

Appel à Projet « Innovation et changements de pratiques : micropolluants des eaux urbaines »
avec le soutien de :

**AGENCE FRANÇAISE
POUR LA BIODIVERSITÉ**
MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT



REGARD

RÉduction et Gestion des micropolluants sur la métropole bordelaise

LOT 2 : DIAGNOSTIC ET PRIORISATION DES RISQUES
À L'ÉCHELLE DU TERRITOIRE

TACHE 2.1 CARACTÉRISATION ET HIÉRARCHISATION DES RISQUES

**Livrable n°214 : Méthodologie reproductible de diagnostic pour une stratégie
de réduction équilibrée à l'échelle d'un autre territoire urbain**

Version finale
Novembre 2019

Auteurs : MJ. Capdeville



Sommaire

SOMMAIRE	3
INTRODUCTION	4
1 RAPPEL SUR LE DIAGNOSTIC MENE DANS REGARD	5
2 ETAT DES LIEUX DU MILIEU NATUREL	6
2.1 LE MILIEU NATUREL	6
2.2 LES ANALYSES CHIMIQUES DE MICROPOLLUANTS	6
2.3 LES ANALYSES BIOLOGIQUES <i>IN VITRO</i>	8
2.4 LES ANALYSES BIOLOGIQUES <i>IN VIVO</i>	8
2.5 LES PARAMETRES ACCOMPAGNATEURS	9
3 HIERARCHISATION ET PRIORISATION DES MICROPOLLUANTS	11
4 ETUDE DES SOURCES DE MICROPOLLUANTS	13
4.1 CARACTERISATION CHIMIQUE	13
4.1.1 <i>Différencier les apports du réseau d'assainissement</i>	13
4.1.2 <i>Les eaux pluviales</i>	14
4.1.3 <i>Les STEU</i>	15
4.1.4 <i>Les eaux usées brutes</i>	16
4.1.5 <i>Bilan</i>	17
4.2 CARACTERISATION BIOLOGIQUE	18
4.3 DIAGNOSTIC SUR LES PRATIQUES	18
5 CONSEILS PRATIQUES ET POINTS D'ATTENTION	21
CONCLUSION	24

Introduction

Le programme de recherche REGARD (Réduction et Gestion des micropolluants sur la métropole bordelaise) avait pour objectif de réaliser, sur le territoire de la métropole bordelaise, un diagnostic intégré de la pollution des eaux urbaines (réseau d'assainissement et milieu naturel) par les micropolluants (MP) pour ensuite proposer des solutions de réduction adaptées aux risques en présence. Pour répondre à cet objectif, le projet a été découpé en 2 phases : une première phase de diagnostic territorial, global et intégré pour faire l'état des lieux de la pollution des eaux usées, pluviales et du milieu naturel ainsi que l'identification de solutions pour réduire cette pollution ; et une seconde phase de mise en œuvre d'actions de réduction pour les tester et les évaluer du point de vue environnemental (efficacité pour réduire la pollution), social (acceptabilité des solutions) et économiques (pour aider à l'orientation de l'action publique).

Ce livrable « Méthodologie reproductible de diagnostic » reprend les éléments mis en œuvre dans la phase de diagnostic de REGARD et y porte un œil critique. L'objectif est de présenter un retour d'expérience, afin que d'autres collectivités, qui souhaiteraient faire un diagnostic « micropolluants » de leur propre territoire, trouvent des éléments de réponse. Ainsi, en se basant sur l'expérience acquise, ce livrable propose un schéma générique que d'autres collectivités pourront se réapproprier.

Le premier chapitre du livrable passe brièvement en revue ce qui a été fait dans REGARD. Les chapitres suivants sont tous organisés de la même façon :

- i. « Dans REGARD » : détail ce qui a été fait dans le diagnostic de REGARD à titre d'exemple illustratif,
- ii. « Préconisations » : ce que nous conseillons de garder pour un autre diagnostic,
- iii. « Regrets » : ce qui a été fait mais qui n'a pas été utile ou qui n'a pas apporté de résultats satisfaisants,
- iv. « Pour aller plus loin » : ce qui peut être ajouté ou qui aurait pu être fait à la place,
- v. « Méthodologie » : conclusion méthodologique préconisant ce qui est à faire dans un cas générique.

Ainsi pour réaliser un diagnostic de base, les parties « Préconisations » (ii) et « Méthodologie » (v) sont à prendre en compte alors que si un diagnostic plus important et plus complet est souhaité, il faut également intégrer la partie « Pour aller plus loin » (iv). Tout ce qui a été fait dans REGARD n'est pas indispensable à la réalisation d'un diagnostic et il n'est pas concevable de développer un projet de recherche comme REGARD de plusieurs années sur chaque territoire. Pour aider les collectivités à orienter leur choix dans les outils, la conclusion synthétise sous forme schématique l'ensemble des informations nécessaires à la réalisation d'un diagnostic en fonction de l'importance que l'on souhaite lui accorder.

Le cinquième chapitre du livrable a une vocation un peu particulière et permet de répondre aux questions d'ordre technique sur la réalisation pratique d'un diagnostic. Il n'est pas exhaustif sur les protocoles et méthodes à mettre en œuvre mais attire l'attention sur certains points de vigilance.

1 Rappel sur le diagnostic mené dans REGARD

Nous avons fait un état des lieux de la contamination du milieu naturel en s'appuyant sur :

- des analyses chimiques ciblées pour identifier et quantifier des micropolluants sélectionnés *a priori*.
- des analyses biologiques *in vitro* pour mettre en évidence des effets perturbateurs endocriniens et *dioxin-like*.
- des analyses biologiques *in vivo* pour évaluer l'état de santé des organismes vivants *via* l'exposition d'organismes modèles.

A partir des résultats des analyses chimiques ciblées, nous avons mené une démarche de hiérarchisation des micropolluants, organiques d'un côté et métalliques de l'autre, afin d'identifier les micropolluants prioritaires sur lesquels mener des actions de réduction en premier sur le territoire.

Nous avons ensuite cherché à comprendre d'où provenaient ces micropolluants. Pour cela nous avons analysé chimiquement et biologiquement les sources supposées de ces micropolluants en remontant le réseau d'assainissement à contre-courant depuis les points de rejets jusqu'aux sources d'émission potentielles. En parallèle, nous avons mené une caractérisation sociologique de ces sources afin de comprendre les pratiques, les produits et les usages à l'origine des rejets de micropolluants et d'identifier des leviers d'action pour réduire ces rejets.

2 Etat des lieux du milieu naturel

2.1 Le milieu naturel

Dans REGARD : nous avons étudié la Jalle de Blanquefort, petit cours d'eau péri-urbain typique d'une métropole, qui reçoit une partie des effluents du réseau d'assainissement de Bordeaux Métropole. La Jalle de Blanquefort a été préférée à la Garonne car d'une part, elle n'est pas soumise aux phénomènes de marées et n'a pas de bouchon vaseux ce qui la rend moins complexe à étudier et d'autre part, elle est caractéristique de ces cours d'eau avec des enjeux de biodiversité et de restauration.

Préconisations : étudier un système représentatif (c.à.d. situé en zone urbaine et qui reçoit tout ou partie des effluents du réseau d'assainissement) mais plus simple (c.à.d. pas de phénomène de marée, faible teneur en MES, pas de variation de salinité, etc.). Cela permet de se soustraire d'aléas qu'il est difficile de prendre en compte et qui compliquent l'interprétation des résultats.

Regrets : ne pas connaître le bruit de fond géochimique local pour relativiser les résultats d'analyses sur les métaux.

Pour aller plus loin : étudier les sédiments car ils peuvent être considérés comme des réservoirs à micropolluants. En effet, certains MP de par leur propriété physico-chimique s'adsorbent sur les particules, sédimentent et sont piégés temporairement dans ce compartiment. Lors d'évènements tels que des crues, des actions de dragage du cours d'eau ou le piétinement du sol par des baigneurs, les sédiments peuvent être remobilisés. Les MP accrochés à ces particules sont alors remis en suspension et se retrouvent à nouveau dans la phase aqueuse.

Méthodologie : faire un bilan de la contamination d'un territoire par les MP revient à faire un état des lieux de leur présence dans tous les compartiments : air, terre et eau. C'est un travail colossal, très intéressant mais aussi très onéreux et complexe à mettre en œuvre. En partant du postulat que les milieux aquatiques sont le réceptacle ultime de l'ensemble de la contamination par le lessivage des sols lors des évènements pluvieux ou par les retombées atmosphériques, cet état des lieux peut être limité au compartiment « eau ». Pour la plupart des collectivités, ce milieu aquatique se réduit aux eaux urbaines c'est-à-dire les eaux naturelles de surface impactées par les ruissellements d'eaux pluviales ou par les déversements du réseau d'assainissement.

In fine, l'état des lieux doit porter sur le milieu aquatique dans lequel se déverse le réseau d'assainissement et qui est le réceptacle de tout ou partie de la pollution. Selon le territoire considéré, ce milieu peut être un cours d'eau de taille plus ou moins importante (fossé, ruisseau, rivière, fleuve), un estuaire, un lac ou un étang, une lagune ou une baie, la mer ou l'océan.

