



CARACTÉRISATION DE RÉSIDUS MÉDICAMENTEUX DANS DES SOLS D'ÉPANDAGE ET DANS LA MATRICE VÉGÉTALE

Emmanuelle BOULVERT, INERIS

07 novembre 2019



E. BOULVERT



Déroulé du projet sur les substances « émergentes » dans les boues

Etude sur les substances dites « émergentes » dans les boues et les composts de boues de STEP* collectives (urbaine ou rurales)

Limites de l'étude

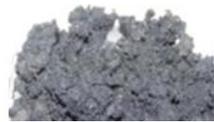
- Echantillonnage fini (12 stations) : matrices différentes avec variabilité des typologies de station et des procédés



Compost de boue



Boue séchée



Boue digérée

- Sol limoneux sableux / grandes cultures
- Lixiviation et transfert des polluants vers les eaux de surface non traités ici
- Métabolites des substances non recherchés

Partie 1

- Hiérarchisation, sélection des matrices et des substances

Partie 2

• Caractérisation des boues

- Analyses chimiques
- Essais d'écotoxicité
- Essais bioanalytiques – perturbateurs endocriniens

Partie 3

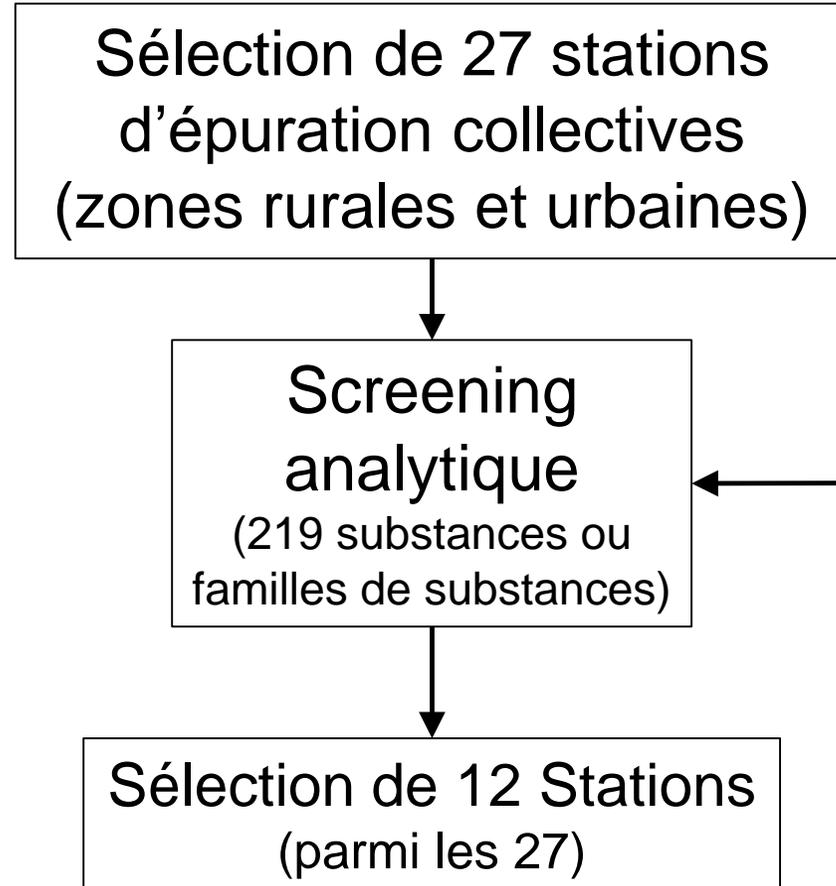
- Comportement des substances dans l'environnement (transferts et persistance) suite aux épandages

