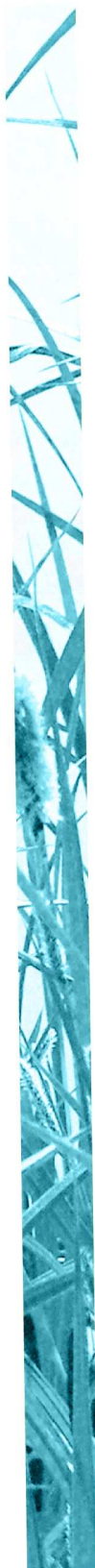


Partenariat 2011 – Domaine Ecotechnologies et pollutions
Action 28 « Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques (ARMISTIQ) »



Rapport d'avancement N°2 du projet ARMISTIQ Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques

Rapport d'étape

M. Coquery (coordination), J.-M. Choubert, M. Pomies et A. Tahar, (Cemagref, centre de Lyon)
S. Besnault
(CIRSEE, Suez Environnement)

Décembre 2011

Avec les partenaires :
S. Besnault, S. Martin (CIRSEE, Suez Environnement)
H. Budzinski (LPTC, Université Bordeaux 1)



Contexte de programmation et de réalisation

Ce document correspond à l'action 28 « Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques (ARMISTIQ) », domaine Ecotechnologies et pollution.

Ce document vise à présenter les objectifs et la méthodologie du projet de recherche ARMISTIQ ainsi que l'état d'avancement (N²) du projet ARMISTIQ qui a démarré en juillet 2010. Les travaux en cours sont détaillés dans des livrables spécifiques pour chacune des actions du projet.

Ces travaux sont réalisés dans le cadre du projet ARMISTIQ avec le Cemagref Lyon (Marina Coquery, Jean-Marc Choubert, Cécile Miège, Maxime Pomies, Alexandre Tahar), CIRSEE Suez-Environnement (Sophie Besnault, Samuel Martin-Ruel, Mar Esperanza, Auguste Bruchet), et l'ISM-LPTC, Université de Bordeaux 1 (Hélène Budzinski, Karyn Le Menach).

Les auteurs

*Marina Coquery (coordination du projet), Directrice de recherche, marina.coquery@cemagref.fr
Cemagref, centre de Lyon*

*Jean-Marc Choubert, Ingénieur de l'agriculture et environnement, jean-marc.choubert@cemagref.fr
Cemagref, centre de Lyon*

*Maxime Pomies, doctorant, maxime.pomies@cemagref.fr
Cemagref, centre de Lyon*

*Alexandre Tahar, doctorant, alexandre.tahar@cemagref.fr
Cemagref, centre de Lyon*

*Sophie Besnault, Sophie.Besnault@suez-env.com
CIRSEE, Suez Environnement*

Avec la participation de :

*H. Budzinski, K. Le Menach (LPTC, Université Bordeaux 1),
M. Esperanza, N. Noyon, Samuel Martin (CIRSEE, Suez Environnement),
C. Miège, C. Crétollier, S. Schiavone, L. Dherret (Cemagref Lyon).
C. Wisniewski (UMR Qualisud, Université Montpellier 1)*

Les correspondants

Onema : Stéphane Garnaud, stephane.garnaud@onema.fr

Cemagref : Marina Coquery, Cemagref, marina.coquery@cemagref.fr

Référence du document : M. Coquery, J.-M. Choubert, M. Pomies, A. Tahar, S. Besnault. (2011). Rapport d'avancement No2 du projet ARMISTIQ - Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques, Cemagref, 66 p.

Droits d'usage :	Accès restreint
Couverture géographique :	National
Niveau géographique :	National
Niveau de lecture :	Professionnels, experts, chercheurs
Nature de la ressource :	Document d'étape

Rapport d'avancement N°2 du projet ARMISTIQ - Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques

M. Coquery, J.-M. Choubert, M. Pomies, A. Tahar et S. Besnault

SOMMAIRE

Résumé	4
Etat d'avancement	5
I. Rappel du contexte et des objectifs	5
II. Description de l'avancement du projet 2011 et prévision 2012	7
Action A – Réduction des micropolluants réfractaires par traitements avancés intensifs	7
Avancement 2011	7
Prévisions 2012	8
Action B - Réduction des micropolluants réfractaires par traitements avancés extensifs	9
Avancement 2011	9
Prévisions 2012	11
Action C - Modélisation des processus de dégradation pour la réduction des micropolluants partiellement biodégradables dans le procédé boues activées	13
Avancement 2011	13
Prévisions 2012	14
Action D - Réduction des micropolluants hydrophobes par procédés de traitement biologiques et thermiques des boues avant valorisation agricole	15
Avancement 2011	15
Prévision 2012	16
III. Conclusions	17
ANNEXE 1	19
Description détaillée des protocoles de suivi par action	19
PROTOCOLES : procédés tertiaires intensifs (action A)	20
PROTOCOLES : procédés avancés extensifs (action B)	23
PROTOCOLES : procédés secondaires (boues activées aération prolongée) (action C)	31
PROTOCOLES : boues (action D)	39
ANNEXE 2	51
Planning des campagnes de mesures (2011 - 2012)	51
ANNEXE 3	54
Compte rendu des 2 réunions plénières du projet Armistiq	54

Rapport d'avancement N°2 du projet ARMISTIQ - Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques

M. Coquery, J.-M. Choubert, M. Pomies, A. Tahar et S. Besnault

Résumé

RESUME

Le projet ARMISTIQ a pour objectif d'évaluer et d'améliorer la connaissance et la maîtrise de technologies de traitements secondaire et tertiaire des substances prioritaires et émergentes présentes dans les eaux usées et les boues urbaines.

Ce rapport présente l'essentiel de la réalisation des travaux pour l'année 2011. L'activité principale des partenaires du projet a concerné les points suivants : finaliser le planning des campagnes de terrain, réaliser les campagnes de terrain et les expérimentations en laboratoire, réaliser les analyses chimiques, réfléchir sur les méthodes de traitement des données, préparer de premières valorisations des travaux.

Les livrables 2011 sont les suivants (rapports d'étape) :

- Acquisition de connaissances sur les points d'amélioration des traitements avancés intensifs pour la réduction de micropolluants - Evaluations économique et environnementale (Livrable A2) ;
- Matériaux adsorbants - Résultats des tests de capacité d'adsorption en laboratoire (court terme) et définition des conditions opératoires de trois matériaux à tester en pilote à long-terme (Livrable B3) ;
- Calage et validation d'un modèle dynamique sur le procédé boues activées (Livrable C2) ;
- Evaluations technique, économique et environnementale des procédés de traitement biologique des boues et de séchage des boues (Livrable D2).

MOTS CLES

Station de traitement des eaux usées, traitement secondaire, traitement tertiaires, boues, substances prioritaires, substances pharmaceutiques, rendement d'élimination

Rapport d'avancement N°2 du projet ARMISTIQ - Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques

M. Coquery, J.-M. Choubert, M. Pomies, A. Tahar et S. Besnault

Etat d'avancement

I. Rappel du contexte et des objectifs

Les procédés conventionnels de traitement des eaux usées, bien que n'ayant pas été conçus initialement pour cela, réalisent une élimination non négligeable des micropolluants essentiellement par adsorption sur les boues (substances hydrophobes) puis une dégradation par voie biologique, ou encore par dégradation directe pour certains composés.

Les résultats d'un programme de recherche ANR (2006-2009), intitulé « AMPERES », a permis, hormis le développement de techniques analytiques (eau et boues), d'acquérir des connaissances et d'évaluer l'efficacité de réduction des substances prioritaires et émergentes par différentes filières de traitement des eaux usées. Ainsi, pour le procédé boues activées aération prolongée par exemple, des rendements de dépollution de la phase liquide des effluents de l'ordre de 50 à 85 % pour les HAP et pour certains métaux, de 75 à 85 % pour les alkylphénols et les diphenylétherbromés (PBDE), de 75 à 95 % pour les hormones oestrogéniques et les analgésiques/anti-inflammatoires, ont été mesurés.

Néanmoins, certaines substances peuvent être qualifiées de « réfractaires » au traitement car partiellement ou pas du tout dégradées (par exemple certains pesticides et médicaments hydrophiles). Ainsi, un certain nombre de micropolluants (environ 15 % des substances prioritaires) est encore présent dans les rejets en sortie de stations conventionnelles de traitement des eaux usées à des concentrations significatives (> 0,1 µg/L). La modification de certains points de conception, dimensionnement et d'exploitation de la filière de traitement (durée d'aération, âge et taux de boue) pourrait augmenter les rendements, mais l'influence de ces paramètres reste encore peu documentée.

De plus, du fait qu'environ 70 % des micropolluants qui sont éliminés de l'eau sont majoritairement adsorbés sur les boues, il paraît intéressant de déterminer dans quelle mesure un abattement supplémentaire est possible lors de l'amélioration du traitement de ces dernières.

On constate également que certains procédés tertiaires avancés éliminent une partie des micropolluants mais les conditions opératoires les plus adaptées pour atteindre cet objectif ne sont pas maîtrisées pour les combinaisons de procédés d'oxydation et d'adsorption sur charbon actif. Par ailleurs, plusieurs techniques extensives faisant appel au traitement par le sol, naturellement en place (zone de dissipation végétalisée) ou bien rapporté (lit planté de roseaux à écoulement horizontal) représentent un potentiel de traitement à faible empreinte environnementale, mais dont l'efficacité en étage tertiaire est peu connue. L'acquisition de connaissances opérationnelles sur ces systèmes et ces molécules paraît encore nécessaire.

De plus, il est d'importance de dégager les éléments techniques, économiques et environnementaux qui permettront d'améliorer le fonctionnement des installations de traitement (eau et boues). Ceci favorisera également la prise de décision éclairée sur la définition de priorités d'actions quant à la réduction ou à la substitution des micropolluants à la source.

Le projet ARMISTIQ dans sa globalité consiste à évaluer et à améliorer la connaissance et la maîtrise de technologies de traitement des substances prioritaires et émergentes présentes dans les eaux usées et les boues urbaines.

Le projet, dont la coordination est assurée par le Cemagref, s'articule autour de 6 actions :

- **Action A** - Réduction des micropolluants réfractaires par traitements avancés intensifs (ozonation, osmose inverse, oxydation catalytique) ;
- **Action B¹** - Réduction des micropolluants réfractaires par traitements avancés extensifs (zone de dissipation végétalisée à tranche d'eau permanente, filtre planté horizontal à matériau adsorbant) ;
- **Action C** - Acquisition de connaissance sur les processus de dégradation pour la réduction des micropolluants partiellement biodégradables dans les traitements conventionnels de type boues activées. La démarche couplera essais en laboratoire, modélisation et validation sur site réel ;
- **Action D** - Réduction des micropolluants hydrophobes par procédés de traitement biologiques et thermiques des boues (digestion anaérobie, compostage et séchage, lit de séchage) avant valorisation agricole ;
- **Action E²** - *Outils innovants d'échantillonnage, d'analyses chimique et biologique pour le suivi de traitements avancés d'eaux usées et de boues ;*
- **Action F** – Transfert des méthodologies et des connaissances aux opérationnels et communication.

¹ Ce point correspond à la fiche action 25 de la convention ONEMA – Cemagref pour l'année 2011.

² Cette action constitue un projet annexe financé par l'ANR ECOTECH 2010 (titre du projet : ECHIBIOTEB ; coordination : C. Miège). Cette partie est citée pour montrer toute la cohérence du projet global ARMISTIQ, mais ne sera pas développée ici.

II. Description de l'avancement du projet 2011 et prévision 2012

Nous présentons ci-dessous l'essentiel de la réalisation des travaux réalisés pour l'année 2011. L'activité des partenaires du projet ARMISTIQ a concerné les points suivants : finaliser le planning des campagnes de terrain, réaliser les campagnes de terrain et les expérimentations en laboratoire, réaliser les analyses chimiques, réfléchir sur les méthodes de traitement des données, préparer de premières valorisations des travaux.

Pour la partie expérimentale, les partenaires ont finalisé les protocoles expérimentaux de chacune des actions du projet. Ces protocoles expérimentaux sont présentés en Annexe 1.

Il s'agissait ensuite de mettre à jour le planning des campagnes pour 2011 et également le planning prévisionnel pour 2012. Ce planning est présenté en Annexe 2.

Deux réunions plénières ont eu lieu, les 31 janvier et 5 juillet 2011, en présence des partenaires du projet et des membres du comité de suivi du projet (ONEMA, AE, MEEDDM). Ces réunions ont permis de présenter l'avancement des sous-actions du projet ARMISTIQ de façon détaillée et de discuter de certains points techniques (Cf. Annexe 3).