2.2 Les analyses chimiques de micropolluants

Dans REGARD : nous avons réalisé une première campagne d'analyses en ciblant plus de 300 micropolluants choisis à partir d'informations réglementaires (substances dangereuses et dangereuses prioritaires de la DCE¹), de données bibliographiques (résultats de projets de recherche nationaux sur les micropolluants comme AMPERES² ou ARMISTIQ³), de résultats

¹ Directive Cadre sur l'eau <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT00000330631&categorieLien=id> & <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/FR/TXT/?uri=CELEX:32001D2455>

² <https://projetamperes.cemagref.fr/>

³ <https://armistiq.irstea.fr/>

d'études locales antérieures (projets ETIAGE⁴, RESEAU), de la disponibilité des protocoles analytiques et du coût des analyses.

A l'issue de cette première campagne, la liste des MP a été restreinte pour des questions de faisabilité technique (ex. lourdeur des campagnes de prélèvement, volumes d'eaux à échantillonner, etc.) et de coût. De 300 MP, elle est passée à 180. Les MP non retrouvés lors de cette première campagne ou dont les analyses étaient trop onéreuses ou spécifiques ont été évincés.

Puis, au fur et à mesure de l'avancée du projet et des questions auxquelles nous cherchions à répondre, de nouveaux MP sont venus compléter la liste des MP analysés. Au final, ce sont 258 MP qui ont été recherchés et analysés.

Préconisations : faire une première campagne qui vise large pour ensuite réduire la liste des MP à analyser. Cela permet d'un côté de ne pas passer à côté de MP qui auraient un intérêt pour le territoire étudié et de l'autre, de limiter les coûts.

Regrets : avoir ajouté des MP en cours d'étude. Cela présente l'inconvénient d'avoir un nombre différent d'analyses et de résultats en fonction du MP considéré. Les MP analysés depuis le début ont des conclusions plus robustes que ceux ajoutés en cours d'étude et cette disparité engendre une difficulté pour traiter l'ensemble des résultats et les comparer (notamment pour la partie hiérarchisation et priorisation).

Pour aller plus loin : faire des analyses chimiques non ciblées. Ces analyses fournissent une vision plus globale de la contamination bien que toujours non exhaustives (certaines molécules nécessitent des approches spécifiques) mais en effet bien plus large en termes de spectre de molécules investiguées. Les MP à rechercher ne sont pas prédéfinis en amont contrairement aux analyses ciblées. Ces analyses permettent de détecter une grande partie des MP organiques présents, qu'ils soient connus ou inconnus (ex. produit de transformation), dans un échantillon et d'obtenir le profil chimique de l'échantillon. Les empreintes chimiques peuvent être comparées d'un échantillon à l'autre pour mettre en évidence les différences entre les échantillons et ainsi révéler la présence ou l'absence de composés. Ces informations sont intéressantes dans le cadre d'un suivi de la contamination le long d'un continuum. De plus, ces analyses peuvent être utilisées comme une première étape pour mettre en évidence des composés présents dans un échantillon et orienter les efforts analytiques futurs (analyses ciblées).

Méthodologie : pour établir la liste des MP à étudier pour réaliser un diagnostic, les critères suivants peuvent être pris en compte :

- les aspects réglementaires (MP réglementés ou non),
- la bibliographie et les résultats de projets de recherche similaires locaux, nationaux ou internationaux,
- la dangerosité des MP (propriétés intrinsèques des MP comme par exemple cancérigènes, persistants, etc.),
- les spécificités territoriales (ex. territoire plutôt industriel, résidentiel ou agricole),
- la disponibilité des protocoles analytiques,
- le coût des analyses.

Cette liste peut être complétée en :

- prenant en compte de nouveaux MP, en particulier des MP dits émergents, ceux pour lesquels il n'y a pas beaucoup de connaissances et qui ont fait l'objet de peu ou d'aucune étude (ex. terres rares, biocides, etc.),
- intégrant les produits de transformation des MP parents pouvant être générés soit par la métabolisation au sein de l'organisme, soit par des processus biotiques et abiotiques ayant lieu par exemple dans le réseau, en station de traitement des eaux usées (STEU) ou dans le milieu naturel.

⁴ <http://etiage.epoc.u-bordeaux1.fr/>

2.3 Les analyses biologiques *in vitro*

Dans REGARD : nous avons mis en œuvre des bioessais *in vitro* qui permettent d'établir un diagnostic sur la toxicité potentielle associée aux micropolluants organiques de type perturbateurs endocriniens (PE) et *dioxin-like* (DL). L'étude s'est appuyée sur des tests permettant de détecter spécifiquement des composés ayant des activités œstrogéniques (ER), androgéniques (AR), glucocorticoïdes (GR) en ce qui concerne l'effet PE, et des composés ayant des activités de type *HAP-like* et *dioxin-like* en ce qui concerne l'effet DL.

Préconisations : cette approche est très intéressante et parfaitement complémentaire des analyses chimiques réalisées. Elle est très pertinente pour dresser des profils d'activités caractéristiques des eaux usées et pluviales, identifier des sites particulièrement actifs au sein des réseaux et mettre en évidence des effets PE dans le milieu naturel étudié.

Regrets : RAS

Pour aller plus loin : mettre en œuvre d'autres bioessais ciblant d'autres modes d'action et permettant un diagnostic plus large des contaminants biologiquement actifs. Par exemple des bioessais impliquant le récepteur PXR, ce dernier réagissant aux xénobiotiques tels que les composés pharmaceutiques ou les pesticides (quantifiés dans la Jalle) ou le récepteur de la progestérone (PR) qui révèle des composés pharmaceutiques à activité hormonale actuellement non pris en compte.

Méthodologie : les analyses chimiques permettent d'identifier et de quantifier des micropolluants mais pas d'évaluer leurs effets. A l'inverse, les analyses biologiques *in vitro* permettent de mettre en évidence la présence de micropolluants ayant un type d'effet particulier et de les quantifier sous forme d'équivalents-toxique (TEQ) mais pas de dire quel micropolluant est en cause. Ces deux approches sont donc complémentaires et c'est pourquoi il est d'autant plus intéressant dans une démarche de diagnostic de les combiner.

Les bioessais *in vitro* utilisés dans REGARD sont des tests cellulaires pratiqués sur des cellules modifiées. Ces cellules possèdent un récepteur, spécifique d'un type de polluants, et un gène rapporteur lié à ce récepteur. Lorsqu'un ou des polluant(s) se fixe(nt) sur le récepteur, cela entraîne l'activation du gène qui produit alors une réponse visible, lumineuse ou fluorescente, et facilement détectable. L'intensité de la réponse étant proportionnelle à la quantité de polluants fixés sur le récepteur, par conséquent, plus il y a de polluants, plus la réponse est importante. Ces tests biologiques ou bioessais sont spécifiques d'un type d'effet par le récepteur utilisé. Ils permettent d'évaluer des effets de type :

- perturbateurs endocriniens (PE) en employant des récepteurs aux hormones œstrogéniques (ER), androgéniques (AR) ou encore glucocorticoïdes (GR) ;
- *dioxin-like* (DL) en employant un récepteur aux HAP ou aux dioxines (récepteur AhR).

2.4 Les analyses biologiques *in vivo*

Dans REGARD : nous avons mis en œuvre des bioessais *in vivo* en exposant des coquillages d'eau douce. Des bivalves filtreurs du genre *Corbicula fluminea* ont été prélevés sur un site de référence puis encagés et immergés en différents points du cours d'eau, le long d'un continuum amont-aval. La survie, la croissance, la bioaccumulation de 14 métaux, la production de métallothionéines (protéines de détoxification) et l'analyse de l'expression quantitative de gènes d'intérêts impliqués dans la détoxification, le métabolisme mitochondrial, la réparation de l'ADN, etc... sont les paramètres qui ont été suivis.

Préconisations : l'exposition d'organismes vivants pour une évaluation globale du milieu naturel.

Regrets : les résultats de cette étude se sont montrés décevants au regard de l'investissement humain, technique et financier pour plusieurs raisons :

- pas de site d'étude amont de référence, c'est-à-dire pas de site vierge de pollution même tout en amont du cours d'eau donc difficile de comparer les résultats obtenus au niveau des différents points en aval des rejets du réseau d'assainissement avec une référence Néanmoins, des comparaisons inter-sites, à partir de l'expression quantitative de gènes, ont permis de caractériser l'impact spécifique des rejets issus d'une STEU ou d'un exutoire pluvial⁵. Cette technique permet d'observer l'effet sur l'ensemble des fonctions métaboliques de l'organisme et nous a permis en particulier de caractériser par exemple l'impact sur les réponses immunitaires ;
- un bruit de fond géochimique relativement élevé en amont du cours d'eau pour certains éléments ce qui a eu pour conséquence de mettre en évidence un gradient de contamination métallique (bioaccumulation des métaux) plus fort à l'amont qu'à l'aval, empêchant ainsi de pouvoir mettre en évidence une bioaccumulation à l'aval des points de rejets en lien avec le déversement d'eaux usées ou pluviales ;
- un cours d'eau avec de forts niveaux d'hypoxie en été, qui ont pu être à l'origine d'un stress important voire d'une mortalité des organismes totalement indépendante de la présence de micropolluants (cependant dans un cadre plus large, cela permet de montrer que les conditions du cours d'eau ne sont pas favorables à la survie des animaux, et la présence de MP va *a fortiori* avoir un impact sévère sur les organismes) ;
- le dosage uniquement des composés métalliques bioaccumulés et pas des composés organiques empêchant l'interprétation complète de certains résultats.