Partie 4

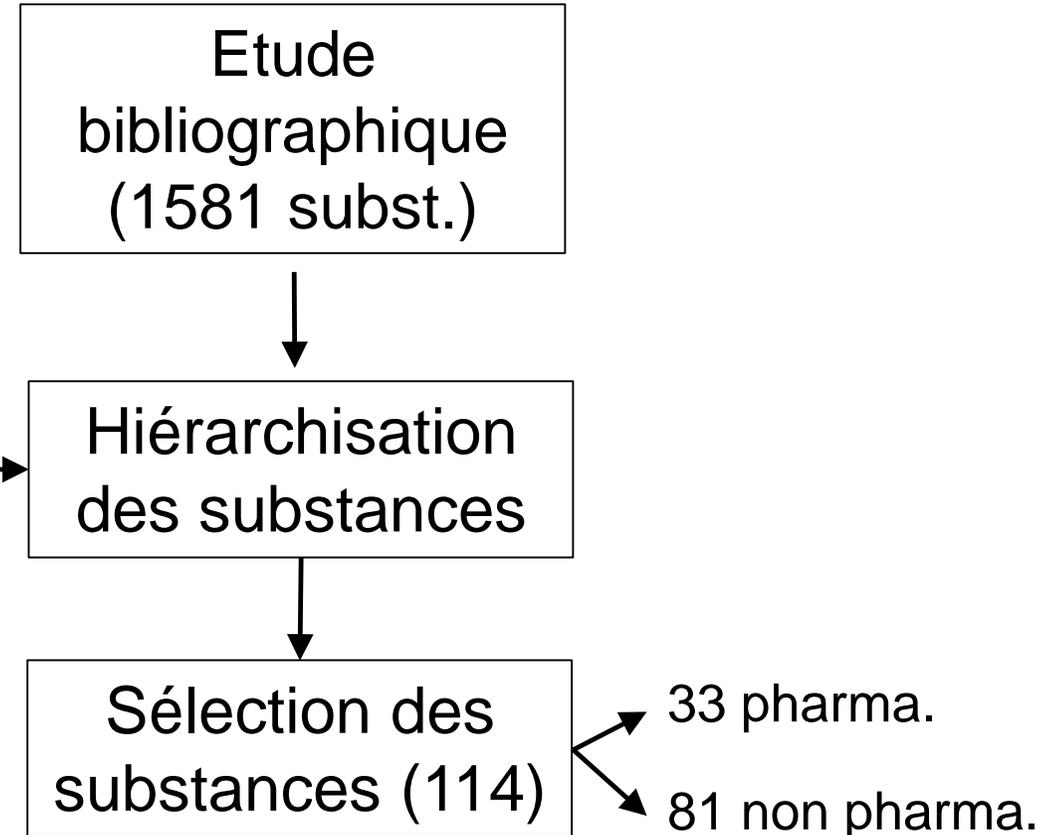
- Évaluation des risques sanitaires (à ratio agronomique standard pour la France)

Matériel et Méthodes – Dosage des substances dans les boues

STATIONS



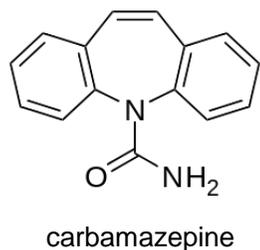
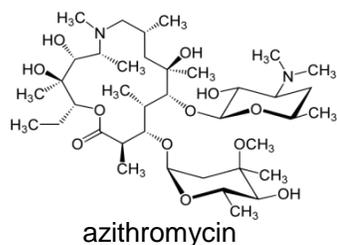
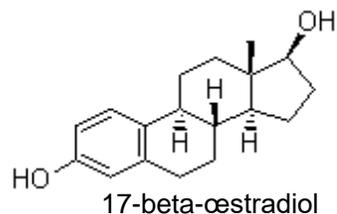
SUBSTANCES



4 campagnes sur 12 Stations pendant 6 mois de février à mai 2013
n=47 échantillons (1 éch. non collecté)

Les substances pharmaceutiques étudiées (analyses CNRS)