Un résumé de l'avancement est présenté ci-après pour les actions A (traitements avancés intensifs), B (traitements avancés extensifs), C (procédé boues activées) et D (traitement des boues). Un rapport spécifique d'avancement pour chacune de ces 4 actions présente des informations plus détaillées. De plus, un tableau est mis à jour régulièrement pour présenter les valorisations réalisées et prévues (communications à des conférences, publications techniques et scientifiques).

Action A – Réduction des micropolluants réfractaires par traitements avancés intensifs

Avancement 2011

Trois filières de traitement ont été évaluées dans le cadre de ce projet, combinant des procédés à échelle réelle (filtre à sable, ozonation et bioréacteur à membrane) et des procédés à l'échelle pilote (adsorption sur charbon actif en grain et procédés d'oxydation avancée). Les campagnes d'échantillonnage ont été réalisées sur plusieurs mois en 2010 et 2011 pour les trois filières.

- **Bernières sur Mer - Filtre à sable + ozone + filtre à charbon actif en grain (CAG)** (ASE1-PA)

L'objectif des essais sur ce site est d'évaluer une filière déjà utilisée à pleine échelle pour la désinfection (un filtre à sable suivi d'une ozonation à 3 g O₃/m³) complétée par un traitement des micropolluants sur un filtre à charbon actif en grain (CAG) à l'échelle pilote.

Le pilote installé sur ce site est une colonne de charbon actif en grain (CAG). Elle a été installée après la sortie de l'ozoneur pendant 6 mois (du 30/11/2010 au 30/05/2011) afin d'évaluer l'efficacité du charbon actif lors d'un fonctionnement continu pendant une période relativement longue.

Lors de la troisième semaine d'essais, la colonne a été placée directement après le filtre à sable pendant deux jours afin d'évaluer l'efficacité du charbon actif seul sans traitement par ozone en amont.

- **BRM + POA – (ASE2-PA)**

L'objectif des essais sur ce site est d'évaluer une filière dans son ensemble avec un traitement à l'échelle réelle (bioréacteur à membrane) suivi d'un traitement spécifique des micropolluants (pilote procédés d'oxydation avancée). Différentes combinaisons de POA ont été testées afin de déterminer lesquelles sont les plus efficaces vis-à-vis des micropolluants tout en gardant un coût et une consommation énergétique les plus réduits possibles.

Le pilote a été placé à la sortie des membranes pendant quatre semaines. Le plan d'expériences suivi lors des essais avec le pilote POA sur le site B est détaillé en annexe. Les échantillons d'eau ont été reconstitués à partir de 10 prélèvements ponctuels réalisés sur des durées de 2 heures. Les points de prélèvement ont été identiques pour toutes les combinaisons testées : entrée du réacteur photochimique et sortie du réacteur photochimique.

- **Bernières sur Mer - FAS + POA - (ASE3-PA)**

L'objectif des essais sur ce site est d'évaluer une filière dans son ensemble avec un traitement à l'échelle réelle (filtre à sable) suivi d'un traitement spécifique des micropolluants (pilote procédés d'oxydation avancée - PAO). Différentes combinaisons de POA ont été testées afin de déterminer lesquelles sont les plus efficaces vis-à-vis des micropolluants tout en gardant un coût et une consommation énergétique les plus réduits possibles.

Le pilote installé sur ce site est le pilote de procédés d'oxydation avancée (POA) utilisé sur le site ASE2-PA et les combinaisons testées sont identiques afin de pouvoir comparer deux filières : FAS + POA et BRM + POA et de pouvoir déterminer l'impact du traitement en amont de procédés d'oxydation avancée.

Le ASE3-PA étant le même que le site ASE1-PA, les procédés d'oxydation avancée pourront également être comparés à la filière ozone + charbon actif.

Prévisions 2012

L'année 2012 sera consacrée à la finalisation des analyses chimiques et à l'exploitation et à la valorisation des résultats.

Action B - Réduction des micropolluants réfractaires par traitements avancés extensifs

Avancement 2011

Objectifs : Acquérir des données opérationnelles concernant l'élimination des substances prioritaires et émergentes émises par les stations de traitement des eaux usées secondaires par plusieurs types de filières de traitement extensif. Il s'agit d'ouvrages (procédés) construits entre le rejet de la station et le milieu aquatique, dénommé « zones de rejet végétalisées (ZRV) ».

En 2011, les travaux ont consisté à :

- Interpréter les données analytiques des campagnes de prélèvement réalisés en 2010 ;
 - Initier de nouvelles campagnes de prélèvement.
- **ZRV type fossé sur sol imperméable** (ACA3-PA1)

Objectif : Mesure du rendement d'élimination sur une période de 24 h de la ZRV.

La ZRV de la station d'épuration de Valfleury (42) a été étudiée du 20 au 22 septembre 2010.

L'ouvrage est situé en aval d'une filière décanteur/digesteur + filtre à sable de capacité nominale de 450 équivalents-habitants (EH) assurant une nitrification poussée de l'azote. Il s'agit d'un écoulement rapide (temps de séjour hydraulique < 1 heure) sur sol imperméable (argile) d'où une infiltration de très faible intensité.

Le plan d'échantillonnage comprenait deux points de prélèvements. En chaque point, 6 échantillons ont été prélevés proportionnellement au débit, soit un total de 12 échantillons : échantillons moyens 24 h ou moyen 2 h (échantillonneurs automatiques réfrigérés).

Premier retour de l'intervention sur site

Le rapport complet de la méthode d'intervention et des résultats est en cours de rédaction. Nous pouvons cependant déjà mentionner qu'à cette période de l'année, les résultats de concentration des paramètres majeurs ne montrent pas de modifications de la qualité de l'eau entre l'amont et l'aval de la ZRV, excepté pour l'ammonium pour lequel une diminution de 1 mgN-NH₄/L est observée.

Une règle de calcul des rendements (de consolidation intégrant l'erreur analytique différente selon que les concentrations sont supérieures à 5*LQ ou comprise entre LQ et 5*LQ) a été appliquée afin de ne retenir que les rendements calculés de manière fiable. Trois classes de rendements épuratoires (R) ont été définies : R > 70 %, R compris entre 30 et 70 %, R < 30%.

Pour les métaux, on observe une conservation des éléments que l'on trouve habituellement dans la phase dissoute des eaux (Li, B, Rb). Les métaux généralement présents dans la phase particulaire des eaux usées (Fe, Al, Ag, Ti, Cr) restent à des concentrations constantes au sein de la zone, et ne sont pas retenus par adsorption. Une diminution de 30 à 50 % des concentrations est observée pour les métaux de la DCE (Cd, Ni, Pb).

Les analyses chimiques des micropolluants organiques mettent en évidence :

- Parmi les 86 substances recherchées, 53 ont été quantifiées en entrée et en sortie du procédé ;
- Le paracétamol est la seule substance éliminée de l'eau avec un $R > 70\%$;
- Pour R compris entre 30 et 70 %, on trouve Al, Mn, Zn, Co ibuprofène, bromazépam ;
- Les autres substances étudiées sont retrouvées à des concentrations proches de celles de l'entrée de la ZRV (ex. inorganiques Ni, Li, Cr, Cd, Cu, Fe, Ni) (ex. organiques AMPA, diuron, triméthoprim, HAP, pharmaceutiques (ex. carbamazépine, diazépam, diclofénac, bêtabloquants, sulfaméthoxazole).

La ZRV – type fossé à faible temps de séjour court n'a pas montré d'efficacité d'élimination de micropolluants. Il faut néanmoins relativiser ces résultats puisqu'il s'agit d'un seul type de procédé ZRV, étudié au cours d'une campagne seulement.

A titre de comparaison, les résultats ont été comparés aux résultats obtenus dans le cadre du projet AMPERES pour le lagunage de finition (tertiaire), dont le temps de séjour était de 15 jours. L'efficacité d'élimination des deux procédés est proche, excepté pour trois substances : aténolol, propranolol (bêtabloquants) et diclofénac, pour lesquels le temps de séjour élevé semble jouer en faveur d'une plus importante efficacité d'élimination.

- **ZRV de type filtre horizontal, à écoulement lent au sein d'un matériau adsorbant rapporté** (ACA4-PA)

Objectif : Caractérisation expérimentale des capacités d'adsorption de matériaux adsorbants. Trois matériaux sont étudiés : charbon actif, zéolite, argile expansée. Détermination des isothermes d'adsorption (capacité maximale et affinité adsorbant/substance).

Suite à l'étude bibliographique réalisée en 2010, trois matériaux adsorbants font l'objet de tests expérimentaux :

- (i) charbon actif Filtrasorb 400 (société Calgon Carbon) ;
- (ii) argile expansée Filtralite (société Weber, filiale de Saint Gobain) ;
- (iii) zéolite clinoptinolite (société Somez).

Les tests expérimentaux sont menés en réacteurs fermés et en réacteurs ouverts.

Réacteurs fermés

Des expérimentations ont été menées à l'échelle laboratoire en octobre 2010 (20 échantillons). Vingt réacteurs fermés en verre, complètement mélangés à l'aide d'une pale en Téflon, ont été mis en œuvre pour l'étude expérimentale. Ces réacteurs en verre, contenant 7 L d'eau de sortie de la station de Valfleury (42) et 240 g de poids sec de matériaux adsorbants, ont été vigoureusement agités, et dopés pour imposer des concentrations en micropolluants initiales (0,1 ; 1 ; 10 ; 100 ; 1 000 $\mu\text{g/L}$).

La mesure des concentrations atteintes à l'équilibre après 20 h d'agitation adsorbants / solution a permis de caractériser la capacité d'adsorption d'une sélection de micropolluants. Les résultats d'analyses chimiques ont été reçus pour les laboratoires Cemagref et LPTC, et nous sommes en attente des résultats en provenance du CIRSEE.

Les résultats sont en cours d'exploitation. A faibles niveaux de dopage, l'argile expansée a des performances proches de celles du charbon actif. En revanche pour les forts niveaux de dopage, l'écart est important (saturation). La zéolite a de meilleurs rendements aux fortes concentrations.

Réacteurs ouverts

Les informations préliminaires obtenues sur les réacteurs fermés ont permis de sélectionner les matériaux à tester en pilote de taille semi-industrielle (au plus proche des conditions réelles), d'ajuster la fréquence d'échantillonnage pour évaluer les capacités d'adsorption et la durée de vie de matériaux adsorbants.

Une expérimentation en réacteurs ouverts a été conçue. Une installation pilote de taille semi-industrielle a été construite et installée (octobre-novembre 2011) dans le hall expérimental de la Feyssine. Elle comporte 3 filtres à écoulement horizontal lent (temps de séjour environ 4 h) remplis de 100 litres des trois matériaux précités.

Deux campagnes d'échantillonnage ont été réalisées en décembre 2011, avec prélèvement de huit échantillons (1 entrée commune, 1 sortie par filtre). Les analyses chimiques sont en cours.

Prévisions 2012

- **ZRV de type filtre horizontal, à écoulement lent au sein d'un matériau adsorbant rapporté** (ACA4-PA)

Objectif : Fournir les capacités d'adsorption en conditions hydrodynamiques de filtration lente à une échelle intermédiaire entre l'échelle de laboratoire et l'échelle industrielle.

Les tâches prévues pour 2012 sont :

- Traitement/interprétation des résultats d'analyses chimiques des campagnes d'échantillonnage en réacteurs ouverts réalisées en décembre 2011 ;
- Poursuite des prélèvements sur les trois filtres (5 campagnes de 4 échantillons chacune), afin d'obtenir une image de la pérennité du système, et estimer la durée de vie des matériaux adsorbants ;
- Valorisation des résultats acquis sur les expérimentations en réacteurs fermés et en réacteurs ouverts (articles techniques et scientifiques, communications).

▪ **Autres types de ZRV**

Objectif : Evaluation de ce type de procédé vis à vis des micropolluants et détermination du rôle du sol.

Pas d'opération financée par l'Onema en 2012 dans le cadre du projet ARMISTIQ.

Des possibilités de campagnes de terrain sont à l'étude dans d'autres programmes de recherche en cours de montage :

- procédé ZRV type Bassin, sur sol perméable (site de Marguerittes) à partir de 2013 ;
- procédé ZRV type infiltration dans le sol (projet Biotrytis / CUB en cours de montage, 2013-2017).