Pour aller plus loin : réaliser le dosage de certains micropolluants organiques, tels que des pharmaceutiques, pesticides ou HAP, en plus des métaux pour évaluer leur bioaccumulation et comprendre certaines réactions (production des métallothionéines ou expression/répression de certains gènes).

Il est possible d'analyser les organismes autochtones et naturellement présents dans le milieu étudié pour connaître leur niveau de contamination.

Méthodologie : Contrairement aux bioessais *in vitro* qui sont pratiqués en laboratoire sur des cellules et à partir d'échantillons prélevés (eau, sédiments, etc.), les bioessais *in vivo* sont pratiqués sur des organismes vivants entiers et avec une exposition continue dans le milieu que l'on cherche à étudier. Les organismes vivants sont choisis en fonction du milieu étudié comme par exemple des huîtres pour le milieu marin, des gammares ou des palourdes pour les eaux douces superficielles, des vers de terre pour les sols terrestres. Divers paramètres peuvent être regardés tels que la survie, la croissance, la motricité, la prédation, la reproduction mais aussi des paramètres plus internes comme la bioaccumulation de polluants, la production de protéines de détoxification ou encore la modification de la réponse génétique (expression des gènes).

2.5 Les paramètres accompagnateurs

Dans REGARD : en complément des analyses chimiques et biologiques, nous avons mesuré certains paramètres, dits paramètres accompagnateurs, qui sont indispensables à la compréhension et à l'interprétation des résultats. Il s'agit :

- du débit, mesuré en parallèle et durant le temps d'échantillonnage. Le débit permet de calculer le flux qui prend en compte la concentration en micropolluants et le volume d'eau passé durant le temps d'échantillonnage. Il permet ainsi de comparer des données pour un même pas de temps (ex. à l'échelle annuelle ou journalière),

⁵ Bertucci A., Pierron F., Gourves P.Y., Klopp C., Lagarde G., Gonzalez P. and Baudrimont M. (2018). Whole-transcriptome response to wastewater treatment plant and stormwater effluents in the Asian clam, *Corbicula fluminea*. *Chemosphere*, 165 :96-106. doi.org/10.1016/j.ecoenv.2018.08.090

- de la température, du pH, de la turbidité, de la conductivité et de l'oxygène dissous, mesurés en continu *via* une sonde. Ces paramètres permettent de s'assurer des conditions d'exposition des organismes vivants et la mesure en continu permet de connaître rapidement les variations subies par le milieu naturel,
- des matières en suspension (MES) pour convertir des données de concentrations de micropolluants dans des unités différentes et faire des calculs entre les différentes phases (dissoute ou particulaire), notamment pour les métaux,
- de la température (T°) et du pH mesurés dans les échantillons prélevés. La T° est un facteur de contrôle important pour certains éléments. Elle renseigne sur la bonne conservation des échantillons prélevés. Le pH influence la forme sous laquelle les métaux ou les MP organiques se trouvent,
- des paramètres DCO⁶, DBO₅⁷, NTK⁸, NH₄⁹, NO₃¹⁰, NO₂¹¹, Pt¹² et PO₄¹³ pour caractériser un échantillon et s'assurer qu'il est représentatif du compartiment étudié,
- du COD¹⁴ et COT¹⁵ pour renseigner sur la quantité de matière organique (MO) présente dans l'échantillon, ce paramètre influençant la répartition de certains MP entre la phase dissoute et la phase particulaire. En effet, plus un échantillon est riche en MO, et donc en carbone (COD), et plus les MP organiques pourront s'adsorber sur les particules. De même, ces paramètres renseignent sur la nature des sédiments, plus ou moins sableux ou vaseux, ce qui influence aussi la répartition des MP entre le sédiment et l'eau.

Préconisations : la mesure de l'O₂ dissous et de la turbidité en continu dans le cas où des organismes vivants sont exposés et la mesure des débits, MES, pH, T°, DCO, DBO₅, NTK et COD dans les échantillons prélevés dans le milieu naturel.

Regrets : la mesure du NH₄, des NO₃, des NO₂, du Pt et des PO₄ dans les échantillons collectés dans le milieu naturel car ces données n'ont pas été exploitées (attention ce n'est pas valable pour les échantillons prélevés dans le réseau d'assainissement où ces paramètres sont nécessaires pour interpréter les résultats).

Pour aller plus loin : RAS

Méthodologie : pour pouvoir interpréter, comprendre et comparer les résultats des analyses chimiques ou biologiques obtenus il est indispensable de mesurer certains paramètres accompagnateurs. Les mesures peuvent être effectuées directement dans le milieu naturel ou dans les échantillons prélevés, de façon continue ou ponctuelle.

⁶ Demande Chimique en Oxygène

⁷ Demande Biochimique en Oxygène (à 5 jours)

⁸ Azote totale selon Kejdahl

⁹ Ammonium

¹⁰ Nitrates

¹¹ Nitrites

¹² Phosphore total

¹³ Orthophosphates

¹⁴ Carbone organique dissous

¹⁵ Carbone organique total

3 Hiérarchisation et priorisation des micropolluants

Une fois le diagnostic réalisé, il est nécessaire d'identifier les micropolluants qui posent problème et qui sont responsables d'un dysfonctionnement de l'écosystème.

En effet, le seul fait que des MP aient été quantifiés ne suffit pas à les considérer comme problématiques car certains sont naturellement présents et leur présence ne représente pas nécessairement un danger ; et d'autres ne sont pas forcément responsables des dysfonctionnements observés. A l'inverse, dans le cas où des effets toxiques sont mis en évidence par les bioessais, *in vitro* ou *in vivo*, il faut alors identifier les MP responsables de ces effets.

Dans REGARD : nous avons réalisé une première identification des MP problématiques en comparant les concentrations moyennes individuelles avec les normes de qualité environnementales (NQE). La NQE est définie comme « la concentration d'un polluant ou d'un groupe de polluants dans l'eau, les sédiments ou le biote qui ne doit pas être dépassée, afin de protéger la santé humaine et l'environnement » (DCE 2000/60/CE). Il existe des valeurs de NQE pour moins d'une centaine de MP. Elles sont indiquées dans l'arrêté du 27 juillet 2018 relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface. Pour les MP qui ne possèdent pas de NQE, il est possible de prendre en compte la Concentration Prédite sans Effet (PNEC). La PNEC est définie comme étant la plus forte concentration de la molécule sans risque pour l'environnement. Au final, les MP dont les concentrations sont supérieures aux NQE ou aux PNEC sont considérés comme problématiques. Cette méthode a l'avantage d'être rapide mais tous les MP n'ont pas de NQE ou de PNEC et ceux dans ce cas ne sont pas pris en considération. Par ailleurs, cette méthode ne donne pas d'ordre de priorité entre les MP identifiés comme problématiques et on ne sait pas sur lesquels agir en premier.

Par conséquent, nous avons mis en œuvre une autre méthode afin d'identifier les micropolluants qui posent problème et établir un ordre de priorité. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur la méthodologie du CEP¹⁶ développée pour des mesures de surveillance et nous l'avons adaptée à des mesures de gestion. Les détails sont indiqués dans le livrable intitulé « Hiérarchisation des risques, priorisation des substances et sélection des substances sentinelles à suivre dans les différents compartiments ». En résumé, elle s'appuie sur les résultats des analyses chimiques ciblées du milieu naturel et prend en compte 4 critères :

- la présence du MP retranscrit *via* sa fréquence de quantification ;
- le niveau de présence du MP retranscrit *via* sa concentration ;
- la dangerosité intrinsèque du MP retranscrit *via* ses caractéristiques PBT¹⁷, CMR¹⁸ ou PE ;
- le risque que le MP représente si sa concentration dépasse les seuils de protection environnementale que sont les NQE et les PNEC.

Un score est attribué à chaque critère et l'addition des scores des 4 critères permet d'obtenir un classement des MP du plus problématique, avec le score le plus élevé, au moins problématique. Cette hiérarchisation permet d'identifier les micropolluants prioritaires pour lesquels il est nécessaire d'identifier les sources pour pouvoir agir et réduire leurs apports au milieu naturel.

