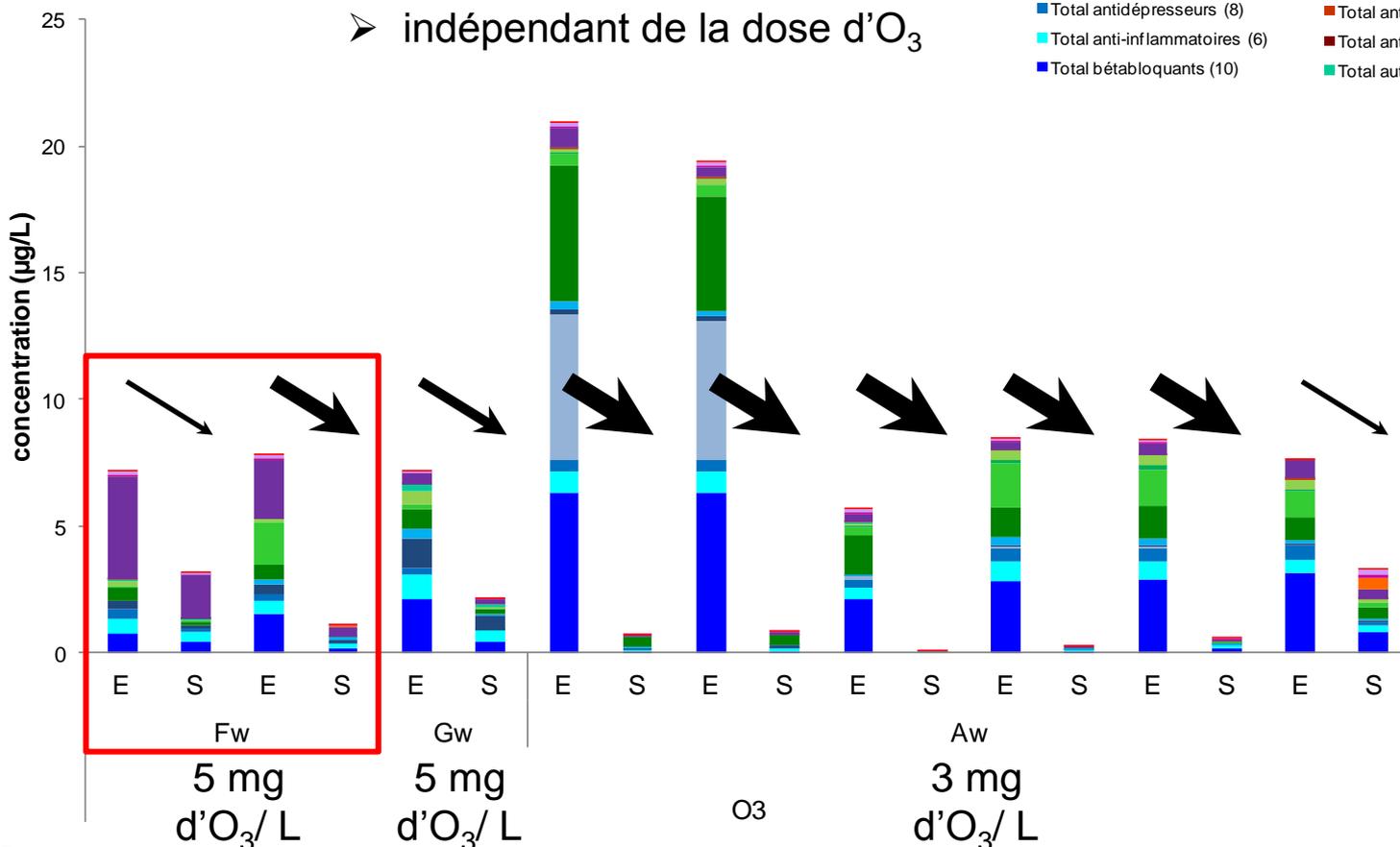


# Comparaison des concentrations après $O_3$



- diminution des concentrations
- efficacité variable du procédé
- indépendant de la dose d' $O_3$

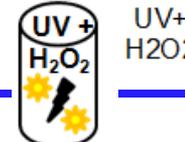
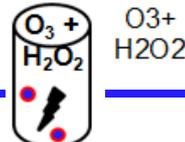
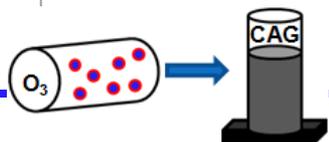
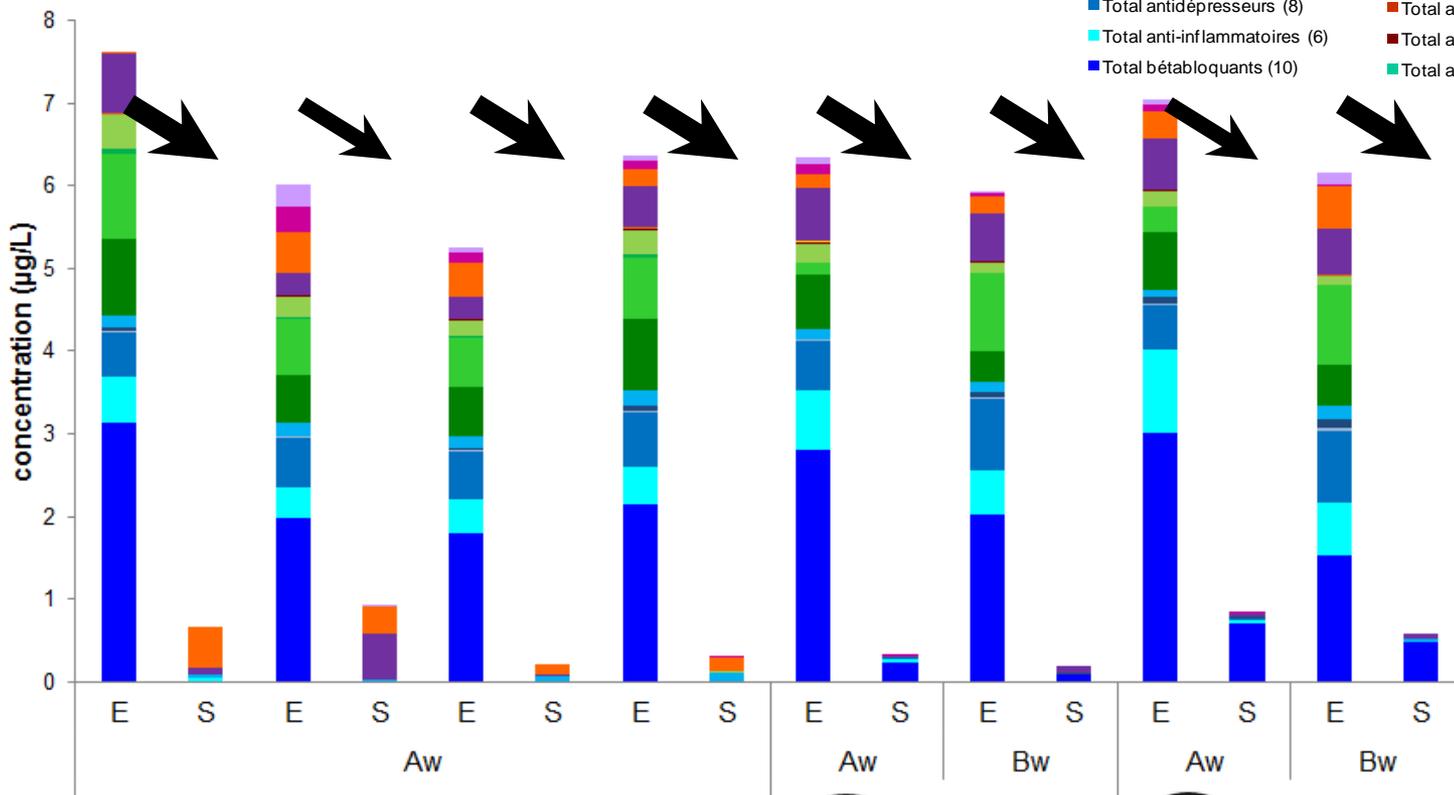
- Total Ab sulfonamides (6)
- Total HAP (13)
- Total Ab tétracyclines (3)
- Total pesticides phénylurées (2)
- Total Ab fluoroquinolones (5)
- Total pesticides triazines (2)
- Total Ab macrolides (7)
- Total plastifiant (1)
- Total stimulants (2)
- Total AkP (6)
- Total hypolipémiants (2)
- Total hormones (2)
- Total bronchodilatateurs (2)
- Total inhibiteurs PDE 5 (1)
- Total antidépresseurs (8)
- Total antiviraux (3)
- Total anti-inflammatoires (6)
- Total anticancéreux (1)
- Total bêta-bloquants (10)
- Total autres Ab (2)



# Comparaison des concentrations après O<sub>3</sub>+CAG ou POA

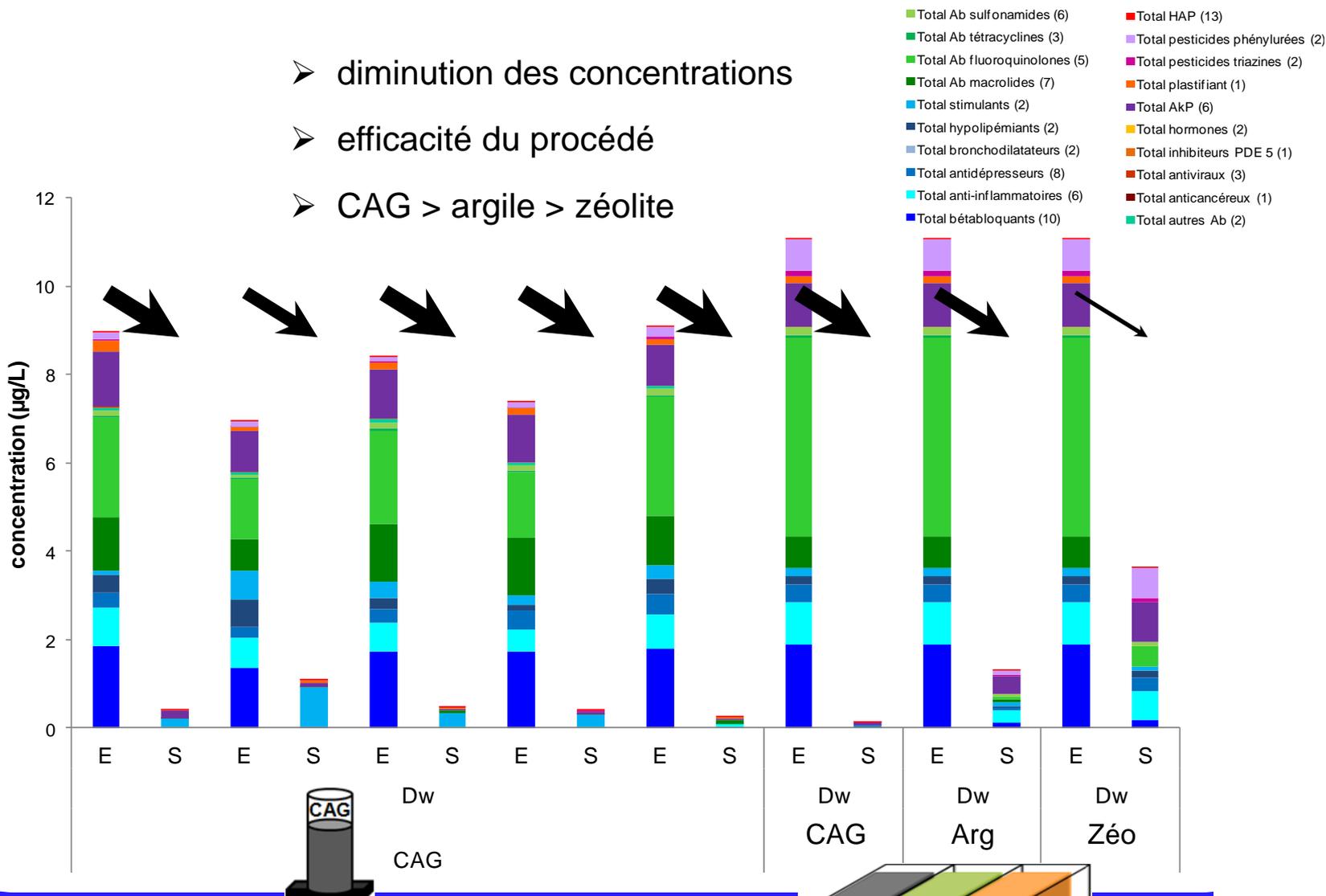
- diminution des concentrations
- efficacité des procédés

- Total Ab sulfonamides (6)
- Total Ab tétracyclines (3)
- Total Ab fluoroquinolones (5)
- Total Ab macrolides (7)
- Total stimulants (2)
- Total hypolipémiants (2)
- Total bronchodilatateurs (2)
- Total antidépresseurs (8)
- Total anti-inflammatoires (6)
- Total bêta-bloquants (10)
- Total HAP (13)
- Total pesticides phénylurées (2)
- Total pesticides triazines (2)
- Total plastifiant (1)
- Total AkP (6)
- Total hormones (2)
- Total inhibiteurs PDE 5 (1)
- Total antiviraux (3)
- Total anticancéreux (1)
- Total autres Ab (2)



