



8e CONFÉRENCE EAU & SANTÉ

14 & 15 novembre 2023 - Villeurbanne

graie
PÔLE
EAU & TERRITOIRES

Avec le soutien de



En partenariat avec



Mesurer la diffusion des micropolluants dans l'environnement : approche ciblée vs screening



Laure Wiest

Institut des Sciences Analytiques UMR 5280

Equipe TRACES



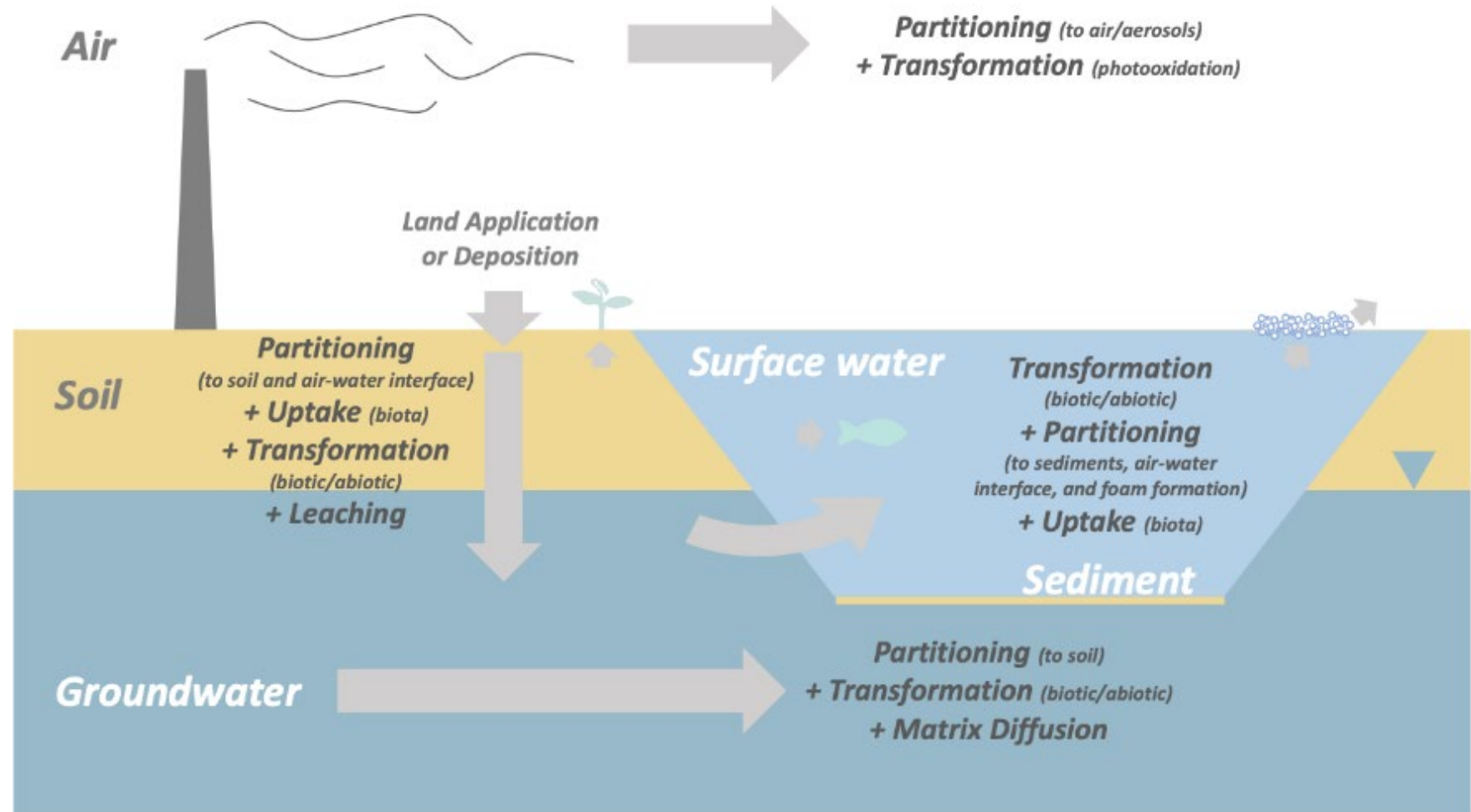
Micropolluants dans l'environnement

Une analyse complexe

Des sources très diverses



Et leur diffusion aussi



Des molécules nombreuses, aux propriétés variées

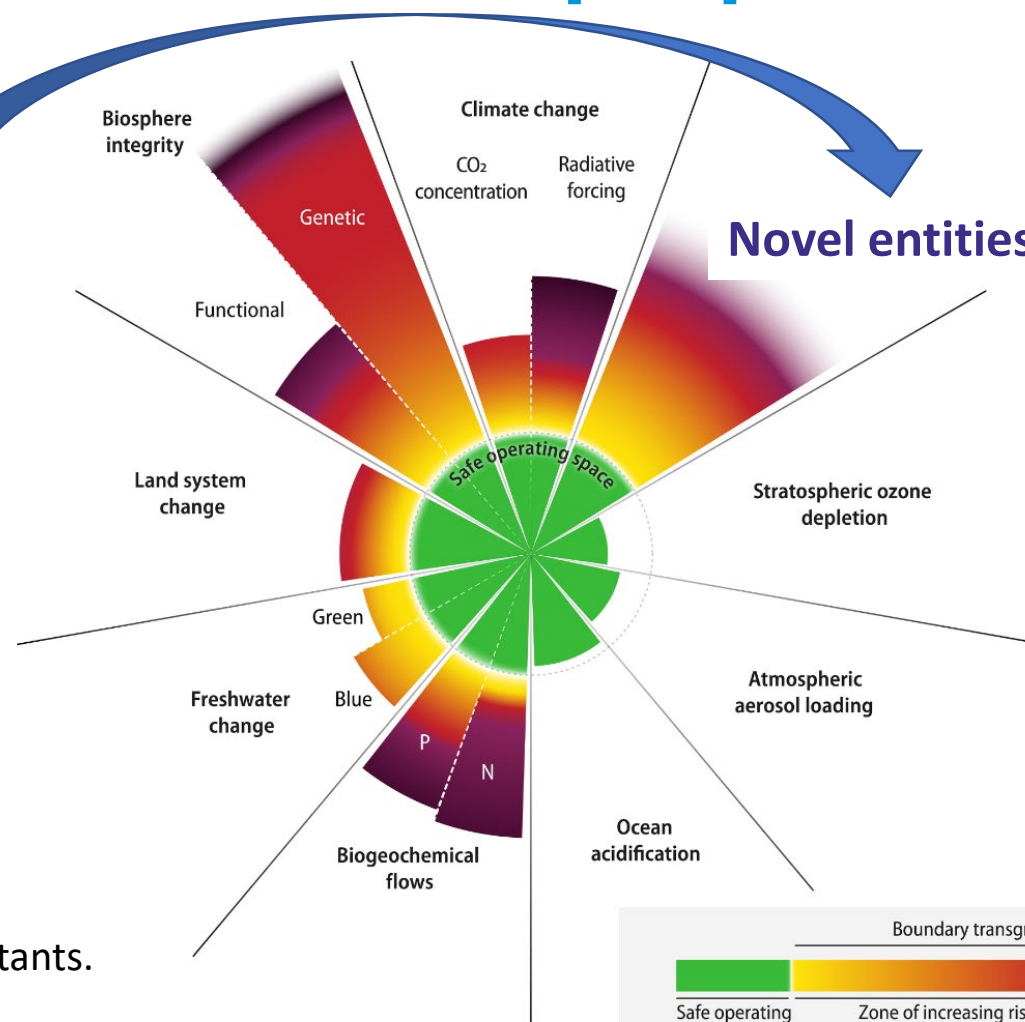
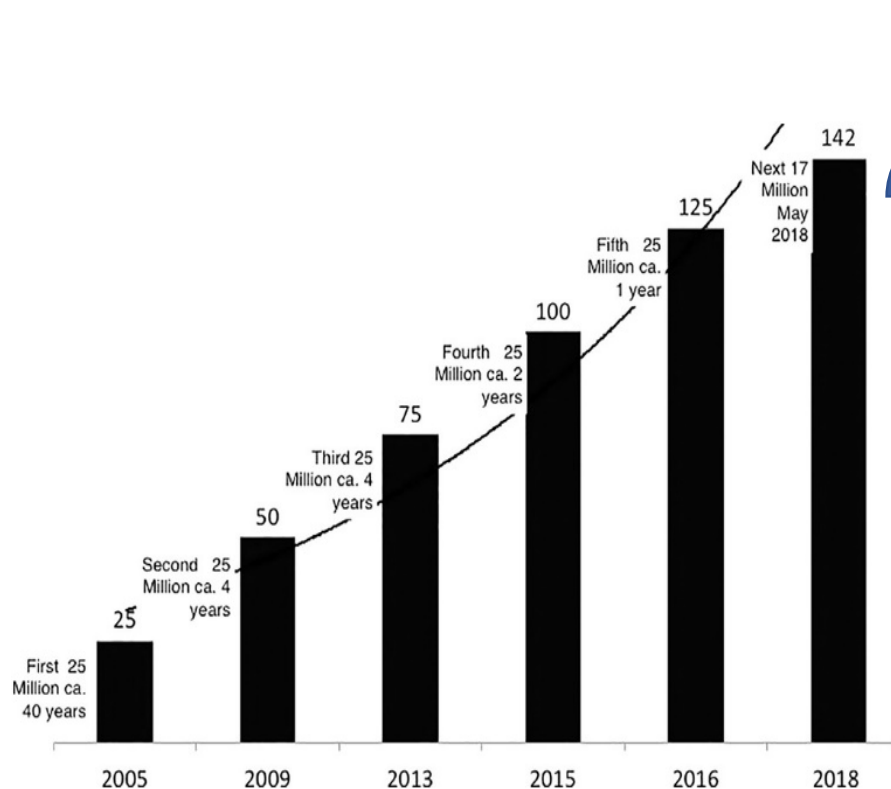