33 substances de différentes familles

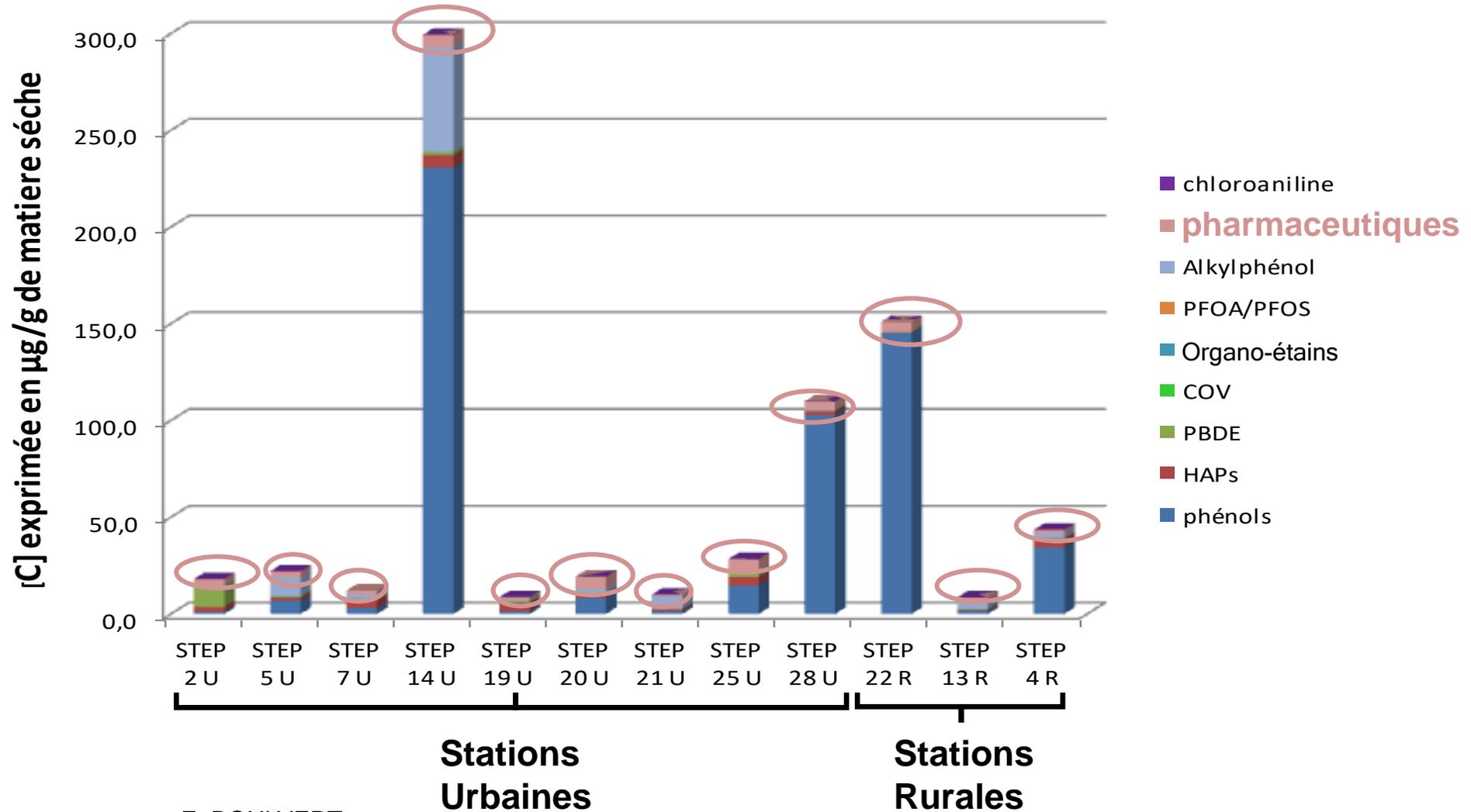


N° CAS	Nom	Usage
50-28-2	17-béta-œstradiol	
53-16-7	E1 œstrone	Hormones estrogènes
57-63-6	EE2 Ethynilestradiol	
26787-78-0	Amoxicillin	
83905-01-5	Azithromycin	
85721-33-1	Ciprofloxacine	
62893-19-0	Céfoperazone	
70458-96-7	Norfloxacin	Antibiotiques
82419-36-1	Ofloxacin	
42835-25-6	Flumequine	
8025-81-8	Spiramycin	
723-46-6	Sulfamethoxazole	
60-54-8	Tétracycline	Antibiotiques / Tétracyclines
128196-01-0	Escitalopram	Antidépresseurs
69-23-8	Fluphénazine	Anxiolitiques
1088-11-5	Nordiazepam	
525-66-6	Propranolol	Bêtabloquants

N° CAS	Nom	Usage
298-46-4	Carbamazepine	Antiépileptiques
58-93-5	Hydrochlorothiazide	Diurétiques
52-53-9	Vérapamil	Inhibiteurs calciques
15687-27-1	Ibuprofen	Anti-inflammatoires non stéroïdiens
70288-86-7	Ivermectin	Antiparasitaires
137-58-6	Lidocaine	Anesthésiques locaux
79794-75-5	Loratadine	Antihistaminiques
22916-47-8	Miconazole	Antifongiques
57808-66-9	Dompéridone	Antiémétiques
117-96-4	Diatrizoate	Agents de contraste
103-90-2	Paracétamol / acétaminophène	Analgésiques
27203-92-5	Tramadol	
51-21-8	Fluorouracil	Antinéoplasiques
25812-30-0	Gemfibrozil	Liporégulateurs (Hypolipémiants)
10238-21-8	Glybenzcyclamide	Antidiabétiques
28772-56-7	Bromadiolone	Anticoagulants

