

1^{ère} plénière du projet ARMISTIQ

polluants dans les stations de traitement des eaux usées

31 janvier 2011 - Onema - 9h30 - 17h

Participants :

Marina Coquery, Jean-Marc Choubert, Alexandre Tahar, Eloïse Vray, Fabienne Serveto, Pascal Molle (Cemagref)

Sophie Besnault, Samuel Martin, Auguste Bruchet, Naike Noyon (CIRSEE, Suez-Environnement)

H Budzinski, P. Labadie, K. Le Menach (LPTC, Université Bordeaux 1)

Stéphane Garnaud, Pierre-François Staub (Onema)

Céline Lagarrigue (AE RM&C)

Alain Vachon (AE LB)

Vincent Ferstler (MEEDDM)

Jocelyne Di Mare (AE AG)

Didier Colin (AE RM)

Hubert Verhaeghe (AE AP)

Autres membres du comité de suivi (excusés) :

Jean-Baptiste Casterot + Jacques Lesavre (AE SN)

1/ Présentation de l'avancée des actions du projet ARMISTIQ et discussion sur le planning

(Cf. les présentations sur les actions)

Rappel : tableau Excel avec le planning des campagnes et la codification des campagnes et des échantillons (traçabilité)

Exemple codification (usage interne) : ASE1-PA1

- A = Armistiq
- SE = Suez Environnement
- 1 = numéro de la STEP
- PA = procédé avancé
- 1 = numéro de campagne

• **Action A - Filières traitements tertiaires intensifs (Présentation Sophie Besnault)**

- 2^{ème} campagne sur Pilote oxydation avancée (prévu en sept) : optimisation du fonctionnement et des couplages avec les paramètres physico-chimiques généraux.

- Discussion sur les procédés choisis et analyses :

BRM : analyses DCO ou COT ? => les deux seront faits.

Combinaison O₃/H₂O₂ : combinaison la plus efficace sur un panel de molécules selon la bibliographie.

Dose à appliquer : ordre de grandeur fourni par la biblio.

Filtre à sable (FAS) : à laval surtout pour retenir les sous-produits d'oxydation ; comment caractériser les sous-produits ? => via ECHIBIOTEB.

STEP CA = suivi pendant 6 mois. Test du relargage des métaux par le CA.

- Alain V : système de la campagne 3 très compliqué, pourquoi ces choix ?

Samuel M : on ne voulait pas se figer sur une seule filière (optimisation boues activées), idée = tester des combinaisons pour des cas particulier (rejet dans cours d'eau sensible par ex). Ces choix sont également tirés de la biblio avec peu d'études à échelle semi-industrielle.

- Marina C : problème de particules si en amont ? Il faudrait alors des doses plus élevées.

Épaisseur du FAS = 2 m, FAS sous pression.

• **Action B - Filières traitements tertiaires extensifs (Présentation J.-M. Choubert et A Tahar)**

STEP de Val Fleury, 450 EH, chargée à moitié. 1 manip en 2010 ; pas d'analyses de micropolluants en 2011.

Reste à trouver deux sites pour 2012 : fossé-noues et bassin (moins profond qu'une lagune).

xpérimentations (voir J. Laloé).

utilisation du CA dans l'étude comme référence pour qualifier d'autres matériaux, le CA n'étant en effet sans doute pas économiquement supportable.

Sur les filtres avec matériau adsorbant, manip en pilote (étape 3) : a priori pas de dopage, on travaillera sur l'échantillon « naturel ». Ne faut-il pas penser au dopage pour accélérer la saturation (vieillesse) du matériau, voir des effets de relargage ? Puis reprendre les manip ensuite, pour vérifier si changement des processus suite à la saturation du matériau.

Objectif : allonger le temps de séjour pour augmenter biodégradation.

Zéolithe au moins deux fois moins chère que le CA.

Si on applique même temps de séjour qu'à Val Fleury, il faut un filtre d'environ 100 m³. Voir aussi la mutualisation avec l'amélioration de l'élimination d'autres paramètres (majeurs) = ce sera fait ici.

Renouvellement pour garder une efficacité ? Un peu tôt pour le dire pour ces molécules. L'objectif est de se caler sur l'âge de vie de la station (15 à 20 ans).

Conditions anoxiques : a-t-on plus de chance de relarguer ? C'est à voir justement sur ce type de manip.

Question : gestion des données ? LQ ? Niveau haut/bas ? Incertitudes ? Question qui se pose car les matrices sont différentes d'AMPERES, les eaux sur plus propres.

=> ces questions seront à retravailler lorsque l'on aura avancé dans l'analyse des échantillons ; il faut prévoir de faire des réplicats d'analyses lorsque cela est possible pour mieux définir les incertitudes.

=> Blanc échantillonneur automatique ? oui à prévoir et à organiser.

• Action C - Filière secondaire boues activées (Présentation J.-M. Choubert)

- Modélisation : il est prévu d'aller jusqu'à l'étape de validation.

- Station boues activées choisie : près de Lyon, STEP qui nitrifie bien.