Wang et al. Environ. Sci. Technol. 2020, 54, 5, 2575–2584



Chemical
Abstract
Service

Des molécules nombreuses, aux propriétés variées



Limites planétaires

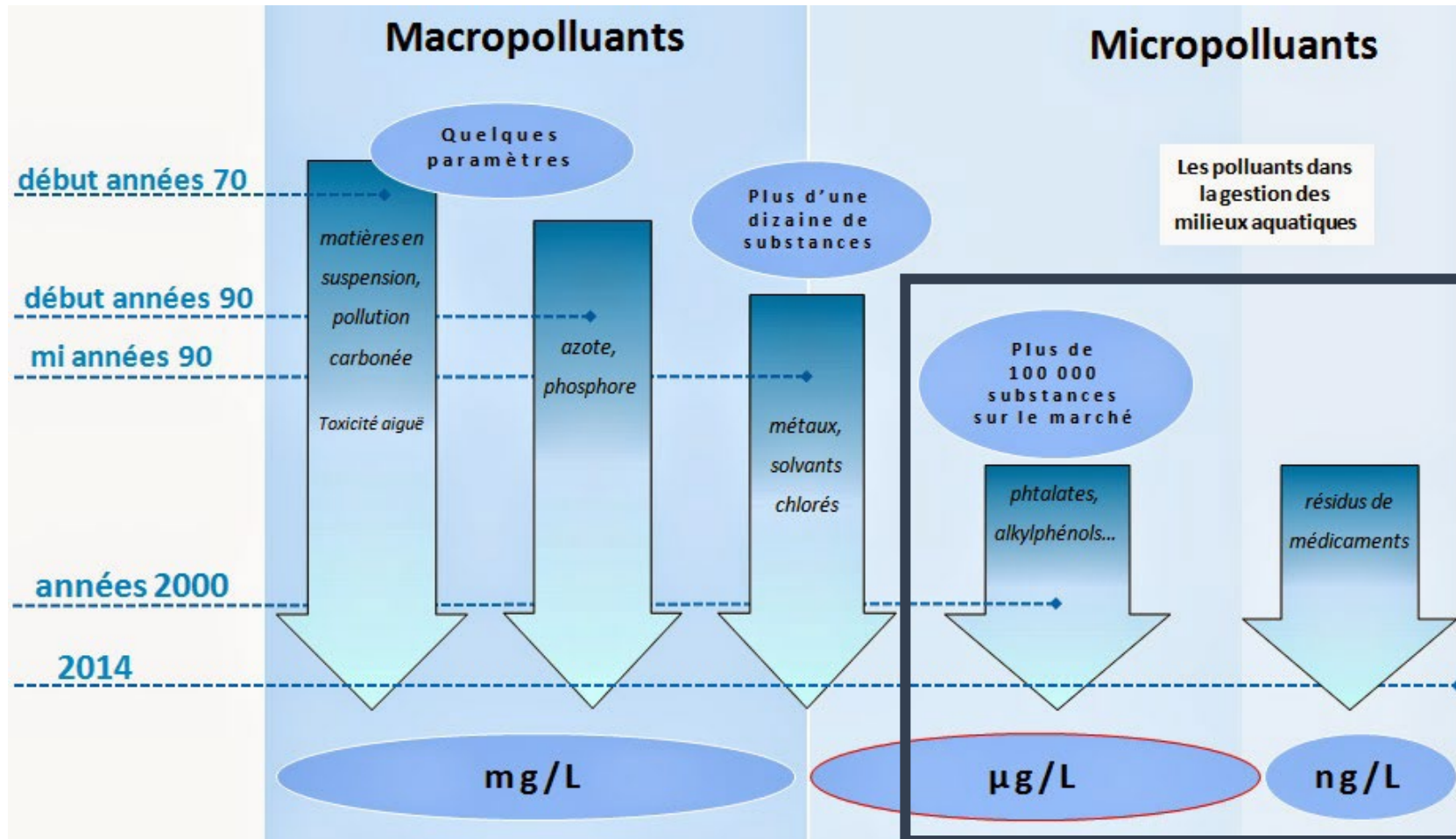
Richardson et al.
Science Advances
2023, Vol 9

Kümmerer et al. (2019) Reducing aquatic micropollutants.
Sci. Tot. Env. 652, 836-850

Des concentrations très faibles



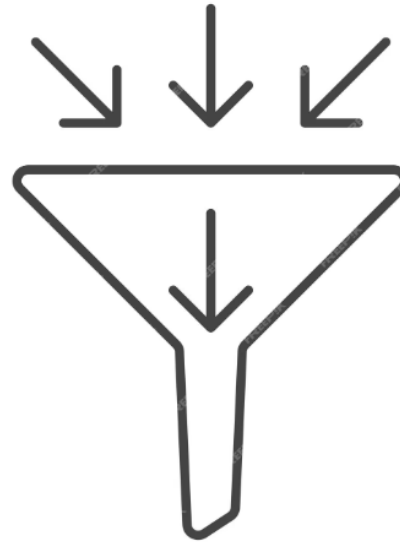
Des concentrations très faibles



Sources
diverses

Molécules
nombreuses
et variées

Concentrations
faibles



Objectif de la mesure ? Besoin ?