Résultats de la quantification dans les boues

Somme des substances par famille, moyenne des 4 campagnes

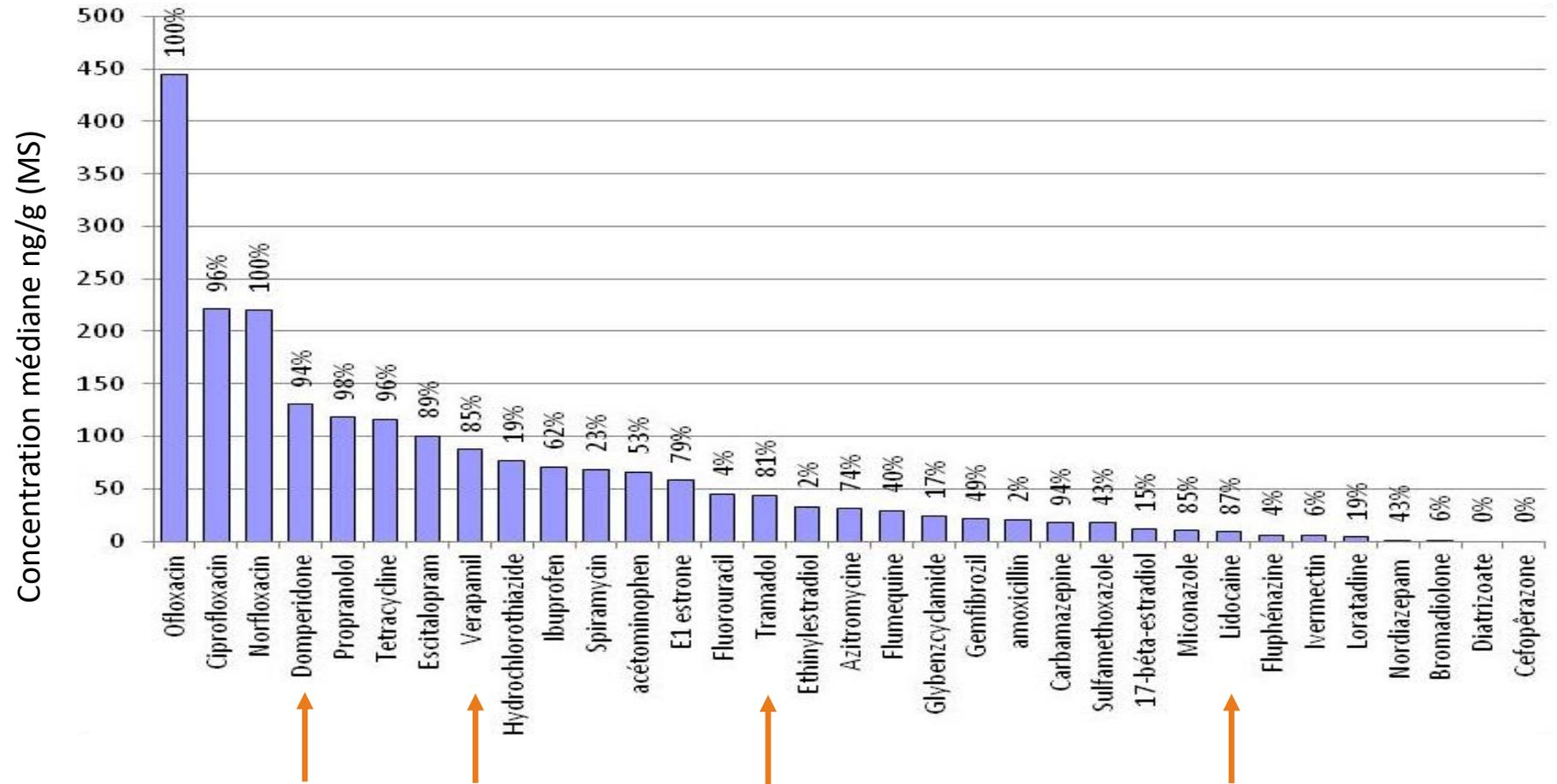


E. BOULVERT

Résultats de la quantification

Substances pharmaceutiques (avec LQ/2 et nd = LQ/3)

- Pharmaceutiques : de 1,5 à 30 %
- Pas de différence zone Urbaine / Rurale



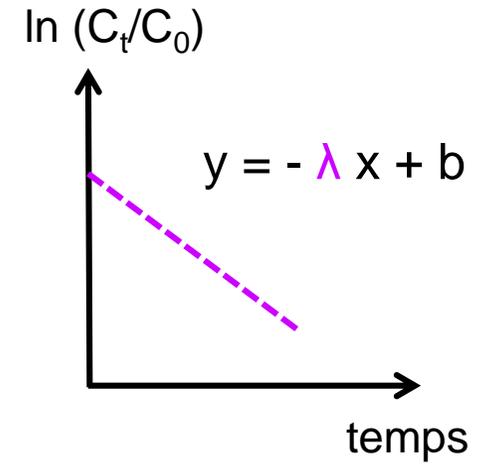
1ères données pour ces substances

Persistance dans les sols

Persistance des substances dans sol agricole en conditions réelles

Persistance d'une substance dans le sol : capacité de la substance à rester/persister durablement

- sol agricole identique + boues STEP 7, 14, 25 - sol témoin
- colonne de sol site INERIS (Picardie) / durée totale : 5 mois
- collecte mensuelle d'échantillons de sol et analyses
- collecte des lixiviats (composite 5 mois) et retombées atmosphériques



$$T_{1/2} = \ln 2 / \lambda, \text{ exprimé en jour}$$



Persistance dans les sols – Résultats Expérimentations

Persistance (demi-vie)

