

# Analyse & Environnement : air, eaux, sols, co-produits

30 et 31 mai 2022 - Villeurbanne

Journées Recherche & Industrie

Résumés des communications

# Programme

30 mai 2022

09h30 Mot de bienvenue et présentation des journées - Nicole JAFFREZIC, ISA

Modérateur : Bernard NEFF, SCF

10h00 [Évaluation des performances métrologiques de capteurs et analyseurs en ligne : exemple pour la mesure du chlore libre en eau potable](#) - Nathalie GUIGUES, Laboratoire National de Métrologie et d'Essais

10h35 [Présences & impacts des perturbateurs endocriniens dans l'environnement : comment les rechercher pour mieux les éliminer ?](#) - Thomas RICOUR, NIR Industry & PERTURBATEUR ENDOCRINIEN

11h10 [Vers un nouveau paradigme en métrologie environnementale : projet Cheap'Eau](#) - Philippe NAMOUR, RiverLy (INRAE Lyon-Villeurbanne Auvergne-Rhône-Alpes)

11h35 Pause

11h55 [Dispositif portable de quantification de polluants inorganiques \(ions et métaux lourds\) dans l'eau](#) - Fleur MARIE-SAINT-GERMAIN, OLISENS

12h05 [Développement d'un algorithme de prélèvement optimisé pour le suivi haute fréquence des masses d'eau](#) - Jérémy MOUGIN Laboratoire de Spectroscopie pour les Interactions, la Réactivité et l'Environnement (CNRS/Université de Lille)

12h30 Buffet déjeunatoire

Modératrice : Florence LAGARDE, SCF Rhône-Alpes

14h00 [Étude des interactions des micropolluants organiques à l'interface eau-sédiment par électrophorèse capillaire : nouvelle approche](#) - Marie Christine MOREL, CNAM & Institut des Géosciences de l'Environnement (CNRS / Université Grenoble Alpes / Grenoble INP

14h25 [Projet NEO - Système de quantification/détection biologique adapté à l'analyse bactériologique des eaux de surface et monté sur un drone aquatique de prélèvement d'eau](#) - Hippolyte DURAND, CEA-LETI

14h50 [Development of an aptamer-based assay for the detection of E. coli by Surface Plasmon Resonance](#) - Cristina-Virginia GOLOBCIUC, Université de Bucarest / Institut des Sciences Analytiques (CNRS/UCBL Lyon1)

15h00 Pause

Modérateur : Christophe PIJOLAT, CMC2

15h20 [Microsystèmes pour le suivi de la qualité de l'air](#) - Khalifa AGUIR, Institut Matériaux Microélectronique Nanoscience de Provence (CNRS / Aix-Marseille Université / Université de Toulon)

15h55 [Développement de capteurs résistifs à base de graphène décoré de nanoparticules métalliques pour la détection de polluants gazeux soufrés](#) - Éliisa RUIZ, Institut Pascal (Université Clermont Auvergne / CNRS)

16h20 [Quantifier les Composés Organiques Volatils à l'aide d'un détecteur nanogravimétrique](#) - Michel RACHKIDI, APIX Analytics

16h30 [Metal-Organic Frameworks - spin crossover complexes hybrid architectures for volatile organic compounds sensing](#) - Antoine TISSOT, Institut des Matériaux Poreux (CNRS / ENS / ESPCI / PSL)

16h55 Mot de conclusion de la journée - Nicole JAFFREZIC ISA

## 31 mai 2022

09h00 Accueil des participant-e-s en présentiel

Modérateur : Jean-Paul VIRICELLE, CMC2

09h30 [Étude de l'impact des VMS \(Volatil methyl siloxane\) sur les traitements des COV par photocatalyse hétérogène](#) - Jean-Marc CHOVELON, IRCELYON (CNRS/UCBL Lyon1)

09h55 [Développement d'un dispositif métrologique pour la mesure du dépôt d'aérosols dans un local lors d'un incendie](#) - Riadh LAKMI, Laboratoire Georges Friedel (CNRS/École des Mines Saint-Etienne)

10h20 [Ultra-Highly sensitive NO2 gas microsensor for environmental monitoring or mapping urban air quality](#) - GUEYE Thiaka, Institut Pascal (Université Clermont Auvergne / CNRS)

10h45 Classification des rejets gazeux issus de produits industriels - Manis GHEGHIANI, Axel'One

11h10 Pause

Modérateur : Franck BACO-ANTONIALI, CMC2

11h30 L'usage de micro-capteurs comme outil de dialogue - Yoann LONG -ELLONA

11h40 [Développement d'un couplage interface-laser ICOS pour la mesure 13C du CO2 dans l'air. Mise en application sur le suivi de dégradation de polymères super-absorbants \(SAP\) issus de couches culottes, après compostage](#) - Patrick JAME, Institut des Sciences Analytiques (CNRS/UCBL Lyon1)

12h05 [La spectrométrie de plasma produit par laser \(LIBS\) pour évaluer le risque environnemental des zones de décharge et de recyclage des DEEE : cas de Dakar - Sénégal](#) – Nicole GILON, Institut des Sciences Analytiques (CNRS/UCBL Lyon1)

12h30 Buffet déjeunatoire

Modératrice : Emmanuelle VULLIET, ISA

14h00 [Résidus de médicament vétérinaires et urbains dans des eaux de rivière soumise à de fortes crues](#) - Lorenzo SPADINI, Institut des Géosciences de l'Environnement (CNRS / Université Grenoble Alpes / Grenoble INP / IRD)

14h35 [Développement d'outils basés sur des méthodes à haut-débit \(métabolomique, metabarcoding\) afin d'évaluer le devenir et l'impact environnemental de biopesticides dans les sols/sédiments](#) - Marie-Virginie SALVIA, Centre de Recherches Insulaires et Observatoire de l'Environnement (CNRS / EPHE / UPVD)

15h00 [Le devenir du phosphore provenant des eaux usées traitées dans les zones de rejet végétalisées à base de sol](#) - Ania MORVANNOU, REVERSAL (INRAE Lyon-Villeurbanne Auvergne-Rhône-Alpes)

15h25 [Caractérisation de micropolluants dans l'environnement : évolution des défis et des stratégies analytiques](#) - Emmanuelle VULLIET, Institut des Sciences Analytiques (CNRS/UCBL Lyon1)

15h50 Mot de clôture du colloque – Nicole JAFFREZIC, ISA

## Évaluation des performances métrologiques de capteurs et analyseurs en ligne : exemple pour la mesure du chlore libre en eau potable

par Nathalie GUIGUES, Laboratoire National de Métrologie et d'Essais - [nathalie.guigues@lne.fr](mailto:nathalie.guigues@lne.fr)

**Auteur-e-s** : GUIGUES Nathalie (LNE), CHABROL Julien (E-Fluence), LAVAUD Pierre (Endress, Hauser), LAVAUD Pierre (Endress, Hauser), LAVAUD Pierre (Endress, Hauser), MAGAR Jérémie (Veolia Environnement Recherche & Innovation), LALERE Béatrice (LNE)

### Résumé

L'évaluation des performances métrologiques de capteurs et analyseurs en ligne est une étape essentielle pour répondre aux besoins des utilisateurs finaux. En effet, connaître les performances des capteurs et des analyseurs permet, d'une part, à l'utilisateur final de faire un meilleur choix lors de la sélection d'un capteur adaptée à son usage et, d'autre part, au fabricant de les promouvoir avec des performances revendiquées qui ont été vérifiées.

Plusieurs études et essais ont été engagés depuis plus de 15 ans sur l'évaluation des performances et la validation des méthodes alternatives de surveillance de l'eau, dans des programmes de recherche, ou des programmes de vérification des technologies environnementales (par exemple US EPA ETV), ou des programmes dédiés à des applications (par exemple Alliance for Coastal Technologies dans les eaux estuariennes et marines) ou par le biais de systèmes de certification (par exemple UK MCERT).

L'objectif principal de la norme NF EN 17075 est d'harmoniser au niveau national et européen des protocoles pour évaluer les performances des capteurs et analyseurs, en conditions contrôlées et en conditions réelles.

Un exemple de la mise en œuvre de cette norme NF EN 17075 pour évaluer les performances de 8 analyseurs en ligne de mesure du chlore libre en eau potable est présenté.