Nature et
prélèvement de
l'échantillon



Extraction



Analyse
chimique



Traitement
des données



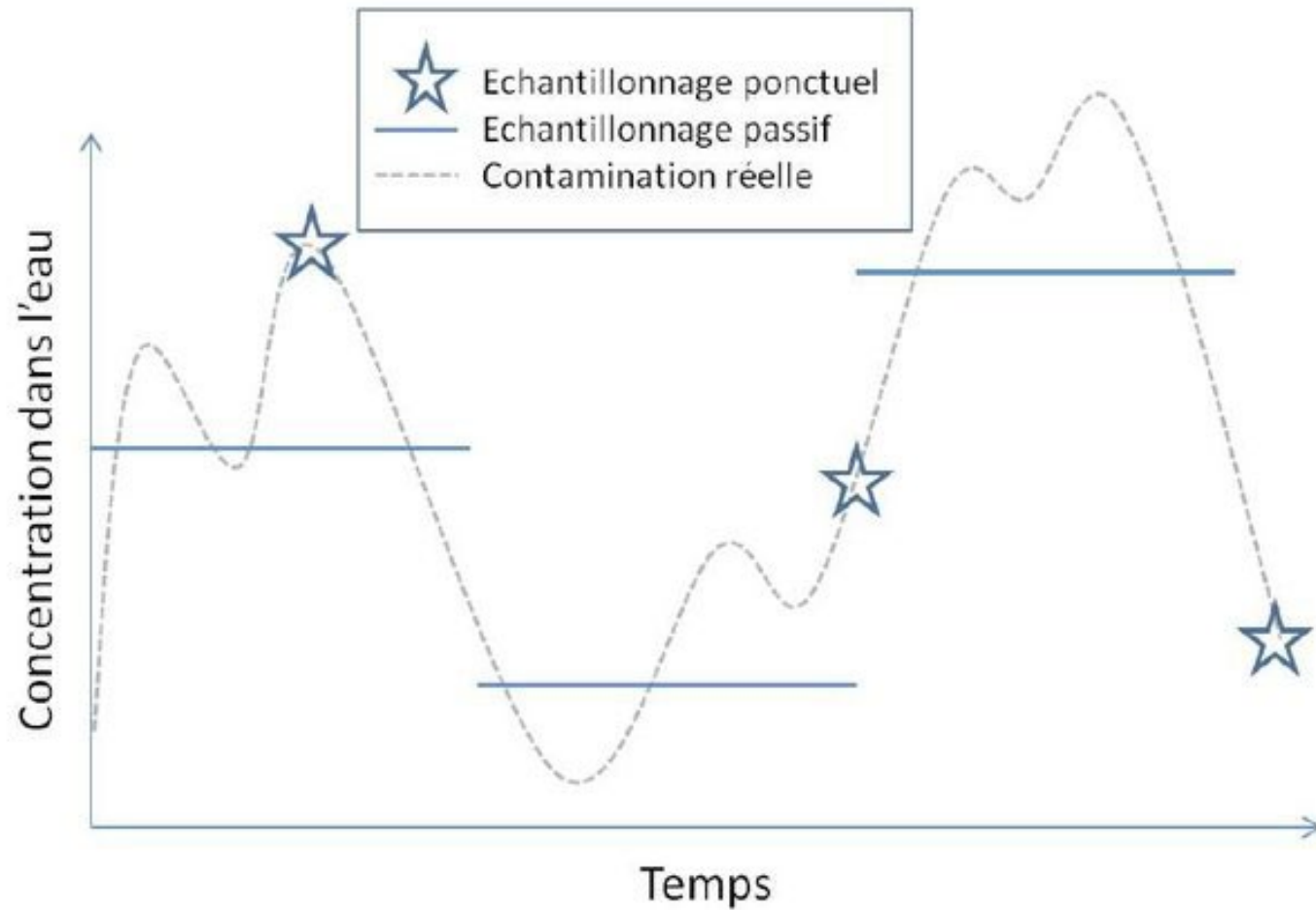
Objectif de la mesure ?

Quel échantillon?

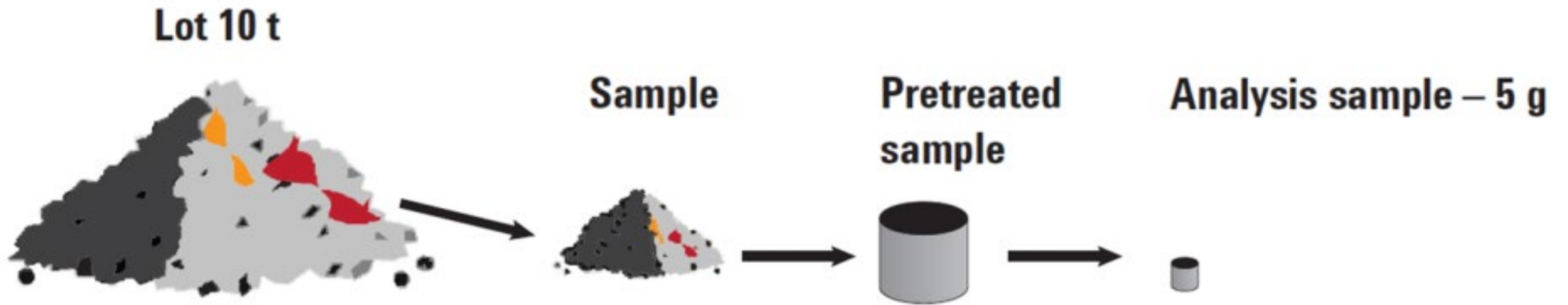
Quelle matrice?



Comment prélever?

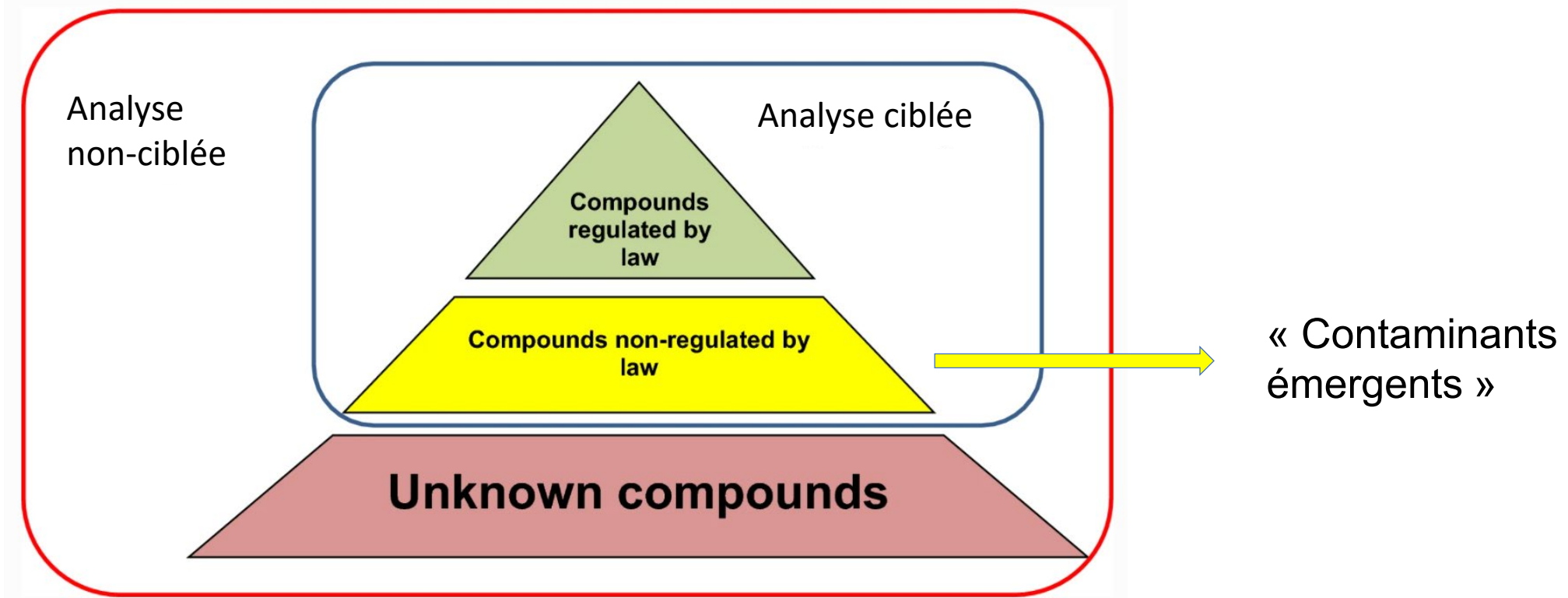


Comment prélever?



Quelle stratégie d'analyse?

Quelle stratégie?



Quelle stratégie?



