

## on plénière du projet ARMISTIQ

opolluants dans les stations de traitement des eaux

uses domestiques »

**5 juillet 2011 ó La Défense - 9h30 - 17h**

### Participants :

Marina Coquery, Jean-Marc Choubert, Alexandre Tahar, Eloïse Vray, Maxime Pomies, Alain Héduit (Cemagref)

Sophie Besnault, Auguste Bruchet, Naïke Noyon, Mar Esperanza (CIRSEE, Suez-Environnement)

Stéphane Garnaud (Onema)

Céline Lagarrigue (AE RM&C)

Vincent Ferstler (MEEDDM)

Hubert Verhaeghe, Anne-Laure Mill (AE AP)

Jean-Baptiste Casterot (AE SN)

### Excusés :

Hélène Budzinski (LPTC, Université Bordeaux 1) ; Pascal Molle (Cemagref) ; Samuel Martin (CIRSEE) ; Didier Colin et coll (AE RM) ; Pierre-Francois Staub (Onema)

### ▪ **Livrables 2010 : Stéphane Garnaud**

Les livrables sont généralement de très bonne qualité, très bien écrit.

Cependant, il ya quelques corrections à faire (envoi récent pour 4 livrables sur 5).

Forme à suivre : Modèle à bien respecter. Texte en Police Arial 10.

Résumé en anglais obligatoire sur synthèse biblio. Et synthèse opérationnelle sera à faire seulement pour rapports finaux.

Biblio à vérifier (entre texte et liste). Citer tous les auteurs dans la liste finale.

Pour le Livrable A, la relecture a été faite sur V1 ; corrections à faire par Sophie B. puis transmettre V2 à Stéphane pour approbation finale.

En termes de diffusion, une fois corrigée et validé par l'ONEMA ces rapports seront diffusés par SG au Groupe de suivi du projet, puis ils seront mis en ligne sur portail documentaire Eau-France-Onema.

Documents Publics : procédés intensifs (A) et Boues (D) ;

Diffusion restreinte : 6 mois de délai pour les Livrables B et C (à confirmer que ok en fin d'année).

### ▪ **Action D ó traitement des boues** (Sophie Besnault, voir présentation)

- Compostage (2), LSPR (2), digestion anaérobie + compostage (1), séchage thermique (2), séchage solaire (1).

- 95 substances suivies (molécules adsorbées sur les boues).

- **Sécheur thermique HT** : échantillon moyen 3h pour les boues et 4h pour les condensats (correspondant aux temps de séjour).

2 boues différentes en entrée des 2 lignes étudiées (selon valorisation thermique ou agricole)

### Questions sur les analyses :

LPTC : PBDE et PCB pas de résultats sur tous les composés du tableau ([analyses faites ou pas ? à confirmer par HB](#))

Cemagref : hormones (analyses faites mais en attente validation C Miège) ; Analyse Mn et Se à vérifier dans les boues ([EV Cemagref](#)).

Diapo 11 : Légende tableau des ratios de concentrations (mg/g MS) :

Rouge : R < -100 % ; Vert : R > + 50 % ; Jaune : intermédiaire. R entre -100 et + 50 %

Concentrations Entrée/Sortie. D'un point de vue gestion, ce qui calculer des rendements R, il faut tenir compte du

Différences de ratio de concentrations (entrée/sortie) notées dans certains cas pour : PCB, HAP, Hg. Ces ratios diffèrent notamment selon la file étudiée (concentrations différentes dans les boues d'entrée) : production PCB ? ; réduction des HAP et Hg.

- Entrée = 1 tonne de MS, sort-il aussi 1 tonne de MS ?
- Tester l'hypothèse de conservation de la matière.
- Siccité passe de 30 à 90 %.

- **Sécheur thermique BT :**

Même boue en entrée pour les 2 lignes => ratios des concentrations similaires pour les 2 files étudiées pour la plupart des composés étudiés.

Question sur les analyses : pas de résultat pour Co et Mg dans les boues mais analyses faites dans les condensats => [à vérifier \(EV, Cemagref\)](#).

- **Séchage solaire (Belcombe)**

- **DA + Compostage et Compostage**

Question des co-produits (échantillons grossiers) : problème du broyage à régler (contamination possible en certains métaux par méthode employée au CIRSEE cad broyage à couteaux + cryogénique).