Préconisations : utiliser la méthode de priorisation du CEP adaptée à des mesures de gestion. Cette méthode présente l'avantage de hiérarchiser les micropolluants problématiques en plus de les identifier. Si un critère n'est pas rempli (ex. la fréquence de quantification pour les métaux

¹⁶ En 2010, l'AFB et L'INERIS ont désigné un Comité Experts Priorisation (CEP). Ce CEP a pour mission de développer et maintenir un référentiel méthodologique pour guider l'ensemble des exercices de priorisation des micropolluants aquatiques en France.

¹⁷ Persistant, Bioaccumulable, Toxique

¹⁸ Cancérogène, Mutagène, Reprotoxique

qui sont naturellement présents ou le seuil de qualité environnementale pour les composés émergents), un score peut être calculé avec les autres critères et tous les micropolluants sont pris en compte dans cette priorisation.

Regrets : la méthode basée uniquement sur les seuils de protection environnementaux, NQE et PNEC, car il n'y a pas de priorisation des MP.

Ne pas avoir pu intégrer les résultats des bioessais in vitro dans la démarche de priorisation.

Pour aller plus loin : nous avons utilisé une méthode de priorisation basée sur les résultats des analyses chimiques ciblées. Cette méthode est pertinente pour prioriser les micropolluants déjà identifiés comme dangereux. Toutefois elle se restreint à des substances connues et ne prend pas en compte la complexité des mélanges environnementaux, ni la présence de polluants toxiques non sélectionnés *a priori*. Une autre approche consiste donc à se baser sur les réponses de bioessais et identifier les échantillons présentant une toxicité particulière. L'application d'une démarche dite EDA (pour Effect-directed analysis ou analyse dirigée par l'effet), qui combine analyses chimiques et biologiques permet d'orienter les analyses chimiques vers l'identification des MP responsables des effets observés dans les bioessais. Ainsi l'effort de recherche des sources d'émission sera orienté sur les micropolluants à l'origine de l'effet observé, c'est à dire ceux qui sont problématiques. A l'inverse, si des échantillons ne répondent pas aux bioessais, même si des MP sont présents, ils ne sont pas considérés problématiques et il ne sera pas nécessaire de dépenser des moyens techniques et financiers pour identifier leur source. Cette méthode présente certains avantages et limites qui font d'elle une approche complémentaire à celle du CEP.

- 1^{er} avantage : elle se base sur une toxicité avérée pour orienter la recherche des sources des micropolluants et pas sur une toxicité supposée, calculée à partir du dépassement de seuils et de propriété de danger.
- 2^{ème} avantage : les effets cocktails sont pris en compte grâce à l'utilisation des bioessais.
- 3^{ème} avantage : cette méthode pousse à rechercher la source de composés qui ne sont pas pris en compte avec la méthode CEP car inconnus (ex. produit de transformation) ou non choisis *a priori* pour être étudiés.
- 1^{ère} limite : Cette démarche n'est pour le moment pas utilisable en routine puisqu'elle est assez lourde à mettre en œuvre et nécessite du temps, de gros volumes d'échantillons et des appareils analytiques très perfectionnés. Des développements sont actuellement effectués pour alléger cette approche (ex. automatisation).
- 2^{ème} limite : cette approche nécessite une étape de confirmation aussi bien chimique que biologique pour identifier la cause et donc nécessite de disposer de standard. Dans le cas de composés inconnus tels que les produits de transformation par exemple, les standards analytiques ne sont pas toujours disponibles et l'identification peut ne pas aboutir.

Méthodologie : la priorisation des micropolluants s'appuie sur la méthodologie du CEP adaptée à des mesures de gestion. Cette méthodologie est basée sur les résultats des analyses chimiques ciblées de MP dans le milieu naturel. Elle considère 4 critères : l'occurrence, l'amplitude de dépassement, le danger et le risque. Une valeur est attribuée à chacun de ces critères et un score global est calculé en additionnant les valeurs des 4 critères. Le classement des scores, du plus élevé au plus faible, permet de prioriser les MP, les MP ayant le plus gros score étant considérés comme les plus problématiques. Les MP organiques et métalliques ne se comportant pas de la même façon, un classement différent doit être réalisé pour chacune de ces 2 catégories de MP.

4 Etude des sources de micropolluants

Une fois les micropolluants problématiques identifiés, il convient d'investiguer et de remonter aux sources d'émission de ces MP.

Dans REGARD nous avons considéré 5 sources : la source domestique, la source hospitalière, la source industrielle, la source collectivité et la source pluviale. Chacune de ces sources a fait l'objet d'une caractérisation chimique afin de doser les micropolluants provenant de chacune d'elles, d'une caractérisation biologique afin d'évaluer les effets PE et DL au niveau de chaque source et enfin, d'une « caractérisation sociale » afin de comprendre les pratiques, les produits et les usages à l'origine des rejets de micropolluants.

Ces différentes caractérisations sont présentées dans les paragraphes suivants.

4.1 Caractérisation chimique

4.1.1 Différencier les apports du réseau d'assainissement

Dans REGARD : dans la Jalle, nous avons comparé les flux annuels provenant :

- de l'amont du cours d'eau et qui correspondent principalement à des ruissellements sur des terrains agricoles, forestiers et d'anciens sites industriels ;
- des rejets d'exutoires pluviaux qui correspondent à des rejets d'EP strictes après ruissellement sur des surfaces urbanisées ;
- des rejets d'une STEU qui correspondent à des rejets d'EU traitées par temps sec et des rejets d'un mélange d'EU brutes et d'EP par fortes pluies (by-pass de la STEU).

Cette comparaison nous a permis de définir l'origine la plus probable de certains MP (notamment ceux dont les concentrations dépassent les NQE ou les PNEC) : amont (ancienne pollution industrielle des sols ou pollution agricole des sols, ancienne et rémanente, ou récente), EP strictes, EU traitées ou mélange EU brutes/EP (by-pass).

Préconisations : ce premier niveau d'approche permet de distinguer ce qui vient du réseau d'assainissement, du système urbain, (rejets exutoires pluviaux ou STEU) du reste (pollution terrestre, aérienne)

Regrets : cette approche n'est pas suffisante car elle ne permet pas toujours d'identifier la source c'est-à-dire l'origine précise des MP sur laquelle agir pour réduire la pollution.

Pour aller plus loin : nous avons étudié les rejets des exutoires pluviaux qui déversent des eaux pluviales strictes afin d'identifier les micropolluants que les EP apportent au milieu naturel. Il n'y a pas de déversoirs d'orage (DO) sur la Jalle mais s'il y en avait eu, nous aurions aussi dû étudier les eaux pluviales mélangées aux eaux usées non traitées qui arrivent au niveau de ces DO afin d'évaluer la contribution de ces ouvrages à la pollution du milieu naturel.

Méthodologie : Les MP présents dans le milieu naturel peuvent provenir de retombées atmosphériques, du ruissellement des eaux pluviales et des déversements du réseau d'assainissement (eaux usées (EU), eaux pluviales (EP) ou mélange EU/EP). Remonter aux sources signifie dans un premier temps d'identifier de laquelle de ces 3 sources, les MP proviennent. Pour évaluer les MP provenant des retombées atmosphériques il est possible d'analyser les eaux de pluie. Pour les MP provenant du ruissellement, il faut analyser les eaux pluviales à proximité du milieu naturel étudié, avant infiltration ou interception par le réseau d'assainissement. Pour les MP provenant des déversements du réseau d'assainissement, il faut analyser les différents types d'eau (EU, EP, mélange EU/EP) au niveau des points de rejet. Ces points de rejet peuvent être les STEU avec des rejets d'EU traitées par temps sec et des rejets d'un mélange EU brutes/EP par temps de pluie, les exutoires pluviaux avec des rejets d'EP strictes ou les déversoirs d'orages (DO) avec des rejets d'un mélange EU brutes/EP.

Dans le cas où les déversements du réseau d'assainissement sont identifiés comme étant à l'origine des MP dans le milieu naturel, il faut alors poursuivre l'investigation et remonter en amont. En effet, les STEU, les exutoires pluviaux et les DO ne sont que les vecteurs des polluants qui proviennent des usages et pratiques domestiques, artisanales, industrielles, médicales, etc. et qui transitent *via* les eaux usées et les eaux pluviales. Remonter dans le réseau signifie réaliser des prélèvements d'EP et d'EU soit dans les canalisations en remontant du point de rejet jusqu'à l'origine de l'émission des MP, soit dans les ouvrages qui jalonnent le réseau soit au niveau des sources d'émission elles-mêmes qui correspondent à des typologies d'eaux bien précises.

4.1.2 Les eaux pluviales

Dans REGARD : pour analyser les eaux pluviales (EP strictes), nous avons effectué des prélèvements à l'échelle de :

- petits bassins de collecte, type quartiers résidentiels, afin d'être au plus près de la source ;
- bassins de collecte de taille moyenne récupérant les EP de sites urbains spécifiques tels que le parking d'un centre commercial, des terrains de sport, les parkings de l'aéroport ou encore un cimetière ;
- grands bassins de collecte récupérant les EP de zones urbaine, forestière, agricole et routière ;
- d'un collecteur particulier recueillant les EP des parkings de l'aéroport et des voiries de la rocade nord bordelaise (fort trafic routier).