CIBLÉE

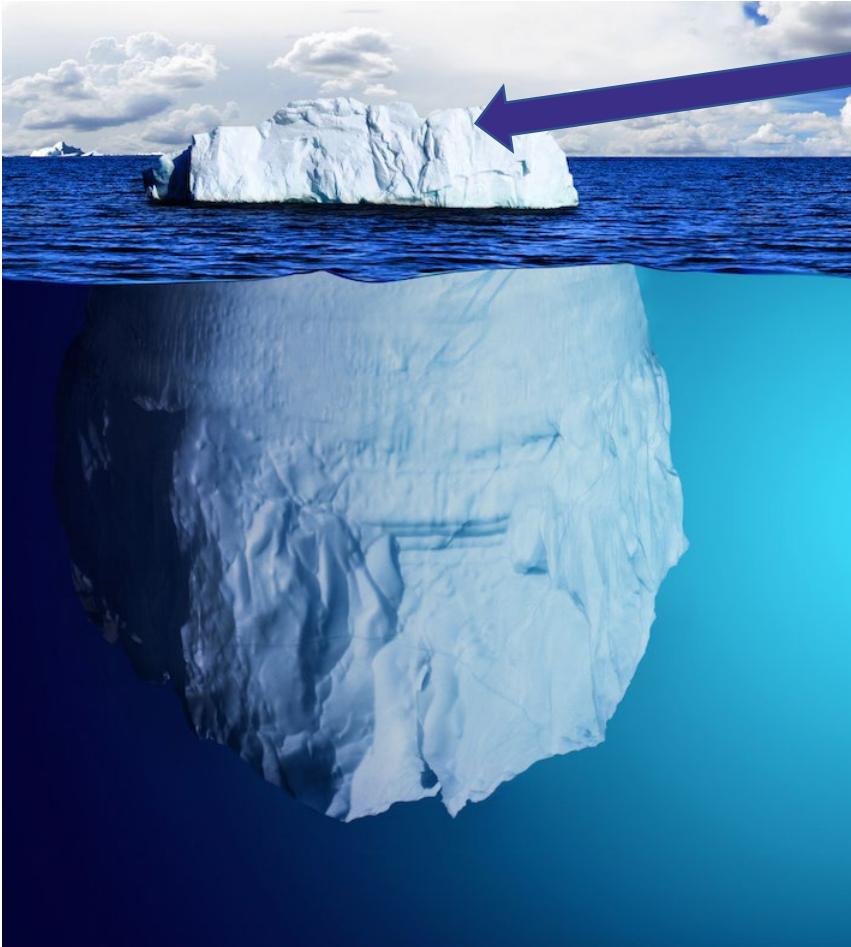
Détecte et quantifie la présence de **molécules connues** dans l'échantillon

Nécessite:

- une liste de molécules **a priori**
- les standards analytiques purs
- Une extraction **spécifique**

Exemple: suivi de contaminants historiques

Quelle stratégie?



CIBLEE

Détecte et quantifie la présence de **molécules connues** dans l'échantillon



Données acquises:

- Composés **identifiés**
 - 3 Critères d'identification
- **Concentrations**
 - Calibration avec étalons

Quelle stratégie?



Non ciblée -> SUSPECTEE
Détection des molécules
potentiellement présentes dans
l'échantillon

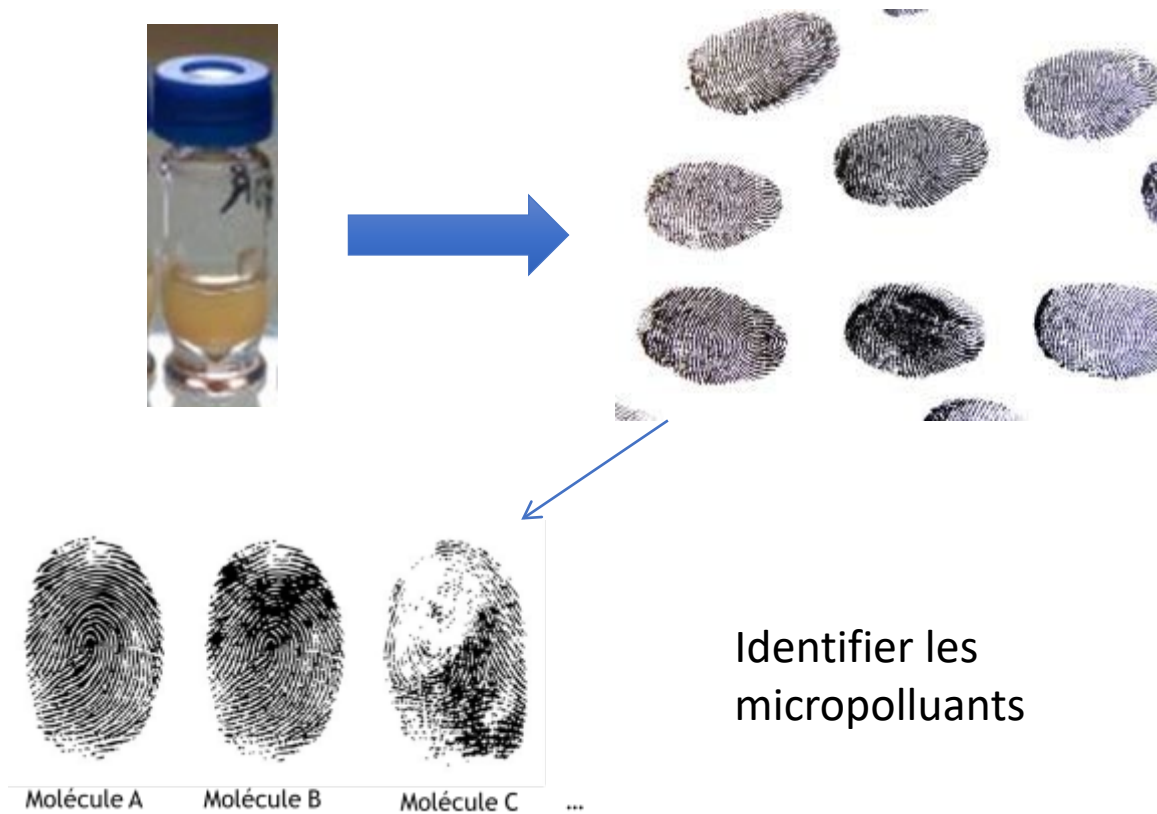
Nécessite

- Une extraction **non-spécifique**
- une **base de données**
spécifique à chaque instrument

Exemple: suivi de contaminants
émergents

Quelle stratégie?

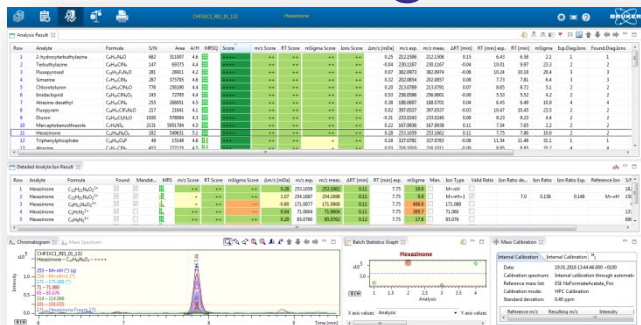
Base de données de 2000 pesticides et pharmaceutiques



Identifier les
micropolluants

Analyse suspectée

1 - Screening



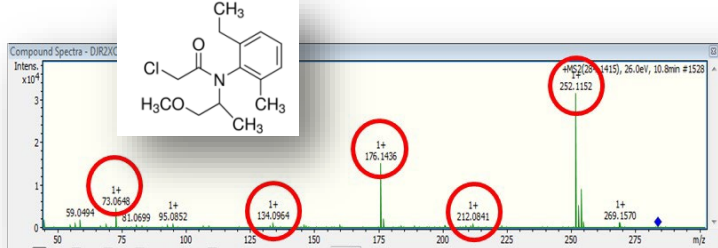
Comparaison pour chacun des ions précurseurs et des ions fils Δt_R , $\Delta m/z$, massif isotopique

Obtention d'une liste de suspects

Vérification manuelle
Allure du pic, S/N, $\Delta m/z$

Niveau 2 d'identification

2 - Confirmation



Réinjection de l'échantillon, dopé avec un standard commercial

Comparaison échantillons dopés et non dopés t_R , spectre MS/MS

Niveau 1 d'identification

Quelle stratégie?