Solution 1) Mettre des échantillons bruts (non broyés) de côté pour les métaux.

Solution 2) vérifier les métaux conservatifs (traceurs) dans les stations précédentes et analyser ceux dont les concentrations ne risquent pas d'être modifiées à cause du prétraitement des boues (ex : Cd, Hg, Pb). En attendant vérification de la contamination (analyses métaux à faire sur échantillons connus broyés ou non [à organiser par EV + CIRSEE](#)), on met en œuvre solution 1).

Et bien documenter toutes les étapes de traitement des échantillons avant envoi au labo !

- Pour le site à Andains, suivi plus léger. Remarque pour indiquer que ce n'était pas tout à fait ce qui avait été exprimé lors de la précédente réunion. A noter que c'est plus difficile de prélever un site où c'est moins contrôlé.

- **Boues Lit de séchage.**

Dernière campagne printemps 2012 (STEP Andancette), à confirmer avec exploitant.

**A vérifier / A faire :**

- Standardiser le format de rendu des résultats par les laboratoires, notamment les HAP. Information nécessaires sur les abréviations des HAP. Récupérer les LQ pour toutes les analyses.

([Tableau « Liste des molécules » à faire circuler par MC](#))

- Prévoir 1 réunion technique pour l'analyse des données cet automne : formalisation des données et interprétation pour les différentes familles de composés ([action Sophie B](#)).

=> Réflexion à développer sur :

Les fourchettes de rendement.

Calculs bruts de « rendement » ne prenant pas en compte les incertitudes à ce stade. Ce ne sont pas des abattements, trouver une autre terminologie ; (ramener aux métaux conservatifs ?).

- **Campagnes sur site réel STEP :**

2 campagnes ont été réalisées (février et mai 2011).

Les résultats de la 1ère campagne sont présentés (prise en compte de la variabilité matin / après-midi ; prise en compte de la nuit dans la future campagne). Les concentrations de micropolluants sont en général dans la gamme faible des concentrations AMPERES pour les boues activées ; cependant elles sont suffisamment élevées pour que les calculs de rendement soient possibles. On mesure des concentrations très faibles en HAP (précédemment <LQ pour Amperes).

Les calculs de R sont réalisés avec la même approche que AMPERES pour les critères liés aux LQ / incertitudes associées.

Il faut veiller à conserver le même formalisme qu'AMPERES pour les R2, R4f

- **Campagnes Pilotes °+ STEP :**

- Variabilité entre 4 échantillons moyens 6 h

Dans cette 1ère manip, on a seulement les matins et après-midi.

On observe une grande variabilité des concentrations en entrée et en sortie pour la plupart des molécules (sauf HAP et médicaments).

- Campagne de suivi intensif :

Vérification des blancs préleveurs : mettre tous les résultats sur 1 même tableau (Evian, EB, ET) pour interpréter les résultats de façon globale.

- Récapitulatif sur les analyses :

Problème sur les HAP ; Choix du naphthalène comme HAP dopé, discutable car volatil et analyse plus difficile.

Manquent HAP sur les boues ; aussi les molécules du CIRSEE.

Echantillons lyophilisés : attention à la conservation car forte ré-humidification potentielle (à vérifier au moment de l'analyse si les échantillons ne sont pas conservés au dessiccateur).

- Impact de la filtration visible, stratégie ?

- En attente résultats CIRSEE.

▪ **Action A ó Traitements avancés intensifs** (Sophie Besnault, voir présentation)

- **Décalage de ASE3-PA de juin à septembre-octobre 2011** (retard de fabrication du pilote) - Bernières sur Mer + Pilote oxydation avancée après un FAS.

A évaluer : Impact environnemental + cout (sur installation réelle).

Mesure de O3 résiduels et de consommation électrique faite sur la 1ère campagne ; Transposition petite échelle vers grande échelle ? (méthodo à étudier).

- **ASE1-PA - Bernières sur Mer** : choix dosage O3 et durée de vie de la colonne CA.

Test de 2 doses d'O3 (5 et 10g O3/m3), 1 charge CA (temps de séjour de 10 min).

*Erreur de manip sur la dernière condition : 3 g O3/m3 appliqué.*

Abattements observés pour les bêtabloquants, avec ou sans O3. La colonne est toujours efficace au bout de 3 mois sur ces molécules.