A cet effet, un banc d'essai en laboratoire a été développé au LNE et utilisé pour estimer dans des conditions contrôlées les performances (répétabilité, biais, écart de linéarité et limite de quantification) et l'influence de facteurs tels que pH et température de 8 analyseurs de chlore libre en eau potable. Les incertitudes de mesure élargies ( $k = 2$ ) calculées à partir de ces performances variaient de 6 % à 38 % pour les différents analyseurs.

Ensuite, un essai sur le terrain de 7 mois a été mené pour évaluer les performances dans des conditions réelles. Le percentile 90 a été calculé à partir de 56 différences relatives (en valeur absolue) entre les concentrations de chlore mesurée par l'analyseur en ligne et la valeur de référence obtenue par une méthode colorimétrique avec un spectrophotomètre portable. Les percentiles 90 se situent entre 10 et 19 % pour tous les analyseurs.

## **Présences & impacts des perturbateurs endocriniens dans l'environnement : comment les rechercher pour mieux les éliminer ?**

Par Thomas RICOUR, NIR Industry & PERTURBATEUR ENDOCRINIEN - [ricour@nir-industry.com](mailto:ricour@nir-industry.com)

**Auteur :** Thomas RICOUR, NIR Industry & PERTURBATEUR ENDOCRINIEN

### **Résumé**

Les perturbateurs endocriniens, représentent une problématique sanitaire majeure et actuelle vis-à-vis de la santé humaine mais également de la biodiversité.

Selon l'OMS, les perturbateurs endocriniens sont des substances chimiques d'origine naturelle ou artificielle étrangères à l'organisme qui peuvent interférer avec le fonctionnement du système endocrinien et induire ainsi des effets délétères sur cet organisme ou sur ses descendants »

Ils sont potentiellement présents partout : Dans les sols, les eaux, le milieu marin, mais également dans tous les produits du quotidien comme les aliments, les cosmétiques, les vêtements...

Nous allons vous présenter les stratégies & outils analytiques pour les identifier dans le but de les éliminer durablement.

## **Vers un nouveau paradigme en métrologie environnementale : projet Cheap'Eau**

Par Philippe NAMOUR, RiverLy (INRAE Lyon-Villeurbanne Auvergne-Rhône-Alpes) - [philippe.namour@inrae.fr](mailto:philippe.namour@inrae.fr)

**Auteur-e-s** : NAVRATIL Oldrich (Université Lumière Lyon 2), CHERQUI Frédéric (DEEP UCBL/INSA Lyon), NAMOUR Philippe (RiverLy INRAE Lyon-Villeurbanne Auvergne-Rhône-Alpes)

### **Résumé**

La surveillance de la quantité et de la qualité de l'eau est un enjeu majeur en termes de sécurité sanitaire, de bien-être des citoyens et de protection contre les risques liés à l'eau. Il en résulte une préoccupation croissante des communautés et de leurs institutions pour un environnement plus sain et plus sûr, stimuler une forte demande de systèmes intelligents de surveillance de l'eau, en particulier dans les contextes urbains où l'entretien d'infrastructures vieillissantes devient de plus en plus crucial. Aujourd'hui, les gestionnaires de l'eau manquent des informations pertinentes nécessaires.

En effet, les programmes de surveillance actuels (prélèvements ponctuels et des analyses en laboratoire) n'intègrent pas l'hétérogénéité spatiale et temporelle des masses d'eau, ni la dynamique des processus physico-chimiques et biologiques à l'œuvre. Ils donnent donc toujours une image trop globale et imprécise de l'état des masses d'eau et de leur variabilité. Une surveillance précise exige le développement d'une nouvelle métrologie environnementale capable de mesurer à des échelles d'espace et de temps adaptées au milieu surveillé. Elle doit permettre de :

- 1) densifier les points de mesures afin d'intégrer la structuration du milieu
- 2) mesurer en continu afin d'intégrer la dynamique du milieu
- 3) maîtriser la chaîne de mesure et la fiabilité des données
- 4) alerter de situations singulières (seuils)
- 5) partager les données avec les parties prenantes

Enfin ce nouveau système doit être ouvert et facile à adapter afin d'offrir une maîtrise de la chaîne de mesure et de garantir la valeur de la donnée.

Le projet Cheap 'Eau propose de changer de paradigme métrologique en développant des capteurs à bas-couts unitaires, facilement multipliables afin de balayer largement le domaine observé (détecter les moments et points actifs transitoires), et en concentrant l'investissement sur le traitement de données (capteurs virtuels), l'injection de données orthogonales (ex. IoT, data mining) et de l'expérience acquise (ex. réseaux de neurones, machine Learning).

## **Dispositif portable de quantification de polluants inorganiques (ions et métaux lourds) dans l'eau**

Par Fleur MARIE-SAINT-GERMAIN, OLISENS - [contact@olisens.com](mailto:contact@olisens.com)

**Auteur-e-s** : MARIE-SAINT-GERMAIN Fleur (OLISENS), OLIINYK Bohdan (OLISENS / UCBL), LEGAL Marc (OLISENS)

### **Résumé**

Afin de permettre aux opérateurs en charge du contrôle de la qualité de l'eau, qu'il s'agisse d'eau à destination de consommation humaine ou d'eau de procédé industriel, de pouvoir poser immédiatement un premier diagnostic sur les teneurs en ions (nitrate, chlorure, ammonium..) et en métaux lourds (plomb, cadmium, cuivre, nickel, mercure, zinc), OliSens, en collaboration avec l'Institut des Sciences Analytiques, développe des dispositifs de mesure portables permettant de réaliser des mesures en quelques minutes avec des limites de quantification de l'ordre du mg/L pour les ions et du µg/L pour les métaux.

OliSens se propose de présenter les différents dispositifs actuellement en cours de qualification.

## **Développement d'un algorithme de prélèvement optimisé pour le suivi haute fréquence des masses d'eau**

Par Jérémy MOUGIN Laboratoire de Spectroscopie pour les Interactions, la Réactivité et l'Environnement (CNRS/Université de Lille) - [jeremy.mougin@univ-lille.fr](mailto:jeremy.mougin@univ-lille.fr)

**Auteur-e-s :** MOUGIN Jérémy (LASIRE CNRS/Université de Lille), SUPERVILLE Pierre-jean (LASIRE CNRS/Université de Lille), BILLON Gabriel (LASIRE CNRS/Université de Lille)

### **Résumé**

L'une des principales difficultés des études environnementales porte sur la multiplicité des phénomènes pouvant s'y produire. Ces derniers sont à la fois difficiles à énumérer et à localiser, dans le temps comme dans l'espace. Cette problématique est d'autant plus importante dans le cadre des milieux aquatiques continentaux, caractérisés par leurs facultés à évoluer rapidement. Il apparaît alors nécessaire de mettre en place une stratégie de suivi adaptée à ces systèmes.

Dans le cadre d'une étude portant sur la matière organique dissoute au sein d'une rivière des Haut-de-France (La Marque), une méthodologie de suivi innovante a été mise en place, du terrain au laboratoire. Elle s'appuie sur deux axes principaux : 1) des mesures en ligne haute-fréquence (HF) ; 2) la réalisation automatique de prélèvements optimisés en fonction des variations du système étudié.

Les mesures HF sont effectuées au sein d'un Laboratoire Mobile (LM), entièrement conçu pour effectuer en autonomie des mesures en ligne. Ce LM permet de suivre plusieurs paramètres physico-chimiques avec une résolution temporelle de 10 minutes. L'atout majeur de ce dispositif est d'obtenir un suivi temporel détaillé de ces différents paramètres, y compris lors d'évènements de courtes durées.

Malheureusement, il reste opérationnellement difficile de déployer sur le terrain l'ensemble des analyses fines pouvant être effectuées en laboratoire. La réalisation de prélèvement d'eau est alors nécessaire. Cependant, la représentativité du milieu par le biais de ces prélèvements est fortement dépendante du moment où ils sont réalisés. Il est d'autant plus difficile d'obtenir des échantillons sur des évènements ponctuels, a fortiori ceux non prévisibles.

Ici, les prélèvements sont réalisés de manière automatique en fonction des variations physico-chimiques observées dans le milieu par le biais des mesures HF. Un algorithme de décision teste, lors de chaque mesure, la pertinence d'effectuer un prélèvement. Ce système se propose d'améliorer la représentativité des différents phénomènes observables dans le milieu, mais également de diminuer le nombre total d'échantillons réalisés, et donc le coût de ce type de suivi.