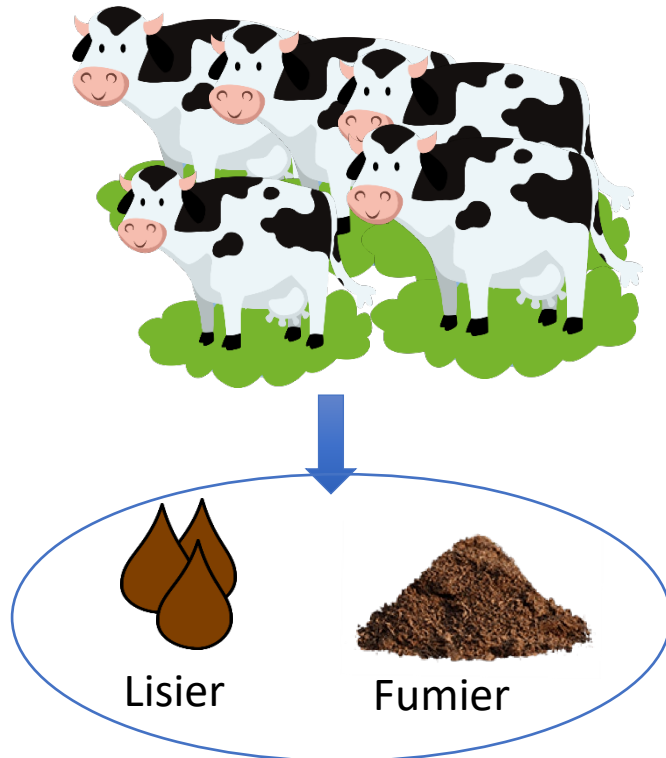
Non ciblée -> SUSPECTEE
Détection de molécules
potentiellement présentes dans
l'échantillon



- Données acquises
- Composés **suspectés**
 - Niveau de confiance
 - **Intensité**

Comparaison dans le cadre de RISMEAU

Effluents d'élevage



Matrices solides
Boues, Lisiers et fumiers regroupés :
Matrices Fertilisantes d'Origine Résiduaire (MAFORs)

Comparaison dans le cadre de RISMEAU

- Analyse **ciblée**

Liste de 20 antibiotiques

- Aminoglycosides
- Béta-lactames
- Avermectines

- Analyse **suspectée**

Base de données de 2000 pesticides et pharmaceutiques

Chambre d'agriculture

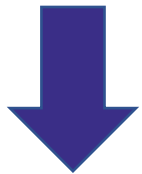
Soulier A., Jardé E., Le Bot B., Carrera L., Jaffrézic A. 2016. Résidus médicamenteux vétérinaires : quelles molécules rechercher dans les eaux superficielles en contexte d'élevage intensif. Techniques, Sciences et Méthodes. 11, p.69-92.

Comparaison dans le cadre de RISMEAU

- Analyse **ciblée**

Liste de 20 antibiotiques

- Aminoglycosides
- Béta-lactames



Echantillons :

Une molécule détectée

- Analyse **suspectée**

Base de données de 2000 pesticides et pharmaceutiques



Echantillons :

30 molécules détectées



Confirmation et mise au point d'une analyse **ciblée**

Quelle stratégie?



NON-CIBLEE

Détecte l'ensemble des molécules **déTECTABLES** dans l'échantillon

Nécessite:

- une extraction **non spécifique**
 - des **outils statistiques**
 - des **bases de données**
- et du **temps**

Exemple: produits de transformation, impuretés de synthèse, monomères...

Quelle stratégie?



NON-CIBLEE

Détecte l'ensemble des molécules **déTECTABLES** dans l'échantillon

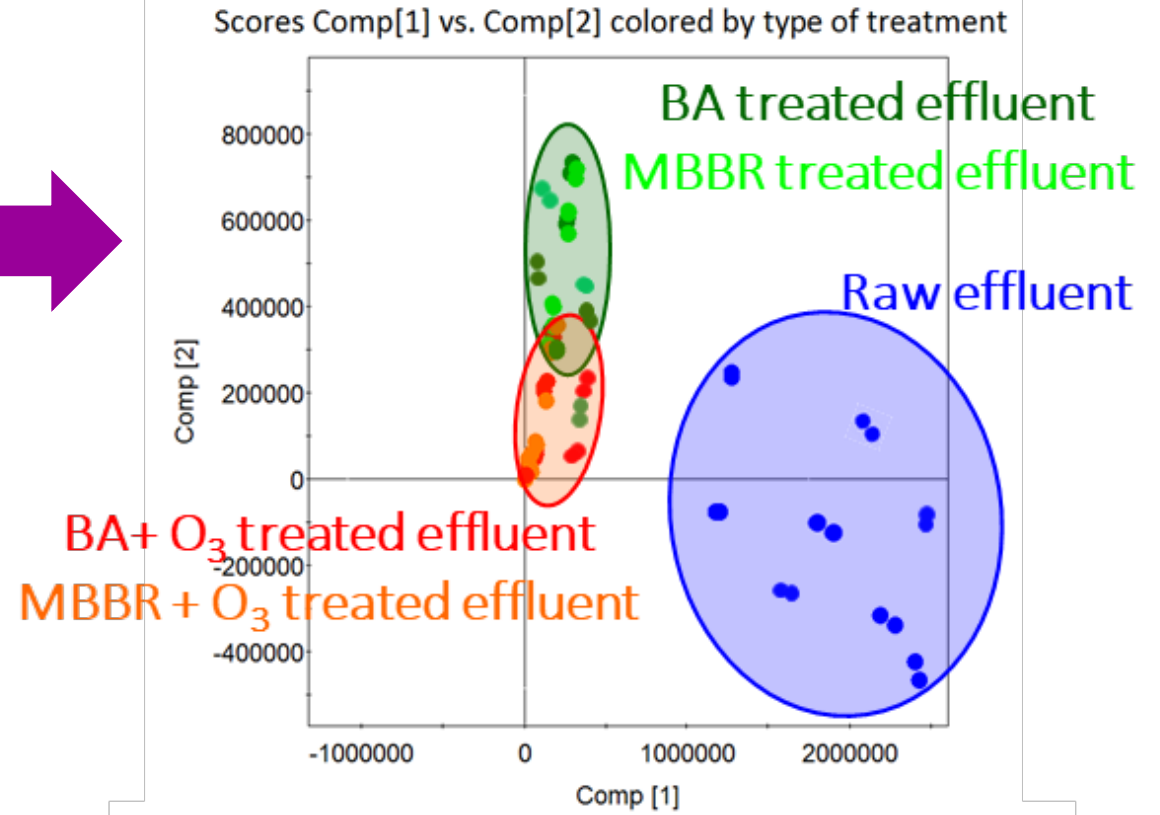
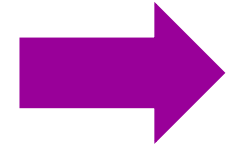
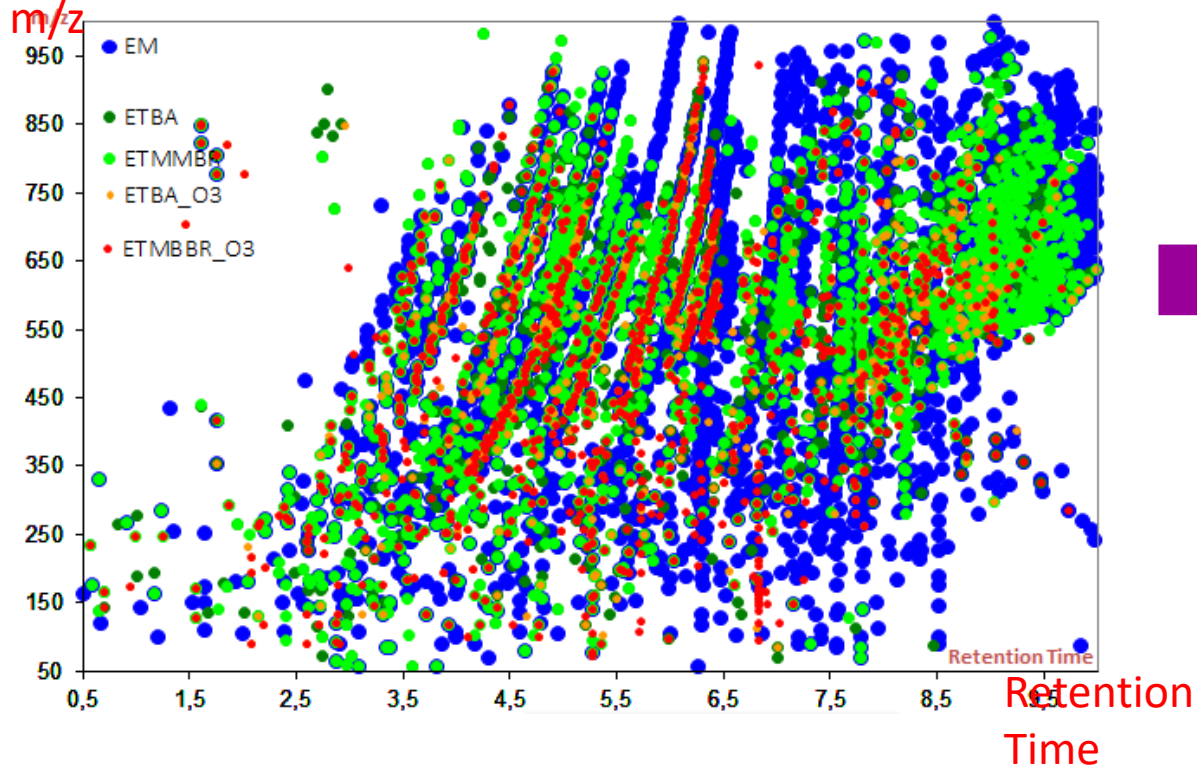