Pas de résultats encore sur les autres molécules.

NB. Observation de blancs « roxythromicine » : cela vient du labo CIRSEE (blancs Evian contaminés).

: **Ollainville** (91)

x 7.5m x 3.5 m ; Prêté par Ozonia (filiale de Degremont).

En comparaison, étude de la boue de la station de traitement (en poudre, pas en grain sur colonne) et O3 (pas d'oxydation avancées type UVi ).

Choix du pas de temps des prélèvements : 2L toutes les 10 min ?=> peut être faire plutôt toutes les 8 min ? Bien justifier le fait que le pas de temps choisi n'entraîne pas de biais sur les résultats.

Mesures à faire en sus sur la boue des BRM (demande du site) ; possibilité d'inclure les résultats dans ARMISTIQ => ok.

Analyses à faire en Novembre 2011.

Question : idée de mettre le CA juste derrière le BRM ? Du fait des résultats assez intéressants obtenus à Bernières. Et dans autre projet de recherche : ajout de CA dans le BRM directement

ECHIBIOTEB :

- o permettra d'évaluer la toxicité + GC-2D pour identification des molécules ;
- o tests de toxicité sur les boues (compost).

Faire passer la présentation ECHIBIOTEB aux partenaires (V Fertsler et AL Mills)

▪ **Action B ó traitements avancés extensifs** (JM Choubert, A Tahar, voir présentation)

- **Partie ZRV** : présentation des résultats reçus pour sur le site de Valfleury.

- Mesures uniquement sur la partie dissoute en entrée/sortie ZRV (très faibles concentrations en MES).  
- AMPA : ne pas le cataloguer en « pesticide » car il provient également des détergents, mettre produit de dégradation.

- En conclusion, intérêt limité de poursuivre les évaluations sur différents temps de séjour, car pas de différence notable entre Valfleury et STEP Amperes (hormis certains bêtabloquants).  
=> plutôt mettre l'effort sur autres types de processus : Elimination par filtration par le sol (infiltration sur site perméable) ; et adsorption sur matériaux adsorbants.

- Analyses CIRSEE : en cours, suite à nouveau soucis techniques ; [Mar transmettra la nouvelle liste des substances analysées](#) (26 substances au total, dont 3 produits de contraste iodée, 4 pesticides Amperes et antibiotiques) + [les résultats](#) (à préciser si ok ?)

- **Matériaux adsorbants :**

Diapo 6 : 4 médicaments LPTC + 4 bêtabloquants (analysés) ; résultats sur molécules CIRSEE en attente ? [Mar doit préciser délai de rendu](#).

A forte concentration (100 et 1000 µg/L) : le CA a une CMA plus élevée > zéolite > LECA.

A concentrations plus faibles (entre 0,1 et 10 µg/L dopage) : on voit que CMA équivalent entre LECA et CA > zéolite.

- Impact de la quantité de matériaux adsorbants : même courbe observée en principe.

- Bien prendre en considération la filière de recyclage / traitement de chaque matériau en fin de vie des matériaux alternatifs : à étudier dans le cadre du projet.

Régénération du CA = perte de 20 % d'efficacité à chaque fois.

Activité biologique possible dans le filtre qui permet de prolonger la vie des matériaux.

- Temps de séjour proposé de 24h (écoulement gravitaire).

- Projet SIPIBEL 2011 (syndicat Belcombe) : Etat 0 réalisé en 2 étapes. Analyses par le LDA de Valence + SCA. Projet en cours d'écriture pour la suite.
  - Projet Loilyse : Sophie a récupéré le brevet et doit l'étudier.
  - Circulaire STEU : en cours : 1<sup>er</sup> point avant la fin de l'année. Objectif de réaliser les 120 STEP de +100 000 hb avant fin d'année 2011. Mesures en 2012 pour les STEP plus petites. Résultats de la circulaire STEU, importance d'avoir une exploitation des données communes avec ARMISTIQ : avoir à minima les concentrations et les flux spécifiques.
  - Projet DEB sur les boues ; priorité : étudier les impacts des boues après retour au sol, avant le traitement. AO en attente ?
- NB. hors réunion (info MC), projet sur les boues financement Ademe qui démarre (avec notamment SIAAP, INERIS, SCA-CNRS).*

#### ▪ Point sur les analyses

- LPTC : Analyse sur les condensats à finaliser tache A ; manque les boues tache D Andancette et Beaujeu.