Action C - Modélisation des processus de dégradation pour la réduction des micropolluants partiellement biodégradables dans le procédé boues activées

Avancement 2011

La tâche C du projet ARMISTIQ se propose de fournir un outil de modélisation du comportement des micropolluants au sein du procédé boues activées. Un état de l'art des modèles existants dans la littérature a permis au cours de la première année du projet (2010) de mettre en évidence les concepts et formalismes utilisés pour décrire les mécanismes d'élimination. Cet état de l'art a aussi montré l'hétérogénéité des protocoles expérimentaux associés à la mesure des paramètres de modélisation. De plus, l'influence de conditions opératoires et locales incluses dans le domaine de validité des modèles est insuffisamment exprimée.

- **Choix des équations de modélisation**

A partir des conclusions issues de l'analyse critique de la littérature, nous avons choisi un formalisme pour les équations décrivant les mécanismes d'élimination des micropolluants. Le formalisme adopté utilise des paramètres facilement accessibles expérimentalement et qui sont associés aux principales conditions (opératoires et locales) qui peuvent intervenir au sein d'un bassin d'aération.

Pour la sorption, l'hypothèse d'équilibre entre micropolluant dissous et micropolluant sorbé est retenue. La sorption est donc caractérisée par le coefficient de sorption K_d .

Pour la biodégradation, le choix est fait de considérer une cinétique différente dans chacun des deux compartiments. Dans les deux cas, trois constantes cinétiques sont à déterminer en fonction du substrat présent : (i) en absence d'autre substrat facilement biodégradable c'est-à-dire dans l'état endogène des boues biologiques, (ii) en présence de substrats carboné et azoté et (iii) en présence de substrat azoté seul. Notons que les cinétiques de biodégradation sont à évaluer en condition aérobie et en condition anoxie.

- **Mise en place d'une stratégie expérimentale innovante et adaptée**

Peu de valeurs des paramètres utilisés dans les équations ci-dessus sont disponibles dans la littérature. En effet, le formalisme que nous proposons utilise de paramètres pas ou très peu évalués dans d'autres études. Ils nous paraissent pourtant essentiels, dans la mesure où les conditions auxquelles ils se réfèrent (i.e., absence de substrat facilement biodégradable et présence d'un substrat azoté uniquement) interviennent lors d'un cycle de fonctionnement du procédé boues activées aération prolongée. Pour évaluer ces paramètres, nous avons établi une stratégie expérimentale novatrice basée sur plusieurs campagnes de mesures. Celle-ci a été établie à partir des protocoles présents dans la littérature. La robustesse de la démarche repose sur la production de deux types de données : des données à l'échelle réelle de la STEU (*in-situ*) et des données en conditions contrôlées dans des réacteurs fermés (*ex-situ*). De plus, un suivi approfondi des concentrations en macropolluants ainsi que des conditions opératoires est réalisé en sus des analyses des micropolluants. Le détail des protocoles mis en œuvre est donné en annexe 1.

Au total, 8 campagnes menées sur une seule et même STEU sont prévues. En 2011, 8 d'entre elles ont été effectuées. Les 2 dernières campagnes se dérouleront en janvier et février 2012.

- **Exploitation des résultats**

Les premiers résultats (issus des premières campagnes de 2011) ont permis une première exploitation. Les premières données de rendements d'élimination de la STEU ainsi que de concentrations dans les eaux brutes et traitées sont disponibles. Concernant les tests en réacteurs fermés, les résultats de toutes les familles de micropolluants ne sont pas encore disponibles. Les données concernant les bêtabloquants ont permis de commencer à mettre en place une plateforme de traitement automatique des résultats.

Prévisions 2012

- **Dernières campagnes de mesures**

Le début d'année 2012 verra la fin des campagnes de mesures (un suivi global en janvier et un suivi intensif en février). Un traçage du réacteur boues activées (avec de la fluorescéine) devrait être réalisée. Il permettra de mieux comprendre l'hydraulique du réacteur, notamment de vérifier l'hypothèse de réacteur parfaitement agité habituellement faite.

- **Exploitation des résultats**

La méthode d'exploitation des données va être finalisée au fur et à mesure des résultats disponibles, notamment en ce qui concerne l'exploitation des résultats des réacteurs fermés.

Les résultats à calculer à partir des données de suivi global sont :

- les rendements d'élimination sur le file eau (appelés R2 lors du projet AMPERES) pour les micropolluants dissous et totaux ;
- les rendements d'élimination sur le file eau + boue (appelés R4 lors du projet AMPERES) pour les micropolluants dissous et totaux ;
- les niveaux de concentration et de variabilités dans l'eau brute, l'eau traitée et la boue ;
- les coefficients de partition K_d dans l'eau brute et dans le bassin d'aération.

- **Mise en place modèle sur support logiciel**

Pour l'utilisation du modèle, un support informatique est nécessaire. Plusieurs logiciels sont envisageables. Le logiciel Matlab a l'avantage d'être puissant et d'être déjà utilisé dans l'équipe Epuration du Cemagref mais la licence est payante. Le logiciel Octave est quant à lui libre. On étudiera également la possibilité d'utiliser GPS-X déjà largement utilisé pour la modélisation du traitement de l'azote.

Action D - Réduction des micropolluants hydrophobes par procédés de traitement biologiques et thermiques des boues avant valorisation agricole

Avancement 2011

Sept sites de traitement des boues sont évalués dans le cadre du projet, dont quatre sites avec des procédés biologiques (compostage, digestion anaérobie, lits de séchage plantés de roseaux) et trois sites avec des procédés thermiques (séchages thermiques haute et basse température et séchage solaire).

Les campagnes d'échantillonnage ont été réalisées pour cinq des sites. Une campagne est en cours et une campagne est prévue pour 2012. Les analyses chimiques sont en cours.

- **Procédés intensifs**

En 2011, trois campagnes ont été réalisées :

- **En février et mars, à Corbeil (91) – (ASE4-Boue) sur un site possédant une digestion anaérobie et un compostage**

La digestion anaérobie n'est pas habituellement suivie d'un compostage car les objectifs de ces deux procédés de traitement des boues sont assez similaires. Ainsi, il n'a pas été facile de sélectionner un site combinant ces deux procédés.

La durée de la campagne a été étendue par rapport aux prévisions initiales à cause des temps de séjour, relativement longs. Les prélèvements ont été réalisés sur un lot de boue en suivant l'ensemble du procédé de traitement des boues : de la digestion anaérobie au compostage.

Les prélèvements de boues ont été effectués à l'entrée du flottateur, à la sortie du digesteur, à la sortie de la centrifugeuse, à l'entrée du tunnel de fermentation, à la sortie du tunnel de fermentation, à la sortie du tunnel de la maturation, après le criblage (compost final). Un condensat de biogaz ainsi que des retours en tête de la centrifugeuse ont été prélevés afin d'évaluer les transferts vers la phase liquide. Des prélèvements des déchets verts et de refus de criblage ont également été effectués. Le condensat de l'air chaud recirculant pendant la fermentation du compost a été prélevé afin d'évaluer les transferts vers la phase liquide pendant le compostage.

- **En mai, à Bellecombe (39) – (ASE3-Boue), séchage solaire**

La campagne d'échantillonnage des boues visait à suivre un même lot de boues afin d'évaluer l'impact du séchage solaire sur les familles de molécules analysées. Six prélèvements de boues ont été effectués sur ce site. Le premier prélèvement a été fait sur un tas de boues déshydratées. Les 5 autres ont été faits sur le même lot de boues 5, 8, 13, 21 et 27 jours après le premier prélèvement.

- **En juillet-août, à Moulin-sous-Touvent - (ASE5-Boue), compostage**

La durée de cette campagne a également été allongée car les temps de séjour dans une installation classique de compostage sont beaucoup plus longs que ceux initialement prévus (durée totale d'environ 10 semaines). Cette campagne a également été légèrement avancée afin de ne pas la faire par temps trop froid, non représentatif du procédé classique de compostage.

L'objectif de la campagne de prélèvement sur ce site est de suivre le même lot de boues au cours du processus du compostage, c'est-à-dire la fermentation, le retournement, le criblage, la maturation. Deux prélèvements de condensat ont aussi été réalisés lors de la fermentation afin d'évaluer les transferts vers la phase liquide.

- **Procédés extensifs**

- **Andancette (26) et Beaujeu (69) – (ACA2-Boue), sur deux installations équipées d'un lit de séchage planté de roseaux**

Deux installations équipées de lits de séchage plantés de roseaux ont été identifiées :

- La station d'Andancette (26) équipée de lits de séchage planté de roseaux (8 lits de 470 m² chacun, constructeur Sint) en fonctionnement depuis 2004. Les boues proviennent d'un procédé boues activées aération prolongée recevant 50 % de sa charge nominale (13 000 EH, réseau unitaire) et des matières de vidange (< 10 %) ;
- La station de Beaujeu (69) équipée de lits de séchage planté de roseaux avec plancher aérant (8 lits, 75 m² chacun, constructeur Saur) en fonctionnement depuis 2004. Les boues proviennent d'un procédé boues activées aération prolongée recevant 60 % de sa charge nominale (2 900 EH, réseau séparatif avec infiltration d'eau claire parasite).

Ces installations ont fait l'objet d'une campagne de prélèvement en 2007 (dans le projet AMPERES). Une épaisseur de 20 à 30 cm de boues y était accumulée dans chacune d'elle.

En décembre 2010, la campagne de prélèvement ACA2-Boue1 a été organisée sur les lits de séchage des deux installations, qui comportaient une épaisseur de 50 à 60 cm de boues. Des échantillons de boues ont été prélevés dans les mêmes filtres que ceux étudiés en 2007.

Prévision 2012

- **Procédés intensifs**

- **En juillet, à Cuverville, ASE6-Boue, compostage**

Le site choisi a une capacité de production de 8 500 T de compost par an. Les boues sont mélangées à des déchets verts et à des refus de criblage. Le compostage en andains extérieurs non ventilés a une durée de 2 à 3 mois.

- **Procédés extensifs**

- **En Septembre, à Andancette et Beaujeu - (ACA2-Boue), Lit de séchage planté de roseaux**

En septembre 2012, la campagne de prélèvement ACA2-Boue2 sera organisée sur les lits de séchage des deux installations ci-dessus. L'épaisseur de boues accumulée est d'environ 70 à 80 cm de boues. Les échantillons de boues seront prélevés dans les mêmes filtres que ceux étudiés en 2007 et 2010, ce qui permettra d'établir l'évolution des concentrations dans le temps, dans le fond et le milieu des lits de séchage.

III. Conclusions

L'ensemble des campagnes de terrain et des expérimentations en laboratoire s'est déroulé selon le planning prévu en 2011. Les analyses chimiques sont en cours de réalisation, mais l'avancement est retardé pour certaines actions, à cause notamment de difficultés analytiques ou de planning. L'interprétation des résultats a néanmoins avancée, comme en témoigne la valorisation en cours et prévue.

La prochaine réunion plénière des partenaires, en présence du comité de suivi du projet, aura lieu le 9 février 2012 à l'Onema.

ANNEXE 1

DESCRIPTION DETAILLEE DES PROTOCOLES DE SUIVI PAR ACTION

(versions mises à jour en décembre 2011)

PROTOCOLES : procédés tertiaires intensifs (action A)

Rédacteur : S. Besnault
Version du 16/01/2012

PROJET ARMISTIQ

Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques

Action A - Réduction des micropolluants réfractaires par traitements avancés intensifs (ozonation, charbon actif, oxydation avancée, UV)

CONTEXTE

Certains procédés tertiaires avancés éliminent une partie micropolluants mais les conditions opératoires les plus adaptées pour atteindre cet objectif ne sont pas maîtrisées, pour les combinaisons de procédés d'oxydation avancée et d'adsorption sur charbon actif. En outre, dans un objectif d'excellence environnementale, il est important de mettre en relation les performances de traitement des procédés de traitement avec l'énergie qu'ils consomment.

OBJECTIFS

Hierarchiser les procédés applicables pour la réduction des substances réfractaires aux traitements conventionnels (primaires et secondaires), afin de proposer des solutions techniques complémentaires adaptées aux grosses collectivités ; déterminer les conditions optimales de fonctionnement de ces procédés afin de maximiser et de fiabiliser la réduction des micropolluants réfractaires ; mettre en regard les coûts de ces technologies et le contexte du traitement (capacités, exigences) et évaluer l'impact environnemental des procédés étudiés.

METHODE

Campagnes de mesures 2010 - 2011

- **Bernières sur Mer (14) - Filtration sur sable (FAS) + ozonation + pilote charbon actif – (ASE1-PA)**

Objectif : Déterminer les conditions optimales de fonctionnement des traitements intensifs (différentes doses d'ozone, différents débits dans la colonne de charbon activé - CA), et également comparer les performances de différents pilotes d'oxydation avancée (filtre à sable + ozone *versus* BRM + ozone).