Données acquises:

- Composés **déTECTÉS**
 - Masse sur charge (m/z)
 - Temps de rétention
- **Intensités**

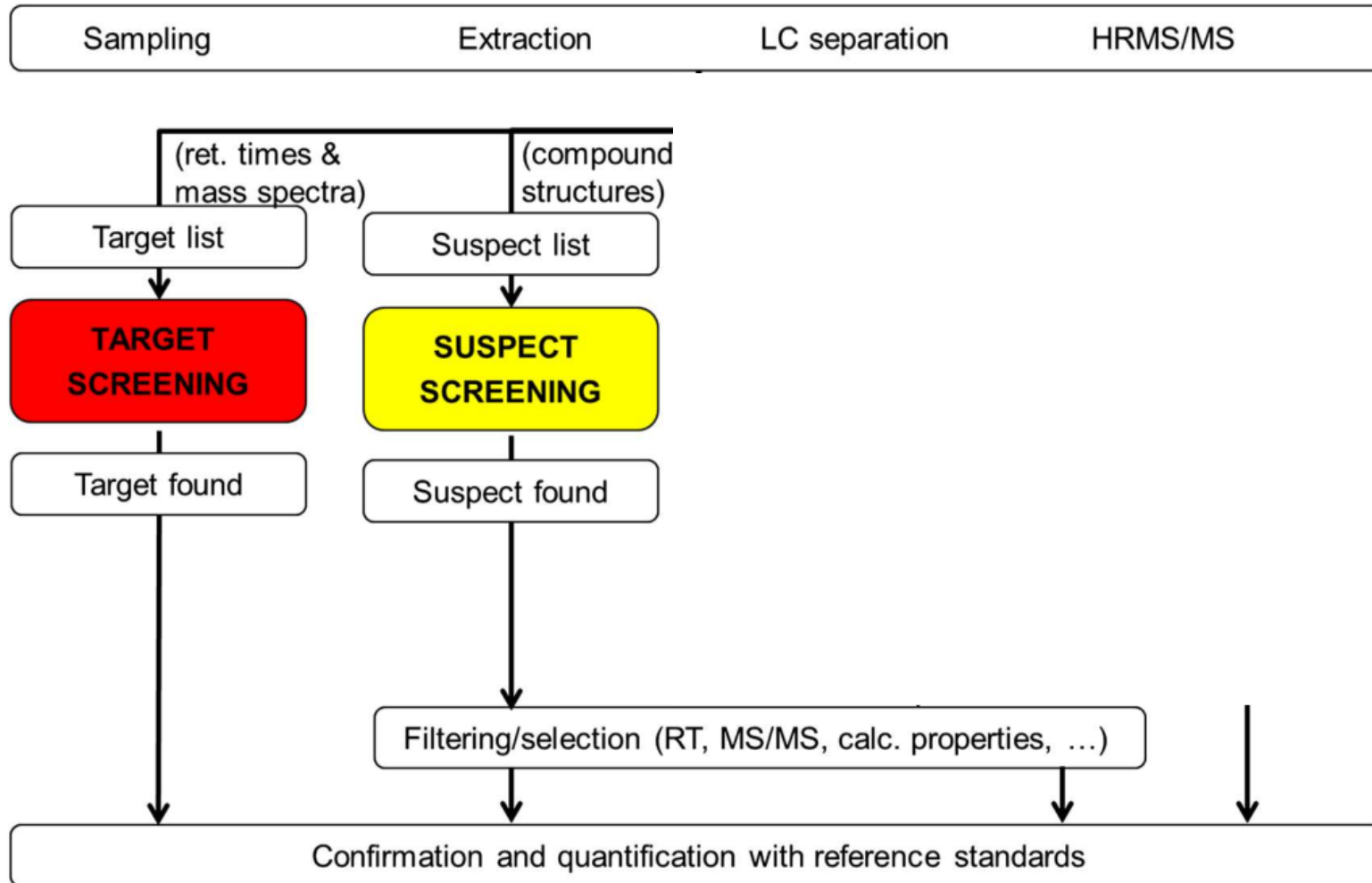
Non ciblée : Traitement des eaux usées

PC1= 77%
PC2= 12%

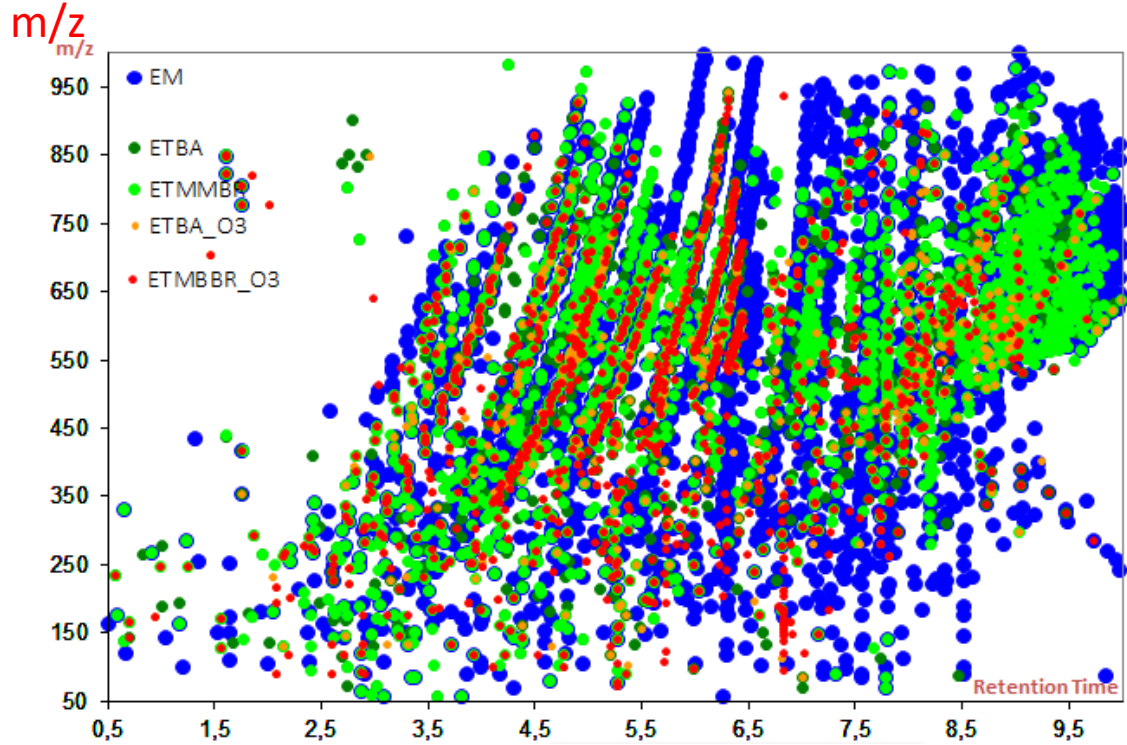


BA : Boue Activée
MBBR : traitement biologique aérobie
de type culture fixée en mouvement

Non ciblée : identification?