Manque la correspondance entre abréviations et noms complets des molécules.

Tache C : particulière et boues + AKP sur toutes les manip (problème de blanc d'analyse).

Tache A (Alexandre) : demande d'une version simplifiée protocole analytique pour les pharma.

- Cemagref : Boues hormones envoyer résultats non validés ; analyses métaux à valider ; analyses boues prévues à partir du mois d'août.

- CIRSEE : Ok sur les boues, tout à jour.

Problèmes sur les eaux ; essais d'extraction corrects. Les résultats d'analyse vont arriver

- Analyses boues :

Envoie échantillons boues certifiées + AGLAE pour vérification effet broyage.

#### **A faire :**

- Faire un test sur un échantillon certifié pour évaluer impact du broyage cryogénique sur la teneur en certains métaux (EV et NN). (Cf. rapport de stage de A Bereizat, Cemagref).

#### ▪ Traitement des données

Constituer sous forme de tableau la liste des molécules ARMISTIQ (MC et JMC).

- Ordre des molécules :

Liste des molécules

Nom

Abréviation

LQ

Taches (penser à pouvoir faire un tri)

EB-dissous / EB\_particulière / ET\_secondaires\_dissous / ET\_tertiaires\_dissous / Boues

Niveau bas

Niveau haut

- Biennale IWA (Corée) envoi des résumés 15 aout ; congrès en sept 2012
  - 1) tertiaires avancés (S Besnault)
  - 2) tertiaires matériaux (A Tahar)
  - 3) Boues activées (M Pomies)

Si article complet, à soumettre début mai. Prévoir relecture en avril 2012. Prévoir également de fournir résultats d'analyses pour février 2012 dernier délai.

- Weftec (New Orleans) ó deadline fin nov-debut dec : tertiaires avancés (S Besnault)
- WWTmod, mon-st-anne (Canada), IWA/WEF, fév 2012  
Démarche calage modèles mesures in-situ/protocole batch (M Pomies/ JM Choubert)
- IWA constructed wetland Perth (Australie (fin 2012)  
Micropoll ZRV (JM Choubert)  
Adsorption (A Tahar/ JM Choubert)
- Eco-STP (conférence spécialisée IWA organisée par l'université de St Jacques de Compostelle (Juan LEMA) (mi 2012)  
Propositions à prévoir : A Tahar + M Pomies
- Publication sur des méthodologies analytiques : CIRSEE  
Et Conf ICCE Zurich, pour valoriser méthodes analytiques Cirsee ?
- Trouver 1 autre congrès 2012 sur les boues  
Et proposer 1 article pour les boues ó CIRSEE.

- **Tableau des articles/communications à mettre à jour : envoyer les infos à Stéphane Garnaud** (copie aux partenaires) ;  
Bien annoncer les articles : titre revue scientifique (rang A), Techniques (TSM).

- Penser à un numéro spécial TSM.
- Penser à qui écrit quoi ?

Rappel des règles : prévenir 1 mois avant avec 1 titre + auteurs + bref outline ; soumission résumé (ou article) le plus à l'avant possible (1 mois minimum pour les articles !).

#### ▪ **Livrables 2011**

- Rapports d'avancement :

Méthodo, sitesí organisation du document à réfléchir (Marina).

**Plan des rapports à faire circuler pour fin octobre.** Retour à tous pour mi-novembre.

**Finalisation des V1 des rapports pour fin décembre.**

- Impératif CIRSEE : Livrable à finir pour les Boues impérativement pour fin 2012 (mars 2012 ?).  
Peut être décalé pour les intensifs si besoin (début 2013 ?).

#### ▪ **Budget 2012**

Réduction budgétaire pour 2012 (possibilité de récupérer 8 k€ pour Matériaux Adsorbants)  
Marina envoie des infos plus détaillées à Stéphane pour le 18/07.

#### ▪ **Prochaine réunion ARMISTIQ :**

En janvier 2012 (Post-it à suivre)

(à choisir 12, 13, 19, 20, 26, 27 janv)