Cette méthodologie a été appliquée pendant plusieurs mois sur la Marque et a permis d'observer différents phénomènes propres à ce système. Les prélèvements effectués permettent alors une analyse plus poussée et une description plus fine de ces phénomènes et de leurs impacts.

## Étude des interactions des micropolluants organiques à l'interface eau-sédiment par électrophorèse capillaire : nouvelle approche

Par Marie-Christine MOREL, CNAM & Institut des Géosciences de l'Environnement (CNRS / Université Grenoble Alpes / Grenoble INP / IRD - [marie-christine.morel@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:marie-christine.morel@univ-grenoble-alpes.fr))

**Auteur-e-s :** VOIRON Céline (IGE CNRS / Université Grenoble Alpes / Grenoble INP / IRD), RIJAL Jeewan Babu (IPHC CNRS / Université de Strasbourg), MOREL Marie-Christine (CNAM EPN7 Paris & IGE CNRS / Université Grenoble Alpes / Grenoble INP / IRD)

### Résumé

Les Avermectines (AVM) sont une classe de lactones macrocycliques à 16 chaînons. Elles sont produites comme métabolites secondaires par *Streptomyces avermitilis*, une bactérie gram-positif isolée du sol et sont utilisées comme agents antiparasitaires en médecine vétérinaire et aussi en médecine humaine. L'analyse quantitative des Avermectines est le plus souvent réalisée par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) avec un détecteur de fluorescence moléculaire après une étape de dérivation des molécules. Cette méthode est sensible et s'approche des seuils de détection de la LC-MS ce qui en fait un atout certain, en raison de son coût d'utilisation plus faible. De nombreuses méthodologies ont été publiées pour l'analyse de différentes molécules appartenant à la famille des AVMs (Doramectine (DORA), Abamectine (ABA), Eprinomectine (EPN), Ivermectine (IVM)), mais celles-ci sont principalement applicables à des études biologiques et peu d'articles sont publiés pour l'application en géochimie environnementale.

Les méthodes utilisées sont limitées à de petites quantités d'échantillons car la stabilité des produits dérivés est de 10 heures, ce qui ne permet pas, par exemple, de lancer de longues séries d'analyses, comme on peut en avoir lors d'études d'interaction de ses composés dans les sols. Afin d'augmenter la stabilité du produit dérivé, des étapes de chauffage longues sont proposées et ces méthodes présentent des CV proches de 10% pour certaines molécules.

Dans ce travail, nous avons cherché à améliorer ces différents points pour limiter au maximum le nombre d'étapes, pour réaliser des analyses en continu de plus de 24 heures et améliorer le CV. Un protocole simple d'analyse de routine à faible coût, en utilisant moins de consommables et de solvant toxiques, a été développé pour extraire les AVMs d'échantillons d'eau et de sol. La limite de détection (LOD), la limite de quantification (LOQ) et le pourcentage de récupération ont été déterminés à partir d'échantillons d'eau de surface. La LOD a été déterminée comme allant de 0,02 µg/L (IVM) à 0,15 µg/L (EPN) et le taux de récupération avoisine les 96 %. La méthode a été validée par la méthode du profil d'exactitude et a été appliquée à l'analyse d'échantillons issus d'une étude de ruissellement d'eau ayant percolé à travers un sol préalablement traité avec du fumier contenant de l'Ivermectine.

## **Projet NEO - Système de quantification/détection biologique adapté à l'analyse bactériologique des eaux de surface et monté sur un drone aquatique de prélèvement d'eau**

Par Hippolyte DURAND, CEA-LETI - [hippolyte.durand@gmail.com](mailto:hippolyte.durand@gmail.com)

**Auteur-e-s** : DURAND Hippolyte (CEA Leti), EYVRARD Doriane (CEA Leti), FONTELAYE Caroline (CEA Leti), NONGLATON Guillaume (CEA Leti), PARENT Charlotte (CEA Leti), AGACHE VINCENT (CEA Leti), LAPLATINE Loïc (CEA Leti), REINHARDT Alexandre (CEA Leti), VERAS Caique (CEA Leti), ALAVA Thomas (CEA Leti)

### **Résumé**

Le projet Carnot NEO vise dans les prochaines années à concevoir, assembler et tester sur le terrain, un prototype de système de détection et de quantification bactériologique pour la surveillance des eaux de baignade selon la norme européenne. Par rapport aux tentatives précédentes pour produire un tel outil, le prototype NEO vise à augmenter la fiabilité du résultat, principal verrou à l'utilisation de tels systèmes sur le terrain par les acteurs concernés. L'idée proposée est de rendre possible l'identification et la quantification bactérienne sur le terrain avec un temps de réponse inférieur à quelques dizaines de minutes.

L'approche innovante du projet Carnot NEO réside en trois points :

1. **Qualité d'identification** : Une stratégie unique de bio-détection sera mise en place au sein du système proposé. Quatre capteurs aux principes physiques de mesure différents et interagissant avec la cible recherchée de façon différente seront utilisés simultanément sur le même échantillon afin de fournir quatre mesures distinctes de la cible biologique recherchée. Un résultat global sera construit sur la fusion de données de ces différents capteurs bactériologiques LETI et cette approche multi-capteurs rendra la survenue de faux positifs/négatifs détectables et le résultat s'en retrouvera fiabilisé.
2. **Sensibilité d'identification** : En amont des briques capteurs, une unité de pré-concentration des cibles bactériennes sera installée. Cette brique permettrait d'augmenter artificiellement la concentration en cibles bactériennes. Cette augmentation de la concentration assurerait que les concentrations bactériennes les plus faibles seraient détectables par l'ensemble des briques capteurs.
3. **Confrontation aux matrices de terrain** : Chacune des briques capteurs reposera sur une fonctionnalisation biologique qui sera unique dans le cadre de ce projet. Celle-ci sera ensuite systématiquement testée sur les échantillons de terrain prélevés à différents moments de la saison estivale sur les différents sites test retenus.

Après la présentation des objectifs du projet NEO, des briques technologiques associées et des challenges à relever au cours de ce projet initié récemment, les premiers résultats d'élaboration de la fonctionnalisation biologique seront présentés.

## **Development of an aptamer-based assay for the detection of *E. coli* by Surface Plasmon Resonance**

par Cristina-Virginia GOLOBCIUC, Université de Bucarest / Institut des Sciences Analytiques (CNRS/UCBL Lyon1) - [cristina.golobciuc@drd.unibuc.ro](mailto:cristina.golobciuc@drd.unibuc.ro)

**Auteur-e-s** : DURAND Hippolyte (CEA Leti), EYVRARD Doriane (CEA Leti), FONTELAYE Caroline (CEA Leti), NONGLATON Guillaume (CEA Leti), PARENT Charlotte (CEA Leti), AGACHE VINCENT (CEA Leti), LAPLATINE Loïc (CEA Leti), REINHARDT Alexandre (CEA Leti), VERAS Caique (CEA Leti), ALAVA Thomas (CEA Leti)

### **Résumé**

A worldwide problem found in food and beverage are pathogenic bacteria which can affect the health of humans and animals. Among this, *Escherichia coli* (*E. coli*) is a frequent bacteria found especially in water that have been contaminated with feces from infected animals. *E. coli* is a gram-negative bacteria, with a rod-shaped structure and it can cause different illnesses such as severe diarrhea, stomach cramps and vomiting.

Different methods are used to detect and identify *E. coli* (such as cell culture, PCR (polymerase chain reaction), DNA/RNA hybridization on microarrays, ELISA (enzyme-linked immunosorbent assay) and others), but the main problems are that these techniques either require complex steps or are time consuming.

Due to the importance of the real-time detecting of *E. coli* in food and water, herein we present an optical method based on SPR (Surface Plasmon Resonance) for measurement. For this development, a gold chip is functionalized by a specific aptamer containing 60 bases to selectively binding the bacteria. Aptamers are single-stranded oligonucleotides known for their specificity and selectivity. For optimization, a study was made to see the interaction between the *E. coli* and two different passivating agents: ethanolamine and Tris (tris(hydroxymethyl)aminomethane). Moreover, for enhancing the signal between the aptamer and the *E. coli*, it was purposed to use gold nanoparticles (AuNPs) with different modified groups (citrate, MUA - 11-mercaptoundecanoic acid and cysteamine) and to test their attachment to *E. coli*.