L'objectif des essais sur ce site est d'évaluer une filière déjà utilisée à pleine échelle pour la désinfection (un filtre à sable suivi d'une ozonation à 3 g O₃/m³) complétée par un traitement des micropolluants sur un filtre à charbon actif en grain (CAG) à l'échelle pilote. Le CAG présente l'avantage par rapport au CAP de pouvoir traiter les pics de pollution et de ne pas nécessiter de système complémentaire pour l'élimination des fines particules de charbon actif. Néanmoins, la durée de vie du CAG et les possibles colmatages des filtres pour le traitement d'eaux usées tertiaires n'ont pas encore été complètement étudiés. C'est

pourquoi, il a été décidé de mettre en place une colonne de charbon actif lors de cette étude avec un fonctionnement continu pendant une durée de 6 mois.

- Choix et description de la station :

C'est une station avec une capacité de 28 000 EH. La station dispose d'un traitement classique par boues activées mais également d'un traitement tertiaire pour la désinfection composé de 8 filtres à sable (FAS) de 20 m³ dans lesquels l'eau s'écoule à 3.6 m/h et de deux bassins d'ozone de 120 m³ avec une dose d'ozone de 3 g O₃/ m³. Les eaux traitées sont ensuite rejetées dans un bassin à marée puis dans la mer lors des marées descendantes par l'intermédiaire d'un émissaire sous-marin.

La colonne a été placée après la sortie de l'ozoneur pendant 6 mois (du 30/11/2010 au 30/05/2011). Lors de la troisième semaine d'essais, la colonne a été placée directement après le filtre à sable pendant deux jours afin d'évaluer l'efficacité du charbon actif seul sans traitement par ozone en amont.

Le plan d'expériences suivi lors des essais avec la colonne de charbon actif est détaillé dans le Livrable spécifique de l'action A.

Echantillons moyens 2 heures, 2 doses d'O₃, 1 charge de CA, évolution dans le temps du CA (semaines 1 et 3, puis après 3 mois et 6 mois).

▪ **Ollainville - Couplage de procédés d'oxydation avancée après un BRM – (ASE2-PA)**

Objectif : Tester l'efficacité de différentes combinaisons de procédés avancés (O₃+H₂O₂, UV+H₂O₂, O₃+UV) dans des conditions proches des conditions optimales.

L'objectif des essais sur ce site est d'évaluer une filière dans son ensemble avec un traitement à l'échelle réelle (bioréacteur à membrane) suivi d'un traitement spécifique des micropolluants (pilote procédés d'oxydation avancée, PAO). Différentes combinaisons de POA ont été testées afin de déterminer lesquelles sont les plus efficaces vis-à-vis des micropolluants tout en gardant un coût et une consommation énergétique les plus réduits possibles.

- Choix et description de la station d'épuration :

Le site est une station d'épuration avec une capacité de 60 000 EH. Les effluents sont versés dans deux cours d'eau avec un faible débit et classés comme sensibles à l'eutrophisation. C'est pourquoi le traitement du site B est réalisé dans des bio-réacteurs à membranes (BRM) qui permettent d'avoir une meilleure qualité d'eau en sortie de station.

Le pilote installé sur le site est un pilote de procédés d'oxydation avancée (POA). Le pilote est équipé d'un générateur d'ozone, d'une lampe UV basse pression et de pompes permettant l'injection de peroxyde d'hydrogène afin de pouvoir combiner ces trois procédés permettant ainsi la production de radicaux hydroxyles HO[•]. Plusieurs combinaisons sont possibles : O₃, O₃/UV, O₃/H₂O₂, UV/ H₂O₂, O₃/ H₂O₂/UV. Deux réacteurs en parallèle permettent de traiter l'eau de manière chimique (ajout d'O₃ et/ou H₂O₂) ou photochimique (lampe UV à l'intérieur du réacteur).

Le pilote a été placé à la sortie des membranes pendant 4 semaines (novembre-décembre 2011). Le plan d'expériences suivi lors des essais est détaillé dans le Livrable spécifique de l'action A.

Moyen 2h, 4 combinaisons pour O₃+H₂O₂, 2 combinaisons UV+H₂O₂, 2 combinaisons O₃+UV, prélèvement entrée sortie pilote + 1 entrée BRM.

▪ **Bernières sur mer (14) - Pilote oxydation avancée en amont/aval d'un filtre à sable (FAS) – (ASE3-PA)**

Objectif : Comparer le pilote d'oxydation avancée avec le traitement par charbon activé, évaluer la toxicité éventuelle des sous-produits.

L'objectif des essais sur ce site est d'évaluer une filière dans son ensemble avec un traitement à l'échelle réelle (filtre à sable) suivi d'un traitement spécifique des micropolluants (pilote procédés d'oxydation avancée). Différentes combinaisons de POA ont été testées afin de déterminer lesquelles sont les plus efficaces vis-à-vis des micropolluants tout en gardant un coût et une consommation énergétique les plus réduits possibles.

Les combinaisons testées sur les 2 sites (ASE2-PA et ASE3-PA) sont identiques afin de pouvoir comparer deux filières : FAS + POA et BRM + POA et de pouvoir déterminer l'impact du traitement en amont de procédés d'oxydation avancée. Le site ASE3-PA étant le même que le site ASE1-PA les procédés d'oxydation avancée pourront également être comparés à la filière ozone + charbon actif.

- Choix et description de la station d'épuration :

Le site est le même que ASE1-PA. Le pilote installé sur ce site est le pilote de procédés d'oxydation avancée (POA) utilisé sur le site ASE2-PA. Le pilote a été placé à la sortie des filtres à sable pendant trois semaines (septembre-octobre 2011).

Les combinaisons testées sur ce site sont identiques à celles testées sur le site ASE2-PA afin de pouvoir comparer deux filières : FAS + POA et BRM + POA et de pouvoir déterminer l'impact du traitement en amont de procédés d'oxydation avancée.

Substances étudiées :

CIRSEE	LPTC	CEMAGREF
Sulfaméthoxazole, roxithromycine + Iopromide + <i>LISTE No1</i> Atrazine, simazine, diuron, isoproturon	Carbamazépine, ibuprofène, diclofénac, diazepam AKP (4-t-butylphénol, 4-t-OP, 4-NP, 4- NP1EO, 4-NP2EO, 4- NP1EC) HAP (16) + liste médicaments élargie AMPERES + anti-cancéreux (uniquement sur échantillons campagnes couplées ECHIBIOTEB)	Bêtabloquants : aténolol, métoprolol, propranolol, sotalol Glyphosate, AMPA (sous-traitance) Molécules complémentaires : métaux (pour vérifier éventuel relargage par charbon actif) : B, Ti, Cr, Ni, Cu, Zn, As, Cd, Pb, U

PROTOCOLES : *procédés avancés extensifs (action B)*

Rédacteurs : J.-M. Choubert et M. Coquery
Version du 16/01/2012

PROJET ARMISTIQ

Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques

Action B - Réduction des micropolluants réfractaires par traitements avancés extensifs (zone de dissipation végétalisée à tranche d'eau permanente, filtre horizontal à matériau adsorbant).

CONTEXTE

Les zones de rejet végétalisées (ou ZRV), ouvrages construits entre le rejet de la station et le milieu aquatique, connaissent un fort développement sur le territoire français. On en trouve de multiples configurations, et on leur prête des vertus de traitement de certaines substances. A ce jour il n'y a pas d'élément justifiant de l'efficacité de ces installations pour l'élimination de micropolluants.

OBJECTIFS

Acquérir des données opérationnelles concernant l'élimination des substances prioritaires et émergentes émises par les stations d'épuration secondaires par plusieurs types de filières de traitement extensif :

- (i) type fossé avec cheminement sur un sol imperméable ;
- (ii) type fossé avec cheminement sur un sol perméable avec infiltration dans le sol ;
- (iii) type lagunage avec macrophytes ;
- (iv) type filtre horizontal, à écoulement lent au sein d'un matériau adsorbant (ex. charbon actif ou matériaux alternatifs type argile ou zéolite).

METHODE

Campagne de mesure et expérimentations 2010

Deux études ont été réalisées portant sur les zones de rejet végétalisées de type (i) et (iv).

- **ZRV de type (i) – fossé avec cheminement sur sol imperméable – (ACA3-PA1)**

Objectif : Mesure du rendement d'élimination sur une période de 24 h de la ZRV. Evaluation du rôle de la photo-dégradation (bilans 2 h en période nocturne et diurne).

La ZRV de la station de Valfleury (42) a été étudiée du 20 au 22 septembre 2010.

- Choix et description de la station :

La ZRV de la station de Valfleury (42) a été choisie pour représenter le type (i). Cette installation a été choisie après des pré-visites de plusieurs sites réels réalisées au cours du premier semestre 2010. Elle avait déjà fait l'objet d'une visite en 2009 qui avait confirmé le type argileux du sol (vitesse d'infiltration de 1,9 mm/h). Celle-ci comporte un cheminement de 80 m sur sol imperméable (inclinaison terrain de 20%), planté de saules (1,3 m de haut) sur la deuxième moitié du parcours.

L'ouvrage est situé en aval d'une filière décanteur/digesteur + filtre à sable de capacité nominale de 450 équivalents-habitants (EH) assurant une nitrification poussée de l'azote. Bien entretenus et assurant la nitrification de l'effluent brut, l'étage filtre à sable est composé de trois filtres à sable biologiques alimentés pendant une semaine puis au repos pendant deux semaines.

Il s'agit d'un écoulement rapide (temps de séjour hydraulique < 1 heure) sur sol imperméable (argile) d'où une infiltration de très faible intensité. Les concentrations en paramètres majeurs sont très peu modifiées entre l'amont et l'aval de la ZRV et montrent au plus une diminution de 1 mg N-NH₄/L.

La ZRV se déverse dans le milieu superficiel du ruisseau Durèze (affluent du Giers).

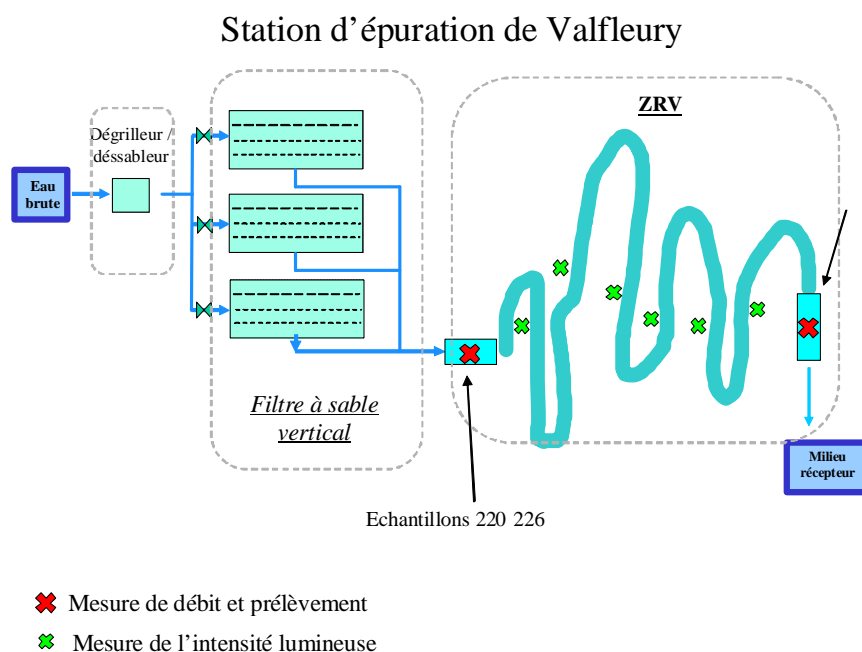


Schéma de l'installation ZRV type fossé étudiée



Station de Valfleury située en amont de la ZRV



ZRV de Valfleury

L'exploitant (employé communal) est présent une demi journée par semaine (le lundi matin) pour l'exploitation de la station de type secondaire (située en amont de la ZRV) afin d'éliminer manuellement les refus de dégrillage (raclage grille), d'effectuer le basculement de l'alimentation des filtres à sable, d'éliminer manuellement (grattage à la fourche) la surface du filtre alimenté la semaine précédente, de relever le nombre de bâchées appliquées au filtre (totalisateur basculement siphon), d'appliquer des tests bandelettes nitrates en sortie de filtre, et enfin de tenir à jour un cahier d'exploitation. L'installation, qui comporte entre autre une étape de pré-traitement avec bassin garnis de sacs à pouzzolane (1 m³), nécessite un nettoyage au jet tous les 3 mois et un renouvellement tous les trois ans.