L'objectif de l'ensemble de ces analyses était d'avoir une vision générique ou spécifique de la contamination des eaux pluviales de la métropole.

Préconisations : réaliser des prélèvements d'EP strictes à différentes échelles de bassin de collecte afin d'avoir des informations complémentaires quant à la pollution des EP par les MP. Les gros collecteurs apportent une vision générique et les autres sites permettent de préciser les particularités de la contamination en fonction de la typologie du bassin versant considéré.

Regrets : certains sites n'ont été échantillonnés qu'une seule fois et plusieurs campagnes de prélèvement auraient été nécessaires pour comprendre les résultats obtenus.

Par ailleurs, les prélèvements à l'échelle de petits bassins de collecte se révèlent compliqués à mettre en œuvre et il est plus difficile d'obtenir un échantillon représentatif pour ces sites que pour des gros bassins tels que ceux se déversant au niveau des exutoires pluviaux.

La difficulté pour réaliser des campagnes d'échantillonnage par temps de pluie et particulièrement quand on souhaite faire un échantillonnage asservi au débit. L'asservissement au débit suppose de connaître à l'avance : (i) l'horaire de début de la pluie pour programmer le démarrage du préleveur automatique et (ii) le volume des précipitations afin d'estimer le volume global de l'évènement ainsi régler les conditions d'échantillonnage du préleveur. Malgré la diversité des sites internet météorologiques, aucun n'est suffisamment fiable ou précis pour fournir ces informations ce qui rend le paramétrage et les conditions d'échantillonnage difficiles. De plus, il est préférable que la pluie tombe en semaine pendant les heures ouvrées que le week-end ou la nuit pour des questions de logistique (impossible d'échantillonner la nuit du samedi au dimanche par exemple car les échantillons ne peuvent être portés aux laboratoires d'analyse dans les 24h après prélèvement) et de sécurité (par temps de pluie, les débits peuvent augmenter de façon très importante et rendre les prélèvements dangereux à cause de la montée des eaux ou infaisable car le matériel est emporté par le courant).

La difficulté à échantillonner des EP d'une seule typologie (ex. quartier industriel, domestique, etc.). Généralement se sont des mélanges d'EP urbaines c'est-à-dire que les bassins de collecte sont à la fois industriels, artisanaux, domestiques, etc.

Pour aller plus loin : Les prélèvements ont été réalisés soit tout à l'amont des canalisations, dès interception des eaux par le système d'assainissement soit tout à l'aval, au niveau des points

de rejet dans le milieu naturel. Nous aurions aussi pu réaliser des prélèvements dans les ouvrages qui jalonnent le réseau tels que les bassins (enterrés ou à ciel ouvert). Les caractéristiques de stockage de ces ouvrages présentent l'intérêt, par rapport aux canalisations, de garder l'eau et donc d'avoir une sorte d'historique de la pollution sur tout un évènement pluvieux.

Pour aller plus loin, il est aussi possible d'étendre la caractérisation chimique en recherchant des composés dans des compartiments dans lesquels ils ne le sont pas habituellement (ex. médicaments dans les EP). Il est aussi possible de faire un screening avec des analyses chimiques non ciblées.

Enfin, il est possible d'analyser le sol et les eaux de nappe souterraine sous-jacente d'un bassin d'infiltration quand ces éléments sont en lien avec le milieu naturel étudié.

Méthodologie : la caractérisation chimique des eaux pluviales peut être réalisée en pratiquant des analyses soit en fonction de la dimension du bassin de collecte soit en fonction de sa typologie, les 2 dimensions se recoupant régulièrement. Les typologies de bassin de collecte sont :

- verte comme par exemple les zones forestières, parcs, jardins publics, etc. ;
- agricole pour des zones de culture ou d'élevage ;
- urbaine comme par exemple une zone résidentielle, industrielle, artisanale, d'activités économiques ou le parking d'un centre commercial, un cimetière ;
- routière allant d'un trafic faible (ex. quartier résidentiel) à intense (autoroute, périphérique ou rocade).

4.1.3 Les STEU

Dans REGARD : nous avons analysé par temps sec les EU brutes en entrée et les EU traitées en sortie, et par temps pluie, les EU brutes en entrée et les eaux by-passées (mélange EU brutes non traitées et EP) d'une STEU se rejetant dans la Jalle. Nous avons aussi analysé les boues liquides et déshydratées, respectivement prélevées en entrée et sortie de la filière de traitement des boues et nous avons calculé les rendements d'élimination des MP par les filières de traitement des eaux et de traitement des boues. L'objectif de l'ensemble de ces études était de bien comprendre ce qui se passe au niveau des STEU car ces ouvrages présentent l'intérêt de traiter une partie des MP. Ainsi la composition des eaux n'est pas la même entre l'entrée et la sortie.

Préconisations : réaliser des prélèvements en entrée et sortie de STEU. Les analyses des EU traitées en sortie permettent de faire le lien entre les MP identifiés dans le milieu naturel et ceux présents dans les effluents déversés par la STEU. Les analyses des EU brutes en entrée renseignent sur la composition des eaux usées, toute source d'émission confondue, et donnent ainsi un aperçu générique de leur contamination, à l'instar de ce qui est fait avec les gros collecteurs d'EP strictes.

Regrets : dans l'objectif de comprendre ce qui arrive au milieu naturel, il aurait été souhaitable d'augmenter le nombre de prélèvements par temps de pluie afin d'avoir une meilleure représentativité des résultats par temps de pluie.

Pour aller plus loin : nous avons réalisé des analyses de boue en sortie de STEU. Dans une première approche, ces analyses ne sont pas indispensables pour comprendre l'origine des MP présents dans le milieu naturel étudié, à moins que les boues ne soient épandues à proximité immédiate de ce milieu. En revanche, ces analyses peuvent se révéler pertinentes et nécessaires pour avoir une idée de la contamination globale d'un environnement.

Méthodologie : les STEU traitent une partie des MP. Ce traitement implique un changement de la composition des eaux entre les EU brutes en entrée et les EU traitées en sortie. La première étape consiste à réaliser à la fois des prélèvements en entrée d'EU brutes et en sortie d'EU

traitées. Les données d'entrée donnent une information sur la composition de l'ensemble des eaux usées brutes avant traitement, toute source d'émission confondue, tandis que la connaissance des eaux usées traitées permet d'évaluer ce qui arrive au milieu naturel. Quand l'objectif est d'identifier les polluants présents dans les eaux usées en tant que source alors c'est principalement l'entrée qu'il faut étudier, l'efficacité du traitement introduisant un biais. En STEU, la totalité des paramètres accompagnateurs doit être analysée afin de vérifier le bon fonctionnement de cette dernière.

4.1.4 Les eaux usées brutes

Dans REGARD : nous avons effectué des prélèvements à l'échelle de maisons individuelles, d'habitats collectifs (immeubles) et de quartiers pour étudier la source domestique, à l'échelle de zones industrielles pour étudier la source industrielle et à l'échelle de bâtiments ou ensemble de bâtiments d'un CHU pour étudier la source hospitalière.

Préconisations : les différents prélèvements pour la source domestique se sont révélés complémentaires et pertinents. L'avantage de réaliser des prélèvements à la sortie d'une maison individuelle est qu'il est possible de faire le lien entre le nombre de personnes habitant dans la maison, les produits utilisés et les MP retrouvés dans les EU. Néanmoins, ces prélèvements ne peuvent pas être réalisés partout car ils nécessitent la présence d'un regard et d'un regard de taille suffisante pour accueillir et dissimuler le préleveur automatique.

Regrets : les prélèvements à l'échelle des zones industrielles se sont révélés non pertinents. En effet, il n'a pas été possible de démêler l'origine strictement industrielle, liée à un processus de traitement ou de fabrication par exemple, de l'origine plus générale des EU liée aux douches, sanitaires et autres usages de l'eau qui peuvent être faits dans des bâtiments administratifs, sièges sociaux ou habitations également situés dans les zones industrielles étudiées. Il en ressort que pour pouvoir faire le lien entre une activité industrielle et la présence de micropolluants dans les EU il est plus pertinent de faire des prélèvements à la sortie d'un site industriel spécifique ou d'un bâtiment en particulier.

Au niveau du CHU, si les prélèvements réalisés à la sortie des différents bâtiments ont permis d'identifier des bâtiments plus contributeurs que d'autres à la contamination, en revanche, ils n'ont pas permis de cibler un service ou une activité en particulier et donc de faire un lien entre une activité et la présence de MP dans les EU.

Pour aller plus loin : il est possible d'analyser les sédiments et les dépôts dans le réseau.