### **Microsystèmes pour le suivi de la qualité de l'air**

Par Khalifa AGUIR, Institut Matériaux Microélectronique Nanoscience de Provence (CNRS / Aix-Marseille Université / Université de Toulon) - [khalifa.aguir@im2np.fr](mailto:khalifa.aguir@im2np.fr)

**Auteur-e-s :** BENDAHAN Marc (IM2NP CNRS / Aix-Marseille Université / Université de Toulon), FIORIDO Tomas (IM2NP CNRS / Aix-Marseille Université / Université de Toulon), AGUIR Khalifa (IM2NP CNRS / Aix-Marseille Université / Université de Toulon)

### **Résumé**

La miniaturisation des capteurs de gaz permet de réaliser des systèmes de détection compacts, performants et à faible coût. Les matériaux sensibles utilisés dans les capteurs de gaz sont souvent sous forme de couches minces constitués de grains nanométriques. Les oxydes semi-conducteurs tels que SnO<sub>2</sub>, WO<sub>3</sub>, ZnO ou CuO font partie des matériaux les plus étudiés. L'épaisseur du film joue un rôle important dans la stabilité et la rapidité de la réponse des microcapteurs, ainsi que leur sensibilité. Il est maintenant bien admis que la taille des dispositifs joue un rôle majeur dans l'efficacité de la détection. De nombreux travaux ont été rapportés sur ces aspects. La répétabilité et la reproductibilité des mesures sont d'autres aspects cruciaux permettant de développer des microcapteurs de gaz et vapeurs fiables.

Des exemples de réponses de ces microcapteurs aux gaz liés à l'environnement et à la qualité de l'air seront abordés durant la conférence.

## Développement de capteurs résistifs à base de graphène décoré de nanoparticules métalliques pour la détection de polluants gazeux soufrés

Par Éliisa RUIZ, Institut Pascal (Université Clermont Auvergne / CNRS) - [elisa.ruiz@uca.fr](mailto:elisa.ruiz@uca.fr)

**Auteur-e-s** : RUIZ Elisa (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), GUEYE Thiaka (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), VARENNE Christelle (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), NDIAYE Amadou (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), BRUNET Jérôme (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), PAULY Alain (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS)

### Résumé

Mon sujet d'étude porte sur le développement d'un capteur résistif pour la détection du sulfure d'hydrogène (H<sub>2</sub>S). Ce gaz considéré comme toxique et mortel par inhalation à forte concentration nécessite une surveillance et un contrôle pour la sécurité et la santé en milieu industriel.

Pour réaliser ce capteur nous avons utilisé le graphène et ses dérivés comme couches sensibles. En effet le graphène est un matériau 2D très utilisé pour les applications capteurs grâce à sa grande surface spécifique et ses propriétés électroniques exceptionnelles. Cependant sa bande interdite nulle, limite son utilisation pour une application comme capteur résistif. Une solution est alors d'oxyder le graphène (GO) afin d'ouvrir et d'ajuster le gap. Ainsi, la génération de groupements oxygénés par oxydation permet de créer des sites actifs pour nos capteurs de gaz résistifs. Mais selon le niveau d'oxydation, le GO peut devenir trop résistif pour une application capteur. C'est pourquoi des processus de réduction sont utilisés pour limiter ce taux d'oxydation. Ce processus de réduction consiste à éliminer une partie des groupements contenant de l'oxygène, rendant ainsi le matériau moins résistif. Du fait des défauts et des groupements générés, l'oxyde de graphène réduit (RGO) semble être un bon candidat pour la détection de gaz.

Dans ma présentation, je vous expliquerai la préparation de l'oxyde de graphène réduit par réduction chimique de l'oxyde de graphène. Après la caractérisation de ces couches par MEB, TEM, XPS et Raman, nous discuterons de ces performances et du mécanisme de détection, du comportement du RGO et des résultats à l'exposition au H<sub>2</sub>S à température ambiante et à haute température. Lors de cette étude un comportement spécifique lié à la transition p-n pour le RGO a été mis en évidence et son origine sera discutée en détail.

Enfin je vous montrerai comment le RGO peut être décoré de nanoparticules métalliques (Au, Pt, Cu, Pd) par des voies chimiques ou physiques avant d'être déposé goutte à goutte sur des électrodes interdigitées. En créant ces interactions spécifiques avec les gaz, la décoration est un point clé je pense pour résoudre le problème de sélectivité inhérent à tous les capteurs. Je vous présenterai les premiers résultats de l'exposition au H<sub>2</sub>S de la décoration chimique du RGO avec le cuivre et de la décoration physique avec le palladium.

## Quantifier les Composés Organiques Volatils à l'aide d'un détecteur nanogravimétrique

Par Michel RACHKIDI, APIX Analytics & ISA CNRS/UCBL - [michel.rachkidi@apixanalytics.com](mailto:michel.rachkidi@apixanalytics.com)

**Auteur-e-s** : RACHKIDI Michel (APIX Analytics & ISA CNRS/UCBL), ALONSO-SOBRADO Laura (APIX Analytics), RAFFIN Guy (ISA CNRS/UCBL), COLINET Éric (APIX Analytics), RANDON Jérôme (ISA CNRS/UCBL)

### Résumé

Identifier et quantifier les composés organiques volatils (COV) est un acte essentiel dans le cadre de la surveillance de l'environnement et de la santé des personnes. Aucun capteur ne permet à ce jour d'analyser simultanément un mélange complexe de composés, et la chromatographie en phase gazeuse est nécessaire pour assurer la séparation des COV initialement en mélange dans un échantillon, avant que ces composés ne soient effectivement détectés et quantifiés. Dans un souci de miniaturisation de l'instrumentation, réduisant ainsi les consommations d'énergie et de gaz pour par exemple pouvoir réaliser des analyses en ligne, sur site ou en atmosphères explosibles (ATEX), un détecteur nano-gravimétrique (NGD) basé sur la technologie NEMS a récemment été développé [Anal. Chem. 2020, 92, 15845–15853] et couplé à une colonne capillaire de chromatographie en phase gazeuse. Le détecteur NGD est constitué une poutre résonante encastrée-encastrée (longueur 5  $\mu\text{m}$ , largeur 300 nm, épaisseur 160  $\mu\text{m}$ ) et sur lesquelles une couche d'oxyde poreux à base de silice d'une épaisseur de 180 nm a été déposée par CVD (Dépôt chimique en phase vapeur). Ainsi, en sortie de la colonne chromatographique, sous l'effet de l'adsorption d'une partie des composés sur la couche d'oxyde poreux, une variation de fréquence de résonance des poutres liée à une variation de masse des poutres peut être observée et enregistrée en tant que signal. Les caractéristiques du NGD (géométrie et matériau adsorbant) permettent des cinétiques d'échange rapide compatibles avec des analyses à grande vitesse en chromatographie en phase gazeuse, et confèrent à ce détecteur une sensibilité élevée, avec une limite de détection de l'ordre de l'attogramme (10-21 kg) adsorbé sur la poutre.

En raison du mécanisme exploité dans ce système de détection, la sensibilité du NGD vis-à-vis de chaque composé est directement reliée au coefficient de partage  $K_T$  du composé entre la phase gazeuse et le matériau adsorbant déposé sur la poutre. Nous illustrerons l'effet de la température du NGD qui est le paramètre opératoire majeur permettant de contrôler la sensibilité du détecteur. En conséquence, la limite de détection accessible est largement inférieure à celle d'un détecteur TCD. D'autre part, nous montrerons que les isothermes de réponse du détecteur vis-à-vis de chaque composé varient de façon régulière au sein d'une famille de composés (alcanes, BTEX, HAP, ...) ce qui permet un étalonnage facilité du détecteur.

## Metal-Organic Frameworks - spin crossover complexes hybrid architectures for volatile organic compounds sensing

Par Antoine TISSOT, Institut des Matériaux Poreux (CNRS / ENS / ESPCI /PSL) - [antoine.tissot@ens.psl.eu](mailto:antoine.tissot@ens.psl.eu)

**Auteur-e-s** : TISSOT Antoine (IMP CNRS / ENS / ESPCI /PSL), SHEN Yuwei (IMP CNRS / ENS / ESPCI /PSL),BOURAS Soraya (IMP CNRS / ENS / ESPCI /PSL), WOODBURN Johanna (IMP CNRS / ENS / ESPCI /PSL), MOREAU Florian (IMP CNRS / ENS / ESPCI /PSL), SERRE Christian (IMP CNRS / ENS / ESPCI /PSL)

### Résumé

Metal-organic frameworks (MOFs) are ideal materials for the modular design of complex assemblies that may be used for sensing small molecules such as volatile organic compounds. Many systems have been developed based on the modulation of the conductivity or of the emissive properties of the compounds, but their limited chemical stability often prevent them for being used in real devices [1]. An alternative for the development of materials for colorimetric sensing is to take advantage from spin-crossover (SCO) complexes, capable of switching their spin states upon external stimuli and to encapsulate them inside chemically robust MOFs.

