

## Matin

---

### Participants :

Cemagref : M. Coquery, J.M. Choubert, C. Miège, A. Tahar, M. Pomies, P. Bados, G. Grisot, L. Dherret, S. Schiavone  
CIRSEE : S. Besnault, S. Martin, A. Bruchet, N. Noyon, M. Esperanza  
ONEMA : S. Garnaud  
AE RM&C : C. Lagarrigue  
LPTC : M.H. Devier

### **1/ Rappel méthodologie et planning des campagnes et finalisation du planning 2010 ó début 2011 :**

Organisation des analyses : rappel sur les jours impératifs d'arrivée des échantillons liquides dans les labos : mardi/mercredi/jeudi. (les boues peuvent arriver le vendredi si besoin puisque pas de préparation avant congélation - lyophilisation).

- SM : il serait bien d'intégrer au planning les dates choisies par les labos pour faire les analyses (par exemple, quelles dates seront analysées toutes les boues ?) pour avoir une idée du temps d'attente des résultats et éventuellement s'organiser en cas de déplacement d'une campagne.
- MC : propose préparation groupée des échantillons de boues.

▪ <b>Action A - Filières traitements tertiaires intensifs</b> (S Besnault)
--

Objectifs : hiérarchiser/combiner les procédés ; fixer les conditions optimales ; prendre en compte coûts et impact environnemental.

3 STEP avec combinaison de procédés IIIaires avancés.

- ASE1-PA (Bernières sur mer) ; filtre sable (FAS) + O3 + CA (pilote) ; (3 semaines, novembre 2010)

Objectif : déterminer dose O3 optimale + performances du charbon actif dans le temps.

Méthodo : 3 doses O3 testées et 2 charges, étalées dans le temps ; éch.moy. 2h

Charbon actif (CA) : Intérêt de suivre son évolution dans le temps :

Etat zéro, + état à 3 semaines + état après 6 mois + 1 semaine état intermédiaire à 3 mois (non prévu, 2 éch supplémentaires)

- JMC : type de CA utilisé : celui utilisé dans traitement eau potable (connu) ou régénéré (moins cher) ; à rediscuter ? Cirsee : Utilisation du filtrisorb400 fort probable (pas le recyclé) ?
- SB : pour le CA demande ajout d'un échantillon préparatoire. *Finally demande annulée par le Cirsee.*
  - ASE2-PA (site à définir en aval d'un BRM) ; BRM + pilote bio-oxydation avancée ; (3 semaines, avril 2011)

Pilote oxydation avancée (Dégremont) ;

Ech moy 2h ; Test combinaisons de procédés avancés : H2O2/O3 ; H2O2/UV ; O3/UV

- SM : Pilote BRM en construction : prévoir une organisation particulière, y compris pour gestion des données, association avec Dégremont technologies. A traiter spécifiquement avec Dégremont (convention). **A préparer MC + SM.**

ilote) ; pilote bio-oxydation avancé en amont et aval d'un  
septembre 2011)

- STEP à étudier pour évaluation toxicité effluent (Cf ECHIBIOTEB, partie E du projet)  
= à redéfinir = Action SB, JMC, MC.

Liste substances : (idem action A et B) :

- Métaux (C.A.) à définir précisément lesquels (action MC)
- Ajout de substances sur liste CIRSEE : **ME doit envoyer la liste Cirsee mise à jour.** (ok fait)
- = ajout de pharmaceutiques - des antibiotiques (4 représentants de quatre familles) et 3 contrastes iodés pour la méthode « pesticides+ antibiotiques ».

**Certaines molécules sont en duplicat / LPTC (à vérifier) = cela pose la question du traitement des données, il sera nécessaire de croiser les données avant exploitation finale des résultats.**

- Pas d'hormones.
- Autres antibiotiques ? (LPTC ?)
- Clarifier et caler la liste des substances ARMISTIQU / liste ECHIBIOTEB (pour éviter doublons)
- COV utile ? Intérêt de la mesure de COV sur quelques échantillons car retrouvés fréquemment en sortie STEP. Proposition : à faire seulement sur campagnes de Echibioteb.

**=> A finaliser pour fin septembre ! MC fait circuler un nouveau tableau à compléter (incluant les molécules pour les 4 tâches).**

▪ <b>Action B - Filières traitements tertiaires extensifs</b> (J-M Choubert)
--

Rappel des spécificités des petites moyennes collectivités, procédés à faible empreinte environnementale, autonomie.

2 types de procédés étudiés : sites réels et pilote de procédés en développement.