# Comparaison des concentrations après adsorption (CAG, argile, zéolite)

- diminution des concentrations
- efficacité du procédé
- CAG > argile > zéolite



Comprendre le monde, construire l'avenir®



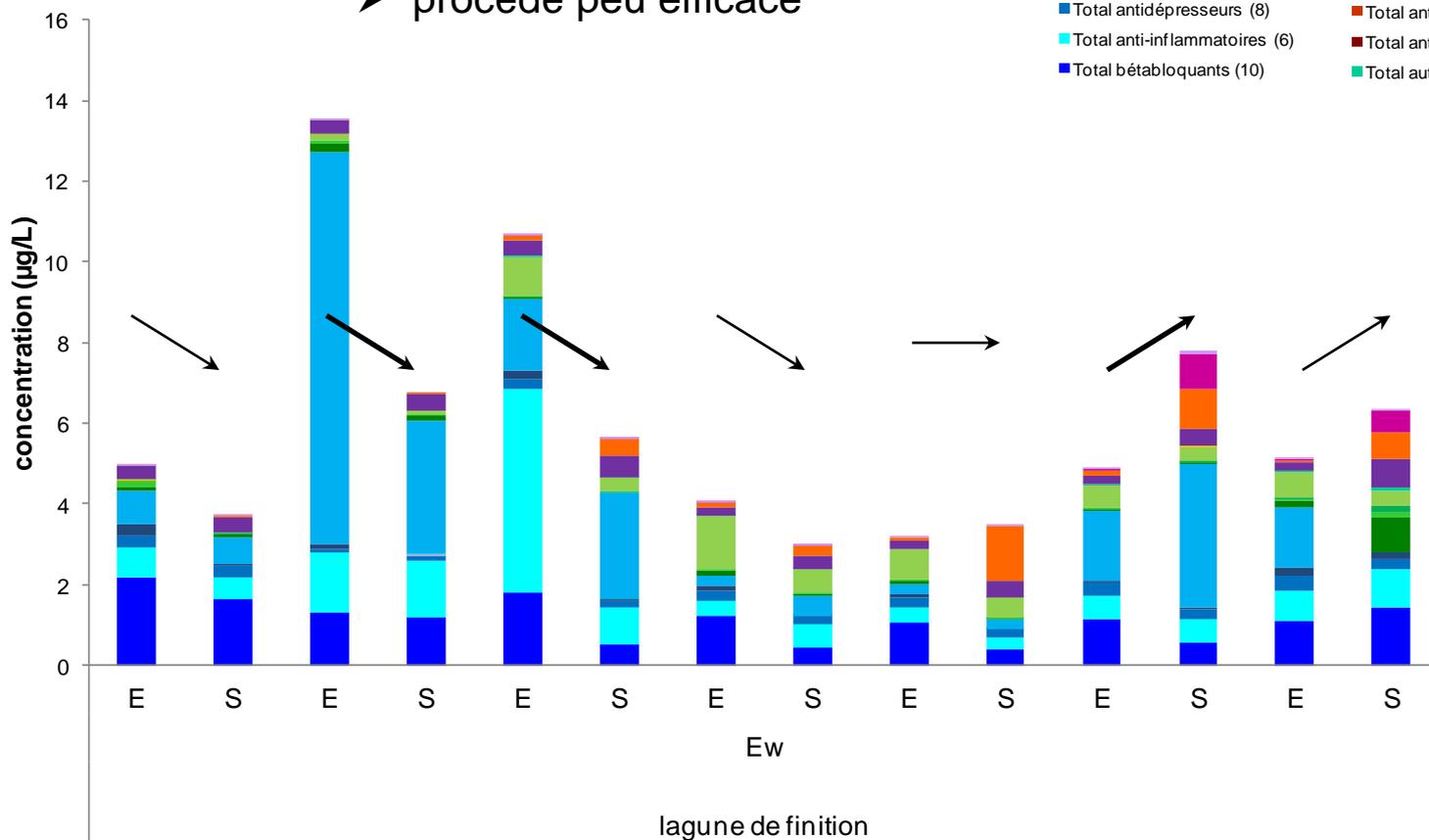
# Comparaison des concentrations après lagune de finition



➤ variations aléatoires des concentrations

➤ procédé peu efficace

- Total Ab sulfonamides (6)
- Total Ab tétracyclines (3)
- Total Ab fluoroquinolones (5)
- Total Ab macrolides (7)
- Total stimulants (2)
- Total hypolipémiants (2)
- Total bronchodilatateurs (2)
- Total antidépresseurs (8)
- Total anti-inflammatoires (6)
- Total bêta-bloquants (10)
- Total HAP (13)
- Total pesticides phénylurées (2)
- Total pesticides triazines (2)
- Total plastifiant (1)
- Total AkP (6)
- Total hormones (2)
- Total inhibiteurs PDE 5 (1)
- Total antiviraux (3)
- Total anticancéreux (1)
- Total autres Ab (2)



Comprendre le monde, construire l'avenir®



# Résultats

## L'efficacité des procédés de traitement complémentaire

Comment la quantifier et comparer les procédés ?



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®

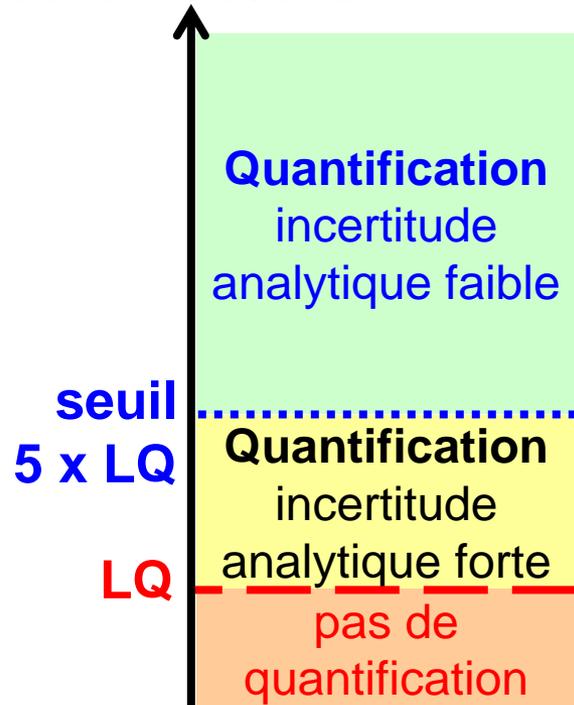


maîtriser le risque  
pour un développement durable



# Le calcul des rendements d'élimination (R)

mesure des concentrations



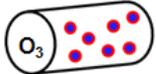
R calculable : 1 des 2 concentrations mesurées est dans cette zone

R non calculable ou pas fiable : les 2 concentrations mesurées sont dans ces zones

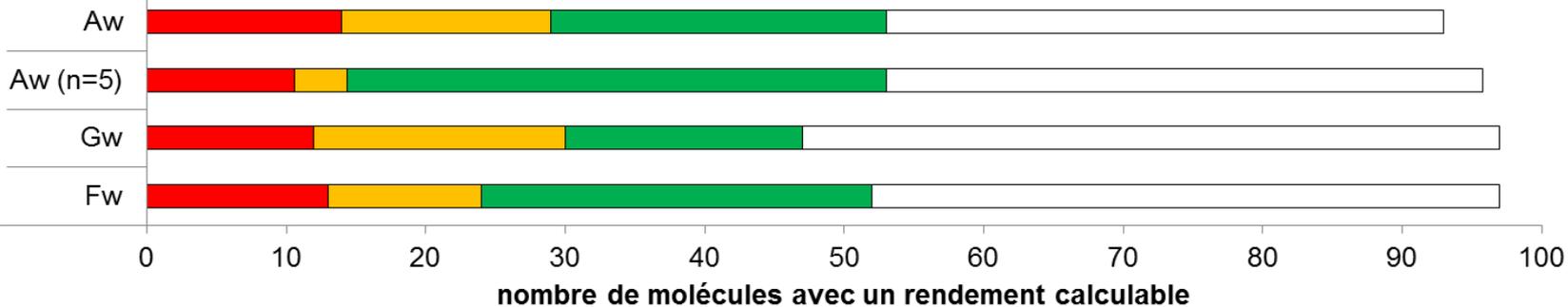


# Évaluation et comparaison des procédés selon le nb de molécules bien/moyen/mal éliminées

■ R < 30%   ■ 30% < R < 70%   ■ R > 70%   □ R non calculable



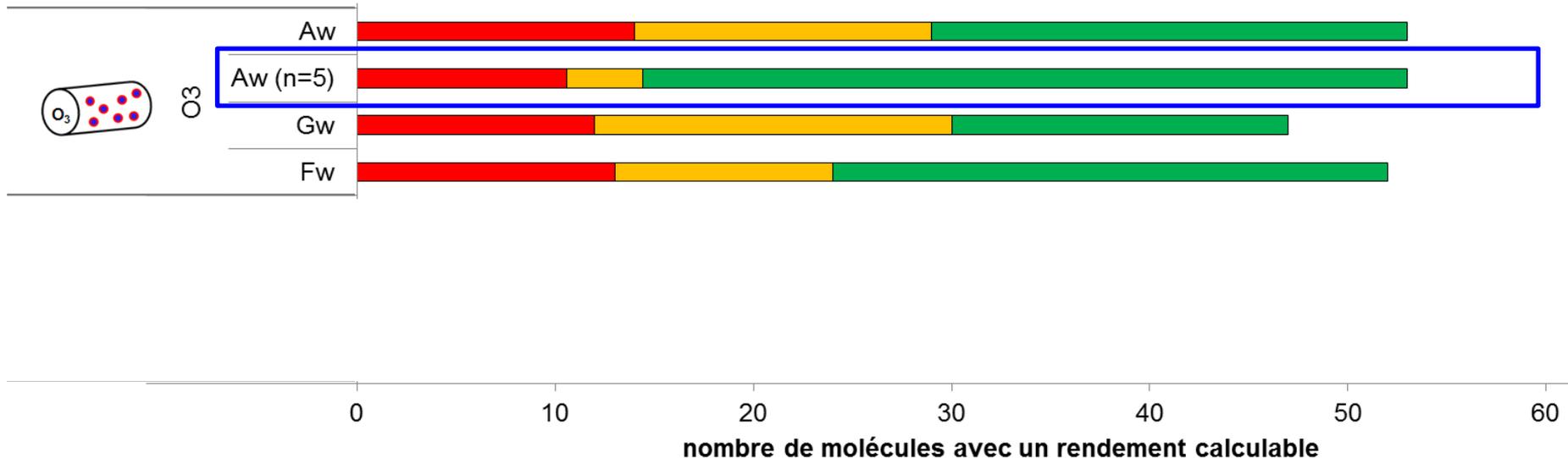
O<sub>3</sub>



# Évaluation du procédé $O_3$

■  $R < 30\%$    ■  $30\% < R < 70\%$    ■  $R > 70\%$

- environ la moitié des molécules avec un rendement calculable sont bien éliminées par l' $O_3$  ( $R > 70\%$ )
- plus de molécules mieux éliminées (vert,  $R > 70\%$ ) pendant la campagne longue