Le passage de l'exploitant sur la ZRV est par contre irrégulier. Les opérations de maintenance consistent en l'application de produits phytosanitaires permettant de limiter la pousse des orties dans le long du cheminement (application 1 à 2 fois par an), ainsi que la coupe des saules et de la végétation basse (1 fois par an). A l'aval de la zone est située une zone d'entreposage des déchets verts de la commune, qui sont brûlés lorsqu'ils sont secs. Lors de l'intervention Cemagref, il n'y avait pas eu d'application récente de produits contre les orties, ni de feu de déchets verts, ni d'exportation de végétal.

- Moyens mis en œuvre :

Le plan d'échantillonnage comprenait deux points de prélèvements. En chaque point, six échantillons ont été prélevés proportionnellement au débit, soit un total de 12 échantillons.

- Prélèvements moyens 24 h (échantillonneurs automatiques réfrigérés) en entrée et en sortie, pendant deux jours : Jour 1 (20-21/09, 10h à 10h), puis Jour 2 (21-22/09, 10h à 10h) ;
- Prélèvements moyens 2 h en période diurne (échantillonnage intégré par mélange de prélèvements ponctuels) en entrée et en sortie, pendant deux périodes (20 et 21/09, 12h à 14h) ;
- Prélèvements moyens 2 h en période nocturne (échantillonnage intégré par mélange de prélèvements ponctuels) en entrée et en sortie, pendant deux périodes (20 et 21/09, 12h à 14h).

La campagne a été réalisée par deux personnes pendant 48 heures, en conditions de temps sec et de bon ensoleillement (septembre 2010). Pour le fonctionnement des équipements d'instrumentation et d'échantillonnage, nous avons utilisé un groupe électrogène car le site n'est pas équipé d'électricité. La commune avait fait poser le canal de mesure avec lame V mis à disposition gracieusement par le Satese 42 pour la mesure du débit de sortie. Ainsi, la ZRV était équipée de mesures de débit en amont et aval. La première analyse de données

met en évidence des temps de séjour très court (< 1h) avec une infiltration de faible intensité. Débit journalier traité par temps sec d'environ 30 m³, en 4 bâchées par jour.

Lors de la campagne, un préleveur automatique a été installé en entrée générale de la station pour avoir une image de l'efficacité de traitement des paramètres majeurs par le procédé secondaire amont à la ZRV.

Les échantillons ont été envoyés à 4 laboratoires via TNT : Cemagref de Lyon, Suez-Environnement, Université Bordeaux 1 et IPL. Les analyses ont été demandées sur la phase dissoute uniquement, compte-tenu des très faibles teneurs en MES en entrée/sortie de la station.

Substances étudiées :

- Béta bloquants (aténolol, métoprolol, propranolol, sotalol)
- Antibiotiques (sulfaméthoxazole, roxithromycine, + autres)
- Autres pharmaceutiques (carbamazépine, ibuprofène, diclofénac, diazépam)
- Pesticides (atrazine, simazine, diuron, isoproturon, glyphosate, AMPA),
- Alkylphénols (4-t-butylphénol, 4-t-OP, 4-NP, 4-NP1EO, 4-NP2EO, 4-NP1EC)
- HAP (16 de la liste EPA)

- **ZRV de type (iv) filtre horizontal, à écoulement lent au sein d'un matériau adsorbant (caractérisation de matériaux adsorbants) – (ACA4-PA)**

Objectifs : Caractérisation expérimentale des capacités d'adsorption de matériaux adsorbants. Trois matériaux sont étudiés : charbon actif, argile expansée, zéolite. Détermination des isothermes d'adsorption (capacité maximale et affinité adsorbant/substance).

Moyens mis en œuvre :

Protocole appliqué à 20 réacteurs en verre contenant 7 L d'eau de sortie de la station de Valfleury (42), et complètement agités. Des solutions de dopage sont ajoutées aux solutions pour imposer des concentrations en micropolluants initiales (0.1, 1, 10, 100, 1000 µg/L). La mesure des concentrations atteintes à l'équilibre après 24 h d'agitation adsorbants / solution permet d'établir les isothermes d'adsorption, et d'en déduire les caractéristiques des matériaux.

Suite à l'étude bibliographique réalisée en 2010, trois matériaux adsorbants font l'objet de tests expérimentaux :

- (i) charbon actif Filtrasorb 400 (société Calgon Carbon) ;
- (ii) argile expansée Filtralite (société Weber, filiale de Saint Gobain) ;
- (iii) zéolite clinoptinolite (société Somez).

Les tests expérimentaux sont menés en réacteurs fermés et en réacteurs ouverts.

Les expérimentations en réacteurs fermés ont été menées en octobre 2010 (20 échantillons).

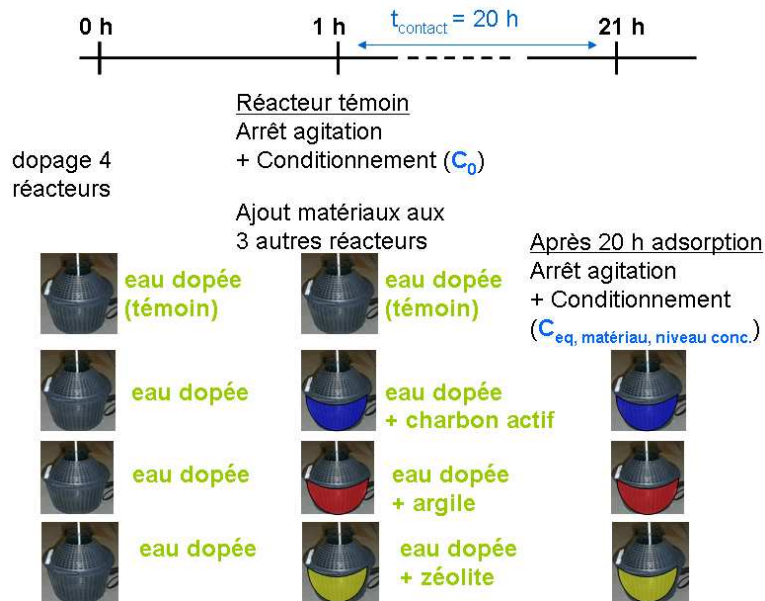
Vingt réacteurs fermés en verre, complètement mélangés à l'aide d'une pale en Téflon, ont été mis en œuvre pour l'étude expérimentale. Ces réacteurs en verre, contenant 7 L d'eau de sortie de la station de Valfleury (42) et 240 g de poids sec de matériaux adsorbants, ont

été vigoureusement agités, et dopés pour imposer des concentrations en micropolluants initiales (0,1 ; 1 ; 10 ; 100 ; 1 000 µg/L).

Des dosages en micropolluants ont été effectués au temps initial (après 1 heure d'agitation de la solution dopée), ainsi qu'après 20 heures de contact entre le matériau et l'eau dopée agitée. Ces informations ont permis de réaliser des bilans d'élimination des micropolluants considérés et de caractériser la capacité d'adsorption d'une sélection de micropolluants.

Un réacteur témoin (eau ayant subi les mêmes conditions de stockage et de mélange sans matériau adsorbant) a permis de vérifier que les polluants considérés n'étaient pas éliminés par biodégradation, ni par adsorption sur les parois du récipient ou par photodégradation. Ainsi, les éliminations des polluants en présence de matériaux adsorbant ne peuvent être imputées qu'à l'adsorption sur le matériau.

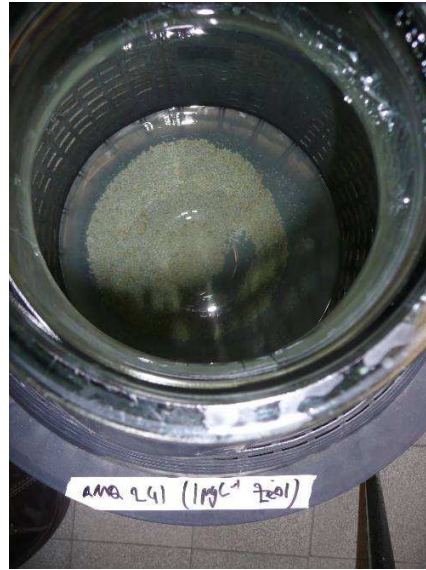
Puis, ces informations ont permis de sélectionner les matériaux à tester en pilote de taille semi-industrielle (au plus proche des conditions réelles), d'ajuster la fréquence d'échantillonnage pour évaluer les capacités d'adsorption et la durée de vie de matériaux adsorbants.



Schémas des expérimentations en réacteurs fermés (5 niveaux de dopage)



Récipient verre mélangé par agitateur mécanique équipé d'une pâte Téflon



Mélange effluent Valfleury dopé en micropolluants + matériau adsorbant

Substances étudiées :

- Béta bloquants (aténolol, métoprolol, propranolol, sotalol)
- Antibiotiques (sulfaméthoxazole, roxithromycine, + autres)
- Autres pharmaceutiques (carbamazépine, ibuprofène, diclofénac, diazépam)
- Pesticides (atrazine, simazine, diuron, isoproturon, glyphosate, AMPA),

Les alkylphénols (AKP) et hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) ne sont pas intégrés dans cette étude.

Campagnes de mesures 2011

- **ZRV de type (ii) cheminement sur sol perméable – (ACA5-PA)**

Objectif : Evaluation de ce type de procédé vis à vis des micropolluants et détermination du rôle du sol.

Moyens mis en œuvre :

Initialement prévue en 2011, l'opération de prélèvement a été reportée en 2012. Une veille en vue du choix des sites est néanmoins menée.

- **ZRV de type (iv) filtre horizontal, à écoulement lent au sein d'un matériau adsorbant (Caractérisation de matériaux adsorbants) – (ACA4-PA)**

Objectif : Fournir les capacités d'adsorption en conditions hydrodynamiques de filtration lente à une échelle intermédiaire entre l'échelle de laboratoire et l'échelle industrielle. Dégager des éléments de dimensionnement (en terme de m² nécessaire par équivalent habitant) et d'exploitation.

Moyens mis en œuvre :

Une expérimentation en réacteurs ouverts a été initiée fin 2011. Une installation pilote de taille semi-industrielle a été construite et installée (octobre-novembre 2011) dans le hall

expérimental de la Feyssine. Elle comporte 3 filtres à écoulement horizontal lent (temps de séjour environ 4 h) remplis de 100 L des trois matériaux précités (charbon actif, argile expansée, zéolite). Les filtres sont remplis sur une hauteur de 40 cm et alimentés de façon séquentielle par de l'eau de sortie de la STEU boue activée aération prolongée de la Feyssine (débit $Q = 30$ L/h).

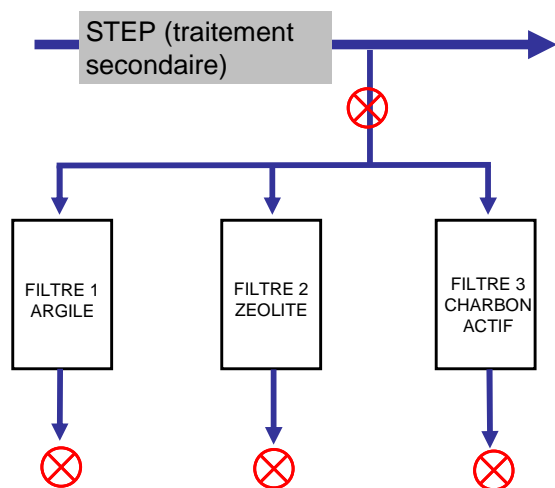


Schéma de l'installation pilote composée de 3 filtres horizontaux à écoulement lent

Un suivi hebdomadaire des paramètres majeurs est réalisé grâce à des bilans 24 heures.

Un total de 8 campagnes est prévu pour les micropolluants (avec 1 prélèvement en entrée commune, et 1 prélèvement en sortie par filtre).

Les analyses chimiques sont en cours.

Chimie générale :

- pH, conductivité, COD
- NH_4^+ , NO_2^- , NO_3^- , HCO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{3-}
- bilan anions / cations (Ca^{2+} , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Cl^-)

Substances étudiées :

- pharmaceutiques : carbamazépine, ibuprofène, diclofénac, diazépam, aténolol, métoprolol, propranolol, sotalol, roxythromycine, sulfaméthoxazole
- pesticides : atrazine, simazine, isoproturon, diuron
- métaux (22)

Campagnes de mesures 2012

- **ZRV de type (iv) filtre horizontal, à écoulement lent au sein d'un matériau adsorbant (Caractérisation de matériaux adsorbants) – (ACA4-PA)**

Objectif : Poursuite de la mesure des capacités d'adsorption en conditions de filtration lente à une échelle pilote, afin de dégager des éléments de dimensionnement, d'exploitation, en particulier la durée de vie des matériaux.