Sites réels d'écoulement sur sol :

- ACA3-PA : STEP de Val Fleury (450 EH). (septembre 2010) ; sol imperméable, étude de l'influence de la photodégradation (prélèvement jour/nuit)
- ACA4-PA : site à choisir (mai 2011) ; sol perméable, infiltration sol
- ACA5-PA : site à choisir (octobre 2011) ; lagune à macrophytes

Pilote de matériaux adsorbants : étude CA vs. matériaux alternatifs

- choix matériaux à partir de recensements bibliographiques : 2 matériaux ciblés en sus CA,
- détermination de la capacité d'adsorption après 24h de contact (adsorption maximale et affinité),
- plusieurs concentrations appliquées (de 0.1 à 1000 µg/L) pour obtenir la courbe d'adsorption  
→ dopage nécessaire : **modalités à définir par les labos** (en cours de définition).

Liste substances : à clarifier aussi (cf action A, ci-dessus)

- MC : **chaque labo devra produire une incertitude analytique pour la mesure des substances dans les eaux** (phase dissoute dans un 1<sup>er</sup> temps pour ces manip) + il faudra essayer d'évaluer l'incertitude de prélèvement. Il faudra éventuellement prévoir échantillonnage additionnel ou en + gros volume = **protocole à étudier par les labos. A préparer d'ici fin octobre.**
- Liste des paramètres majeurs à suivre à déterminer clairement pour toutes ces manip (actions A et B en priorité mais aussi action C et D) (ex : COT, taux MES, NO<sub>3</sub>, etc.) : **liste à établir et échanger entre JMC et SB.**
- Comme pour la partie A, **tous les échantillons d'eau à analyser seront filtrés** (0,7 µm sur GF/F pour organiques ; 0,45µm pour métaux).

Présentation du sujet de thèse (Comportement de micropolluants prioritaires et émergents au sein du procédé boues activées : modélisation dynamique et limites de traitement du procédé).

Démarche : connaissance processus/construction modèle/protocole expérimental pour déterminer les paramètres du modèle/simulation pour optimisation de l'élimination.

- Suivi site réel (2011, ACA1-Sx ; x=11 8)

Choix STEP pas encore définitif. Tous les 1,5 mois, caractérisation fonctionnement (rendement) en conditions réelles. Ech moy 24h entrée eau, sortie eau + boue

- Suivi intensif STEP + pilote (2011, ACA1-Py ; y=11 4)

Tous les 3 mois. Suivi fonctionnement STEP avec des éch moy 6h (pour caractériser dynamique du système et de l'entrée).

Caractérisation cinétiques adsorption et biodégradation dans boues à partir de pilotes dans lesquels sont placés de la boue du bassin dopée sous conditions contrôlées. Suivi de la concentration dissoute dans ces pilotes au cours du temps.

- Pré-manip : module de filtration Polymem ;

Caractérisation relargage/adsorption (ACA1-S-BA1, septembre 2010)

Caractérisation effet porosité (0.1µm alors que filtration AMPERES à 0.7µm) (ACA1-S\_BA2, octobre 2010) ; Dopage non nécessaire pour ces manip.

La Liste des substances reste à caler :

- Utilité AMPA et glyphosate ?
- métaux et « autres » (PBDE, chlorophénols, DEHP, benzothiazole ?) à arrêter définitivement.
- ME : CIRSEE réalisera soit la méthode pour les pharma (davantage exhaustive que les molécules prévues initialement), soit la méthode pour les substances « autres ». Choix à faire suivant difficulté analytique, réglementation, intérêt scientifique, etc.

**Mar doit envoyer ces listes à tous** pour info et finaliser liste molécules suivies (ok fait).

▪ **Action D - Filières Boues (S Besnault)**

STEP :

- ASE1-Boues : séchage thermique haute température (Limay, juin 2010)
- ASE2-Boues : séchage thermique basse température (Espagne, sept 2010)
- ASE3-Boues : séchage solaire (Bellecombes, mai-juin 2011)
- ASE4-Boues : compost + digestion anaérobie (DA) (sur 5 à 8 semaines, février 2011)
- ASE5-Boues : compost en andains (3-4 semaines, novembre 2011)
- AC2-Boues2 : Lit séchage planté de roseau (LSPR) : déjà échantillonné dans AMPERES (2007), à refaire en décembre 2010, puis après curage (février 2011).

- Rmq : centralisation de la préparation des échantillons ? (lyophiliser/broyer les boues avant envoi des échantillons aux autres labos) ; Objectif : limiter la non homogénéité des échantillons entre les labos) → à voir pour s'organiser entre labos (charges de travail plus concentrée, à voir pour faisabilité) ? Temps à estimer ?