- Codification : Souhait de distinguer les codes pour les manip légères (global) et les manip lourdes :

Code S pour manip « global » en STEP

Code P pour manip « lourde » Pilote + en STEP

- Manip en pilote (en mars) : centrifugation des boues à faire sur place par le Cemagref pour arrêter processus de dégradation ? sans doute préférable ? à décider.

Problème du dopage : Intérêt de doper le réacteur pour les HAP (toxicité, coût, í) : à discuter à nouveau ; pour les campagnes en Pilote, surtout pour les HAP (hydrophobes).

Echange nécessaire entre JM Choubert et H Budzinski (LPTC) pour caler ces manip.

Surtout pour les AKP et HAP (adsorbable).

Cuve en plastique (quel type de plastique ?) : indispensable de faire un blanc de manip avant, surtout pour alkylphénols, HAP. A nettoyer à grande eau ; à bien rincer avec l'eau utilisée.

Même test de blanc à faire sur les bacs de filtre planté (qui sont en fibre de verre).

- Résultats attendus sur les modules de filtration (analyses) pour savoir si ok ou pas de s'en servir.

• Action D - Filières Boues (Présentation Sophie Besnault)

- Précision sur la préparation des échantillons : Les boues solides peuvent être congelées, pas les liquides, sauf si séparation de phases au préalable.

Possible d'envoyer les échantillons de boues congelés et tous ensemble aux laboratoires.

Pour la préparation des boues liquides : Centrifugation : 3000 t/min pendant 15 min.

Attention : la boue d'entrée digesteur = boue liquide = faire analyse sur partie solide et dissoute après filtration (filtre à jeter).

Co-produits : à homogénéiser et broyer par SUEZ avant envoi aux laboratoires ; de même boues à tamiser (2 mm) pour enlever les co-produits par SUEZ.

- Précision sur les procédés de séchage : Sécheur haute température (environ 120°C) ; Sécheur basse température (80°C.).

tions :

ilé (+ rustique) ? à choisir ; peut être prévoir 1 campagne bien
agne simplifiée sur l'andain (3 points ?).

Digestion anaérobie et compostage : procédés par très complémentaires car ils font un peu la même chose
(Alain)

- Question sur les processus de dégradation des molécules : si l'on s'intéresse aux produits de dégradation,
alors 1 thèse = détermination des sous-produits d'une famille ou d'une molécule (exemple allemand de
Ternes).

- **Analyses SUEZ (Présentation Auguste Bruchet)**

- Analyses des boues : 3 campagnes faites ; GS-MS

Travail sur les données boues : en mg/kg ps => à retravailler avec les données de MS des boues.

- Analyse des eaux : mise au point de la méthode d'analyse pour 1 liste élargie de médicaments dont des
vétérinaires ; retard de 4 mois à cause problèmes techniques.

Essais qui vont continuer jusqu'à la mi-mars. Et ensuite, application de cette nouvelle méthode ou de
l'ancienne, si cela ne fonctionne pas (pour ne pas accumuler trop de retard).

Molécules de la famille des tétracycliques, et 2 fluoroquinolol.

Analyses LC-MS pour les eaux.

- **Analyses LPTC (Présentation Hélène Budzinski)**

Les protocoles fonctionnent. Phase liquide (après filtration) au congélateur.

Mise en place d'un automate pour lancer les analyses en + efficace (problème car 2 modes : mode positif /
négatif, et les LQ peuvent baisser un peu ; si trop de problème, on repassera en mode manuel).

Retour avant le mois de mars sur les pré-tests de filtration (manips M Pomies, action B).

- **Analyses Cemagref Lyon (présentation Marina Coquery et Eloïse Vray)**

Métaux tout est analysé, en attente de validation. Il faudra « figer » la liste des métaux, à faire avec les
porteurs d'action au vue des premiers résultats.

Bêta-bloquants : seront analysés en mars-avril (nouvel embauché).

Hormones dans les boues : en cours de traitement (P. Bados).

Glyphosate et AMPA : analyses réalisées par IPL.

- **Analyse et traitement des résultats**

- Analyses : prévoir des répliquats d'analyse sur certains échantillons lorsque cela est possible ; ce que l'on
n'a pas pu faire dans AMPERES.

Démarche ARMISTIQU : LQ et précision à définir par site et non pas pour tout l'ensemble des données.

- Liste de base des molécules avec les LQ à établir

- 2 listes : 1 boues ; 1 eaux (A et B) et C

- Fichiers à retravailler :

Définir le format d'échange entre analyste et épurateurs :

- Tableau avec ordre des molécules ; molécules en ligne (dans 1 même colonne).

- Fin mars avoir des formats d'échanges standardisés.

=> A préparer par le Cemagref qui fera propositions.

- **Action E ECHIBIOTEB (présentation Fabienne Serveto)**

Liste ECHIBIOTEB : 160 composés = liste ARMISTIQU (partie de la liste AMPERES) + liste annexe.