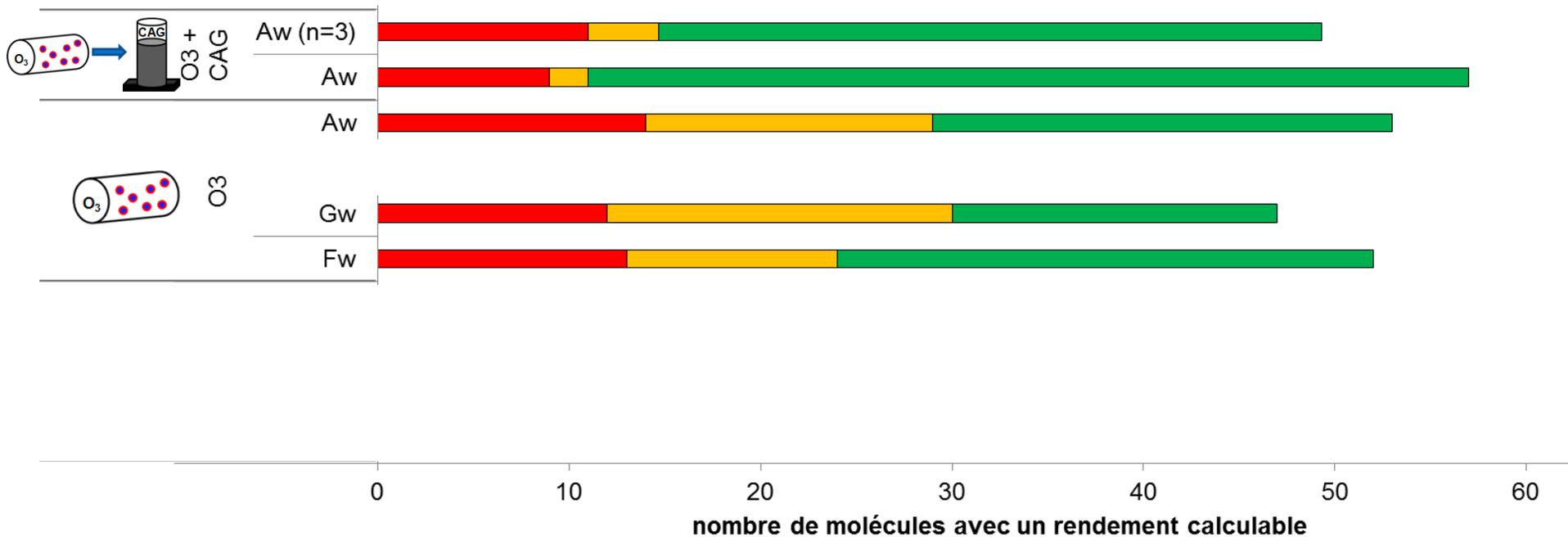


# Comparaison des procédés

## O<sub>3</sub> et O<sub>3</sub>+CAG

■ R < 30%   ■ 30% < R < 70%   ■ R > 70%

➤ O<sub>3</sub>+CAG plus efficace que O<sub>3</sub>

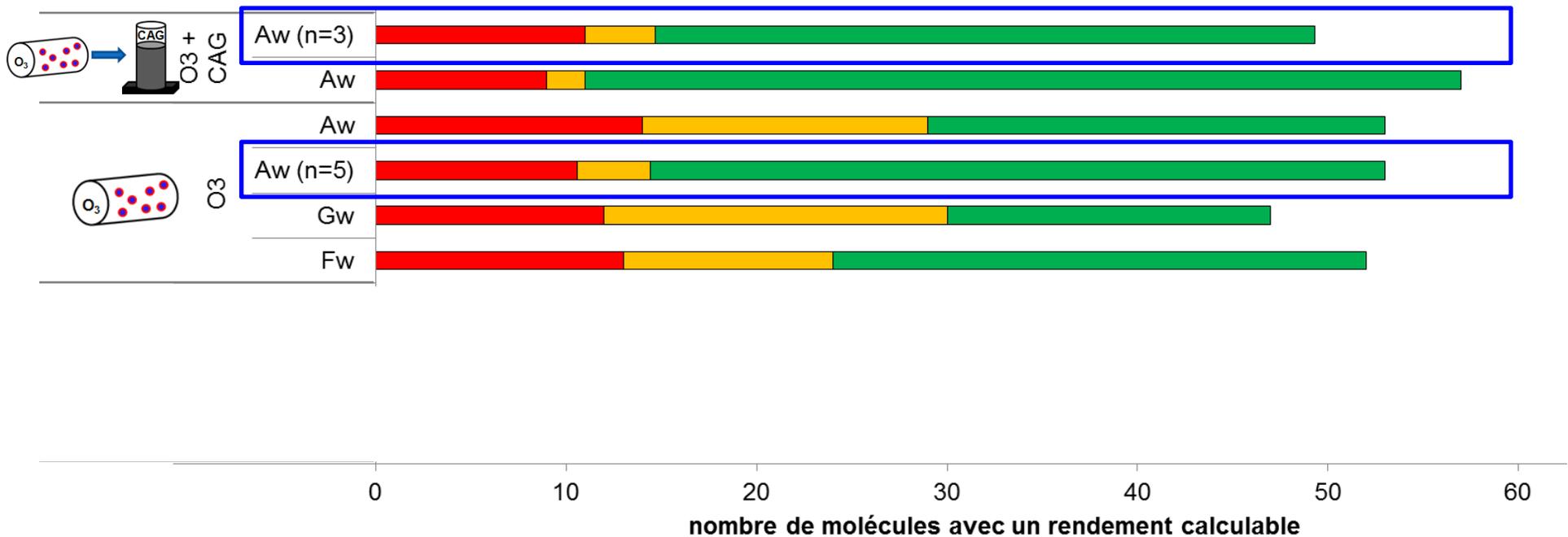


# Comparaison des procédés

## O<sub>3</sub> et O<sub>3</sub>+CAG

■ R < 30%   ■ 30% < R < 70%   ■ R > 70%

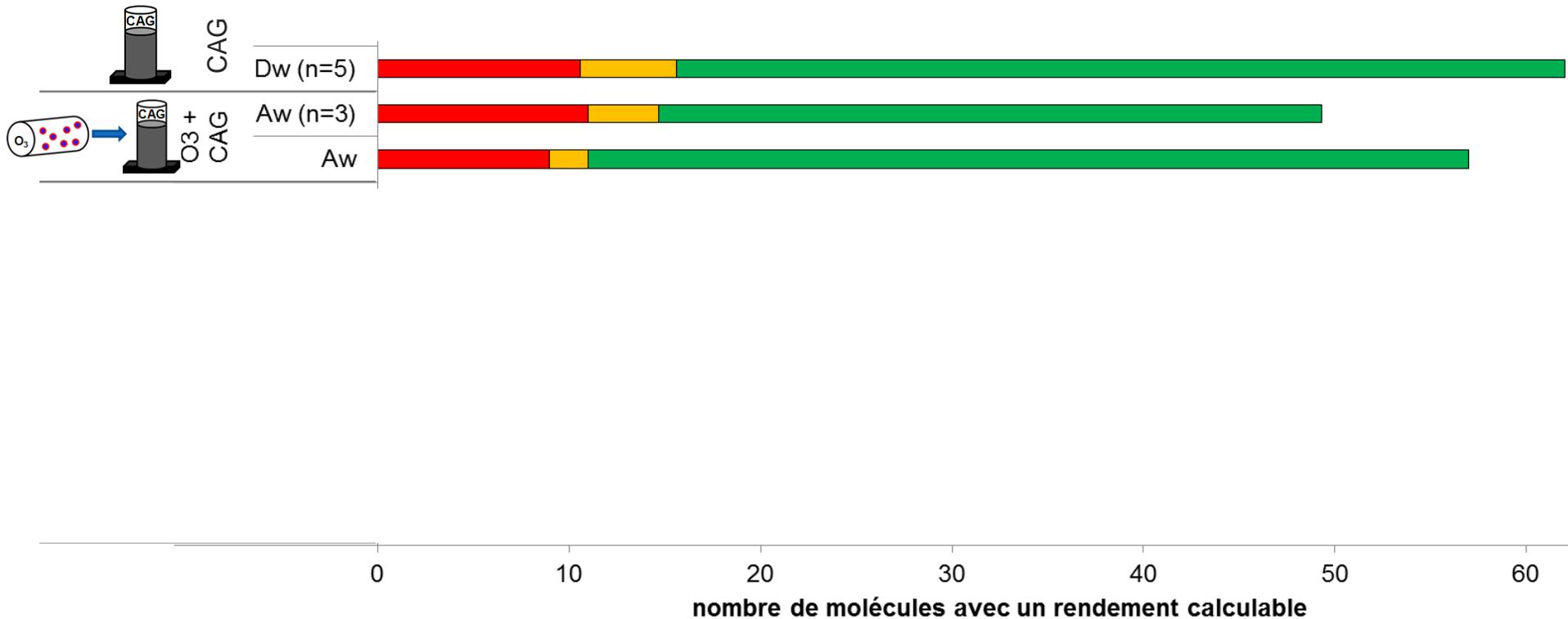
➤ O<sub>3</sub>+CAG plus efficace que O<sub>3</sub> sauf si on considère les 2 campagnes longues



# Comparaison des procédés O<sub>3</sub>+CAG et CAG

■ R < 30%   ■ 30% < R < 70%   ■ R > 70%

➤ O<sub>3</sub>+CAG équivalent à CAG seul (pilote colonne verticale)

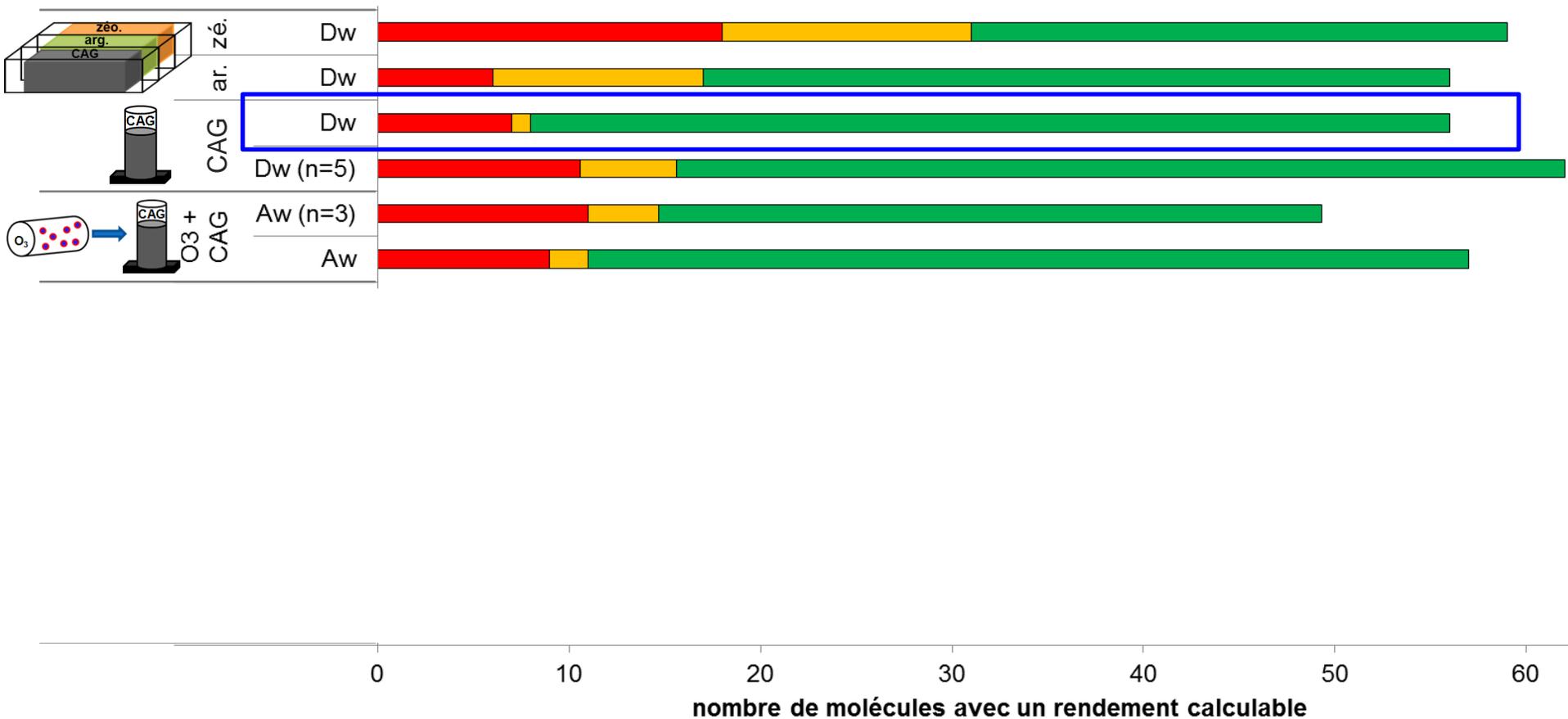


# Comparaison des procédés

## O<sub>3</sub>+CAG, CAG (2 TSH), argile et zéolite

■ R < 30%   
 ■ 30% < R < 70%   
 ■ R > 70%

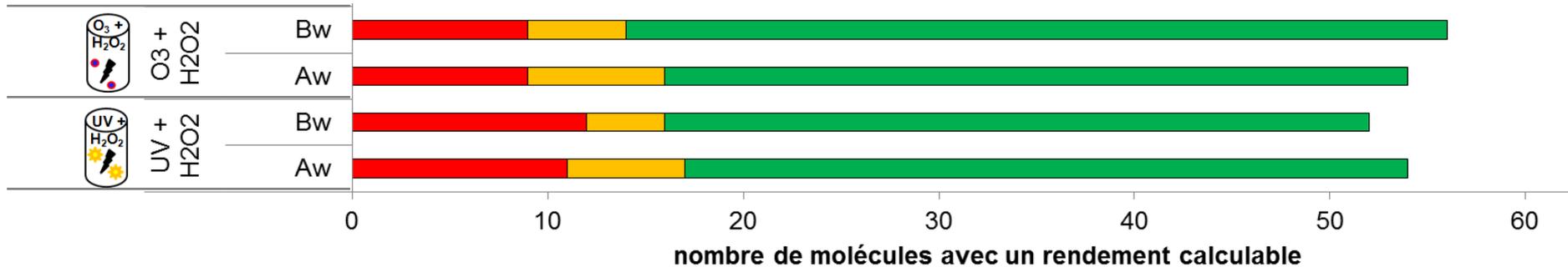
- CAG pilote filtre garni horizontal > O<sub>3</sub>+CAG ou CAG pilote colonne verticale ⇨ TSH >
- CAG > argile > zéolite