**= Est-ce que chaque labo peut donner l'indication de la masse de boue sèche nécessaire strictement pour réaliser ses analyses** (en comptant répliqués analyse en cas de problème ou pour estimation incertitudes/rendements) ? Afin que l'on estime le temps supplémentaire nécessaire pour un broyage + centralisé.

**MC : qu'en pensez vous ?**

commun de résultats pour chaque action (à rediscuter de la  
liste substances ? LQ ?) = à organiser par MC

- Campagnes ECHIBIOTEB (action E) sur deux procédés : Compostage et LSPR.

Autre remarque : Production par les laboratoires des incertitudes analytiques pour les analyses dans les boues (idem ci-dessus pour les eaux phase dissoute). **A préparer d'ici fin octobre. MC : qu'en pensez vous ?**

Liste substances :

- Métaux à définir précisément lesquels (**action MC**)
- Ajout de substances sur liste CIRSEE (substances organiques hydrophobes) : tonalide, galaxolide, pentachlorophénol, triclosan, bisphénol A, tert-butylphénol.

**Certaines molécules sont en duplicat / LPTC (tert-butylphénol) (cf idem remarque ci-dessus).**

### Rapports à rendre pour fin année 2010

Cf. les livrables indiqués sur la Fiche du projet ó à bien étudier par chacun ; apparemment c'est ok).

Aspects administratifs : budget adopté pour 2010 ; avenant à la convention Cemagref-Onema signé (concerne projet global sur 3 ans ; budget 2010 acté 100% ; en principe ok pour les années 2011- 2012), budget en cours pour 2011 (date 27 sept pour arbitrage final Onema). Convention de partenariat sur 3 années en cours de préparation + Convention de reversement annuelle.

**1<sup>er</sup> proposition de la convention à faire circuler par MC pour fin septembre à SM et HB.**

### Après midi

#### **En présence de 5 membres du comité de suivi du projet :**

Vincent Ferstler (MEEDDM)  
Alain Vachon (AE LB)  
Jean-Baptiste Casterot (AE SN)  
Céline Lagarrigue (AE RM&C)  
Stéphane Garnaud (Onema)

#### **Autres membres du comité de suivi :**

Jocelyne Di Mare (AE AG) (qui a envoyé une liste de questions avant la réunion)  
Didier Colin (AE RM)  
Hubert Verhaeghe (AE AP)  
Pierre-Francois Staub (Onema)

### Relevé des questions - réponses :

- BC : prévoir sur une exploitation/conclusion « inter-actions » des résultats obtenus : quelles sont les substances préférentiellement retenues dans les traitements tertiaires intensifs / tertiaires intensifs / traitements secondaires ?

→ Cela sera inclus dans l'action transversale E (valorisation, transfert aux opérationnels).

- JDiMare : Prévoir un argumentaire sur les molécules retenues pour ARMISTIQ (par ex par rapport aux molécules pharma retenues pour état chimique) → **à préparer** ; fonction de la réglementation mais aussi du comportement des substances (réfractaire / partiellement dégradable / adsorbable) ; liste déterminée selon résultats projet AMPERES ; aussi selon les fréquences de quantification et LQ des différentes substance. C'est pourquoi par ex les hormones ne sont pas retenues pour les traitements tertiaires (actions A & B), mais le sont pour les boues (action D).

- Filtre à sable tertiaire sur la STEP ? → Oui.
- J DiMare : Les sous-produits d'oxydation créés seront-ils qualifiés et quantifiés → oui ils seront analysés (screening) + impact écotox (Cf. Action E).
- J DiMare : Prise en compte du coût d'exploitation et d'investissement pour comparer traitements tertiaires et secondaires ? → on calculera le surcoût engendré par un nouveau dispositif (en comparaison avec une filière / procédé classique).
- AV : « Orientation » vers des techniques luxueuses, est-ce extrapolable en France ?
- VF :
  - o Pourquoi garder l'atrazine / simazine alors qu'ils sont interdits ? → Choix fait car leur présence est encore fréquente dans les eaux usées (Cf. résultats Amperes et rsde qui ont mis en évidence des fréquences de quantification très élevées).
  - o Gestion des résidus générés après traitement tertiaires sur matériaux adsorbants ? → Régénération (du charbon actif par ex) prise en compte dans l'évaluation économique et environnementale (y compris existence de la filière).
  - o Méthodologie pour l'évaluation de l'impact environnemental ? → Utilisation de l'ACV : formulation plus simplifiée que l'ACV classique : impact sur les ressources, comparaison / analyse identique quelle que soit la filière.
- J DiMare : question sur la toxicité des effluents de sortie O3 → Cf. actions prévues dans projet Echiboteb (Action E). + ne pas oublier d'évaluer l'aspect surcoût économique.
- AV : pertinence dans les choix des procédés (sont-ils réellement voués à être mis en place ? comme en Suisse, Espagne ; alors que ces procédés sont coûteux et complexe) → connaître l'efficacité des procédés permettra de donner des arguments pour la mise en place ou non de ces procédés.