Méthodologie : En ce qui concerne les eaux usées, plusieurs sources d'émission de micropolluants peuvent être étudiées :

- la source domestique : les prélèvements peuvent être réalisés à l'échelle d'un quartier exclusivement occupé par des habitations (pas de commerces, de centres de soin (cabinet médicaux ou vétérinaires), d'ateliers, etc.), d'un habitat collectif (ex. lotissement, immeuble ou résidence) ou d'une maison individuelle ;
- la source artisanale : les prélèvements peuvent être réalisés à l'échelle d'une zone d'activités artisanales (ZAC) sans habitation, d'un atelier ou d'un commerce (ex. garage automobile, coiffeur, salon de coiffure pour animaux domestiques, etc.) ;
- la source industrielle : les prélèvements peuvent être réalisés à l'échelle d'un site industriel, d'une entreprise ou d'un bâtiment ;
- la source liée aux centres de soin tels que les hôpitaux, cliniques, maisons de santé, maisons de retraite, EPHAD, crèches, cabinets médicaux, cabinets vétérinaires, etc. : les prélèvements peuvent être réalisés à l'échelle d'un complexe médical en intégrant l'ensemble des bâtiments et services, à l'échelle d'un seul bâtiment intégrant un ou plusieurs services ou à l'échelle d'un seul service.

Il est aussi possible de réaliser des prélèvements au niveau de certains nœuds/carrefours du réseau afin de permettre d'identifier géographiquement l'origine des MP en remontant à contre-courant depuis le point de rejet (STEU) jusqu'à l'émetteur. Cette méthodologie permet petit-à-petit de réduire la taille du bassin de collecte étudié jusqu'à identifier un quartier puis une rue et enfin, le point de rejet précis et donc l'émetteur des MP problématiques. Cependant, cette méthode ne donne pas toujours satisfaction car elle suppose que la pollution est continue dans le temps puisqu'elle nécessite d'avoir les résultats d'analyse de l'étape précédente avant de pouvoir passer à l'étape suivante.

4.1.5 Bilan

Dans REGARD : initialement, nous avions l'ambition d'identifier des traceurs de sources c'est-à-dire des MP dont l'origine serait exclusivement liée à une source d'émission. Ainsi, d'une part on aurait pu obtenir des liens directs et exclusifs entre un MP et sa source d'émission et ceci étant valable aussi bien pour notre territoire d'étude que pour d'autres ; et d'autre part, la présence de ce MP signifierait la présence de tel type d'eau (EU domestique, EU industrielle, EP urbaine, EP agricole, etc.) ce qui permettrait d'identifier l'origine des autres MP présents mais dont on ne connaîtrait pas la source d'émission. Malheureusement, aucun MP ne provient d'une seule et unique source. Et nous n'avons pas pu déterminer de façon exclusive des traceurs de sources. En revanche, nous avons pu identifier des contributions et nous sommes en mesure de dire si tel ou tel MP provient plutôt d'EU brutes, d'EU traitées ou d'EP (cf. livrable n°132 mapping des substances organiques). De plus, l'association de certains MP ou le rapport de leur concentration permet de renforcer les conclusions sur les contributions. Ainsi la quantification de tel ensemble de MP permet de dire si le milieu naturel est plutôt contaminé par des EU brutes, des EU traitées ou des EP et le rapport des concentrations entre MP permet, dans certains cas, de préciser si la source est proche ou lointaine, si l'origine est plutôt urbaine ou agricole.

Préconisations : identifier un type d'eau à partir de la présence d'un ensemble de MP et non pas à partir de la présence d'un seul MP uniquement. Il est préférable d'utiliser des empreintes/des profils de MP plutôt qu'un MP seul pour identifier une source de contamination.

Regrets : tous les MP ont été retrouvés dans un peu tous les types d'eaux analysés. Les MP ont des sources multiples et il n'est pas évident de faire un lien entre un MP et sa source d'émission. Ceci est d'autant plus vrai que le MP considéré est utilisé dans de nombreux produits ou pour différentes pratiques, ce qui tend à être le cas pour de plus en plus de molécules.

Pour aller plus loin : RAS

Méthodologie : A titre illustratif, on peut considérer que le milieu naturel est plutôt contaminé par :

- des EU brutes si on retrouve une plus forte proportion de composés pharmaceutiques tels que le paracétamol, l'ibuprofène, l'hydroxy-ibuprofène, l'acide salicylique, la caféine et la théophylline ;
- des EU traitées si on retrouve une plus forte proportion de composés pharmaceutiques tels que le diclofénac, l'oxazépam, le sotalol, la carbamazépine et la gabapentine ;
- des EP si on retrouve des pesticides et notamment du glyphosate en plus forte proportion que l'AMPA et si ces 2 MP sont associés à du diuron, de la carbendazime, de la terbutryne et du propiconazole.

4.2 Caractérisation biologique

Dans REGARD : nous avons effectué des bioessais *in vitro* sur les différents échantillons d'EP et EU listés dans le paragraphe 4.1. L'objectif était de faire un bilan des activités PE et DL dans le réseau d'assainissement. Cette approche a ainsi permis de caractériser les sources domestique, industrielle, hospitalière et pluviale par rapport aux activités estrogéniques, androgéniques, glucocorticoïdes, dioxin-like et HAP-like.

Préconisations : ce type d'étude est conseillée quand on souhaite connaître l'origine d'un type de MP par rapport aux effets qu'il provoque comme par exemple quand on cherche à identifier la source de composés PE. Ce sont des outils performants pour cartographier un réseau vis-à-vis de micropolluants d'intérêt (éco)toxicologique et identifier les sources de ces MP ou évaluer les performances de traitement en STEU, complémentaires de la chimie ciblée voire une alternative, en premier criblage, pour certaines familles de molécules comme les hormones.

Regrets : RAS

Pour aller plus loin : Il est possible d'appliquer la démarche EDA (expliquée dans le paragraphe 0

Hiérarchisation et priorisation des micropolluants) à certains des échantillons ayant mis en évidence une activité particulière ou intense afin d'identifier les MP responsables de cette activité.

Méthodologie : à l'instar de ce qui a été mis en œuvre dans REGARD et dans le projet Micropolis¹⁹, le diagnostic du réseau d'assainissement peut se baser à la fois sur des bioessais *in vitro* et sur des analyses chimiques pour une vision complémentaire et une approche plus globale. En combinant plusieurs tests il est possible d'évaluer toute une batterie d'effets couvrant différents types d'activités ou d'effets biologiques pour la recherche de sources de micropolluants problématiques dans le réseau de collecte des eaux usées

4.3 Diagnostic sur les pratiques

Dans REGARD : Afin de proposer *in fine* des changements de comportement adaptés, nous avons d'abord cherché à comprendre et connaître :

- les connaissances sur le cycle de l'eau et les pollutions de l'eau ; les représentations sur les micropolluants et les risques associés ;
- les pratiques des habitants de la métropole, des soignants, administratifs et agents d'entretien de l'hôpital, des administratifs, techniciens et gestionnaires des collectivités et des artisans ayant des activités pouvant impacter les eaux usées et les eaux pluviales ;
- les usages des produits contenant des MP, pour l'hygiène corporelle (ex. savon, shampoing, etc.), l'entretien de la maison ou du jardin (ex. lessive, vaisselle, ménage, jardinage, traitement des animaux domestiques, etc.), le nettoyage des locaux administratifs ou médicaux (ex. détergents, détergents-désinfectants, etc.), l'entretien des espaces public, cimetières et terrains de sport (ex. produits phytosanitaires, insecticides, anti-mousse, etc.), l'entretien des réseaux (ex. raticide en assainissement, désherbant pour les réseaux de train ou tram, etc.), l'entretien extérieur des bâtiments (ex. ravalement, désherbants, anti-mousse, etc.).

Pour cela, nous avons réalisé des entretiens, des questionnaires et un atelier participatif. Les outils employés et les personnes interrogées sont répertoriés dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable**.tableau ci-après.

Outils	Cibles
Entretiens	- Responsables d'agenda 21 des communes de la métropole - Responsables de services techniques de collectivités - Certains membres du personnel du groupe hospitalier Pellegrin du CHU de Bordeaux
Interviews	Passants dans la rue
Questionnaires en ligne (internet) ou sur papier	Grand public
Questionnaires téléphoniques	Revendeurs et artisans appliquant des produits pour le traitement des toitures ou l'entretien des façades
Atelier participatif (living lab)	Grand public Scolaires

¹⁹ [https://professionnels.afbiodiversite.fr/node/15/Résultats et actualités/livrables/Micropolluants et effluents urbains/projet Micropolis Indicateurs](https://professionnels.afbiodiversite.fr/node/15/Résultats%20et%20actualités/livrables/Micropolluants%20et%20effluents%20urbains/projet%20Micropolis%20Indicateurs)
[https://professionnels.afbiodiversite.fr/sites/default/files/2019-09/Micropolis%20Indicateurs Livrable%2004_Synthe se Octobre%202018.pdf](https://professionnels.afbiodiversite.fr/sites/default/files/2019-09/Micropolis%20Indicateurs_Livrable%2004_Synthe%20se%20Octobre%202018.pdf)

Préconisations : adapter le moyen d'enquête au public visé. Un questionnaire en ligne sur internet est plus adapté pour le grand public car il sera facilement diffusable *via* les réseaux sociaux ou les e-mails. A l'inverse, un entretien, téléphonique ou en face à face, est plus adéquat pour les professionnels car l'échange permet de mieux comprendre leur quotidien, leurs contraintes et les freins à une écologisation des pratiques. De plus, l'entretien oblige le professionnel à prendre le temps de répondre à notre enquête, contrairement à un questionnaire papier ou numérique qui pourra être laissé de côté sans réponse en raison du manque de temps. (*Remarque : les conclusions obtenues grâce au questionnaire en ligne sont transposables à d'autres territoires et il n'est par conséquent pas nécessaire de faire ce questionnaire ailleurs dans l'immédiat*). Interroger les représentations sociales, en sus des pratiques concrètes permet de replacer ces dernières dans l'univers de sens, de valeurs, de connaissances de l'individu et donc de mieux les appréhender et les comprendre pour proposer des solutions de réduction des MP qui puissent être adaptées, comprises et appropriées à ces différents acteurs. Les enquêtes sociologiques ne doivent en aucun cas transmettre un jugement de valeur sur l'enquêté et ses pratiques.