Based on this strategy, Fe(III) spin crossover complexes have been encapsulated in MIL-100(Al) and MFU-4l, leading to materials that retain their crystallinity and a partial porosity compared to the parent MOFs. The spin state of these solids can be modulated by guest sorption such as water vapors [2] or alcohols [3], evidencing the potential of this strategy for volatile organic compounds sensing. With Zr(IV)-based mesoporous MOFs as host matrices, such as MOF-808 and MIP-206, cooperative thermal spin transition close to room temperature have been observed, opening the way for the design of a new generation of vapor sensing devices based on MOF@spin crossover complexes composites [4].

### References:

- [1] a) J. T. Hupp et al., *Chem. Rev.* 2012, 112, 1105; b) J. Li et al., *Chem. Soc. Rev.* 2014, 43, 5815.
- [2] A. Tissot et al., *Chem. Commun.* 2019, 55, 194.
- [3] F. Moreau et al., *J. Mater. Chem. C* 2020, 8, 16826.
- [4] A. Tissot et al., submitted.

## Étude de l'impact des VMS (Volatil methyl siloxane) sur les traitements des COV par photocatalyse hétérogène

par Jean-Marc CHOVELON, IRCELYON (CNRS/UCBL Lyon1) - [jean-marc.chovelon@ircelyon.univ-lyon1.fr](mailto:jean-marc.chovelon@ircelyon.univ-lyon1.fr)

**Auteur-e-s** : CHOVELON Jean-Marc (IRCELYON CNRS/UCBL Lyon1), FERRONATO Corinne (IRCELYON CNRS/UCBL Lyon1), FINE Ludovic (IRCELYON CNRS/UCBL Lyon1)

### Résumé

De nos jours, nous passons généralement plus de 80 à 90 % de notre temps dans un environnement intérieur (à la maison, au bureau, à l'école, dans un centre commercial, dans un transport en commun), où nous sommes exposés à une variété de polluants atmosphériques tels que les NOx, les composés organiques volatils (COV), les virus etc. Pour réduire l'exposition humaine à ces polluants, différentes technologies ont été mises en œuvre telles que la filtration, l'adsorption et l'oxydation photocatalytique (PCO). Alors qu'un nombre croissant de purificateurs d'air PCO sont introduits sur le marché, leur performance n'est pas toujours à la hauteur des attentes entre autres à cause d'un non dimensionnement de ces appareils par rapport aux espaces à traiter mais aussi d'un manque de connaissances sur leur efficacité à long terme due à une désactivation possible du photocatalyseur.

En effet, l'air intérieur est un mélange complexe de polluants et si certains d'entre eux sont parfaitement connus pour être transformés en CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, d'autres en revanche moins étudiés, pourraient désactiver le catalyseur.

Par exemple, alors que la littérature fait part de la présence non négligeable de VMS trouvés aussi bien dans l'air intérieur qu'extérieur et ce en raison de leur utilisation de plus en plus courante dans la vie de tous les jours, très peu d'informations sur l'impact de ces molécules sur les systèmes PCO sont mentionnées.

C'est dans ce contexte que nous présentons ce travail avec dans un premier temps la méthodologie analytique mise en place pour l'analyse des VMS pendant leur dégradation, leur adsorption sur le catalyseur, l'identification de produits de dégradation générés et leur impact à long terme sur l'efficacité du catalyseur.

## Développement d'un dispositif métrologique pour la mesure du dépôt d'aérosols dans un local lors d'un incendie

Par Riadh LAKMI, Laboratoire Georges Friedel (CNRS / École des Mines Saint-Etienne) - [riadh.lakhmi@emse.fr](mailto:riadh.lakhmi@emse.fr)

**Auteur-e-s :** KORT Amel (IRSN/PSN-RES/SCA), OUF François-Xavier (DMSI - LNE), LAKHMI Riadh (Mines Saint-Etienne, Univ Lyon, CNRS, LGF, centre SPIN), GELAIN Thomas (IRSN/PSN-RES/SCA), MALET Jeanne (IRSN/PSN-RES/SCA), BREUIL Philippe (Mines Saint-Etienne, Univ Lyon, CNRS, LGF, centre SPIN), VIRICELLE Jean-Paul (Mines Saint-Etienne, Univ Lyon, CNRS, LGF, centre SPIN)

### Résumé

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'un programme de recherche commun Orano/IRSN visant à estimer les conséquences d'un incendie sur le confinement des substances radioactives dans une installation nucléaire de base. L'objectif est de développer un dispositif multi-capteurs permettant la quantification des masses de suies déposées sur les parois d'un local lors d'un incendie. Pour ce faire, les ordres de grandeur des masses de suies déposées ont été quantifiées en fonction des emplacements de prélèvement avec une méthode ex-situ lors d'essais incendie à grande échelle.

Puis, les zones et les mécanismes prépondérants de dépôts de suies ont été identifiés à l'aide de modèles implémentés dans le code de calcul ANSYS® CFX. Ces modèles ont ensuite été utilisés pour définir les spécifications d'un capteur de suie dédié à la mesure in-situ sur les parois. Deux méthodes basées sur l'utilisation de capteurs ont ensuite été mises en œuvre pour la quantification de la masse déposée. Pour chacune d'elles, des capteurs résistifs composés d'électrodes interdigitées servent de support au dépôt des suies.

La 1<sup>ère</sup> méthode de mesure « Conductance électrique » permet un suivi indirect de la masse de suies déposée à travers l'étalonnage « conductance capteur / masse de suies déposée » (estimée à l'aide d'une méthode thermo-optique). L'étalonnage a révélé 2 régimes pour le capteur : un régime où le capteur est "aveugle", pour des faibles masses déposées (entre 0 et 2,4 µg) et un autre régime linéaire présentant une bonne sensibilité du capteur (entre 2,4 et 20 µg) (pour une surface de 12,25 mm<sup>2</sup>). Cet étalonnage a été réalisé pour deux types de suies (suies de référence issues d'une flamme de diffusion propane/air et suies produites par la combustion d'un solvant industriel). La zone linéaire s'est avérée plus restreinte pour les suies produites par le solvant industriel.

Enfin, pour la 2<sup>ème</sup> méthode, la phase de régénération du capteur résistif (combustion des suies présentes sur le capteur) est employée afin de mener à bien la quantification de la masse de particules déposées à sa surface en mesurant la concentration de CO<sub>2</sub> émis lors de cette phase. Cette seconde méthode s'avère complémentaire à la méthode « Conductance électrique » et est applicable pour des masses déposées comprises entre 16 µg et 350 µg (pour une surface de 12,25 mm<sup>2</sup>).

Ces méthodes présentent des perspectives conséquentes de futurs développements par rapport à l'application incendie.

## Ultra-Hight sensitive NO<sub>2</sub> gas microsensors for environmental monitoring or mapping urban air quality

Par Thiaka GUEYE, Institut Pascal (Université Clermont Auvergne / CNRS) - [thiaka.gueye@uca.fr](mailto:thiaka.gueye@uca.fr)

**Auteur-e-s :** GUEYE Thiaka (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), BRUHIER Hugo (Laboratoire Hubert Curien CNRS / Université Jean Monnet Saint Etienne, Institut d'optique Graduate School), RUIZ Elisa (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), VARENNE Christelle (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), NDIAYE Amadou (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), BRUNET Jérôme (Institut Pascal Université Clermont Auvergne / CNRS), JOURLIN Yves (Laboratoire Hubert Curien CNRS / Université Jean Monnet Saint Etienne, Institut d'optique Graduate School), VERRIER Isabelle (Laboratoire Hubert Curien CNRS / Université Jean Monnet Saint Etienne, Institut d'optique Graduate School),

### Résumé

Le dioxyde d'azote est l'un des polluants atmosphériques gazeux produits par des sources naturelles, des véhicules à moteur et d'autres processus de combustion de carburant. L'exposition au NO<sub>2</sub> peut nuire à la santé humaine et aux plantes, et sa présence dans la troposphère contribue à la formation et à la modification d'autres polluants atmosphériques. Les risques causés par des expositions continues à de faibles concentrations de NO<sub>2</sub> sont mal caractérisés [1]. En vue de sa toxicité pour l'homme et l'environnement, il est impératif d'assurer une surveillance continue de ce gaz dans l'atmosphère. Dans le but de réaliser une cartographie à haute résolution de la qualité de l'air dans un environnement urbain, le développement de micro-capteurs de gaz à faible coût permettant de mesurer la concentration de NO<sub>2</sub> en dessous de sa concentration critique avec une haute sensibilité est hautement nécessaire. En raison de sa réactivité particulière avec les espèces oxydantes et de son insensibilité avec les espèces réductrices, la phtalocyanine de cuivre (CuPc) est un matériau moléculaire organique qui a été largement utilisé pour la détection des polluants oxydants, notamment le NO<sub>2</sub>.