Moyens mis en œuvre : Poursuite des prélèvements sur l'installation pilote de taille semi-industrielle mise en route fin 2011.

- **Autres types de ZRV** : Pas d'autre opération dans le cadre du projet ARMISTIQ.

Des possibilités de campagnes de terrain sont à l'étude dans d'autres programmes de recherche en cours de montage :

- procédé ZRV type Bassin, sur sol perméable (site de Marguerittes) à partir de 2013 ;
- procédé ZRV type infiltration dans le sol (projet Biotrytis / CUB en cours de montage, 2013-2017).

PROTOCOLES : procédés secondaires (boues activées aération prolongée) (action C)

Rédacteur : Maxime Pomiès
Version du 16/01/2012

PROJET ARMISTIQ

Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques.

Action C – Acquisition de connaissance sur les processus de dégradation pour la réduction des micropolluants partiellement biodégradables dans les traitements conventionnels de type boues activées. La démarche couplera essais en laboratoire, modélisation et validation sur site réel.

CONTEXTE

Les résultats du projet AMPERES ont démontré le potentiel d'élimination de certains micropolluants par les procédés à boues activées. L'action C du projet ARMISTIQ vise à mieux appréhender les phénomènes d'élimination (sorption et biodégradation) des substances partiellement éliminées, et de comprendre les variabilités observées. La finalité est de concevoir un outil de modélisation du comportement de ces substances.

OBJECTIFS

L'objectif est d'approfondir les premiers résultats du projet AMPERES en caractérisant davantage les mécanismes qui ont lieu au sein même du réacteur ainsi que l'influence des conditions opératoires (taux de boues, conditions aérobie/anoxie, température, durée d'aération journalière). La démarche expérimentale se traduit par un suivi d'un procédé biologique à boues activées plusieurs fois pendant une durée de 12 mois. En complément, des essais en réacteurs fermés sont mis en œuvre permettant de caractériser plus finement les capacités d'élimination de la boue biologique liquide présente au sein du procédé. Ils ont notamment pour but de mesurer les cinétiques de sorption et de dégradation, et d'en déterminer le paramétrage.

METHODES

Eléments préparatoires à l'acquisition expérimentale

1. Evaluation de l'influence des modules de filtration pour la filtration in-situ

Objectif : Evaluer le comportement d'un module filtration à fibres creuses (Polymem) vis-à-vis des micropolluants. Si les tests sont satisfaisants, le module de filtration permettra de filtrer les échantillons directement sur site (campagnes ACA1-P) et donc d'envoyer les échantillons déjà filtrés aux laboratoires.

➤ *Evaluation de l'éventuel relargage par le module de filtration*

Dans un premier temps, nous vérifions que les modules de filtration ne contaminent pas les échantillons en relargant des substances.

ACA1-S-BA1 (13-17 septembre 2010)

- Evaluation du relargage : après utilisation préalable du module, puis application de la procédure de lavage, filtration d'eau d'Evian
 - o Analyse d'eau d'Evian avant filtration en triplicats (3 échantillons dissous)
 - o Analyse d'eau d'Evian après filtration en triplicats (3 échantillons dissous)

Les résultats montrent une contamination uniquement pour certains métaux (Al, Fe, Cu, Zn, Pb). Cependant, les niveaux de contamination sont faibles.

➤ *Comparaison de la filtration à 0,1 µm et 0,7 µm (0,45 µm pour les métaux) vis-à-vis des micropolluants*

L'objectif est ici de savoir si la différence dans le seuil de filtration entraîne une différence dans la concentration mesurée, et si oui pour quelles substances et dans quelles mesures. L'utilisation des modules de filtration est prévue lors des tests en réacteurs fermés (décrits plus loin) pour filtrer de la boue activée. Nous avons également réalisés des filtrations sur l'eau brute et l'eau traitée. Les résultats nous permettent de savoir si les données issues du suivi de la STEP (obtenue par filtration 0,7 / 0,45 µm) sont comparables aux données obtenues via les réacteurs fermés (filtration à 0,1 µm).

Filtration matrice Boues activées - ACA1-S-BA2 (4-8 oct. 2010)

- Filtration de boues activées (boues de la STEP) en utilisant (i) le module de filtration à fibres creuses (0,1 µm) et (ii) la méthode de filtration AMPERES (filtre fibre de verre GF/F, 0,7 µm pour les micropolluants organiques ou 0,45 µm pour les métaux)
 - o Analyse filtrat (filtré à 0,1µm) en triplicats (3 échantillons dissous)
 - o Analyse filtrat (filtré à 0,7 / 0,45 µm) en triplicats (3 échantillons dissous)

Filtration matrice Eau brute - ACA1-S2 (16-17 mai 2011) ; ACA1-S3 (17 oct 2011)

- Filtration Eau brute de la STEP
 - o Analyse filtrat (filtré à 0,1 µm) (1 échantillon dissous)
 - o Analyse filtrat (filtré à 0,7 / 0,45 µm) (1 échantillon dissous)

Filtration matrice Eau traitée - ACA1-S-BA1 (13-17 sept. 2010); ACA1-S2 (16-17 mai 2011); ACA1-S-BP1 (21 fév.2011)

- Filtration Eau traitée de la STEP
 - o Analyse filtrat (filtré à 0,1 µm) (1 échantillon dissous)
 - o Analyse filtrat (filtré à 0,7 / 0,45 µm) (1 échantillon dissous)

Les différences de concentrations dissoutes mesurées avec des seuils de coupure différents, des écarts de l'ordre de 20% sont observés pour Al, Fe, Cu, Zn, Cd, Pb. En conséquence, nous avons décidé de ne pas utiliser les modules de filtration pour l'analyse des métaux dans les échantillons. Une fraction dédiée à l'analyse des métaux est filtrée à 0,45 µm pour chaque échantillon concerné.

Ensuite, pour les bêtabloquants, une différence significative (90 %) est détectée pour le propranolol. On peut en déduire qu'une fraction importante de cette substance se trouve dans la fraction entre 0,1 et 0,7 µm (à savoir sur la partie dite colloïdale). Le propranolol a tendance à être hydrophobe (log Kow : 2.60). La même observation est faite pour le diclofénac ainsi que pour les alkylphénols (mais seuls les résultats sur le test de filtration avec l'eau brute sont disponibles actuellement).

2. Blancs préleveurs

Une procédure similaire aux blancs préleveurs lors du projet AMPERES est menée. 2 tests ont été menés au cours de l'année 2011.

Blancs préleveurs - ACA1-S-BP2 (24 mai 2011) ; ACA1-S-BP3 (5 déc 2011)

- Préleveur eau brute
 - o Analyse Eau brute avant passage dans préleveur (1 échantillon dissous)
 - o Analyse Eau brute après passage dans préleveur (1 échantillon dissous)
- Préleveur eau traitée
 - o Analyse Eau traitée avant passage dans préleveur (1 échantillon dissous)
 - o Analyse Eau traitée après passage dans préleveur (1 échantillon dissous)
- Préleveur eau brute
 - o Analyse Evian avant passage dans préleveur (1 échantillon dissous)
 - o Analyse Evian après passage dans préleveur (1 échantillon dissous)
- Préleveur eau traitée
 - o Analyse Evian avant passage dans préleveur (1 échantillon dissous)
 - o Analyse Evian après passage dans préleveur (1 échantillon dissous)

Dans un premier temps, l'éventuelle adsorption de micropolluants dans la chaîne de prélèvement/conditionnement est testée en comparant les concentrations dans de l'eau brute et de l'eau traitée en amont et en aval du préleveur asservi à l'eau brute et à l'eau traitée respectivement. Ensuite, l'absence de relargage de la chaîne de prélèvement/conditionnement est vérifiée en mesurant les concentrations dans de l'eau d'Evian ayant traversé chacun des deux préleveurs.

Les résultats du premier test sont aujourd'hui disponibles (pour les métaux, les bêtabloquants et les médicaments). Aucune modification des concentrations par adsorption ou relargage n'a été observée.

3. Blancs des cuves des réacteurs fermés

L'adsorption/relargage des cuves plastique en contact avec de l'eau traitée de la STEP a été testée avant les campagnes de mesures. La mise en place d'un réacteur témoin (bonbonne en verre) a permis de vérifier si les micropolluants se dégradent ou non pendant le test).

Blancs cuves - ACA1-S-BP1 (21-22 fév 2011)

- o Analyse Eau traitée (t=0h)
- o Analyse Eau traitée dans réacteur Aérobie après 24h
- o Analyse Eau traitée dans réacteur Anoxie après 24h
- o Analyse Eau traitée dans bonbonne en verre après 24h (témoin)

Aucune contamination n'a été mise en évidence.

Stratégie d'échantillonnage et démarche expérimentale

1. Choix de la STEU

4 installations à boues activées situées au nord de Lyon ont été visitées. Le choix s'est porté sur la STEU de DOMMARTIN SEMANET (Grand Lyon, 69) : procédé à boues activées aération prolongée, capacité : 3 000 EH, bonne performances sur les paramètres majeurs, proximité Lyon, possibilité de modifier les paramètres de fonctionnement, réseau séparatif, connaissance de cette STEU par l'équipe Epurateur du Cemagref.

Les photos ci-dessous présentent les équipements de l'installation et les points de prélèvements :



2. Suivi approfondi d'une STEU

- Campagnes de suivi global : ACA1-S (4 campagnes échelonnées entre février 2011 et mars 2012)

Objectif : Détermination des paramètres du modèle en conditions de fonctionnement réel de l'installation boues activées. Calculs des rendements Eau et filière globale (incluant le transfert dans les boues). Performances d'élimination en régime permanent, dans différentes conditions de fonctionnement. Acquisition des données expérimentales indispensables à l'initialisation du modèle.

A l'aide de 4 campagnes de mesures sur STEU (3 se sont déroulées en 2011), les rendements d'élimination pour différentes conditions de fonctionnement sont déterminés, ce qui permet de disposer d'une image dans le temps sur une même installation.

Trois conditions de fonctionnement sont étudiées : température dans le bassin d'aération, taux de MES dans le bassin d'aération, durée présence oxygène. Pour chacune de ces 3 conditions, 2 niveaux sont choisis :

- Taux de MES (2 et 7 g/L, ce taux évolue au cours de l'année en fonction du soutirage des boues dans le silo de stockage. Il est au plus haut au moment de soutirage, en mars et en août) ;
- Durée présence d'O₂ (7 et 9 h/j, suivant la marge de manœuvre laissée par l'exploitant) ;
- Température (hiver/été).

Tableau 1: Planning des campagnes de mesures (Tache C)

Campagne	Date	T (° C)	Taux MES (g/l)	Durée présence O2 (h/j)
ACA1-S1	févr-11	9 - 12	5 - 6	7
ACA1-P1	mars-11			
ACA1-S2	mai-11	18 - 22	6 - 7	7
ACA1-P2	juin-11			
ACA1-S3	oct-11	16 - 17	2 - 4	9
ACA1-P3	nov-11			
ACA1-S4	janv-12	9 - 12	5 - 6	9
ACA1-P4	févr-12			

Lors de ces campagnes, les points de prélèvements sont les suivants (Figure 1) :

- Prélèvement eau entrée : échantillons moyens 24h, analyse dissous et particulaire. Le volume d'échantillon final est d'environ 10 L.
- Prélèvement eau sortie : échantillons moyens 24h, analyse dissous. Le volume d'échantillon final est de 4 L.
- Prélèvements boues liquides : en ponctuel dans le bassin d'aération, après 10 min d'aération pour assurer la bonne homogénéisation du bassin. Le volume d'échantillon final est de 10 L.

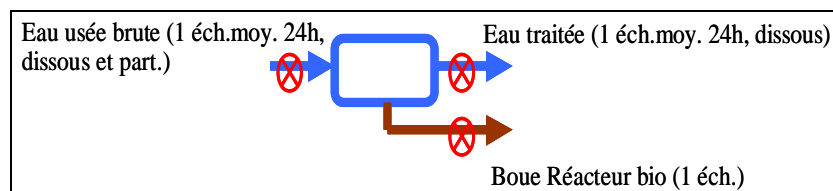


Figure 1 : Schéma des points de prélèvements manip ACA1-Sx

Les prélèvements d'eau sont réalisés à l'aide d'un préleveur automatique réfrigéré (type AMPERES) équipé de flacons en verre et de tuyaux d'aspiration en téflon. En plus de la recherche des micropolluants, une large analyse des paramètres majeurs est réalisée :

- échantillons d'eau : MES, DCO, DCOfiltrée, DCO après coagulation/filtration, DBO5, NTK, NH4, NO3, NO2, COD, COT, Ptot, PO4 ;
- échantillon de boue : MES, MVS, Ptot.