Regrets : le manque de diversité des répondants dans l'enquête en ligne. En effet, le mode de diffusion du questionnaire (mails et réseaux sociaux) a fait que les personnes contactées font généralement partie de la même sphère sociale. La diversité des catégories socio-professionnelles et du niveau d'étude des répondants n'est alors pas toujours respectée ni représentative du territoire. Pour pallier à ce biais, il est possible de passer par un panéliste.

Pour aller plus loin : on aurait aussi pu réaliser des focus-groups. Ces entretiens collectifs présentent les avantages de :

- pouvoir ressentir les émotions des participants vis-à-vis d'une question (s'ils sont plus ou moins à l'aise, ce qui les dérange dans la question, etc.), ce qui n'est pas visible avec un questionnaire en ligne ;
- voir les participants échanger entre eux, ce qui rend les réponses plus riches et permet parfois d'ouvrir le débat ;
- limiter le temps alloué à l'exercice par rapport à des entretiens individuels qui demandent un temps de réalisation puis de traitement des résultats très conséquent.

En revanche, par peur du regard des autres, en groupe, les personnes interrogées peuvent se censurer dans leurs réponses. De plus, les participants volontaires à ce style d'exercice ne sont pas toujours représentatifs de la population en général.

Méthodologie : Quel que soit le public visé par le diagnostic des pratiques et en gardant à l'esprit que l'objectif final est de trouver les freins et les leviers qui permettront de réduire voire de stopper les pratiques et usages émetteurs de micropolluants dans un milieu aquatique donné, mener une étude sociologique sérieuse peut s'avérer indispensable. Elle n'a pas forcément vocation à être d'ampleur comparable à celles menées dans REGARD mais elle doit permettre de bien connaître le cadre, l'environnement social, organisationnel, réglementaire (1) dans lequel sont présents les acteurs (2) dont les pratiques et usages de produits impactent l'environnement (3). S'agissant des acteurs, appréhender leurs connaissances, leur niveau de préoccupation environnementale, leurs motivations et capacités à agir au sein de leur périmètre (foyer, entreprise, service d'une collectivité...) est essentiel. Cela peut passer, selon le temps et le budget disponibles et selon la cible, par une enquête par questionnaire, quelques entretiens bien ciblés auprès de personnes ressources, des observations de terrain ou encore, une revue documentaire sérieuse et diversifiée. Les ressources pour accompagner ce type de démarche sont aujourd'hui nombreuses (sociologues indépendants ou en bureau d'étude ou étudiants en sciences humaines et sociales dans les universités locales) ; il faut s'y appuyer car les compétences qu'elle mobilise sont spécifiques.

5 Conseils pratiques et points d'attention

1. Le type de réseau d'assainissement

Le réseau d'assainissement peut être unitaire avec une canalisation unique servant à transporter à la fois les EU et les EP, ou séparatif avec deux canalisations, une pour les EU et une autre pour les EP. On parle de réseau mixte, quand se rejoignent en un point certains tronçons séparatifs et d'autres unitaires.

- si on cherche à caractériser les sources/l'origine des MP dans le réseau d'assainissement, il est préférable de faire les prélèvements dans le réseau séparatif de façon à pouvoir faire la part entre les micropolluants issus des EU et ceux issus des EP en effectuant des prélèvements dans chacune des deux conduites.

Dans le cas d'un réseau unitaire, les prélèvements doivent être réalisés par temps sec et au minimum 3 jours après une pluie (sous réserve qu'il n'y ait pas de rejet d'EP stockée en amont) pour caractériser les EU. Les EP ne peuvent être étudiées que si le même point est échantillonné au minimum 2 fois, une fois par temps sec et une fois par temps de pluie. Si le micropolluant provient majoritairement des EU alors, sa concentration sera diluée par temps de pluie et sera plus faible que par temps sec alors que s'il provient majoritairement des eaux pluviales, sa concentration sera plus élevée par temps de pluie.

- si on cherche à évaluer ce qui arrive au milieu naturel alors les prélèvements seront effectués à l'exutoire des réseaux, qu'ils soient séparatifs ou unitaires.

Dans les 2 cas, il faut tenir compte de la période de l'année et du niveau de la nappe (haute ou basse) qui aura une influence sur la présence plus ou moins importante d'eaux claires parasites permanentes.

2. Les matrices analysées

Selon les propriétés physico-chimiques des micropolluants recherchés et selon la charge particulière de l'échantillon (estimée via la concentration des MES), il peut être nécessaire d'analyser à la fois la phase dissoute des échantillons d'eau et la phase particulaire ou la phase totale. Pour les échantillons d'eaux usées brutes ou d'eaux pluviales très chargées en particules, il est fortement recommandé d'analyser les 2 phases : dissoute et particulaire pour les MP organiques, en particulier les hydrophobes ; et dissoute et totale pour les métaux.

3. Les différentes méthodes d'échantillonnage des eaux

Différentes méthodes sont possibles pour échantillonner les eaux urbaines. Les avantages, inconvénients et domaines d'application de chacune sont indiqués dans le tableau ci-après.

Type de prélèvement	Avantages	Inconvénients	Applications possibles et commentaires
Ponctuel	Rapide, facile à mettre en œuvre	Sous-estimer ou surestimer la pollution	Milieu naturel, STEU, EU, EP. A l'échelle d'une journée, les variations étant moindre dans le milieu naturel, un échantillonnage ponctuel peut être suffisant. En revanche, l'échantillon sera peu représentatif dans le réseau et en STEU. A l'échelle de plusieurs jours, semaines ou mois, l'échantillon ponctuel sera peu représentatif même dans le milieu naturel en fonction des conditions météorologiques.

Type de prélèvement	Avantages	Inconvénients	Applications possibles et commentaires
Moyenné asservi - au temps - au débit - à la hauteur d'eau - à la présence d'eau	L'échantillon collecté est plus représentatif	Nécessite un préleveur automatique et un capteur pour asservir le préleveur (capteur de surverse, de hauteur d'eau ou débitmètre). Le préleveur et le capteur doivent être étalonnés et correctement entretenus.	- asservi au temps : milieu naturel et STEU car nécessite la présence d'eau en continue - asservi au débit : STEU, EU et EP. Plus compliqué à mettre en œuvre dans les petits réseaux car la mesure de débit n'est pas toujours fiable ou possible. Difficile pour les EP car nécessite de connaître à l'avance l'heure de début de la pluie, le temps de trajet pour que l'eau ruisselle jusqu'au point de prélèvement et la quantité de pluie prévue. - asservi à la hauteur d'eau : EP - asservi à la présence d'eau : EU et EP comme alternative à l'asservissement au débit pour les petites canalisations
Haute fréquence - pollutogramme - sur 24h - sur un mois	Caractérisation plus fine d'un événement ou de mettre en évidence des variations temporelles	Multiplie le nombre d'échantillons à traiter	Pollutogramme : EP sur 24h : EU, STEU sur un mois : milieu naturel
Echantillonneurs intégratifs - POCIS ²⁰ - mini-POCIS - SPMD ²¹ - DGT ²² - CFIS ²³	Donne la concentration moyenne sur la durée d'exposition et lisse les variations. Permet de concentrer les MP. Facile à mettre en œuvre.	Calibration nécessaire des outils pour chaque MP, si besoin de remonter à une concentration dans l'eau et selon les conditions d'exposition (débits, salinité, turbidité) + dans le réseau, problème d'encombrement et d'immersion des triplicats	POCIS et mini-POCIS : pour les MP organiques hydrophiles (ex. pesticides, pharmaceutiques) SPMD : MP organiques hydrophobes (ex. HAP, PCB) DGT : métaux CFIS : alkylphénols, HAP, PCB, PBDE, OCP, COV, pesticides Dans le milieu naturel les temps d'exposition des outils varient de 10 à 20 jours et en réseau d'assainissement de 3 à 7 jours.