# Comparaison des procédés POA ( $O_3+H_2O_2$ et $UV+H_2O_2$ )

■  $R < 30\%$  ■  $30\% < R < 70\%$  ■  $R > 70\%$

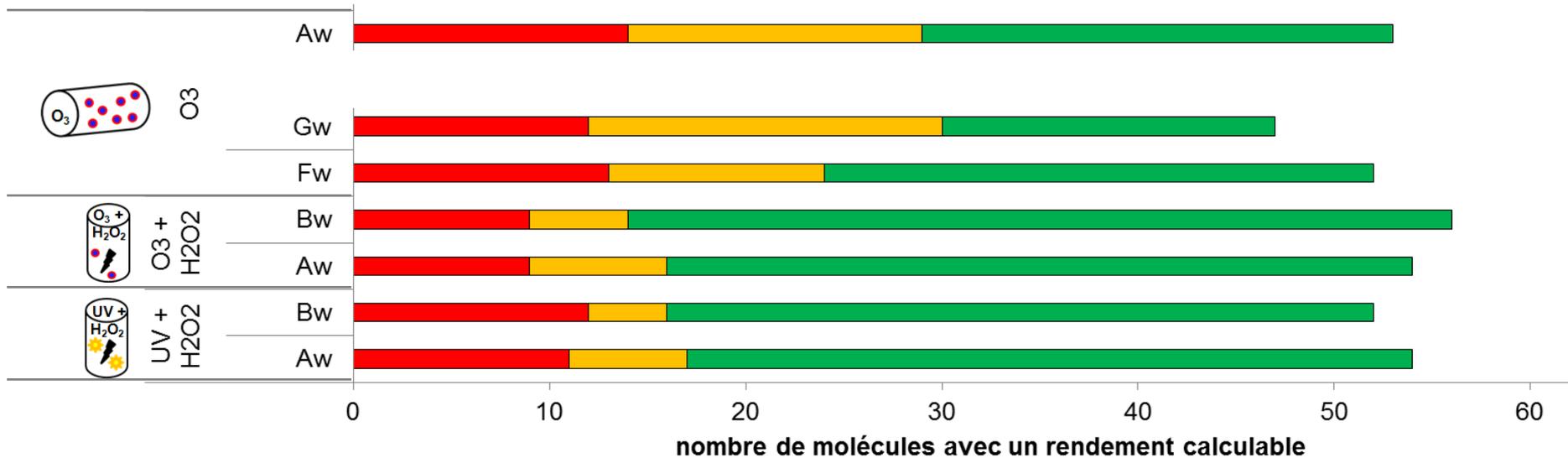
➤  $O_3 + H_2O_2$  et  $UV + H_2O_2$  équivalents



# Comparaison des procédés POA ( $O_3+H_2O_2$ et $UV+H_2O_2$ ) et $O_3$

■  $R < 30\%$  ■  $30\% < R < 70\%$  ■  $R > 70\%$

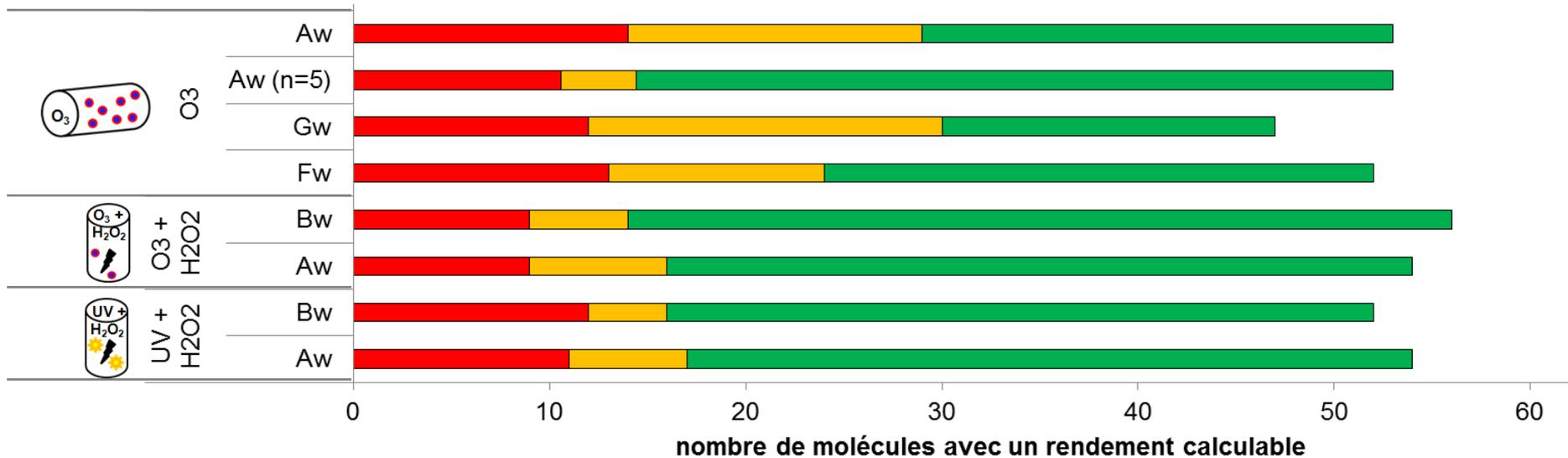
- $O_3 + H_2O_2$  et  $UV + H_2O_2$  équivalents ( $\neq$  d'ARMISTIQ mais pas les mêmes molécules)
- $O_3 + H_2O_2 > O_3$  seul sauf si on considère la campagne longue



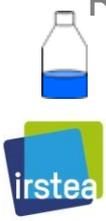
# Comparaison des procédés POA ( $O_3+H_2O_2$ et $UV+H_2O_2$ ) et $O_3$

■  $R < 30\%$  ■  $30\% < R < 70\%$  ■  $R > 70\%$

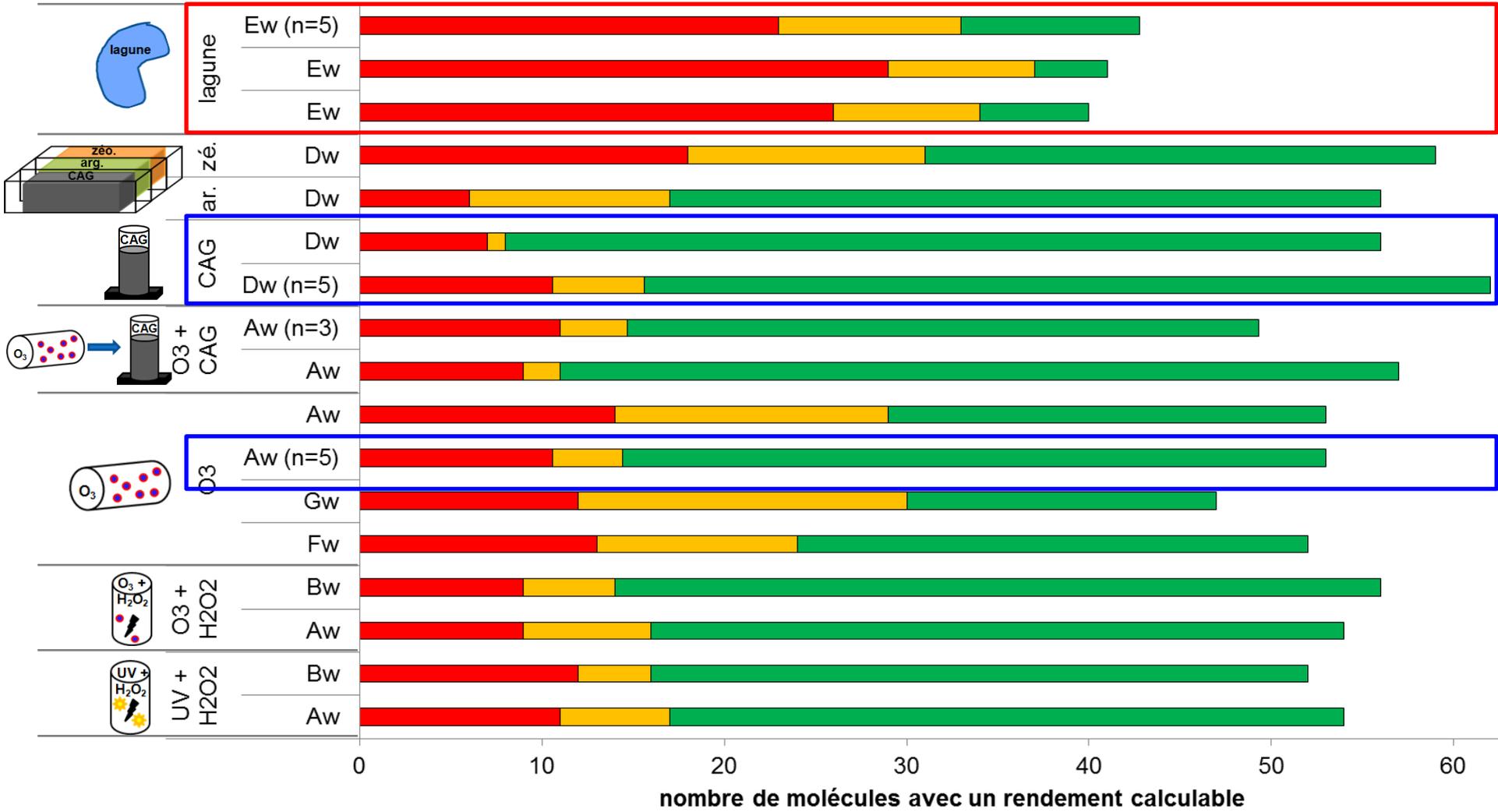
- $O_3 + H_2O_2$  et  $UV + H_2O_2$  équivalents ( $\neq$  d'ARMISTIQ mais pas les mêmes molécules)
- $O_3 + H_2O_2 > O_3$  seul sauf si on considère la campagne longue



# Comparaison de l'ensemble des procédés



■ R < 30%   
 ■ 30% < R < 70%   
 ■ R > 70%



nombre de molécules avec un rendement calculable

# Résultats

## En sortie des procédés de traitement complémentaire

Quels micropolluants sont encore présents et quels sont ceux qui ont été éliminés ?



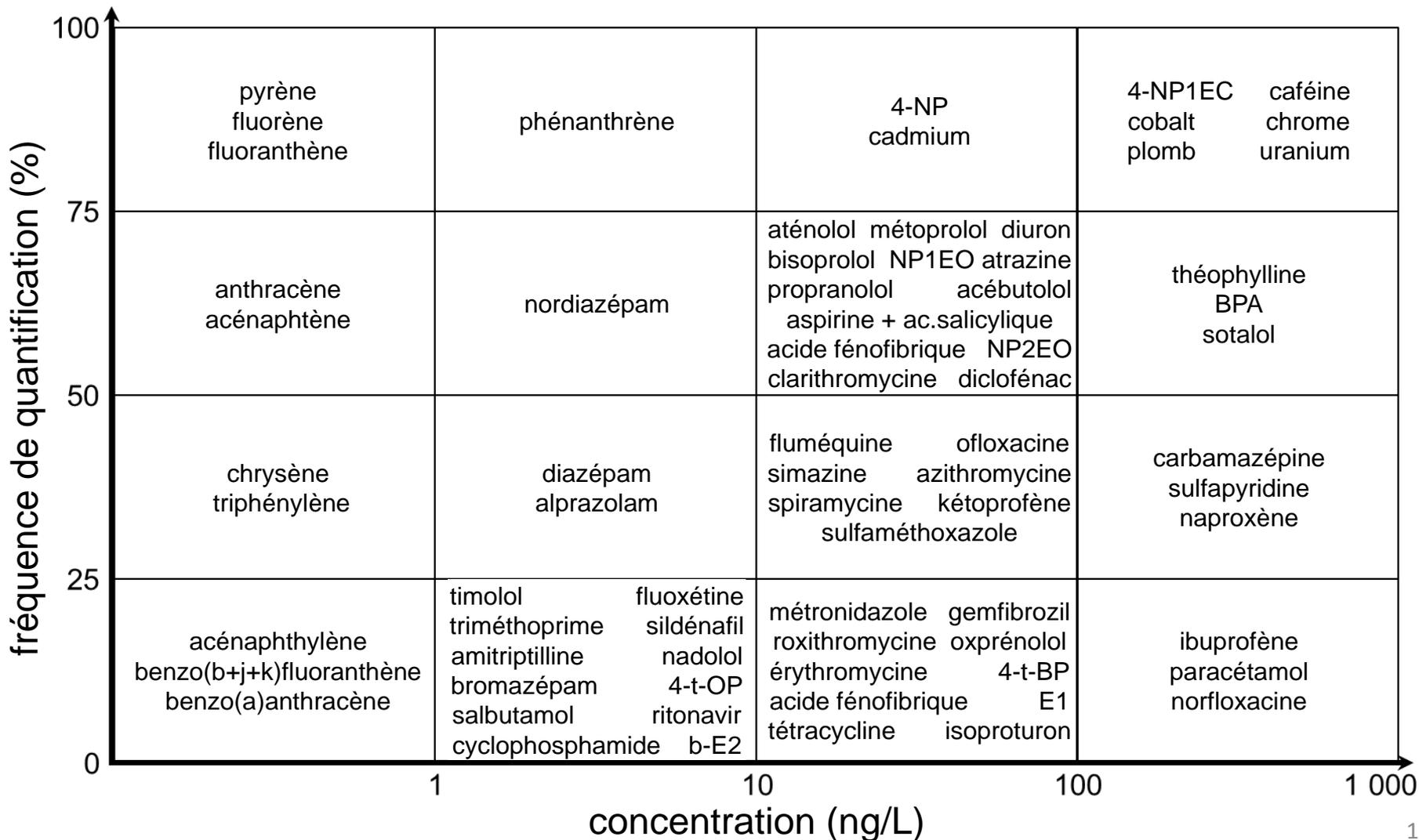
Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable



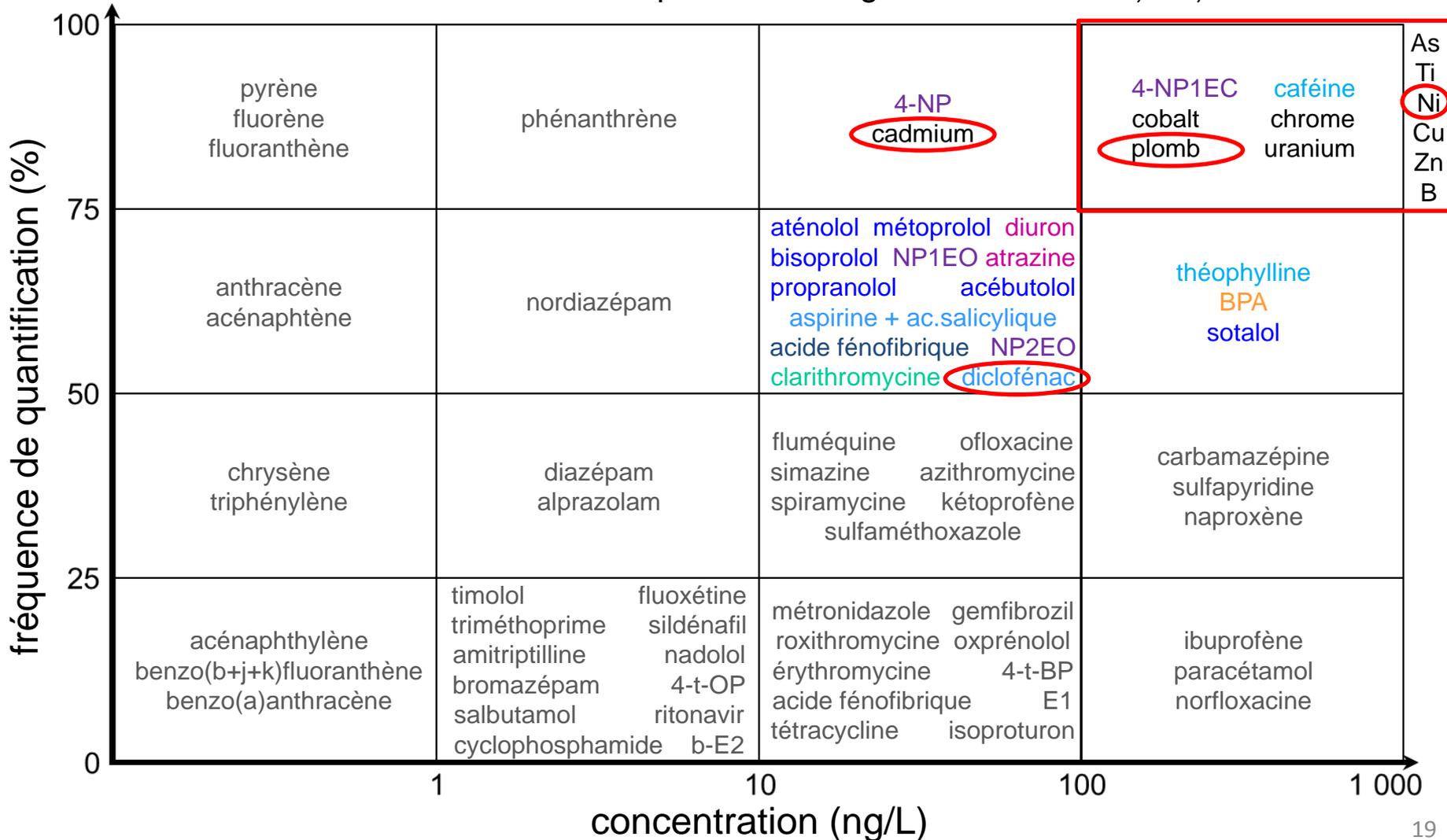
# Les micropolluants encore présents



# Les micropolluants encore présents

➤ 2 molécules organiques et 10 métaux encore quantifiés dans 75% des 32 échantillons et à plus de 100 ng/L

➤ DCE : Cd, Pb, Ni et diclofénac



# Les micropolluants éliminés

## ❖ 15 micropolluants jamais quantifiés :

- **14 médicaments** : 1 antidépresseur, 1 bronchodilatateur, 1  $\beta$ -bloquants, 9 antibiotiques, 2 anti-VIH
- **1 HAP** : benzo(a)pyrène

## ❖ 9 micropolluants quantifiés seulement 1 ou 2 fois (32 échantillons) :

- **6 médicaments** : 1 hypolipémiant, 1  $\beta$ -bloquant, 2 antibiotiques, 1 anticancéreux, 1 inhibiteur PDE5
- **1 hormone œstrogénique** : 17 $\beta$ -estradiol
- **1 pesticide** : isoproturon
- **1 HAP** : benzo(a)anthracène



# Résultats

---

## Les micropolluants pertinents pour caractériser les procédés de traitement complémentaire des eaux

Quels critères utiliser pour choisir les indicateurs ?  
Quelle(s) liste(s) proposer ?



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable





# Les critères de choix

## Sélectionner des micropolluants :

- ✓ avec des méthodes analytiques robustes (valable pour tous)
- ✓ systématiquement présent(s) en entrée (**occurrence**)
- ✓ **bien éliminé(s)** ⇨ contrôle +
- ✓ **mal éliminé(s)** ⇨ contrôle –
- ✓ avec une (**éco**)toxicité avérée
- ✓ pour couvrir un large panel d'effets/de classes (représentativité)
- ✓ représentant d'un ensemble de micropolluants ayant le même comportement

## Ne pas sélectionner des micropolluants :

- × jamais quantifiés ou quantifiés 1 ou 2 fois en entrée
- × dont le rendement d'élimination n'est pas calculable ou pas fiable



# Les 98 micropolluants ciblés



## médicaments

### **β-bloquants**

acébutolol  
aténolol  
bétaxolol  
bisoprolol  
métoprolol  
nadolol  
oxprénolol  
propranolol  
sotalol  
timolol

### **anti-inflammatoires**

aspirine+ac. salicylique  
diclofénac  
paracétamol  
ibuprofène  
kétoprofène  
naproxène

### **antidépresseurs**

alprazolam  
amitriptyline  
bromazépam  
diazepam  
doxépine  
fluoxétine

### **antibiotiques**

acide pipémidique  
fluméquine  
tétracycline  
oxytétracycline  
doxycycline  
sulfadiazine

azithromycine  
clarithromycine  
érythromycine  
josamycine  
roxithromycine  
spiramycine

### **antiviraux**

abacavir  
ritonavir  
zidovudine

### **anticancéreux**

nordiazépam  
carbamazépine

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique  
gemfibrozil

### **bronchodilatateurs**

salbutamol  
terbutaline

cyclophosphamide

ciprofloxacine

sulfaméthizole  
sulfaméthoxazole  
sulfapyridine

salinomycine

### **stimulants**

caféine  
théophylline

### **inhibiteurs**

#### **PDE 5**

sildénafil

norfloxacine  
ofloxacine

sulfanilamide  
triméthoprim

métronidazole

## hormones

E1  
β-E2

## AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
4-NP1EC  
4-t OP  
4-t BP

## plastifiant

bisphénol A

## pesticides

**triazines**  
atrazine  
simazine  
**phénylurées**  
diuron  
isoproturon

**autres**  
glyphosate  
AMPA

## HAP

naphtalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
fluoranthène  
pyrène

benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène

## métaux

arsenic  
bore  
cadmium  
chrome  
cobalt  
cuivre  
étain  
nickel  
plomb  
titane  
uranium  
zinc



# 18 bien éliminés par la majorité des procédés

## médicaments

### **β-bloquants**

**acébutolol**  
aténolol  
bétaxolol  
bisoprolol  
métoprolol  
nadolol  
oxprénolol  
**propranolol**  
**sotalol**  
timolol

### **anti-inflammatoires**

aspirine+ac. salicylique  
**diclofénac**  
paracétamol  
ibuprofène  
kétoprofène  
**naproxène**

### **antidépresseurs**

alprazolam  
**amitriptyline**  
bromazépam  
diazepam  
doxépine  
fluoxétine

### **antibiotiques**

acide pipémidique  
**fluméquine**  
tétracycline  
oxytétracycline  
doxycycline  
sulfadiazine

**azithromycine**  
**clarithromycine**  
**érythromycine**  
josamycine  
**roxithromycine**  
**spiramycine**

### **antiviraux**

abacavir  
ritonavir  
zidovudine

### **anticancéreux**

cyclophosphamide

nordiazépam  
**carbamazépine**

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique  
gemfibrozil

ciprofloxacine

sulfaméthizole  
**sulfaméthoxazole**  
**sulfapyridine**

salinomycine

### **stimulants**

caféine  
théophylline

### **bronchodilatateurs**

salbutamol  
terbutaline

### **inhibiteurs**

**PDE 5**  
sildénafil

norfloxacine  
**ofloxacine**

sulfanilamide  
triméthoprim

métronidazole

## hormones

E1  
β-E2

## AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
4-NP1EC  
4-t OP  
4-t BP

## plastifiant

**bisphénol A**

## pesticides

**triazines** **phénylurées**  
atrazine **diuron**  
simazine isoproturon  
**autres**  
glyphosate  
AMPA

## HAP

naphtalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
fluoranthène  
pyrène  
benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène

## métaux

arsenic étain  
bore nickel  
cadmium plomb  
chrome titane  
cobalt uranium  
cuivre zinc



irstea

# 3 mal éliminés par la majorité des procédés

## médicaments

### **β-bloquants**

**acébutolol**  
aténolol  
bétaxolol  
bisoprolol  
métoprolol  
nadolol  
oxprénolol  
**propranolol**  
**sotalol**  
timolol

### **anti-inflammatoires**

aspirine+ac. salicylique  
**diclofénac**  
paracétamol  
ibuprofène  
kétoprofène  
**naproxène**

### **antidépresseurs**

alprazolam  
**amitriptyline**  
bromazépam  
diazepam  
doxépine  
fluoxétine

### **antibiotiques**

acide pipémidique  
**fluméquine**  
tétracycline  
oxytétracycline  
  
doxycycline  
sulfadiazine

**azithromycine**  
**clarithromycine**  
**érythromycine**  
josamycine  
**roxithromycine**  
**spiramycine**

### **antiviraux**

abacavir  
  
  
  
ritonavir  
  
zidovudine

### **anticancéreux**

cyclophosphamide

nordiazépam  
**carbamazépine**

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique  
gemfibrozil

ciprofloxacine

sulfaméthizole  
**sulfaméthoxazole**  
**sulfapyridine**

salinomycine

### **stimulants**

caféine  
théophylline

### **bronchodilatateurs**

salbutamol  
terbutaline

### **inhibiteurs**

**PDE 5**  
sildénafil

norfloxacine  
**ofloxacine**

sulfanilamide  
triméthoprim

métronidazole

## hormones

E1  
  
β-E2

## AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
4-NP1EC  
4-t OP  
4-t BP

## plastifiant

**bisphénol A**

## pesticides

**triazines** **phénylurées**  
atrazine **diuron**  
simazine isoproturon  
  
**autres**  
glyphosate  
AMPA

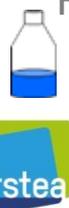
## HAP

naphtalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
fluoranthène  
pyrène  
  
benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène

## métaux

**arsenic** étain  
**bore** nickel  
cadmium plomb  
chrome titane  
**cobalt** uranium  
cuivre zinc

# 23 avec un R pas fiable ou non calculable



## médicaments

### **β-bloquants**

**acébutolol**  
aténolol  
bétaxolol  
bisoprolol  
métoprolol  
nadolol  
oxprénolol  
**propranolol**  
**sotalol**  
timolol

### **anti-inflammatoires**

aspirine+ac. salicylique  
**diclofénac**  
paracétamol  
ibuprofène  
kétoprofène  
**naproxène**