Nos recherches se sont concentrées sur l'étude de films minces de CuPc dont l'épaisseur est comprise entre 50 et 100 nm associées à la transduction optique et conductimétrique pour la surveillance de la pollution de l'air. L'intercomparaison de la sensibilité des capteurs révèle que les meilleurs résultats sont obtenus avec 100 nm d'épaisseur.

La caractérisation du capteur de gaz met en évidence un capteur de gaz NO<sub>2</sub> très sensible, répétable et reproductible avec une limite de détection très basse de 4 ppb à 60°C. Ce microcapteur peut être utilisé pour la cartographie à haute résolution de la qualité de l'air dans un environnement urbain. Il peut également être utilisé dans un système de détection précoce du NO<sub>2</sub> avant la concentration critique. Les effets de l'humidité et d'autres polluants atmosphériques interférents (H<sub>2</sub>S, SO<sub>2</sub>, O<sub>3</sub> et COVs) sur la réponse du capteur ont été étudiés. Un haut niveau de sélectivité a été atteint. Les mesures de NO<sub>2</sub> effectuées dans des atmosphères humides révèlent que la présence de vapeur d'eau augmente la réponse du capteur.

## Classification des rejets gazeux issus de produits industriels

Par Manis GHEGHIANI, Axel'One - [manis.ghoghiani@axel-one.com](mailto:manis.ghoghiani@axel-one.com)

**Auteur-e-s :** GHEGHIANI Manis (Axel'One), CAILLOL Noémie (Axel'One), THIEULIN Marie (Axel'One), THIEULIN Marie (Axel'One)

### Résumé

Les rejets gazeux, ou odeurs, générées par un produit permettent d'être un indicateur de la qualité d'un produit mais peuvent également être néfastes à l'environnement où il sont rejetés avec un impact différent selon la nature de l'espèce (par exemple : produits soufrés, amines, alcool, ...).

Afin de pouvoir maîtriser ces rejets gazeux, il est nécessaire de réaliser une analyse de la composition de l'air environnante au produit pour connaître la nature et l'intensité des différentes natures d'odeurs.

Plusieurs méthodologies existent et deux de ces méthodologies ont fait l'étude d'une comparaison pour essayer d'obtenir la solution la plus adaptée :

- L'utilisation de micro-capteurs classiques (MOS, PID entre autres) qui apportent chacun une réponse spécifique, comme c'est le cas pour l'appareil d'Ellona utilisé pour cette étude. La combinaison de ces différents micro-capteurs permet d'avoir une empreinte olfactive propre à chaque type de rejet gazeux et d'ainsi classer les rejets avec l'application d'algorithmes de traitement de données adaptés;
- L'utilisation d'un analyseur plus complexe avec de la spectroscopie optique, notamment l'analyseur de Blue Industry, permet de contenir une empreinte spectrale propre à chaque odeur qui pourront ensuite être dissociées par un traitement de données adéquat.

Ces approches ont été comparées dans le cas d'une application industrielle sur le rejet d'odeurs d'huiles et peuvent s'appliquer à d'autres sujet de la qualité d'air et donc des applications plus ciblées environnementales.

## **L'usage de micro-capteurs comme outil de dialogue**

par Yoann LONG -ELLONA - [yoann.long@ellona.io](mailto:yoann.long@ellona.io)

**Auteur-e-s** : LONG Yoann (ELLONA), SIMON Yann (ELLONA)

### **Résumé**

La fiabilité des mesures sur la qualité de l'air extérieur a été améliorée par la régulation en température de la cellule de mesure de notre système, le WT1.

En effet, l'impact de la régulation en température de la cellule de mesure des microcapteurs améliore fortement la stabilité de la ligne de base et diminue le bruit de fond.

La résultante de cette amélioration technique est une fiabilité de la mesure accrue et d'une baisse de la limite de détection et de quantification que ce soit sur des gaz spécifiques, les odeurs ou la mesure du taux de poussières.

Le WT1 peut ainsi être déployé sur les sites industriels pour mesurer les différents paramètres de la qualité de l'air.

Le WT1 devient l'outil de dialogue idéal lorsqu'il est associé à une station météo et à un modèle de dispersion.

La représentation du panache de dispersion du polluant dans l'espace aide à la compréhension des phénomènes et in fine, au dialogue entre spécialistes et non spécialistes.

## **Développement d'un couplage interface-laser ICOS pour la mesure $^{13}\text{C}$ du $\text{CO}_2$ dans l'air. Mise en application sur le suivi de dégradation de polymères super-absorbants (SAP) issus de couches culottes, après compostage**

par Patrick JAME, Institut des Sciences Analytiques (CNRS/UCBL Lyon1)

**Auteur-e-s :** JAME Patrick (ISA CNRS / CNRS), GUIRONNET Alexandre (ISA CNRS / CNRS), JOSE Catherine (ISA CNRS / CNRS), PAGES Christophe (ISA CNRS / CNRS), HUPONT Stéphane (ISA CNRS / CNRS), LEFEVRE Jean-Claude (ARAR université Lyon 2, UCBL, CNRS), OBERLIN Christine (ARAR université Lyon 2, UCBL, CNRS)

### **Résumé**

L'analyse des isotopes stables organiques ( $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^2\text{H}$ ,  $^{18}\text{O}$ ) est une technique très utilisée pour le traçage et le suivi de composés dans l'environnement. Elle est classiquement effectuée par Spectrométrie de Masse des Rapports Isotopiques (SMRI) liés à différents modules pour des analyses de gaz, de solides et de liquides.

La spectroscopie laser isotopique IRIS (Isotope Ratio Infrared Spectroscopy) est une approche pertinente pour la mesure en continu, mais elle est actuellement limitée à la mesure de teneur naturelle du  $\text{CO}_2$  (450 ppm). L'institut des Sciences Analytiques (UMR5280) et le Laboratoire du Radiocarbonate (UMR 5138) ont développés une interface baptisée « GasBox » qui, connectée au laser LGR ICOS, effectue la mesure isotopique  $^{13}\text{C}$  du  $\text{CO}_2$  à toutes les teneurs possibles et peut donc prendre en charge du  $\text{CO}_2$  issu de biodégradation ou de combustion.

Dans le cadre du projet COMPIC (AP Graine ADEME 2018-2020) qui vise à répondre aux problématiques d'éliminations des déchets issus de couches culottes, de façon raisonnable et durable, l'Institut des Sciences Analytiques a eu pour mission d'évaluer la dégradation de polymères super absorbants (SAP) contenus dans ces couches culottes après qu'ils aient subi préalablement un traitement de compostage. Le projet vise à connaître l'impact de ce compostage sur la dégradation partielle ou totale, dans le temps, de ces SAP, dans l'environnement. L'objectif étant de savoir si cette solution écologique pourrait être efficace pour éliminer ces déchets volumineux de façon pérenne (épandages sur cultures, jardins ...).

Pour effectuer ces investigations, en laboratoire, un système expérimental a été mis en place comprenant 20 chambres dynamiques (flacons expérimentaux connectés) permettant le monitoring de dégradation naturelle du mélange compost-SAP (production de  $\text{CO}_2$  issus de dégradation des composés organiques par les micro-organismes). L'ensemble a été connecté au couplage GasBox-laser LGR réalisant la mesure isotopique du  $\text{CO}_2$  de chaque chambre dynamique.

L'expérimentation a été entreprise sur 6 mois avec 2 prélèvements et mesures isotopiques effectuées chaque semaine. Un résumé des investigations effectuées et les résultats obtenus seront présentés dans la communication orale proposée.