$T_{1/2}$ (j) = 10 - 20 - 50 - 100 - 200 - 500

• Famille HAP



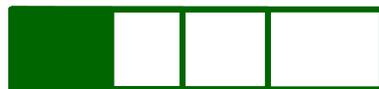
• Famille phénols



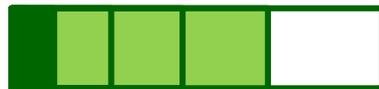
• PBDE



• Hygiène



• Alkyphénols



• **Pharmaceutiques**



• COV



 valeur minimale
 valeur maximale

3 substances :

- Flumequine (*antibiotique*)
- Oestrone (*hormone*)
- 17 β estradiol (*hormone*)

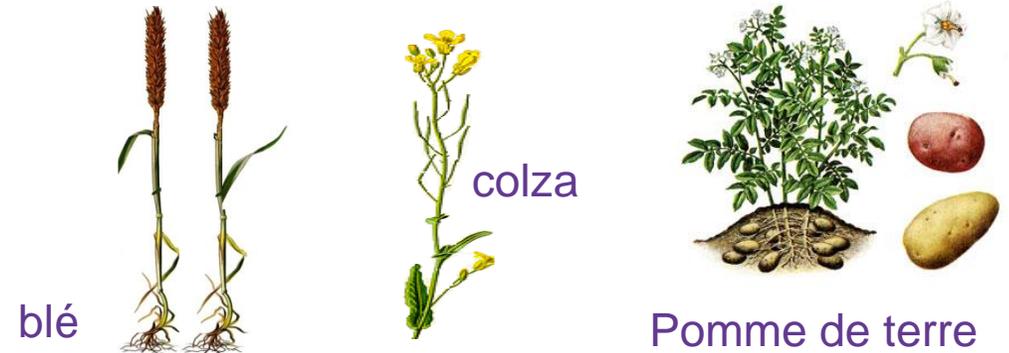
Attention aux LQ...

Transferts vers le végétal (BCF ou facteur de bioaccumulation)

Expérimentations

Plein champ – 12 parcelles distinctes

- 3 boues (STEP 7, 14 et 20) – collecte sol en avril/mai 2013 soit au minimum 6 mois après épandage (août – oct/nov. 2012)
- 3 cultures (4 parcelles par culture) : PDT, colza, blé
- récolte du blé et colza (juillet/août 2013) et PDT (oct)
- organe analysé: PDT épluchée; grains de blé et colza