### **antidépresseurs**

alprazolam  
**amitriptyline**  
bromazépam  
diazepam  
doxépine  
fluoxétine

### **antibiotiques**

acide pipémidique  
**fluméquine**  
tétracycline  
oxytétracycline  
  
doxycycline  
sulfadiazine

**azithromycine**  
**clarithromycine**  
**érythromycine**  
josamycine  
**roxithromycine**  
**spiramycine**

### **antiviraux**

abacavir  
  
  
  
ritonavir  
  
zidovudine

### **anticancéreux**

nordiazépam  
**carbamazépine**

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique  
gemfibrozil

### **bronchodilatateurs**

salbutamol  
terbutaline

cyclophosphamide

ciprofloxacine

sulfaméthizole  
**sulfaméthoxazole**  
**sulfapyridine**

salinomycine

### **stimulants**

caféine  
théophylline

### **inhibiteurs**

**PDE 5**  
sildénafil

sulfanilamide  
triméthoprim

métronidazole

norfloxacine  
**ofloxacine**

## hormones

E1  
  
β-E2

## AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
4-NP1EC  
4-t OP  
4-tBP

## plastifiant

**bisphénol A**

## pesticides

**triazines** **phénylurées**  
atrazine **diuron**  
simazine isoproturon  
  
**autres**  
glyphosate  
AMPA

## HAP

naphtalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
fluoranthène  
pyrène  
  
benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène

## métaux

**arsenic** étain  
**bore** nickel  
cadmium plomb  
chrome titane  
**cobalt** uranium  
cuivre zinc



# Des micropolluants à choisir parmi 75



## médicaments

### **β-bloquants**

**acébutolol**  
aténolol  
bisoprolol  
métoprolol  
nadolol  
oxprénolol  
**propranolol**  
**sotalol**  
timolol

### **anti-inflammatoires**

**diclofénac**  
ibuprofène  
kétoprofène  
**naproxène**

### **antidépresseurs**

alprazolam  
**amitriptyline**  
bromazépam  
diazepam  
fluoxétine  
nordiazépam  
**carbamazépine**

### **antibiotiques**

ciprofloxacine  
norfloxacine  
**ofloxacine**  
acide pipémidique  
**fluméquine**  
**azithromycine**  
**clarithromycine**  
**érythromycine**  
josamycine  
**roxithromycine**  
**spiramycine**  
tétracycline  
doxycycline  
**sulfaméthoxazole**  
**sulfapyridine**  
triméthoprim  
métronidazole

### **antiviraux**

abacavir

### **bronchodilatateurs**

salbutamol  
terbutaline

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique  
gemfibrozil

### **stimulants**

**caféine**  
théophylline

## hormones

E1

## AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
**4-NP1EC**  
4-t OP

## plastifiant

**bisphénol A**

## pesticides

**triazines** **phénylurées**  
atrazine **diuron**  
simazine isoproturon  
**autres**

## HAP

acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
fluoranthène  
pyrène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène

## métaux

**arsenic**  
**bore**  
cadmium  
chrome  
**cobalt**  
cuivre  
nickel  
plomb  
titane  
uranium  
zinc

# Des micropolluants à choisir parmi 75



## médicaments

### **β-bloquants**

acébutolol  
 aténolol  
 bisoprolol  
 métoprolol  
 nadolol  
 oxprénolol  
 propranolol  
 sotalol  
 timolol

### **anti-inflammatoires**

diclofénac  
 ibuprofène  
 kétoprofène  
 naproxène

### **antidépresseurs**

alprazolam  
 amitriptyline  
 bromazépam  
 diazepam  
 fluoxétine  
 nordiazépam  
 carbamazépine

### **antibiotiques**

ciprofloxacine  
 norfloxacine  
 ofloxacine  
 acide pipémidique  
 fluméquine  
 azithromycine  
 clarithromycine  
 érythromycine  
 josamycine  
 roxithromycine  
 spiramycine  
 tétracycline  
 doxycycline  
 sulfaméthoxazole  
 sulfapyridine  
 triméthoprim  
 métronidazole

### **antiviraux**

abacavir

### **bronchodilatateurs**

salbutamol  
 terbutaline

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique  
 gemfibrozil

### **stimulants**

~~caféine~~  
 théophylline

## hormones

E1

## AkP

4-NP  
 4-NP1EO  
 4-NP2EO  
 4-NP1EC  
 4-t OP

## plastifiant

~~bisphénol A~~

## pesticides

**triazines**  
 atrazine  
 simazine  
**phénylurées**  
 diuron  
 isoproturon  
**autres**

## HAP

acénaphthylène  
 acénaphène  
 fluorène  
 phénanthrène  
 fluoranthène  
 pyrène  
 chrysène  
 triphénylène  
 benzo(b+j+k)fluoranthène

## métaux

arsenic  
 bore  
 cadmium  
 chrome  
 cobalt  
 cuivre  
 nickel  
 plomb  
 titane  
 uranium  
 zinc

# 18 micropolluants retenus



classes/familles	micropolluants	critères
métaux	<b>bore</b>	occurrence, <b>élimination (mauvaise)</b> , persistance
médicaments	<b>β-bloquants</b>	
	<b>aténolol</b> <b>propranolol</b>	occurrence, <b>toxicité</b> occurrence, <b>élimination (bonne)</b> , <b>toxicité</b>
anti-inflammatoires	<b>diclofénac</b> <b>naproxène</b>	<b>législation (DCE)</b> , occurrence, <b>élimination (bonne)</b> représentativité, occurrence, <b>élimination (bonne)</b>
antidépresseurs	<b>carbamazépine</b>	occurrence, <b>élimination (bonne)</b> , <b>ubiquiste dans le milieu naturel</b>
antibiotiques	<b>ofloxacine</b>	occurrence, <b>élimination (bonne)</b> , représentativité
	<b>clarithromycine</b>	occurrence, <b>élimination (bonne)</b> , représentativité, 1 pour 5 avec même comportement
	<b>tétracycline</b>	représentativité
	<b>sulfaméthoxazole</b>	représentativité, occurrence, <b>élimination (bonne)</b>
bronchodilatateurs	<b>salbutamol</b>	représentativité
hypolipémiants	<b>acide fénofibrique</b>	représentativité, occurrence
hormones	<b>oestrogéniques</b>	
alkylphénols	<b>E1</b>	représentativité
	<b>4-NP</b>	<b>législation (DCE)</b> , occurrence, persistance
	<b>4-NP1EC</b> <b>4-t-OP</b>	occurrence, persistance <b>législation (DCE)</b>
pesticides	<b>herbicides</b>	
	<b>diuron</b>	<b>législation (DCE)</b> , occurrence, représentativité, <b>élimination (bonne)</b>
HAP	<b>fluoranthène</b>	<b>législation (DCE)</b> , occurrence, représentativité

# Liste restreint : 10 micropolluants



classes/familles	micropolluants	critères
métaux	<b>bore</b>	occurrence, <b>élimination (mauvaise)</b> , persistance
médicaments	<b>β-bloquants</b> <b>propranolol</b>	occurrence, <b>élimination (bonne)</b> , <b>toxicité</b>
	<b>anti-inflammatoires</b> <b>diclofénac</b>	<b>législation (DCE)</b> , occurrence, <b>élimination (bonne)</b>
	<b>antidépresseurs</b> <b>carbamazépine</b>	occurrence, <b>élimination (bonne)</b> , <b>ubiquiste dans le milieu naturel</b>
	<b>antibiotiques</b> <b>ofloxacine</b> <b>clarithromycine</b> <b>sulfaméthoxazole</b>	occurrence, <b>élimination (bonne)</b> , représentativité occurrence, <b>élimination (bonne)</b> , représentativité, 1 pour 5 avec même comportement représentativité, occurrence, <b>élimination (bonne)</b>
alkylphénols	<b>4-NP1EC</b>	occurrence, <b>persistance</b>
pesticides	herbicides <b>diuron</b>	<b>législation (DCE)</b> , occurrence, représentativité, <b>élimination (bonne)</b>
HAP	<b>fluoranthène</b>	<b>législation (DCE)</b> , occurrence, représentativité

# Discussion avec d'autres listes

classes/familles	ECHIBIOTEB	ARMISTIQ	OFEV (Suisse)
métaux	bore	bore titane	
médicaments	<b>propranolol</b>		
β-bloquants			
anti-inflammatoires	<b>diclofénac</b>	diclofénac ibuprofène	diclofénac
antidépresseurs	<b>carbamazépine</b>	carbamazépine	carbamazépine
antibiotiques	<b>ofloxacine</b> <b>clarithromycine</b> <b>sulfaméthoxazole</b>	sulfaméthoxazole	sulfaméthoxazole
hormones	oestrogéniques	17 β-estradiol	
alkylphénols	<b>4-NP1EC</b>		
pesticides	herbicides	diuron	mécoprop
HAP	<b>fluoranthène</b>		
autres		chlorure de benzyle UV <sub>254</sub>	benzotriazole



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable



# Plan de la présentation

## II. Les boues

### Matériel et méthodes

Les procédés de traitement étudiés et l'échantillonnage (rappel)

Les micropolluants pré-ciblés (organiques et métaux)

Les méthodes d'analyse

### Résultats

En entrée des procédés de traitement des boues

L'efficacité des procédés de traitement : évaluation globale

En sortie des procédés de traitement des boues

Les micropolluants pertinents : liste des indicateurs pour caractériser les procédés



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable





Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



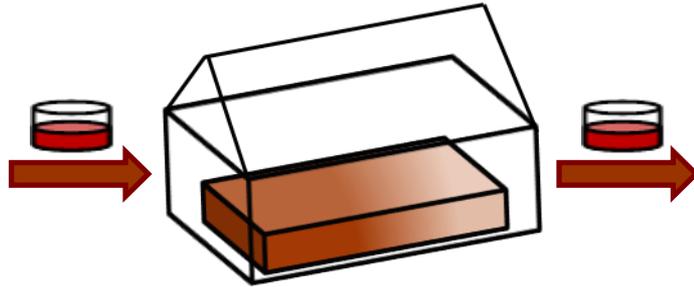
maîtriser le risque  
pour un développement durable



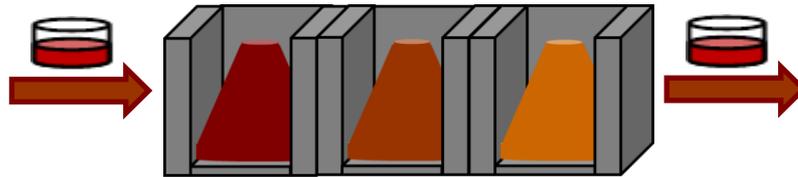
# Matériel et Méthodes



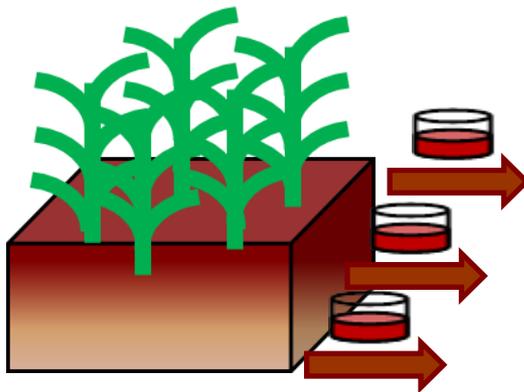
# Les procédés étudiés et l'échantillonnage



**sécheur solaire**



**compostage en casier**



**lit de séchage planté  
de roseaux**

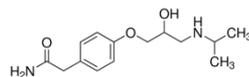


# 113 molécules organiques

54 médicaments

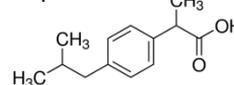
3  $\beta$ -bloquants

aténolol



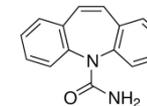
6 anti-inflammatoires

ibuprofène



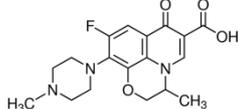
9 antidépresseurs

carbamazépine



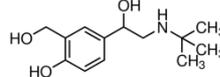
24 antibiotiques

ofloxacine



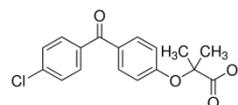
3 bronchodilatateurs

salbutamol



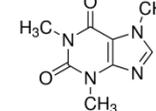
2 hypolipémiants

acide fénofibrique



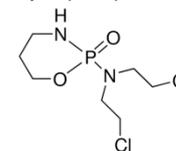
2 stimulants

caféine



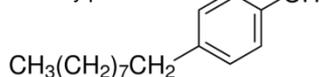
5 anticancéreux

cyclophosphamide



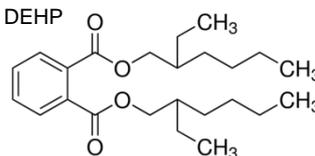
6 alkylphénols (AkP)

4-nonylphenol



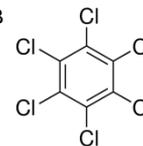
2 plastifiants

DEHP



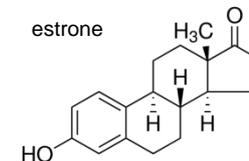
11 pesticides organochlorés

HCB

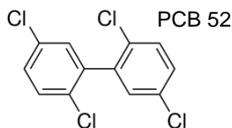


5 hormones œstrogéniques

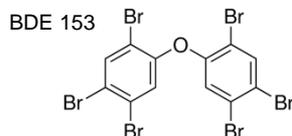
estrone



8 PCB

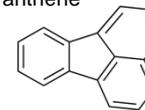


8 PBDE



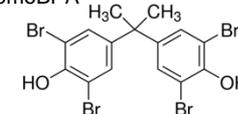
16 HAP

fluoranthène



3 divers

tétrabromoBPA



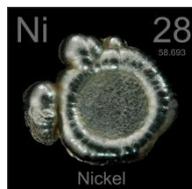
# 12 métaux



cadmium (Cd)



nickel (Ni)



plomb (Pb)