## La spectrométrie de plasma produit par laser (LIBS) pour évaluer le risque environnemental des zones de décharge et de recyclage des DEEE : cas de Dakar - Sénégal

par Nicole GILON, Institut des Sciences Analytiques (CNRS/UCBL Lyon1) - [nicole.gilon@univ-lyon1.fr](mailto:nicole.gilon@univ-lyon1.fr)

**Auteur-e-s :** MBODJI Mor Mbodji (ISA CNRS / UCBL Lyon1), BASKALI-BOUREGAA Nadia (ISA CNRS / UCBL Lyon1), FAOMOWE FOKO Robert (Laboratoire de Toxicologie et Hydrologie, Université Cheikh Anta DIOP Dakar), FALL Mamadou (Laboratoire de Toxicologie et Hydrologie, Université Cheikh Anta DIOP Dakar), Nicole Gilon (ISA CNRS / UCBL Lyon1)

### Résumé

Dans la zone de Dakar se trouvent plusieurs décharges (Mbeubeuss, Reubeuss et Pikine) et ateliers de recyclage des déchets électriques et électroniques (DEEE), ces déchets sont souvent issus d'une importation frauduleuse de matériel informatique en fin de vie, de démontage de batteries automobile ou encore de déchets domestiques non triés. Le démantèlement artisanal de ces équipements ainsi que le brûlage du matériel électrique associé afin d'en récupérer les métaux précieux conduit à une contamination potentielle des sites. L'agglomération de Dakar est très proche (moins de 15km) et de plus la décharge principale Mbeubeuss est localisée près d'une activité maraîchère importante (Pikine) qui alimente la ville de Dakar en fruits et légumes.

Parmi les outils analytiques actuels, la spectrométrie plasma induite par laser (LIBS) offre la possibilité d'une mesure ultra rapide avec peu de préparation d'échantillon, sa portabilité offre la possibilité d'analyses nombreuses et à coût réduit. Dans le cadre de cette collaboration Franco-Sénégalaise, nous avons employé la technologie LIBS sur des sols afin d'identifier la nature et la concentration des contaminants. De même les légumes ont été testés afin d'estimer l'impact potentiel sur la santé de la population [1].

La campagne d'échantillonnage a conduit à la collecte de plus de 50 échantillons issus des sites de décharge et d'ateliers localisés dans la ville de Dakar. L'analyse de ces échantillons issus de l'environnement montre l'étendu des potentiels de la LIBS. En effet les majeurs et certains métaux traces sont accessibles montrant pour ces sols des concentrations Al, Ca et Si très voisines alors que les teneurs en Fe, Zn et Mn sont très contrastée d'un site à l'autre. Ainsi le sol de la décharge de Mbeubeuss peut receler jusqu'à 1.5% de Zn ou Mn, les teneurs en métaux toxiques tels que Pb ou Sb sont élevées allant jusqu'à quelques centaines de mg/kg en fonction du site de prélèvement. Cependant, les légumes issus de la zone de culture au voisinage direct de Mbeubeuss ne montrent pas de contamination majeure aux éléments trouvés sur les sols [2].

[1] M. Mbodji, N. Baskali-Bouregaa, F. Bessueille, R. Faomowe-Foko, M. Fall, N. Gilon, *Environmental Science and Pollution Research International* (2021), 29(18):26285-26296.

[2] M. Mbodji, N. Baskali-Bouregaa, F. Barbier-Bessueillea, L. Ayouni-Derouiche, C. Diop, M. Fallb, N. Gilon, *Talanta* (2022), 244, 123411.

## Résidus de médicament vétérinaires et urbains dans des eaux de rivière soumise à de fortes crues

par Lorenzo SPADINI, Institut des Géosciences de l'Environnement (CNRS / Université Grenoble Alpes / Grenoble INP / IRD) - [lorenzo.spadini@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:lorenzo.spadini@univ-grenoble-alpes.fr)

**Auteur-e-s :** HACHGENEI Nico (IGE CNRS / UGA / Grenoble INP / IRD), SPADINI Lorenzo (IGE CNRS / UGA / Grenoble INP / IRD), NORD Guillaume (IGE CNRS / UGA / Grenoble INP / IRD), DUWIG Céline (IGE CNRS / UGA / Grenoble INP / IRD), MARTINS Jean M.F. (IGE CNRS / UGA / Grenoble INP / IRD), LEGOUT Cédric (IGE CNRS / UGA / Grenoble INP / IRD), BADUEL Christine (IGE CNRS / UGA / Grenoble INP / IRD), MOREL Marie-Christine ((IGE CNRS / UGA / Grenoble INP / IRD – CNAM Paris), VOIRON Céline (IGE CNRS / UGA / Grenoble INP / IRD), JULLIEN Laure 1, BOUBKRAOUI Stéphane 1, ROBINET Nicolas (PACTE CNRS / UGA / Sciences Po. Grenoble), DUPLUS Théo (PACTE CNRS / UGA / Sciences Po. Grenoble), MAO Pascal (PACTE CNRS / UGA / Sciences Po. Grenoble), MARGOUM Christelle (RiverLy INRAE), MIEGE Cécile (RiverLy INRAE), COQUERY Marina (RiverLy INRAE)

### Résumé

Une première étude axée sur les antibiotiques dans les eaux de surface du bassin versant de la Claduègne (SNO: service national d'observation OHM-CV, Ardèche, climat méditerranéen) a montré une grande prépondérance des sources urbaines par rapport aux sources agricoles. Cette classe de médicaments n'est utilisée qu'occasionnellement par les agriculteurs, aussi le paquet analytique utilisé n'était pas représentatif des médicaments vétérinaires réellement utilisés dans les élevages. Par contre il y a application systémique d'anthelminthiques (antiparasitaires) qui ont été étudiés en fonction des crues dans ce bassin après enquêtes auprès des acteurs agricoles.

En période de crue, les concentrations de certaines molécules augmentent fortement dont la simazine (herbicide interdit depuis 2003) et le fenbendazole (anthelminthique en utilisation), tandis que d'autres diminuent, probablement en lien avec un effet de dilution par les eaux de pluie.

Le processus a été étudié par des pluies simulées sur mésocosmes de sol non déstructurés avec une bouse de vache reconstituée placée à la surface du sol contaminée avec de l'ivermectine (molécule hydrophobe, KOW = 3.2, KOC~4.15). Les excréments du bétail sont la principale source de diffusion des médicaments antiparasitaires en général et de l'ivermectine en particulier. De façon générale, les quantités d'ivermectine transférées par le ruissellement de surface dépassent largement celles atteignant l'exutoire (la rivière imaginée) après infiltration. Les fortes crues provoquant le ruissellement génèrent ainsi des pics aigus de concentration de polluants atteignant la rivière. La part infiltrée augmente avec le taux de matière organique, vraisemblablement l'effet d'hydrophobie associé favorise l'écoulement à travers les macropores.

Conclusions: (1) Au vu des 3750 substances actives de médecine humaine (ANSM 2020) et les 842 produits vétérinaires autorisés (ANMV, 2020), il est difficile de réaliser des analyses ciblées de molécules sans se renseigner au préalable auprès des acteurs concernés. L'appui des SNO s'avère utile à ce sujet. (2) Les crues peuvent générer des pics très importants de concentration et de quantité de polluants vétérinaires lessivés vers les rivières suggérant un effet de toxicité aigu important. 3) Cette étude temporelle souligne la nécessité de développer des méthodes analytiques permettant le suivi d'un grand nombre de molécules en phase dissoute et solide à un coût "raisonnable".