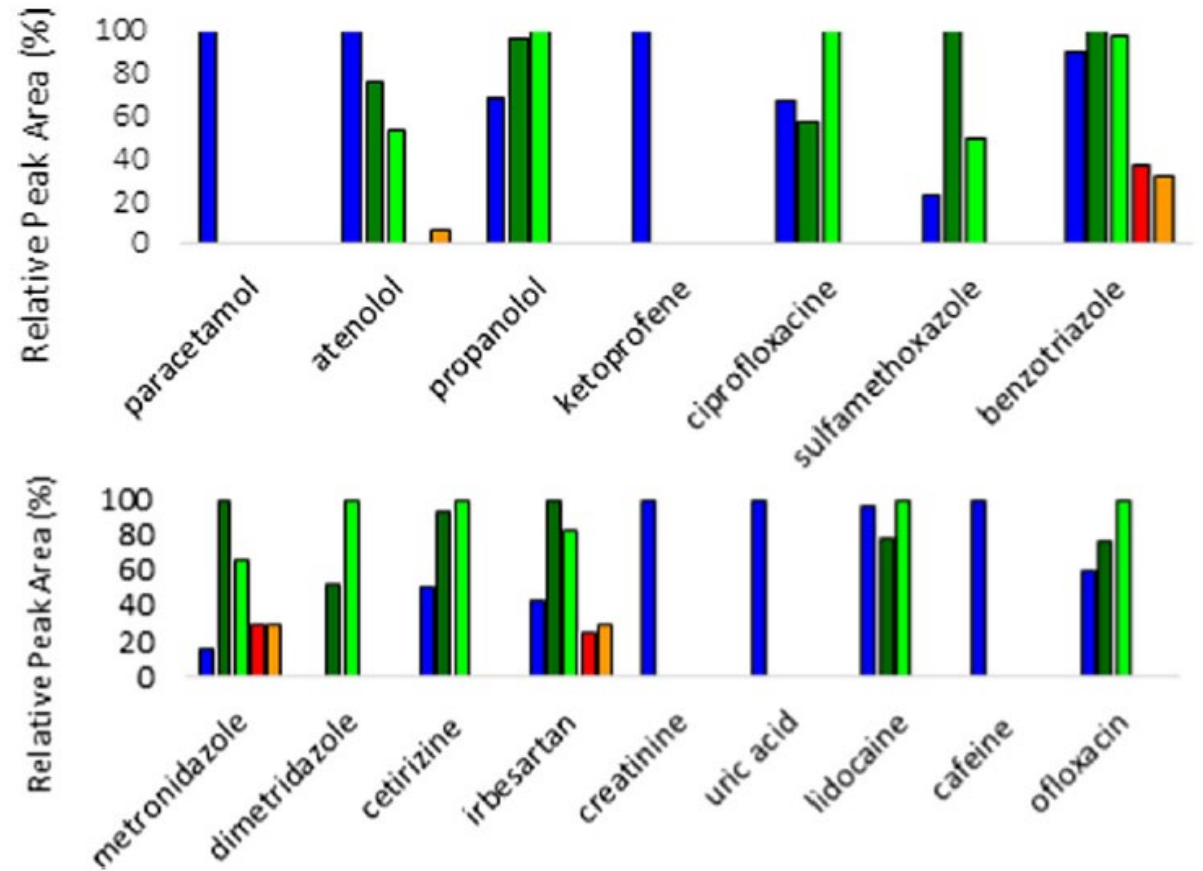
Non ciblée : Traitement des eaux usées



BA : Boue Activée
MBBR : traitement biologique aérobie de type culture fixée en mouvement

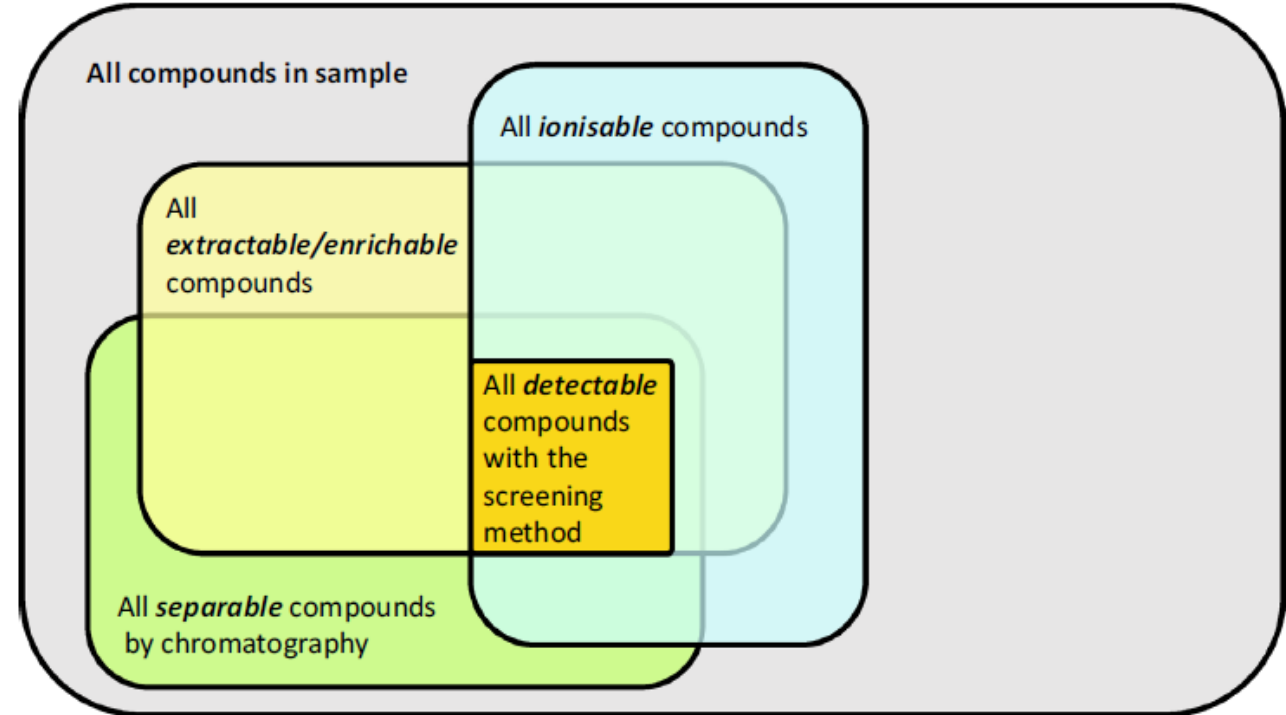
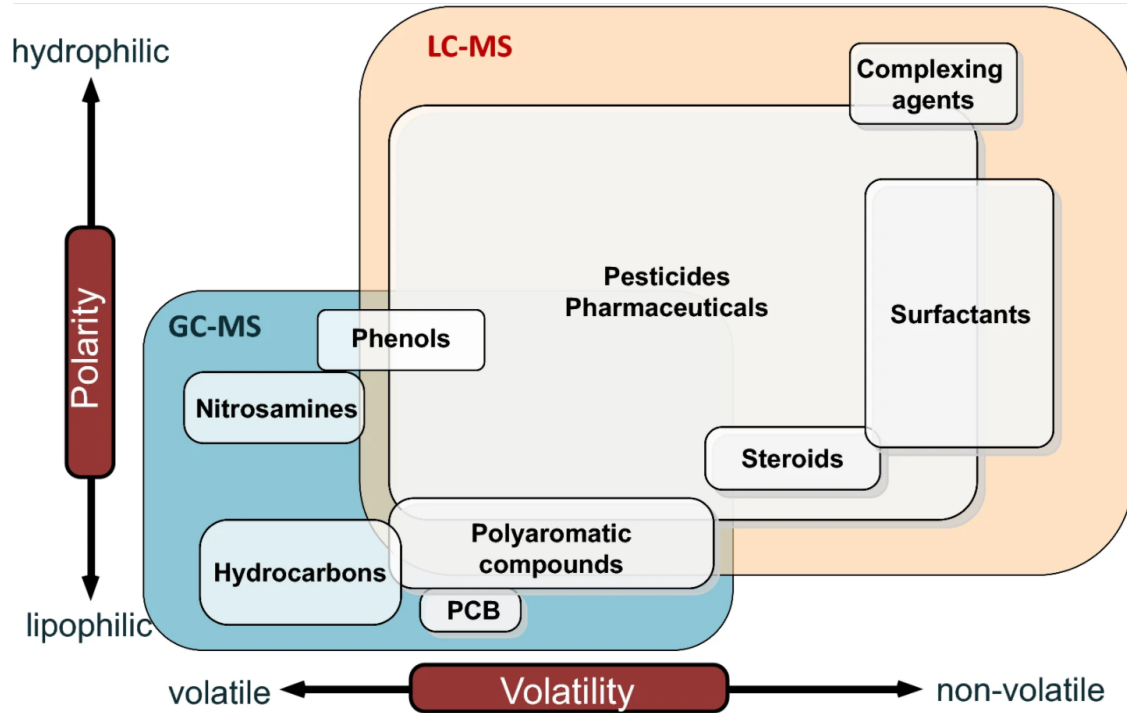
Retention Time