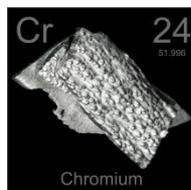
mercure (Hg)



arsenic (As)



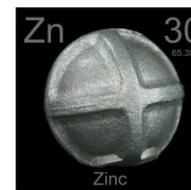
chrome (Cr)



cuiivre (Cu)



zinc (Zn)



argent (Ag)



cobalt (Co)



titane (Ti)

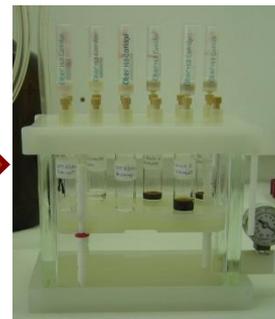


uranium (U)



# Les méthodes d'analyse

## organiques



lyophilisation

extraction  
ASE ou  
micro-ondes

purification  
SPE ou  
micro-colonnes

analyse  
GC/MS(/MS)  
ou GC/ECD  
ou LC/MS/MS

## métaux



lyophilisation

extraction micro-ondes

analyse  
ICP/MS ou DMA





Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



maîtriser le risque  
pour un développement durable



# Résultats



# Les micropolluants peu ou pas quantifiés

## ❖ 31 micropolluants jamais quantifiés :

- **18 médicaments** : 1  $\beta$ -bloquant, 1 antidépresseur, 8 antibiotiques, 1 anti-inflammatoire, 3 bronchodilatateurs, 4 anticancéreux
- **3 hormones œstrogéniques** :  $17\alpha$ -E2, E3,  $17\alpha$ -EE2
- **2 AkP** : 4-NP1EC, 4-t-BP
- **7 organochlorés** : HCB, HCBD,  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  HCH, 2,4'DDD, 4,4'DDT
- **1 divers** : benzothiazole

## ❖ 17 micropolluants quantifiés seulement 1 ou 2 fois (4 échantillons) :

- **10 médicaments** : 2 anti-inflammatoires, 3 antidépresseurs, 1 hypolipémiant, 4 antibiotiques
- **1 hormone œstrogénique** :  $17\beta$ -E2
- **4 organochlorés** : 2,4'DDE, 4,4'DDE, 4,4' DDD, 2,4'DDT
- **1 PBDE** : BDE28
- **1 divers** : tétrabromoBPA

⇒ Ces 48 micropolluants ne sont plus étudiés par la suite + 2 micropolluants (difficultés analytiques, HCBD et BPA)



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®



# De 125 à 75 micropolluants ciblés



## médicaments

### **β-bloquants**

acébutolol  
aténolol  
propranolol

### **anti-inflammatoires**

aspirine+ac. salicylique  
diclofénac  
paracétamol  
ibuprofène  
kétoprofène  
naproxène

### **antidépresseurs**

alprazolam  
amitriptyline  
bromazépam  
diazepam  
doxépine  
fluoxétine  
imipramine  
nordiazépam  
carbamazépine

### **antibiotiques**

ciprofloxacine  
enrofloxacine  
norfloxacine  
ofloxacine  
azithromycine  
clarithromycine  
érythromycine  
roxithromycine  
clindamycine  
tétracycline  
oxytétracycline  
doxycycline

acide pipémidique  
acide oxolinique  
fluméquine  
sulfadiazine  
sulfadiméthoxine  
sulfamérazine  
sulfaméthazine  
sulfaméthizole  
sulfaméthoxazole  
sulfathiazole  
triméthoprim  
métronidazole

### **bronchodilatateurs**

clenbuterol  
salbutamol  
terbutaline

### **stimulants**

caféine  
théophylline

### **anticancéreux**

daunorubicine  
ifosfamide  
cyclophosphamide  
methotrétate  
tamoxifen

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique  
gemfibrozil

## PBDE

BDE 28  
BDE 47  
BDE 99  
BDE 100  
BDE 153  
BDE 154  
BDE 183  
BDE 209

## PCB

PCB 28  
PCB 50  
PCB 52  
PCB 101  
PCB 118  
PCB 138  
PCB 153  
PCB 180

## divers

TBBP A  
HBCD  
benzothiazole

## AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
4-NP1EC  
4-t OP  
4-t BP

## plastifiant

bisphénol A  
DEHP

## hormones

E1  
α-E2  
β-E2  
E3  
EE2

## pesticides

HCB 2,4'DDE  
HCBD 4,4'DDE  
α HCH 2,4'DDD  
β HCH 4,4'DDD  
γ HCH 2,4'DDT  
4,4'DDT

## HAP

naphtalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
fluoranthène  
pyrène

benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène  
indéno(c-d)pyrène  
dibenzo(a,h + a,c)anthracène  
benzo(g,h,i)pérylène

## métaux

argent mercure  
arsenic nickel  
cadmium plomb  
chrome titane  
cobalt uranium  
cuivre zinc

# De 125 à 75 micropolluants ciblés



## médicaments

### **β-bloquants**

acébutolol  
propranolol

### **anti-inflammatoires**

aspirine+ac. salicylique  
diclofénac  
paracétamol

### **antidépresseurs**

amitriptyline  
bromazépam  
diazepam  
fluoxétine

### **antibiotiques**

ciprofloxacine  
enrofloxacine  
norfloxacine  
ofloxacine  
azithromycine  
clarithromycine  
roxithromycine  
tétracycline  
doxycycline

acide pipémidique  
acide oxolinique  
fluméquine

### **anticancéreux**

tamoxifen

### **stimulants**

caféine  
théophylline

### **bronchodilatateurs**

## PBDE

BDE 47  
BDE 99  
BDE 100  
BDE 153  
BDE 154  
BDE 183  
BDE 209

## PCB

PCB 28  
PCB 50  
PCB 52  
PCB 101  
PCB 118  
PCB 138  
PCB 153  
PCB 180

## divers

## AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
4-t OP

## plastifiant

DEHP

## hormones

E1

## pesticides

## HAP

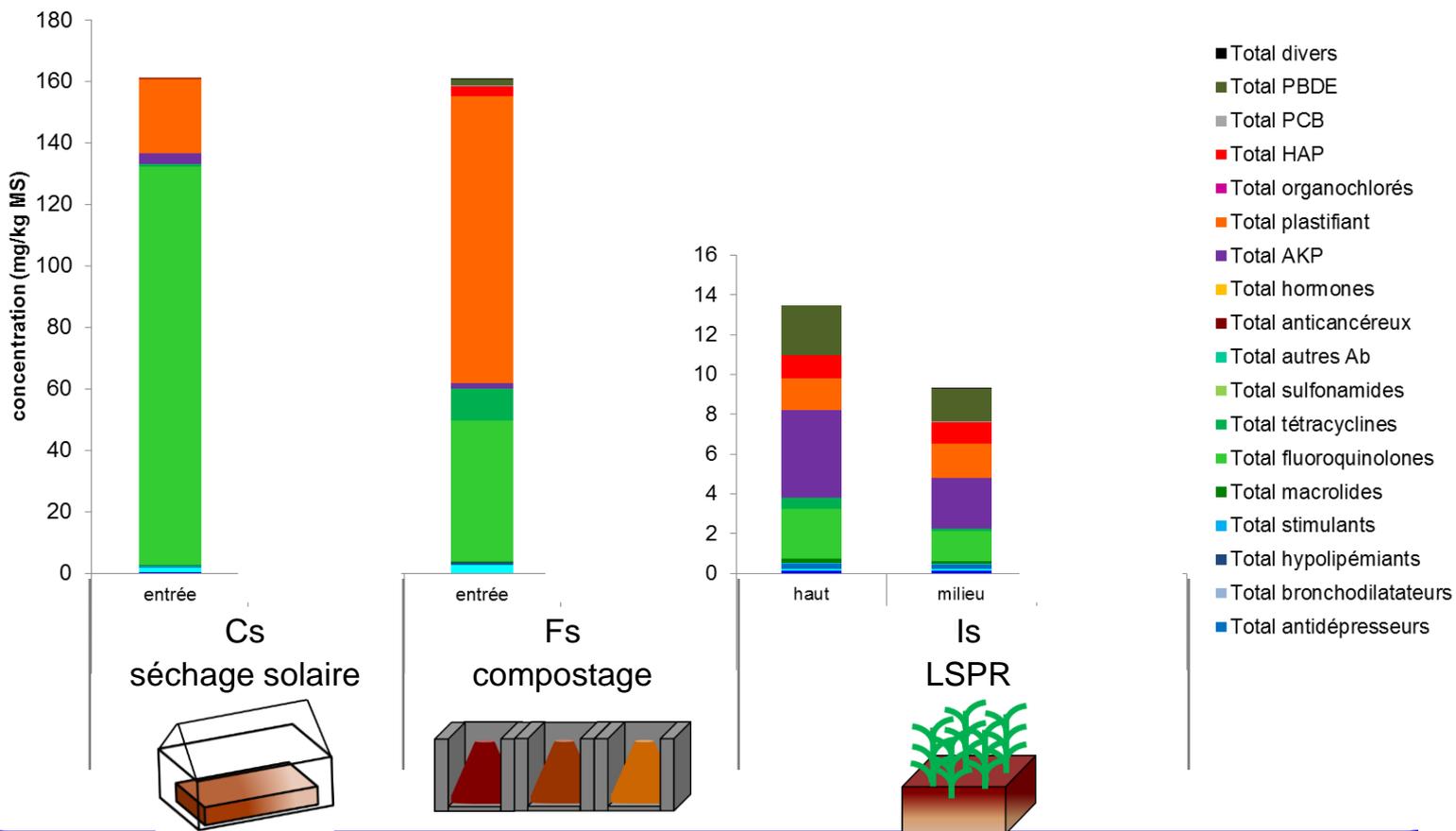
naphtalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
fluoranthène  
pyrène  
benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène  
indéno(c-d)pyrène  
dibenzo(a,h + a,c)anthracène  
benzo(g,h,i)pérylène

## métaux

argent  
arsenic  
cadmium  
chrome  
cobalt  
cuivre  
mercure  
nickel  
plomb  
titane  
uranium  
zinc

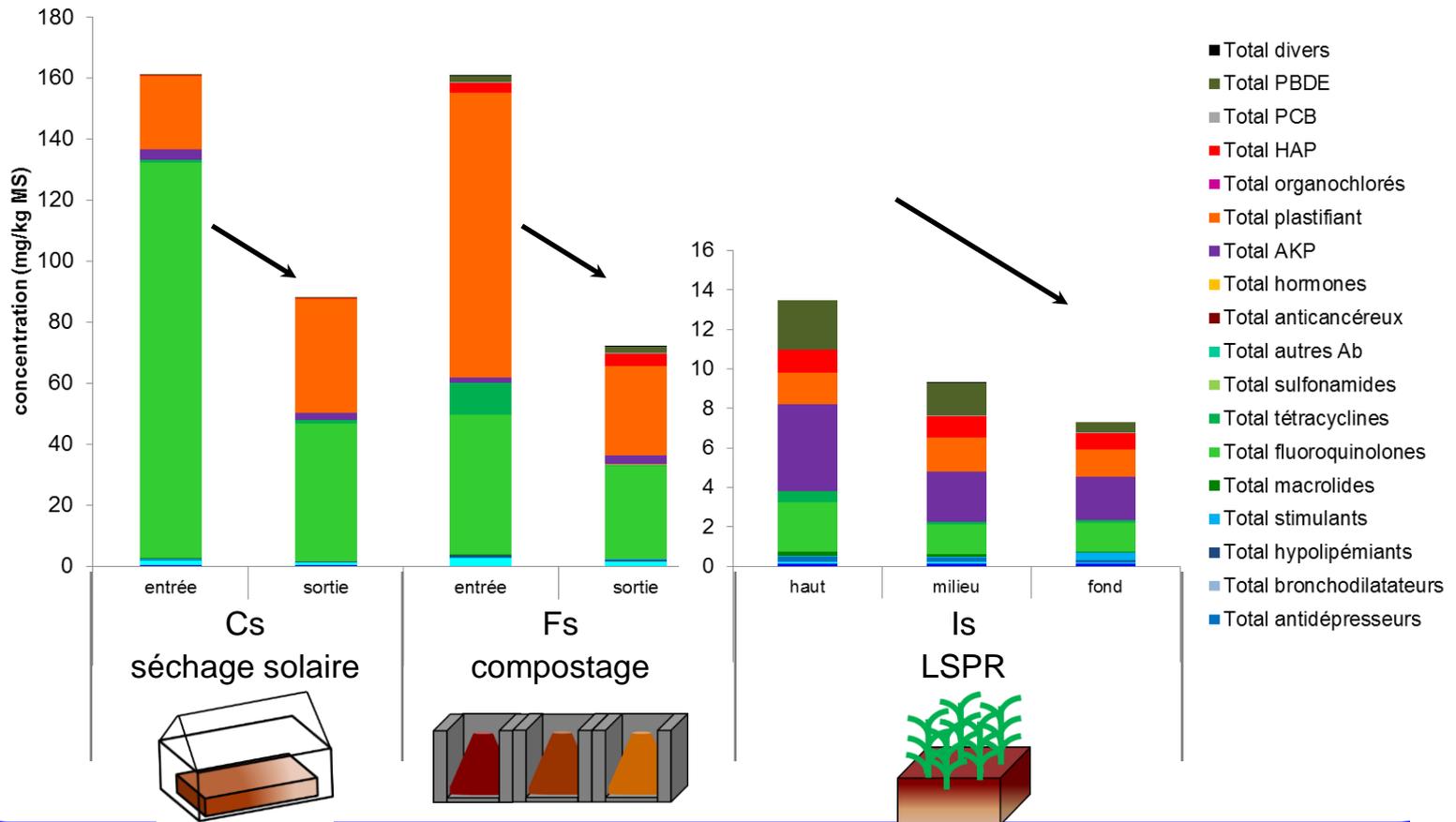
# Les profils de contamination

- variable mais des composés communs  
 DEHP, AkP (4-NP), PBDE (BDE 209),  
 anti-inflammatoire (aspirine + acide salicylique)  
 Ab fluoroquinolones (norfloxacin, cirpofloxacin), Ab tétracycline (doxycycline)