## Développement d'outils basés sur des méthodes à haut-débit (métabolomique, metabarcoding) afin d'évaluer le devenir et l'impact environnemental de biopesticides dans les sols/sédiments

Par Marie-Virginie SALVIA, Centre de Recherches Insulaires et Observatoire de l'Environnement (CNRS / EPHE / UPVD) - [marievirginie.salvia@univ-perp.fr](mailto:marievirginie.salvia@univ-perp.fr)

**Auteur-e-s** : SALVIA Marie-Virginie (CRIOBE CNRS / EPHE / UPVD), GHOSSEON Hikmat (CRIOBE CNRS / EPHE / UPVD), MEJAIT Anouar (CRIOBE CNRS / EPHE / UPVD), PATIL Chandrashekhar (CRIOBE CNRS / EPHE / UPVD), CALVAYRAC Christophe (Laboratoire BAE, Université de Perpignan), CLERISSI Camille (CRIOBE CNRS / EPHE / UPVD), RAVIGLIONE Delphine (CRIOBE CNRS / EPHE / UPVD), BERTRAND Cédric (CRIOBE CNRS / EPHE / UPVD)

### Résumé

Les biopesticides sont de plus en plus utilisés comme alternatives aux pesticides conventionnels. Cependant, leurs devenir et impacts sur l'environnement, et en particulier sur le sol/sédiment dans lequel ils s'accumulent, sont encore méconnus. Jusqu'à présent, le temps de demi-vie ( $t_{1/2}$ ) des pesticides était une variable majoritairement utilisée pour étudier le devenir de ces composés dans le sol/sédiment. Cependant, ce paramètre comporte plusieurs limitations. Tout d'abord, il ne prend pas en compte la formation des sous-produits de dégradation et l'impact des pesticides sur la biodiversité. De plus, il ne peut pas être utilisé pour les biopesticides qui sont des mélanges très complexes (ex. extraits végétaux). Le laboratoire CRIOBE a récemment développé une nouvelle approche basée sur la métabolomique (LC-MS), l'"Environmental Metabolic Footprinting" (EMF) [1-3]. En effet, cette méthodologie offre la possibilité de suivre la dégradation des biopesticides (xénométabolome : dissipation des composés parents + formation de produits de dégradation) ainsi que d'évaluer leur impact sur le sol/sédiment (endométabolome : métabolites du sol/sédiment impactés). Cette approche donne lieu à un nouveau proxy intégratif, le temps de résilience, c'est-à-dire le temps nécessaire à la dissipation du composé et de son effet sur la matrice.

L'OCDE recommande la prise en compte de la partie volatile. C'est pourquoi une approche basée sur l'utilisation de la HS-SPME-GC-MS (Headspace-Solid Phase Microextraction Gas Chromatography-Mass Spectrometry) a été mise en place afin d'étudier les résidus volatils (composés parents + produits de dégradation) de ces biopesticides complexes émergents [4].

Le couplage de ces approches par métabolomique avec le metabarcoding est envisagé et le travail est en cours ; ceci afin d'identifier des marqueurs chimiques et biologiques suite au traitement.

Les concepts de ces approches seront présentés et illustrés à travers différents exemples. L'ensemble de ces développements méthodologiques permettront de proposer des outils de surveillance environnementaux dans le cadre de l'agriculture biologique.

[1]: C. Patil et al. (2016). *Science of the Total Environment* 566-567, pp. 552-558

[2]: M-V. Salvia et al. (2017). *ESPR*, DOI 10.1007/s11356-017-9600-6

[3]: H. Ghosson et al. (2020). *Rapid Comm. in Mass Spectrometry*, doi:10.1002/rcm.8977

[4]: H. Ghosson et al. (2020). *Analytica Chimica Acta* 1134, pp. 58-74

## **Le devenir du phosphore provenant des eaux usées traitées dans les zones de rejet végétalisées à base de sol**

par Ania MORVANNOU, REVERSAL (INRAE Lyon-Villeurbanne Auvergne-Rhône-Alpes) - [ania.morvannou@inrae.fr](mailto:ania.morvannou@inrae.fr)

**Auteur-e-s :** MORVANNOU Ania (REVERSAAL INRAE), MASSON Matthieu (RiverLy INRAE), GAUTIER Mathieu (DEEP Univ Lyon / INSA Lyon), BISSONNE Sara (REVERSAAL INRAE), RICHARD Loïc (RiverLy INRAE), BOUTIN Catherine (REVERSAAL INRAE), FORQUET Nicolas (REVERSAAL INRAE)

### **Résumé**

En France, les zones de rejet végétalisées construites à base de sol pour le rejet des eaux usées traitées sont devenues une technique populaire à la fois pour réduire le débit vers les masses d'eau de surface réceptrices et pour effectuer des traitements complémentaires. Cette étude porte sur le devenir du phosphore dans trois sols différents, ainsi que sur son assimilation par les roseaux *Phragmites australis*. Le dispositif expérimental consiste en trois lysimètres contenant trois sols choisis pour être représentatifs de ceux que l'on trouve généralement à proximité des stations d'épuration des eaux usées (c'est-à-dire un limon Fluvisol, un limon sableux Fluvisol et un limon sablo-argileux Technosol). Les lysimètres sont des monolithes de sol non perturbés (d'un volume de 1,5 m<sup>3</sup>), dont les masses sont continuellement contrôlées afin d'obtenir un bilan de masse d'eau précis. Ici, les lysimètres ont été alimentés par intermittence pendant 3,5 jours, puis laissés au repos pendant 3,5 jours. L'expérience a duré 26 mois, dont 18 mois d'alimentation avec un suivi des flux de phosphore (PO<sub>4</sub>-P, TP) entrants et sortants ainsi que de la teneur en eau, de la teneur en oxygène et du potentiel redox à différentes profondeurs. Les quantités de phosphore stockées dans les sols et assimilées dans les *Phragmites australis* ont été mesurées. Un fractionnement du phosphore dans les sols a été effectué pour mieux comprendre sa distribution et sa remobilisation potentielle. De faibles concentrations de phosphate ont été mesurées à la sortie des trois lysimètres, mettant ainsi en évidence une rétention satisfaisante du phosphore dans les trois sols (efficacité d'élimination > 90%). Le *Phragmites australis* a éliminé une quantité significative de phosphore pendant l'expérience (26%, 17% et 13% de la masse de phosphore entrant pour le limon Fluvisol, le limon sableux Fluvisol et le limon sablo-argileux Technosol, respectivement). L'étape de fractionnement a permis de déterminer que le phosphore retenu dans le sol était principalement lié aux oxydes/hydroxydes de fer, au calcium et à l'argile. De plus, on a constaté qu'il était préférable de maintenir des conditions oxydantes (aérobies) et un pH proche de la neutralité afin de maintenir des conditions dans lesquelles les complexes formés avec le phosphore restent stables.

## Caractérisation de micropolluants dans l'environnement : évolution des défis et des stratégies analytiques

par Emmanuelle VULLIET, Institut des Sciences Analytiques (CNRS/UCBL Lyon1) - [emmanuelle.vulliet@isa-lyon.fr](mailto:emmanuelle.vulliet@isa-lyon.fr)

### Résumé

L'industrialisation et l'utilisation d'un nombre croissant de produits chimiques pour les activités agricoles et domestiques sont responsables de la dissémination, dans l'environnement, de substances variées dont les conséquences ne sont que progressivement mises en évidence. Malgré l'explosion de la chimie environnementale ces dernières années, la présence, la répartition et le devenir des substances dans l'environnement sont loin d'être connus et caractérisés par manque de méthodes adaptées.

La détection et la quantification de micropolluants organiques dans les milieux naturels représentent en effet de véritables défis analytiques compte tenu de la diversité des substances recherchées, de leur présence généralement à l'état de traces, de la complexité et la variété des matrices, et de la présence de produits de transformation ou métabolites parfois inconnus.

La spectrométrie de masse est la détection de choix pour les micropolluants ; les progrès dans l'étude de ceux-ci sont étroitement liés aux avancées techniques de la spectrométrie de masse et des couplages avec les techniques chromatographiques. Les méthodes dites ciblées permettent de détecter et quantifier des traces d'une liste pré-établie de micropolluants dans différentes matrices environnementales. Ces méthodes s'appuient sur l'utilisation d'étalons de référence qui permettent d'adapter la sélectivité et la sensibilité aux composés visés. Avec l'émergence de la spectrométrie de masse haute résolution (HRMS), de nouvelles stratégies d'analyses dites en mode suspect ou non-ciblées se développent pour du profilage chimique et une caractérisation plus complète des échantillons. Les techniques HRMS permettent la détection simultanée d'un grand nombre de substances chimiques, sans connaissance a priori, et contribuent ainsi à l'analyse de composés connus ou pas.

Cette présentation permettra de décrire les différents défis en lien avec la caractérisation de micropolluants dans l'environnement, les solutions analytiques développées basées sur une détection par spectrométrie de masse, et leurs évolutions.

Le colloque « Analyse et environnement : air, eaux, sols, co-produits »  
(<https://analyse-enviro.sciencesconf.org/>) a été organisé  
les 30 et 31 mai 2022 à Villeurbanne  
avec le soutien de :