#### ▪ Action B - Filières traitements tertiaires extensifs

- VF : gestion des résidus ? → Charbon actif, la filière existe ; pour les autres, les solutions sont à étudier. Ce paramètre doit être un critère pour le choix d'une filière.
- J DiMare : Est-il possible de réaliser une analyse du sol en place pour vérifier si transfert de la phase eau à la phase solide → Oui c'est prévu, pour le système d'écoulement sur sol perméable.
- Pour ces deux parties A & B, il est important que le traitement amont fonctionne correctement pour ne pas mettre en péril le traitement tertiaire. Pour la filtration horizontale, veiller à ne pas avoir trop de MES, ni trop de carbone.  
Et veiller à bien documenter les traitements secondaires en amont des tertiaires testés : car ils peuvent avoir une influence sur l'efficacité des traitements tertiaires ?
- Besoin exprimé sur la nécessité d'avoir un livrable synthétique sur les concentrations atteignables pour les procédés intensifs et extensifs → voir la modification des livrables attendus.

#### ▪ Action C - Filière secondaire boues activées

- V. Ferstler : « Qu'a-t-on encore à apprendre sur les métaux ? » → ils sont là comme référence pour voir que tout se passe bien (fonctionnement correct des traitements).
- VF : devenir des métaux déjà très connus, intérêts ?
  - o substances non biodégradables, intérêts pour vérifier bilans de masses,
  - o aussi le projet AMPERES a mis en évidence une forte disparité des rendements : on veut tenter de comprendre pourquoi,
  - o Outils de modélisation existants prédisent mal le devenir des métaux : nécessité d'affiner les paramètres,

des flux en entrée : pourcentage vers eau, pourcentage vers 20% pris habituellement par les grosses STEP pour la

- Métaux sont des substances souvent déclassantes pour les milieux → intérêt aussi bien dans les eaux que dans la boue.

#### ▪ Action D - Filières Boues

- J. DiMare : intérêt de suivre un compostage sur boues biologiques classiques, la majorité des installations en France (biologique sans digestion anaérobie amont). Choix du procédé de compostage et de l'installation est capital pour cette étude. (Cf audits réalisés par AE RM&C). Importance de connaître l'efficacité des systèmes simples avant toute chose (type compostage)

→ cela sera bien fait dans le cadre du projet.

A comparer avec les systèmes extensifs (retournement mécanique d'andains, des systèmes intensifs ? il y a un site en Gironde)

- AV : les choix faits sont peu ou pas représentatifs des filières les plus répandues en France ? Un des sites aura pour objectif d'étudier la combinaison digestion anaérobie + compostage, qui n'est pas représentative des filières françaises, mais le 2<sup>ème</sup> site sera choisi afin d'être le plus représentatif d'un procédé de compostage répandu et performant.
- VF : intégration de certaines substances proposées par la CE (proposés dans future directive Boues)? → ok en général ; choix fait aussi sur la capacité à pouvoir analyser le composé (exemple des LAS, pas analysés car famille très complexe à analyser et on a fait des priorités en fonction budget).

Attention à ne pas éliminer le DEHP de la liste car on sera peut-être amené à se justifier ?

#### ▪ Action E - - Outils innovants d'échantillonnage, d'analyses chimique et biologique pour le suivi de traitements avancés d'eaux usées et de boues

Objectifs : développer des techniques innovantes d'échantillonnage et de mesures dans les ERU et les boues

Couplage :

- Échantillonneurs intégratifs (représentativité temporelle des mesures, sensibilité importante)
- Tests in vitro/in vivo (toxicité) / mesures chimiques par chromatographie / SM.
- 160 molécules ciblées (>ARMISTIQ) + screening pour identifier autres molécules présentes.
- Démarche EDA (effect directed analyses) : fractionnement échantillon, biotest sur chaque fraction, isolation fractions actives.

- A noter : il y aura un site Internet pour ce projet ANR.

#### Discussion sur organisation du suivi du projet / conclusion

- Le comité de suivi est commun pour les deux projets ARMISTIQ et ECHIBIOTEB.

Tous les 6 mois ; Réunions à Paris en général.

Ces réunions seront d'une demi-journée en principe.

- Idée d'organiser une réunion de présentation des outils analytiques et biotests (notamment ECHIBIOTEB) sous forme d'une demi-journée de vulgarisation. A organiser si possible lors de la prochaine réunion du comité de suivi.

---

**Fin à 17h**