4. Contrôles qualité des analyses

Pour réaliser des analyses chimiques ou biologiques en lien avec les micropolluants il est nécessaire de respecter certaines précautions sans lesquelles les résultats peuvent être faux ou inexploitable. Il s'agit :

- de faire des blancs de prélèvements et des blancs de manipulation en parallèle des étapes d'échantillonnage et d'analyse afin de vérifier qu'il n'y a pas eu de contamination de l'échantillon par les manipulations (éviter les faux-positifs et la contamination croisée) ;

²⁰ Polar Polar Organic Chemicals Integrative Sampler

²¹ Semi-Permeable Membrane Device

²² Diffusive Gradients in Thin films

²³ Continuous Flow Integrative Sampler

- d'analyser des matrices certifiées ou des échantillons dont la teneur en micropolluants est connue afin de vérifier qu'il n'y a pas de pertes des contaminants liées aux manipulations (éviter les faux-négatifs) ;
- d'utiliser du matériel adapté (flacons en verre ou en plastiques, tuyaux téflon, etc.) et nettoyé selon des procédures rigoureuses ;
- de conserver les échantillons au frais dans des glacières avec des blocs eutectiques (pains de glace) durant toute la durée du transport (entre le point de prélèvement et le laboratoire d'analyse) ;
- de conserver correctement les échantillons entre le moment où ils sont réceptionnés au laboratoire et le moment où ils sont analysés. Pour les métaux : prétraiter les échantillons d'eau (filtration, acidification) dans les 24 heures après prélèvement, puis les analyser ou les conserver au réfrigérateur. Pour les micropolluants organiques : prétraiter les échantillons (filtration) ou les placer au congélateur dans les 24 heures après prélèvement. Les échantillons de boues ou de sédiments doivent être conservés au congélateur avant lyophilisation.

5. Choix des laboratoires d'analyses

Selon l'objectif de l'étude, le choix des laboratoires réalisant les analyses biologiques et chimiques est un point crucial. Il est possible de travailler avec des laboratoires de recherche type laboratoires universitaires, unités mixtes de recherche Université-CNRS (ex. UMR EPOC, UMR ISA) ou EPST²⁴/EPIC²⁵ (ex. INERIS, Irstea) ou avec des laboratoires publics ou privés réalisant des prestations de service (ex. laboratoires départementaux, Eurofins, Carso).

Les avantages à travailler avec des laboratoires de recherche sont :

- la qualité des analyses,
- la fiabilité des résultats fournis,
- la possibilité de discuter et d'échanger autour des résultats et conclusions,
- la possibilité de faire vérifier les résultats et même, de refaire des analyses si les résultats sont surprenants.

Les avantages à travailler avec des laboratoires prestataires de services sont :

- l'accréditation COFRAC qui peut être demandée par la réglementation,
- la possibilité de réaliser également les prélèvements,
- des délais courts pour la livraison des résultats.

Dans tous les cas, nous préconisons de faire valider le cahier des charges suivant avant de faire réaliser des prélèvements ou des analyses par n'importe quel laboratoire :

- réalisation de blancs en parallèle des prélèvements et de chaque série d'analyse d'échantillons ;
- analyse de matrices certifiées ou ayant une contamination connue en parallèle de chaque série d'analyse d'échantillon ;
- présenter des limites de quantification (LQ) compatibles avec les niveaux de contamination attendus et au minimum $LQ < NQE/PNEC$. Pour cela se référer à l' « Avis relatif aux limites de quantification des couples « paramètre-matrice » de l'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques » paru au Journal Officiel de la République Française le 21 août 2019. Ce critère est particulièrement important pour les échantillons du milieu naturel où les concentrations sont théoriquement faibles ;
- vérifier l'adéquation du matériel utilisé avec les matrices et MP recherchés.

²⁴ Etablissement Public Scientifique et Technique

²⁵ Etablissement Public à caractère Industriel et Commercial

Conclusion

Ce livrable présente tout ce qui a été réalisé dans REGARD pour le diagnostic de la contamination des eaux urbaines par les micropolluants. Il apporte un retour d'expérience sur ce qui a été fait afin que d'autres collectivités qui souhaiteraient réaliser un diagnostic de leur territoire ne reproduisent pas les mêmes erreurs ou à l'inverse, mettent en œuvre directement les actions qui donnent des résultats satisfaisants. Ce livrable apporte aussi des pistes pour en faire plus et aller plus loin ainsi que des conseils sur les aspects pratiques pour une bonne réussite globale du diagnostic.

Toutes les actions entreprises dans REGARD ne sont pas indispensables à la réalisation d'un diagnostic. Le graphique ci-après propose différents niveaux de diagnostic, du plus simple (et moins onéreux) à mettre en œuvre au plus complexe. Il est évident que le niveau d'information apporté par ces différents diagnostics n'est pas le même, néanmoins toutes les collectivités n'ont pas besoin de mettre en œuvre la totalité des outils pour se faire une idée sur le niveau de contamination de leurs eaux urbaines. De plus, certains résultats obtenus grâce à REGARD, comme ceux de l'enquête populationnelle sur internet concernant le grand public ou ceux de l'étude sociologique menée au CHU de Bordeaux, sont extrapolables à l'ensemble de la métropole française ou à la majorité des structures hospitalières en France pendant les 2-3 prochaines années au minimum (sauf dans le cas où une crise majeure ou une réglementation contraignante viendraient bousculer fortement le cadre dans lequel se situent les pratiques à étudier). Il n'est donc pas nécessaire de refaire cette enquête dans l'immédiat.

Enfin, le diagnostic a permis d'identifier des leviers d'action de réduction à appliquer pour réduire les rejets de micropolluants. La mise en œuvre de certains de ces leviers d'action et le retour d'expérience sur cette mise en œuvre sont présentés dans le livrable « synthèse finale, retour d'expérience des différentes solutions et stratégies de réduction à adopter ».

+ simple

+ complet

<p>analyses chimiques</p> <p>quelques MP ciblés</p> <p>phase dissoute des échantillons d'eau</p> <p>milieu naturel : - si cours d'eau : 1 point d'échantillonnage en amont du territoire et 1 autre en aval + 1 point en amont et 1 autre en aval de chaque point de rejets du réseau d'assainissement - si lac ou mer : 1 point d'échantillonnage au centre ou le plus éloigné possible des points de rejet et 1 ou 3 points en face des points de rejet du réseau d'assainissement.</p> <p>identification des MP problématiques basée sur dépassement des NQE</p> <p>analyses des MP au niveau des points de rejet : STEU, DO et exutoires pluviaux</p>	<p>analyses chimiques</p> <p>nombreux MP ciblés dont métabolites et produits de transformation</p> <p>phase dissoute et particulière ou total des échantillons d'eau</p> <p>milieu naturel : idem</p> <p>priorisation des MP problématiques avec la méthode du CEP</p> <p>analyses des MP au niveau des points de rejets (STEU, DO et exutoires pluviaux) et dans le réseau (entrée/sortie STEU), EU domestiques, centres de soin, industrielles, artisanales et EP strictes</p>	<p>analyses chimiques et biologiques <i>in vitro</i></p> <p>nombreux MP ciblés dont métabolites et produits de transformation + bioessais PE et DL</p> <p>phase dissoute et particulière ou total des échantillons d'eau</p> <p>milieu naturel : idem</p> <p>priorisation des MP problématiques avec la méthode du CEP</p> <p>analyses des MP au niveau des points de rejets (STEU, DO et exutoires pluviaux) et dans le réseau (entrée/sortie STEU), EU domestiques, centres de soin, industrielles, artisanales et EP strictes + bioessais PE et DL dans tous ces échantillons</p>	<p>analyses chimiques et biologiques <i>in vitro</i> et <i>in vivo</i></p> <p>nombreux MP ciblés dont métabolites et produits de transformation + bioessais PE et DL + bioessais <i>in vivo</i></p> <p>phase dissoute et particulière ou total des échantillons d'eau</p> <p>milieu naturel : idem + exposition d'organismes vivants au niveau des points d'échantillonnage</p> <p>priorisation des MP problématiques avec la démarche EDA</p> <p>analyses des MP au niveau des points de rejets (STEU, DO et exutoires pluviaux) et dans le réseau (entrée/sortie STEU), EU domestiques, centres de soin, industrielles, artisanales et EP strictes + bioessais PE et DL dans tous ces échantillons</p>	<p>analyses chimiques et biologiques <i>in vitro</i> et <i>in vivo</i> et analyses sociales</p> <p>nombreux MP ciblés dont métabolites et produits de transformation + bioessais PE et DL + bioessais <i>in vivo</i></p> <p>phase dissoute et particulière ou total des échantillons d'eau</p> <p>milieu naturel : idem + exposition d'organismes vivants au niveau des points d'échantillonnage</p> <p>priorisation des MP problématiques avec la démarche EDA</p> <p>analyses des MP au niveau des points de rejets (STEU, DO et exutoires pluviaux) et dans le réseau (entrée/sortie STEU), EU domestiques, centres de soin, industrielles, artisanales et EP strictes + bioessais PE et DL dans tous ces échantillons + entretiens avec les professionnels, questionnaires ou focus groupe avec le grand public</p>
---	--	--	--	---

Figure 1 Les éléments à incorporer pour la réalisation d'un diagnostic territorial du plus simple au plus élaboré.