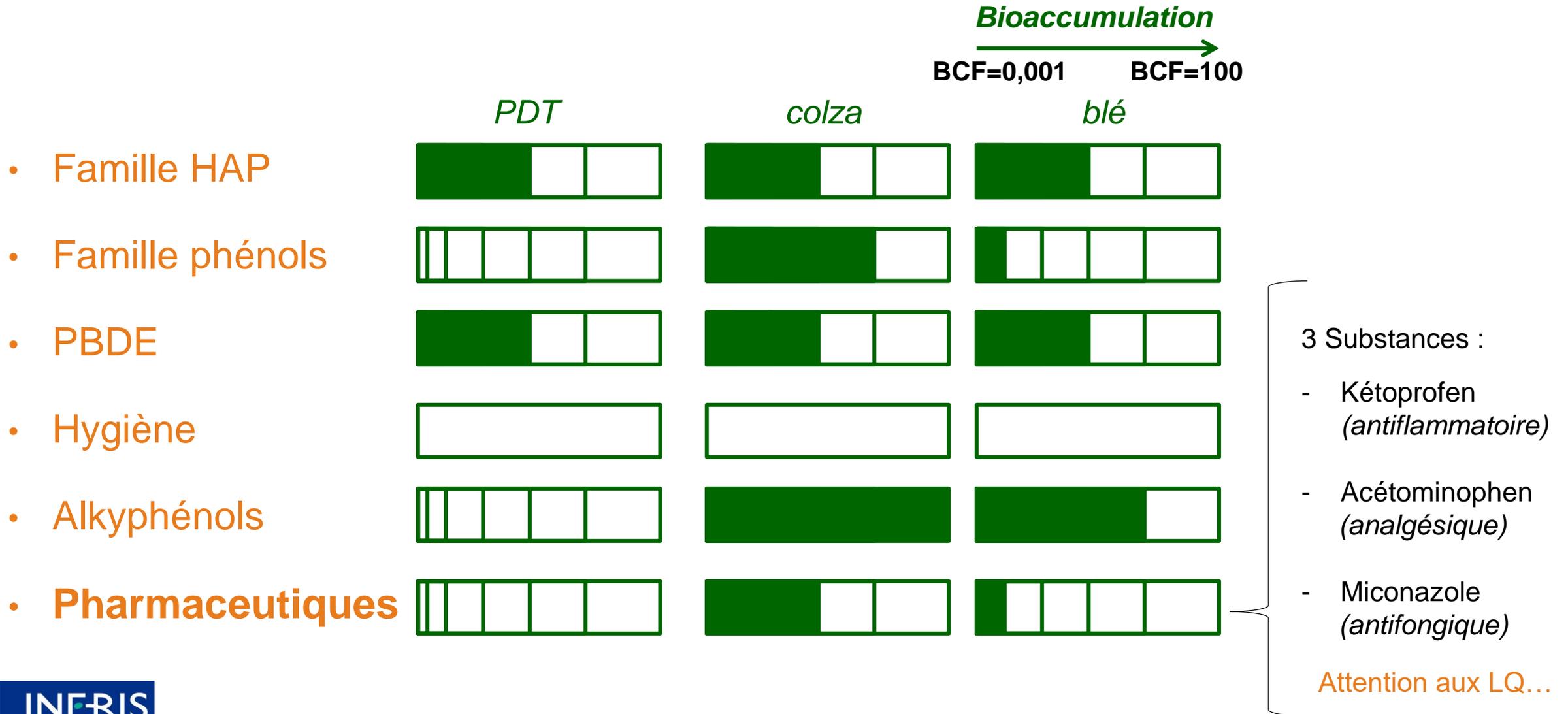


Enceinte de culture (INERIS) – blé

- 3 boues (STEP 7, 14 et 25) / témoin sans boue
- sol agricole limono-sableux (0-30 cm)
- 3 réplicats ; fertilisation azotée (NH₄NO₃)
- mai à déc 2013; grains de blé



Transferts vers le végétal – Résultats Expérimentations



CONCLUSIONS

- Large univers de départ pour sélection des substances
- Dosage de substances : Concentrations très faibles / matrices complexes
- Développement de méthodes → défi analytique
- Choix des matrices – représentativité des typologies de station et des procédés
- Des molécules mises en évidence pour la 1ère fois : tétracycline, dompéridone,...
- ...et d'autres qui reviennent aussi dans d'autres études* : carbamazépine

*ANSES, 2013, Thèse Université Montpellier, Zhi Li 2012; AQUAREF oct.2009

Résultats de la quantification – En résumé

- Présence **variable** sauf pour les **antibiotiques** très présents : ofloxacine, norfloxacine, ciprofloxacine, dompéridone
- **Variations saisonnières** détectées pour pharmaceutiques
- Certains pharmaceutiques quantifiés pour la première fois dans ces matrices (dompéridone, verapamil,...)
- Point sur les limites de quantification
 - Pour la plupart des composés dont les pharmaceutiques : LQ = quelques ng/g MS à quelques dizaines de ng/g MS
 - Exception : galaxolide et 4-Chloroaniline (resp. 70 000 et 1200 ng/g MS)
- Pharmaceutiques : de 1,5 à 30 %
- Pas de différence zone Urbaine / Rurale

Etude multipartenariale menée sur 3 ans et demi (2011 – 2014)

Réalisation et pilotage de l'étude



Appuyée par un comité technique (orientation, questionnement, ...)