# Comparaison des concentrations avant/après traitement

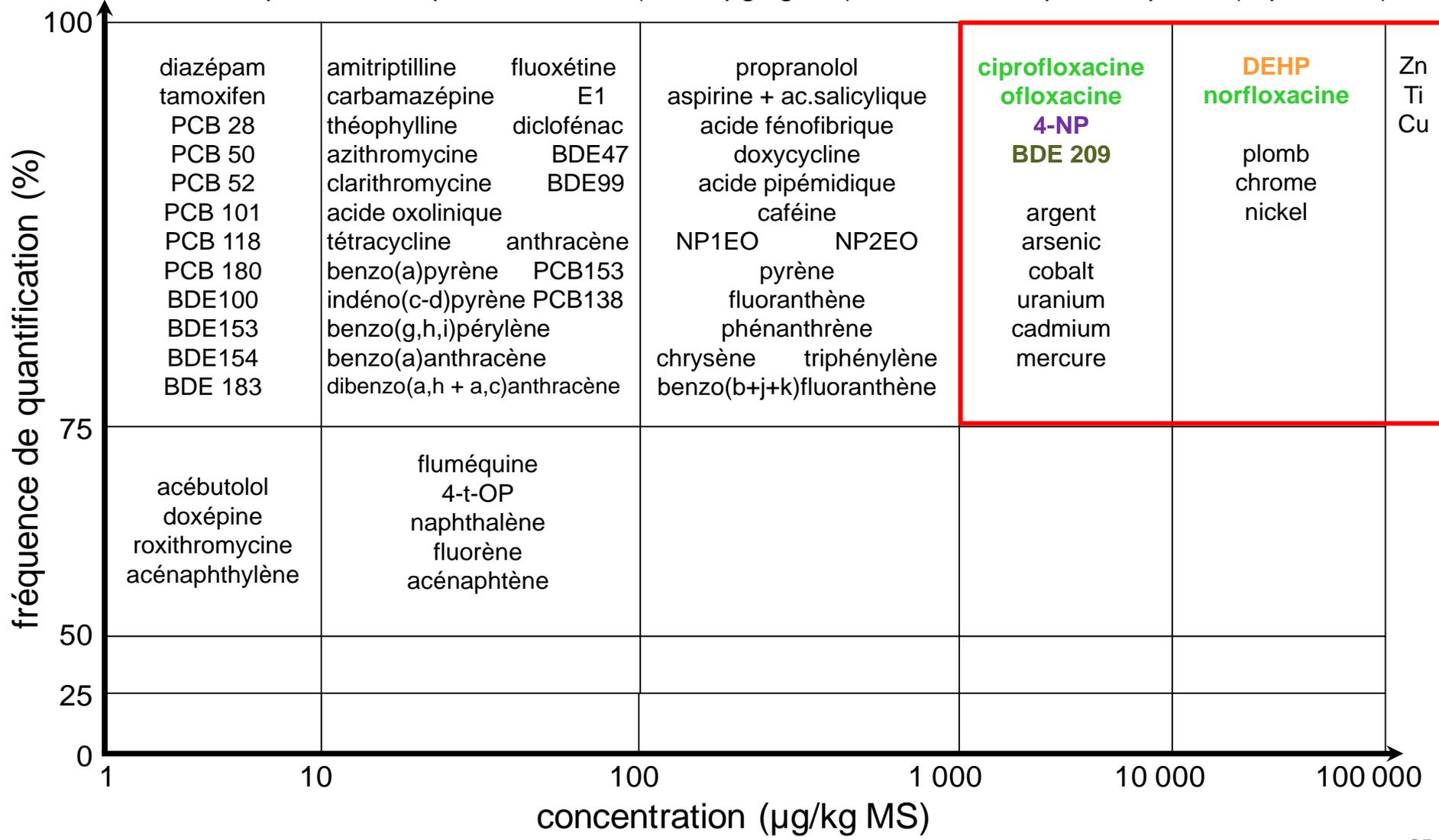
- diminution globale des concentrations mais diminution variable selon les molécules
- aucun procédé ne se distingue





# Les micropolluants encore présents

➤ Les micropolluants les plus abondants (> 100 µg/kg MS) sont aussi les plus fréquents (Fq = 100%)





# Les 75 micropolluants ciblés

## médicaments

### **β-bloquants**

acébutolol  
propranolol

### **anti-inflammatoires**

aspirine+ac. salicylique  
diclofénac  
paracétamol

### **antidépresseurs**

amitriptyline  
bromazépam  
diazepam  
fluoxétine  
carbamazépine

### **antibiotiques**

ciprofloxacine  
enrofloxacine  
norfloxacine  
ofloxacine  
acide pipémidique  
acide oxolinique  
fluméquine  
azithromycine  
clarithromycine  
roxithromycine  
tétracycline  
doxycycline

### **bronchodilatateurs**

### **anticancéreux**

tamoxifen

### **stimulants**

caféine  
théophylline

### **hypolipémiants**

acide fénofibrique

## PBDE

BDE 47  
BDE 99  
BDE 100  
BDE 153  
BDE 154  
BDE 183  
BDE 209

## PCB

PCB 28  
PCB 50  
PCB 52  
PCB 101  
PCB 118  
PCB 138  
PCB 153  
PCB 180

## divers

## AkP

4-NP  
4-NP1EO  
4-NP2EO  
4-t OP

## plastifiant

DEHP

## hormones

E1

## pesticides

## HAP

naphtalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
fluoranthène  
pyrène  
benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène  
indéno(c-d)pyrène  
dibenzo(a,h + a,c)anthracène  
benzo(g,h,i)pérylène

## métaux

argent mercure  
arsenic nickel  
cadmium plomb  
chrome titane  
cobalt uranium  
cuivre zinc

# 2 micropolluants éliminés et 23 persistants



## médicaments

### β-bloquants

acébutolol  
**propranolol**

### anti-inflammatoires

**aspirine+ac. salicylique**  
diclofénac  
**paracétamol**

### antidépresseurs

amitriptyline  
**bromazépam**  
diazepam  
fluoxétine  
carbamazépine

### antibiotiques

**ciprofloxacine**  
enrofloxacine  
**norfloxacine**  
**ofloxacine**  
acide pipémidique  
acide oxolinique  
fluméquine  
azithromycine  
clarithromycine  
roxithromycine  
tétracycline  
doxycycline

### bronchodilatateurs

### anticancéreux

tamoxifen

### stimulants

caféine  
théophylline

### hypolipémiants

acide fénofibrique

## PBDE

BDE 47  
BDE 99  
BDE 100  
BDE 153  
BDE 154  
BDE 183  
**BDE 209**

## PCB

PCB 28  
PCB 50  
PCB 52  
PCB 101  
PCB 118  
PCB 138  
PCB 153  
PCB 180

## divers

## AkP

**4-NP**  
**4-NP1EO**  
4-NP2EO  
4-t OP

## plastifiant

**DEHP**

## hormones

E1

## pesticides

## HAP

naphthalène  
acénaphthylène  
acénaphène  
fluorène  
phénanthrène  
anthracène  
**fluoranthène**  
**pyrène**  
benzo(a)anthracène  
chrysène  
triphénylène  
benzo(b+j+k)fluoranthène  
benzo(a)pyrène  
indéno(c-d)pyrène  
dibenzo(a,h + a,c)anthracène  
benzo(g,h,i)pérylène

## métaux

argent  
arsenic  
cadmium  
chrome  
cobalt  
cuivre  
mercure  
nickel  
plomb  
titane  
uranium  
zinc



# Les micropolluants à choisir

## médicaments

### β-bloquants

acébutolol

**propranolol**

### anti-inflammatoires

**aspirine+ac. salicylique**

diclofénac

**paracétamol**

### antidépresseurs

amitriptyline

**bromazépan**

diazepam

fluoxétine

**carbamazépine**

### antibiotiques

**ciprofloxacine**

enrofloxacine

**norfloxacine**

**ofloxacine**

acide pipémidique

acide oxolinique

fluméquine

azithromycine

clarithromycine

roxithromycine

tétracycline

**doxycycline**

### bronchodilatateurs

### anticancéreux

tamoxifen

### stimulants

caféine

théophylline

### hypolipémiants

acide fénofibrique

## PBDE

BDE 47

BDE 99

BDE 100

BDE 153

BDE 154

BDE 183

**BDE 209**

## PCB

PCB 28

PCB 50

PCB 52

PCB 101

PCB 118

**PCB 138**

PCB 153

PCB 180

## divers

## AkP

**4-NP**

**4-NP1EO**

4-NP2EO

4-t OP

## plastifiant

**DEHP**

## hormones

**E1**

## pesticides

## HAP

naphthalène

acénaphthylène

acénaphène

fluorène

phénanthrène

anthracène

**fluoranthène**

**pyrène**

benzo(a)anthracène

chrysène

triphénylène

benzo(b+j+k)fluoranthène

benzo(a)pyrène

indéno(c-d)pyrène

dibenzo(a,h + a,c)anthracène

benzo(g,h,i)pérylène

## métaux

argent mercure

arsenic nickel

cadmium **plomb**

chrome titane

cobalt uranium

cuivre zinc



# 13 micropolluants retenus

classes/familles	micropolluants	critères
métaux	<b>plomb</b>	législation (DCE, arrêté épandage*, norme compostage**), occurrence, persistance
médicaments	<b>β-bloquants</b> <b>propranolol</b>	représentativité, persistance
	<b>anti-inflammatoires</b> <b>diclofénac</b> <b>paracétamol</b>	législation (DCE), suivi dans les eaux élimination (bonne)
	<b>antidépresseurs</b> <b>carbamazépine</b>	représentativité, suivi dans les eaux
	<b>antibiotiques</b> <b>ofloxacine</b> <b>doxycycline</b>	occurrence, persistance, représentativité (1 pour 3), suivi dans les eaux représentativité, occurrence, persistance
hormones	<b>oestrogéniques</b> <b>E1</b>	représentativité
alkylphénols	<b>4-NP</b>	législation (DCE), occurrence, persistance, représentativité
plastifiants	<b>phtalates</b> <b>DEHP</b>	législation (DCE), occurrence, persistance, représentativité
PBDE	<b>BDE 209</b>	occurrence, persistance, représentativité
PCB	<b>PCB 138</b>	législation (arrêté épandage*, norme compostage**), représentativité
HAP	<b>fluoranthène</b>	législation (DCE, arrêté épandage*, norme compostage**), représentativité, persistance, suivi dans les eaux

\* arrêté épandage du 8 janvier 1998, \*\* norme NFU 44-095 du 18 mars 2004

# conclusion / perspectives

**Le double enjeu de l'analyse chimique ciblée**  
**Evaluer l'efficacité des procédés de traitement étudiés et sélectionner les micropolluants pertinents pour caractériser ces procédés**



## L'évaluation des procédés de traitement

- tous les procédés étudiés sont efficaces à l'exception de la lagune de finition, partiellement efficace
- l'O<sub>3</sub> et le CAG sont les procédés les plus efficaces
- les procédés étudiés sont peu efficaces

## Sélection de micropolluants pertinents

10 indicateurs :

propranolol	ofloxacine
diclofénac	clarithromycine
carbamazépine	sulfaméthoxazole
bore	4-NP1EC
diuron	fluoranthène

13 indicateurs :

propranolol	ofloxacine
paracétamol	doxycycline
diclofénac	carbamazépine
plomb	E1 4-NP
DEHP	fluoranthène
BDE 209	PCB 138



Merci de votre attention