Le bilan complet de la STEU sur le phosphore est un moyen de calculer l'âge de boues (précisément par rapport à la méthode utilisant les volumes de boues soutirés). Le fractionnement de la matière organique dans l'eau d'entrée donne accès aux entrées des équations du modèles ASM1 (Activated sludge model) (tels que Xs : lentement biodégradable ; Ss : rapidement biodégradable).

- Campagnes de suivi intensif : ACA1-P (4 campagnes prévues courant 2011, début 2012)

Objectif : Détermination des variables d'entrée du modèle dynamique. Investigation processus sorption/dégradation. Pour calage du modèle. Valeurs de sortie STEU pour vérification du calage.

Suivi dynamique entrée / sortie de la station

L'objectif est de déterminer les variations de concentrations en entrée et sortie du procédé au cours d'une journée.

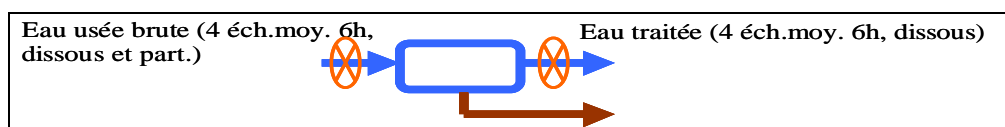


Figure 2: Schéma des points de prélèvements manips ACA1-Py

Les points de prélèvements sont les suivants (Figure 2) :

- Prélèvement eau entrée : 4 échantillons moyens 6 h consécutifs, analyse dissous et particulaire. Le volume d'échantillon final est de 10 L.
- Prélèvement eau sortie : 4 échantillons moyens 6 h consécutifs, analyse dissous. Le volume d'échantillon final est de 4 L.

Les prélèvements d'eau sont réalisés à l'aide d'un préleveur automatique spécifique et de tuyaux en téflon.

Essais en réacteurs fermés

Des essais en réacteurs fermés avec dopage en micropolluants sont réalisés. Ces essais permettent de caractériser plus finement les processus se déroulant dans les boues biologiques liquides, notamment leurs capacités d'élimination par sorption et biodégradation. Grâce à eux, la valeur des paramètres de modélisation recherchés peut être déterminée.

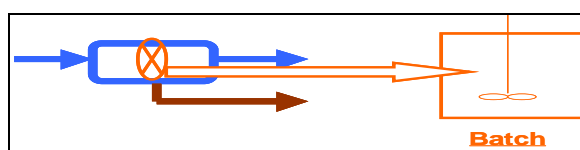


Figure 3 : Schéma prélèvement boues pour batch

Chaque essai dure 4 jours Au cours d'un essai, la phase dissoute est analysée à plusieurs reprises afin de connaître l'évolution de la concentration dissoute. La phase dissoute est séparée de la phase particulaire à l'aide des modules de filtration à fibres creuses. Grâce à cet outil, la séparation des deux phases se fera très rapidement, bloquant ainsi la réaction de biodégradation. La phase solide est aussi analysée. Au cours de ces essais en réacteurs fermés, la boue est placée dans différentes conditions :

- conditions rédox : aérobie/anoxie (un réacteur fermé pour chaque condition) ;
- substrat : absence de substrat biodégradable/substrat carboné et azoté/substrat azoté seul (NH₄ ou NO₃).

En termes d'analyse de micropolluants, pour chaque réacteur, sont analysés :

- 8 échantillons de boues liquides filtrées (dissous) ;
- 3 (ou 5) échantillon boues liquides.

L'étude de ces différentes conditions permet de combler les lacunes mises en évidence dans les protocoles de la littérature, notamment l'étude de la biodégradation en condition anoxie, le cométabolisme avec un substrat azoté (NH_4 en aérobie et NO_3 en anoxie). Les différentes phases de ce type d'expérimentation sont les suivantes (Figure 4).

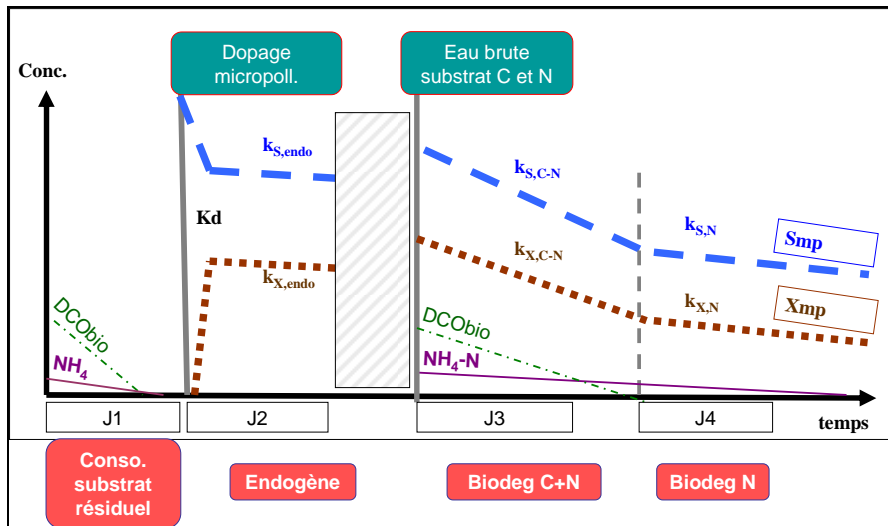


Figure 4: Schéma du déroulement d'une expérimentation en réacteur fermé

- Boue initiale et élimination du substrat résiduel (J1)

La boue est prélevée dans le bassin d'aération. Comme explicité dans le Tableau 2, elle est issue du bassin fonctionnant à des conditions opératoires différentes (à chaque campagne). Cette boue contient encore du substrat carboné et azoté (DCO, NH_4 , NO_3) résiduel présent dans l'eau interstitielle lors du prélèvement dans le réacteur biologique. Afin de se placer dans des conditions endogènes (c'est-à-dire sans substrat biodégradable) avant le dopage, la boue est aérée (par syncopage) durant plusieurs heures et la concentration dissoute en DCO, NH_4 et NO_3 est suivie.

- Dopage en micropolluants (J2)

Un dopage des micropolluants a deux objectifs :

- se placer dans des conditions non limitantes vis-à-vis de la biodégradation. Travailler à une concentration suffisante permettra d'observer le phénomène s'il se produit. Le niveau de dopage correspondra à celui d'une eau usée brute (déterminé à partir des résultats du projet AMPERES et d'un niveau choisi de 10^*LQ afin de limiter les erreurs dues à l'incertitude analytique) ;
- évaluer la sorption de chaque micropolluant. Au moment du dopage, il n'y a plus de substrat facilement biodégradable dans l'eau interstitielle de la boue. Nous observons alors la sorption, ce qui nous permet de calculer le coefficient de sorption K_d . Pour chacune des 4 campagnes, la boue initiale étant différente (conditions dans le bassin différentes), l'évaluation de la sorption permet d'observer l'influence de ces conditions sur la capacité de sorption de la boue. La sorption est rapide ; on observe ensuite une éventuelle phase de biodégradation du micropolluant en absence de tout autre substrat facilement biodégradable.

- Période de biodégradation exogène (J3 et J4)

Ensuite, du substrat biodégradable est ajouté. Le substrat choisi est de l'eau brute. Nous conservons donc une matrice de même nature qu'un substrat qui entre dans un bassin d'aération réel. Cependant, l'ajout d'eau brute conduit à une dilution de la boue dans le réacteur fermé. Mais nous disposons d'une eau brute contenant suffisamment de DCO pour limiter le volume à ajouter et donc la dilution. Après l'ajout d'eau brute, la biodégradation des micropolluants se déroule en même temps que celle de la DCO et de l'azote (cométabolisme). La DCO_{biodégradable} est rapidement éliminée et une phase de biodégradation des micropolluants avec la biodégradation du NH₄ seulement (réacteur aérobique) ou du NO₃ seulement (réacteur anoxique) est atteinte. Afin d'avoir suffisamment de NH₄ et de NO₃, les réacteurs sont dopés avec ces deux substrats.

Ce protocole nous permet de déterminer les paramètres de modélisation : coefficient de partition et constantes cinétiques de biodégradation dans les différentes conditions d'un bassin d'aération.

Liste des substances recherchées :

AKP	4-t-butylphénol, 4-t-OP, 4-NP, 4-NP1EO, 4-NP2EO, 4-NP1EC
HAP	Naphtalène, acénaphthylène, acénaphthène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, dibenzo(a,h)anthracène, benzo(g,h,i)pérylène, indéno(1,2,3-cd)pyrène
Pharmaceutiques	Aténolol, métoprolol, propanolol, acébutolol, bisoprolol, betaxolol Sulfaméthoxazole, roxithromycine Ibuprofène, paracétamol, diclofénac Fluoxétine, bromazépam, amitriptiline
Pesticides	Diuron
Métaux	B, Ti, Cr, Ni, Cu, Zn, Cd, Pb, Se, Al, Fe
Autre	liste complémentaire antibio, produits contraste

PROTOCOLES : boues (action D)

Rédacteurs : S. Besnault, J.M. Choubert et M Coquery
Version du 16/01/2012

PROJET ARMISTIQ

Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques

Action D - Réduction des micropolluants hydrophobes par procédés de traitement biologiques et thermiques des boues (digestion anaérobie, compostage et séchage, lit de séchage) avant valorisation agricole

CONTEXTE

La plupart des micropolluants qui sont éliminés de l'eau (environ 70%) sont en majorité adsorbés sur les boues. Les différents types de traitement des boues peuvent permettre un abattement supplémentaire.

OBJECTIFS

Identifier les points d'amélioration et de fiabilisation des procédés de traitement biologique (compostage, lits de séchage plantés de roseaux) et thermique (séchage thermique et solaire) pour l'élimination des micropolluants dans les boues solides. L'apport d'une digestion anaérobie en amont de ces filières sera également évalué. Produire une évaluation économique et environnementale de ces procédés afin d'avoir une vision globale des possibilités d'abattement de micropolluants avant valorisation agricole des boues.

METHODE

Campagnes de mesure 2010 :

- **Procédés intensifs**
- **Limay (78) (sécheur thermique haute température) – ASE1-Boue**

Objectif : Suivre un lot de boue à travers le procédé de séchage haute température (HT) ainsi que les condensats.

Description de l'installation :

L'usine Prism'O de Limay dispose de deux lignes de traitement des boues en parallèle (BVA et BVT) et ainsi de deux sécheurs NARA. Chacun des deux sécheurs a une capacité nominale d'évaporation de 3,4 Teau/h. La température des buées est d'environ 115°C et la température à l'intérieur des sécheurs d'environ 120°C.

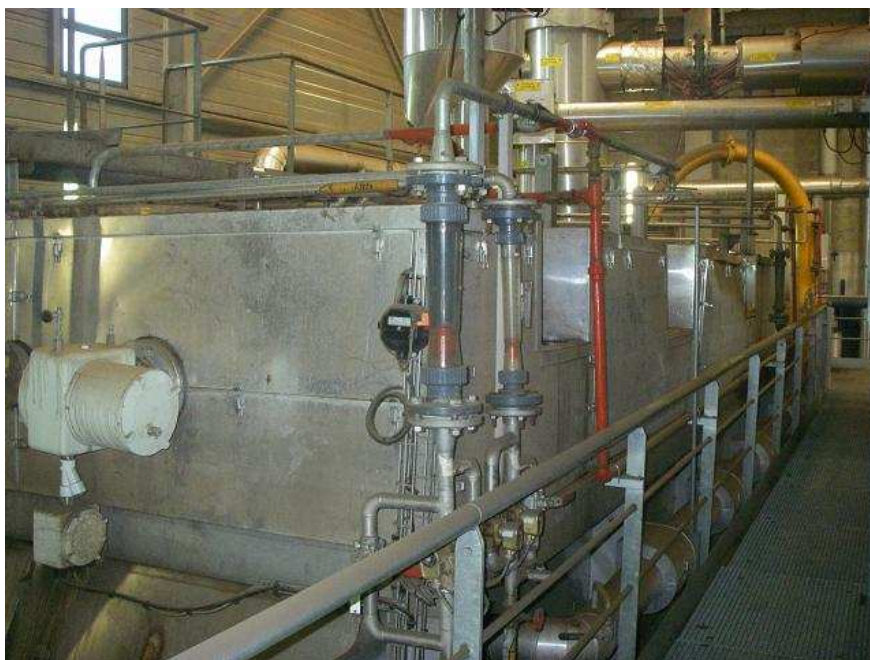


Figure 5 : Sécheur Haute Température de Limay

Moyens mis en œuvre :

- Prélèvements boues moyens 3 h reconstitués (prélèvements manuels) en entrée, sortie et condensats (moyen 4 h reconstitué) : J1 (22/06/10), puis J2 (23/06/10) pour une ligne de séchage ;
- Prélèvements boues moyens 3 h reconstitués (prélèvements manuels) en entrée, sortie et condensats (moyen 4 h reconstitué) : J1 (22/06/10) pour une autre ligne de séchage.