Autres outils utilisés dans le cadre du projet :

- Tests écotox in vitro et une approche EDA pour la détection de composés biologiquement actifs

- Screening chimique sur les échantillons ayant une bioactivité

- Bio-tests in vivo en laboratoire ou ex situ (réalisation de microcosmes avec dérivation de
l'effluent)

- Echantillonneurs intégratifs (mise en place des systèmes directement dans l'effluent)

- Tests sur matière organique dissoute

campagnes :
sit à ARMISTIQ

- Campagnes longues en supplément de ARMISTIQ

* Etude effluents tertiaires : l'étude portera sur 3 procédés intensifs et 3 procédés extensifs. Recherche de méthode pour marquer les produits de contraste iodés (idée à fouiller ?)

Prélèvements automatisés à prévoir sur les campagnes longues.

- Contraintes de terrain à prendre en compte pour les campagnes longues : Bio-tests in vivo ex situ (encombrement, arrivée d'eau potable, électricité, saison), échantillonneurs intégratifs (niveau d'eau suffisant).
- Les prélèvements ponctuels (automatisés) sont fait dans le cadre ARMISTIQ, pour ECHIBIOTEB.

* Etudes Boues : à étudier entre partenaires Suez/ Cemagref, pour le choix des échantillons sur les campagnes boues (priorité campagne de mai Bellecombe).

* Discussion en séance sur la planification de ces campagnes en fonction des impératifs de ARMISTIQ.

Les possibilités sont détaillées dans la présentation de Fabienne S. ; à revoir en fonction du retour de Sophie B (Suez) pour les actions A et D.

Note hors réunion : suite à la discussion avec Samuel M et Sophie B, aucune campagne longue ne sera possible sur le pilote d'oxydation avancée. Concernant la campagne longue sur le charbon actif, possibilité de laisser le pilote pour intervention de ECHIBIOTEB mais une question reste en suspend sur les contraintes de terrain (a t-on la place d'installer les cages ?).

2) Valorisation

- Livrables à diffuser au comité de suivi : 2 personnes pour relecture en sus de S Garnaud. Diffusion par l'Onema, après étape de relecture/validation, sur le site de l'Onema (site portail documentaire EauFrance).

Note hors réunion : les livrables ont été relu par C Lagarrigue.

Livrable C : raccourcir le titre !

Livrables Onema doivent être en français obligatoirement.

Ajouter 1 synthèse opérationnelle de 4 pages : non pas vraiment nécessaire (uniquement pour les livrables traitant d'état de l'art bibliographique).

- 1 résumé accepté à IWA, Sidney (Australie) sur les résultats sur les boues.

Possible de rédiger 1 article pour la conférence pour WST.

Résultats dispo en février ?

- Prochaine conférence internationales : EMEC ; autre ?
- Faire circuler entre les partenaires les appels à conférences. Marina / Stéphane peut se charger de faire suivre.
- Faire circuler impérativement entre 1 mois et 15 jours minimum avant 1 conférence, le titre et les auteurs proposés aux partenaires du projet (correspondant de chaque équipe, Cf Convention ARMISTIQ). Le résumé devra si possible être mis en circulation au moins 1 semaine avant. Pour les articles = prévoir envoi aux partenaires 1 mois avant soumission, pour relecture.

3) Autres projets

* SIPIBEL : site pilote, syndicat de Bellecombe ; raccordement nouvel hôpital ;

STEP qui arrive à 32 000 EH, raccordement d'un nouvel hôpital, dossier loi sur l'eau = police a imposé un suivi de 3 ans avec un suivi particulier des effluents hospitaliers ; au bout de 3 ans, écriture d'une convention de raccordement. Syndicat a questionné le GRAIE et chercheurs pour répondre. Actuellement, il est fait l'état 0 (STEP actuelle, milieu et sorties hôpital). Des lots de boues sont déjà récupérés pour le projet ARMISTIQ.

Analyses des pharma dans 1 échantillon de boues par le LPTC.

Envoi de la liste des molécules SIPIBEL par C Lagarrigue.

2011 (filiale de dépollution ; besoin de règles de gestion).
aussi le GES Sol : permettront de lancer des appels à projet

spécifiques.

- Etudes de l'INERIS en cours : 1) panorama de la R&D dans le domaine des boues pour mi-2011 ; 2) Risques sanitaire et environnemental de l'épandage des boues pour mi-2011.
- Projet ANR par l'INRA déposé mais jamais financé car jugé trop ambitieux et trop risqué : vendu en petits bouts (tox des boues, essais sur des lisiers, suivi faune/flore du sol, ...).

Marina/JM Choubert contacte J Di Mare pour demander info sur projet Loilyse. A étudier, lien possible avec ARMISTIQ/ ECHIBIOTEB ?

4) Divers : Convention de partenariat

Convention de partenariat en cours de finalisation. Il reste le problème de la sous-traitance Saur pour Suez (mise à disposition Pilote pour action A), et celui de l'organisme à afficher pour le LPTC.

Une nouvelle version a été proposée par le Cemagref et est en cours de circulation auprès des services juridiques des établissements.

Note hors réunion (Marina C) : l'annexe financière a été finalisée et sera intégrée dans la Convention ; le montant est fixé pour 2010 et 2011 ; le montant sera modifié par avenant pour les années suivantes.

- **Prochaine réunion : mardi 5 juillet 2011 (Paris)**