Kiss et al. (2018): Environmental Science and Pollution Research, 25, 9230–9242



Raw effluent, CAS treatment effluent, MBBR treatment effluent, CAS + O₃ treated effluent, MBBR + O₃ treated effluent

Non ciblée: exhaustivité ?



Altenburger R et al. (2019) Future water quality monitoring.
Environ Sci Eur. 31, 12

Hollender *et al.*
Environmental Sciences Europe (2023) 35:75
<https://doi.org/10.1186/s12302-023-00779-4>

Contrôles qualité ?

Analyse ciblée

Règles de contrôle qualité
bien établies

Traitement des données **simple et normalisé**

Performance de la méthode évaluée
selon des **critères normalisés**

Procédures de comparaison inter-
laboratoires **établies**

Méthodologies harmonisées
permettant de **comparer les suivis**

Analyse non ciblée

Règles de contrôle qualité
en développement

Traitement des données **complexe et non normalisé**

Performance de la méthode évaluée
selon des critères **en discussion**

Procédures de comparaison inter-
laboratoires **en discussion**

Méthodologies non harmonisées,
comparaison des suivis **difficile**

Interprétation des données et partage



Findable

- vous pouvez trouver les données facilement



Accessible

- vous avez un accès complet aux données



Interoperable

- vous pouvez utiliser les données dans différents flux de travail, systèmes d'exploitation ou de stockage



Reusable

- non seulement vous pouvez trouver les données et y accéder, mais vous êtes également en mesure de les utiliser et de disposer de suffisamment de métadonnées pour le faire



Analyse ciblée

Règles de contrôle qualité
bien établies

Traitement des données **simple et
normalisé**

Performance de la méthode évaluée
selon des **critères normalisés**



Données acquises:

- Composés **identifiés**
 - 3 Critères d'identification
- **Concentrations**
 - Calibration avec étalons

OK

Analyse non ciblée

Règles de contrôle qualité
en développement

Traitement des données **complexe et
non normalisé**

Performance de la méthode évaluée
selon des critères **en discussion**



Données acquises:

- Composés **détectés**
 - Masse sur charge (m/z)
 - Temps de rétention
- **Intensités**



Métadonnées

Nature et
prélèvement de
l'échantillon



Extraction



Analyse
chimique



Traitement
des données

Conclusions

- **Définir l'objectif de la mesure**

- Des sources diverses
- Concentrations faibles
- Molécules nombreuses et variées

- **Choix de la matrice**

- Nature
- Prélèvement

- **Choix de la stratégie d'analyse**

- Ciblée
- Suspectée
- Non-ciblée



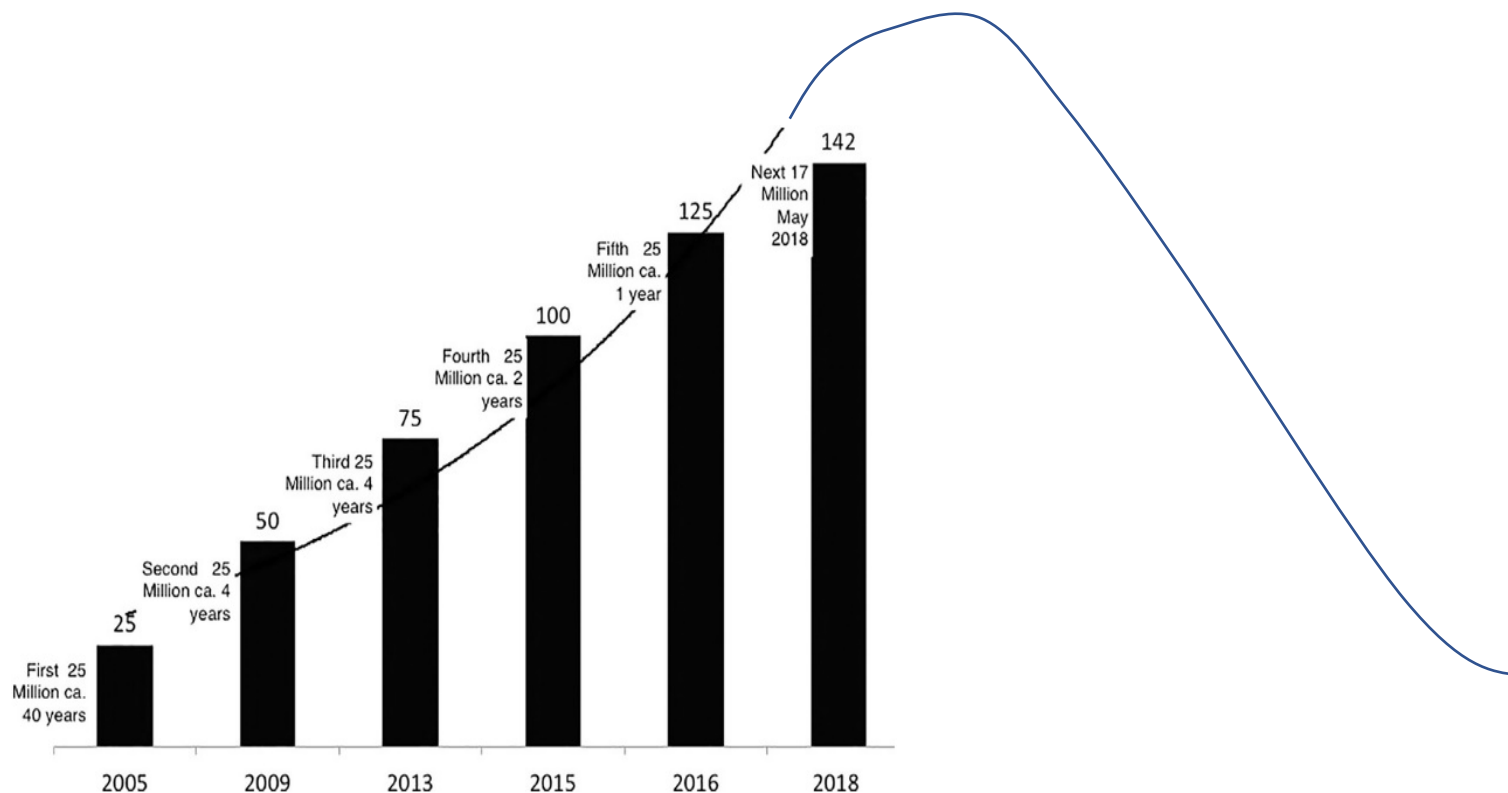
~ 100 molécules



~ 10 000 molécules



Conclusions



Merci 😊



Kümmerer et al. (2019) Reducing aquatic micropollutants - Increasing the focus on input prevention and integrated emission management. Sci. Tot. Env. 652, 836-850