(4 échantillons de boues, 1 échantillon de condensats)

Pour les quatre prélèvements de boue, 10 prélèvements ponctuels de 500 g ont été réalisés, toutes les 20 minutes, afin de reconstituer un échantillon. La méthode du quartage a été employée pour réduire la quantité de boue à la fraction nécessaire pour les laboratoires. Le nombre de prélèvements, ainsi que la fréquence d'échantillonnage, ont été calculés selon la procédure de prélèvement définie dans la norme ISO 5667-13:1998 (Qualité de l'eau -- Échantillonnage -- Partie 13 : Guide pour l'échantillonnage de boues provenant d'installations de traitement de l'eau et des eaux usées), ainsi que sur la proposition de révision de cette norme de mai 2009, et la norme NF U 44-108.

Les points de prélèvement sont indiqués sur le schéma ci-dessous (Figure 7) par les étoiles noires.

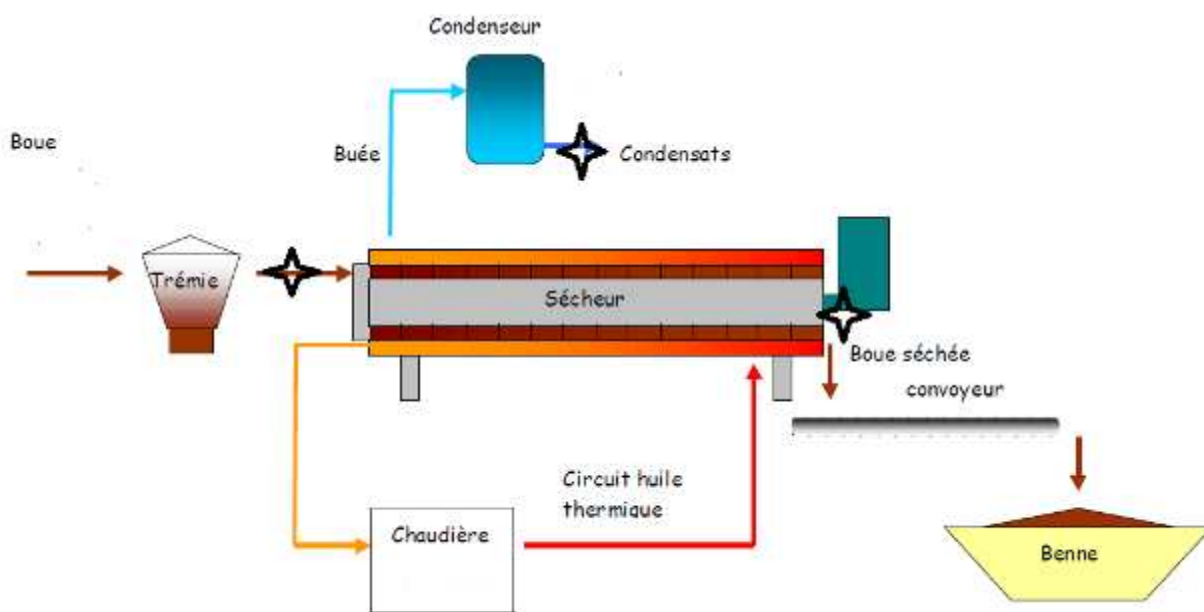


Figure 6 : Emplacement des points de prélèvement ASE1-Boue

▪ **Espagne – ASE2-Boue**

Objectif : Suivre un lot de boue à travers le procédé de séchage basse température (BT) ainsi que les condensats.

Description de l'installation :

Le site sélectionné pour la campagne comprend un système de séchage qui fait partie d'une installation de traitement des eaux d'une capacité de 2 800 000 EH. La capacité d'évaporation de l'installation est de 16,000 L/h. Le sécheur basse température est un sécheur à bande et donc un sécheur direct. Ce type de sécheur a été développé par l'entreprise Sistemas de Transferencia de Calor et est communément appelé « sécheur STC ». L'installation comporte quatre lignes en parallèle (A, B, C et D), chacune comprenant un sécheur d'une capacité de 4,000 L/h d'eau condensée. Les sécheurs fonctionnent à une température inférieure à 80°C et la chaleur nécessaire au séchage des boues vient de moteur de co-génération de chaleur et de puissance (CHP) installés sur la STEU, qui fonctionnent au gaz naturel. Une chaudière au gaz naturel est disponible mais elle n'est utilisée que si les moteurs CHP ne peuvent pas fournir la chaleur nécessaire. Le procédé de séchage fonctionne automatiquement et en continu, en recevant de la boue pompée du procédé de déshydratation. La figure 8 ci-après montre deux des sécheurs.



Figure 7 : Deux des sécheurs de la campagne ASE2-Boue

Moyens mis en œuvre :

- Prélèvements boues moyens 1.5 h reconstitués (prélèvements manuels) en entrée, sortie et condensats (moyen 2 h reconstitué): J1 (21 sept. 2010) pour une ligne de séchage;
- Prélèvements boues moyens 1.5 h reconstitués (prélèvements manuels) en entrée, sortie et condensats (moyen 2 h reconstitué): J2 (22 sept. 2010) pour la même ligne de séchage.

(4 échantillons de boues, 1 échantillon de condensats)

Pour les quatre prélèvements de boue, 10 prélèvements ponctuels de 250 g ont été réalisés, toutes les 10 minutes, afin de reconstituer un échantillon. La méthode du quartage a été employée pour réduire la quantité de boue à la fraction nécessaire pour les laboratoires. Le nombre de prélèvements, ainsi que la fréquence d'échantillonnage, ont été calculés selon la procédure de prélèvement définie dans la norme ISO 5667-13:1998 (Qualité de l'eau -- Échantillonnage -- Partie 13 : Guide pour l'échantillonnage de boues provenant d'installations de traitement de l'eau et des eaux usées), ainsi que sur la proposition de révision de cette norme de mai 2009, et la norme NF U 44-108.

Les points de prélèvement sont indiqués par des étoiles noires sur la figure 9 ci-après.

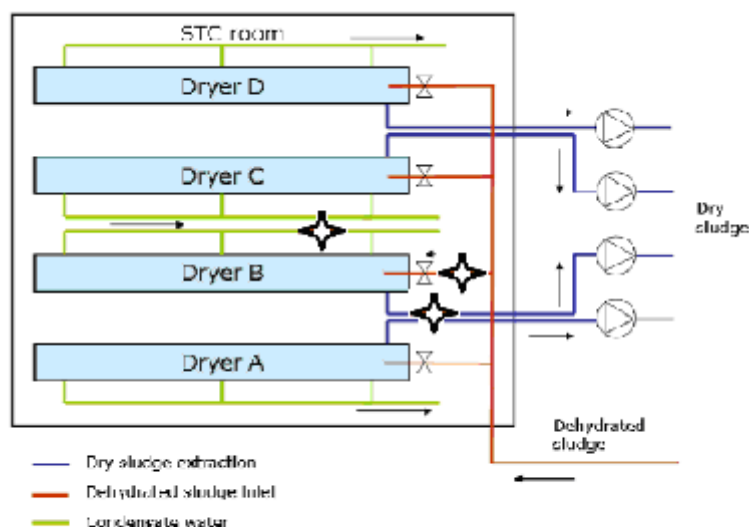


Figure 8 : Points de prélèvement ASE2-Boue

- **Procédés extensifs**

Objectif : Connaître l'évolution des concentrations en substances lors du traitement par deux lits de séchage plantés de roseaux (LSPR) qui ont déjà été étudiés en mars 2007 (projet AMPERES).

Une campagne d'échantillonnage a été réalisée début décembre 2010 sur les mêmes filtres des deux installations étudiées en 2007 (projet AMPERES). Des échantillons au milieu et au fond des filtres ont été collectés.

- Andancette (26), Lit de séchage planté de roseaux – ACA2-boue2

Lit de séchage planté de roseaux (8 lits de 470 m² chacun) en fonctionnement depuis 5 ans. Traitement des boues d'une station à boues activées aération prolongée recevant 50% de sa charge nominale (13 000 EH, réseau unitaire). Prélèvement réalisés au sein du filtre F, au repos depuis 8 semaines.

Collecte d'échantillons de boues (échantillons moyens reconstitués dans l'espace). Des prélèvements individuels ont été collectés en trois points (profils verticaux) du filtre, et à deux hauteurs (mi-hauteur et fond du filtre). Un des profils a été réalisé au centre du filtre, et les deux autres sont situés à 2 m des points d'alimentation. Les 3 prélèvements individuels de chacune des hauteurs sont ensuite mélangés pour constituer un échantillon de mi-hauteur et un échantillon de fond de filtre (2 échantillons de boues).

- Beaujeu (69), Lit de séchage planté de roseaux – ACA2-boue2

Lit de séchage planté de roseaux (8 lits, 75 m² chacun) en fonctionnement depuis 4 ans. Traitement des boues d'une station à boues activées aération prolongée recevant 60% de sa charge nominale (2 900 EH, réseau séparatif avec infiltration).

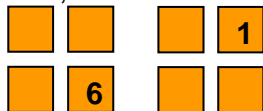
Collecte d'échantillons de boues (échantillons moyens reconstitués dans l'espace). Des prélèvements individuels ont été collectés en un seul profil (vertical) sur deux filtres, à mi-hauteur et au fond des filtres (filtre 1 au repos depuis 3 semaines et filtre 6 au repos depuis 7 semaines). Les prélèvements individuels de chacune des hauteurs sont ensuite mélangés (2 échantillons de boues).

Les filtres des 2 installations comportaient 50 à 60 cm de boues. L'accès a été difficile (enlèvement).

En chaque point de chaque installation, les 20 premiers cm de boues (sommets), et les 20 derniers cm de boues (fond) sont collectés sur une surface de 0,3 m². Les échantillons individuels de chaque installation sont ensuite réunis pour constituer un échantillon moyen haut de filtre et fond de filtre. Ces échantillons sont ensuite débarrassés des débris grossiers (végétaux, minéraux) et mélangés avant d'être répartis dans les flacons destinés aux laboratoires d'analyses. En pratique, la collecte des échantillons individuels a été réalisée à l'aide d'une cuillère en inox et de cristallisoirs en verre.

Beaujeu (2.900 EH)

8 lits, 75 m² chacun



Filtre 1, 1 pp.
Filtre 6, 1 pp.

30 kgMS/m².an

Andancette (13.000 EH)

8 lits de 470 m² chacun



50 kgMS/m².an

Figure 9 : Points de prélèvement ACA2-Boue

Campagnes de mesures 2011

- **Procédés intensifs**
- **Bellecombe (39) (sécheur solaire) – ASE3-Boue**

Objectif : Suivre un lot de boue à travers le procédé de séchage solaire ainsi que les condensats.

Description de l'installation :

Le sécheur sélectionné pour la campagne se trouve sur le site de Bellecombe. L'installation est située sur le site d'une station d'une capacité de 32 000 EH et traite les boues des trois filières « eau » de la STEU après déshydratation par filtre presse ou filtre à bandes.

Le site possède deux sécheurs (serres Héliantis), procédé développé par Degremont et qui possède une machine de scarification (Figure 10). Ces serres traitent les boues biologiques après une grille d'égouttage et un filtre presse.

La siccité des boues en entrée est d'environ 25 % et peut atteindre 90 % à la fin du séchage solaire. La capacité de séchage des serres est de 5 T par jour au maximum.

Moyens mis en œuvre

La campagne d'échantillonnage des boues visait à suivre un même lot de boues afin d'évaluer l'impact du séchage solaire sur les familles de molécules analysées. Elle a été réalisée en mai 2011. Six prélèvements de boues ont été effectués sur le site. Le premier prélèvement a été fait sur un tas de boues déshydratées. Les cinq autres ont été faits sur le même lot de boues 5, 8, 13, 21 et 27 jours après le premier prélèvement comme le montre la Figure 11.

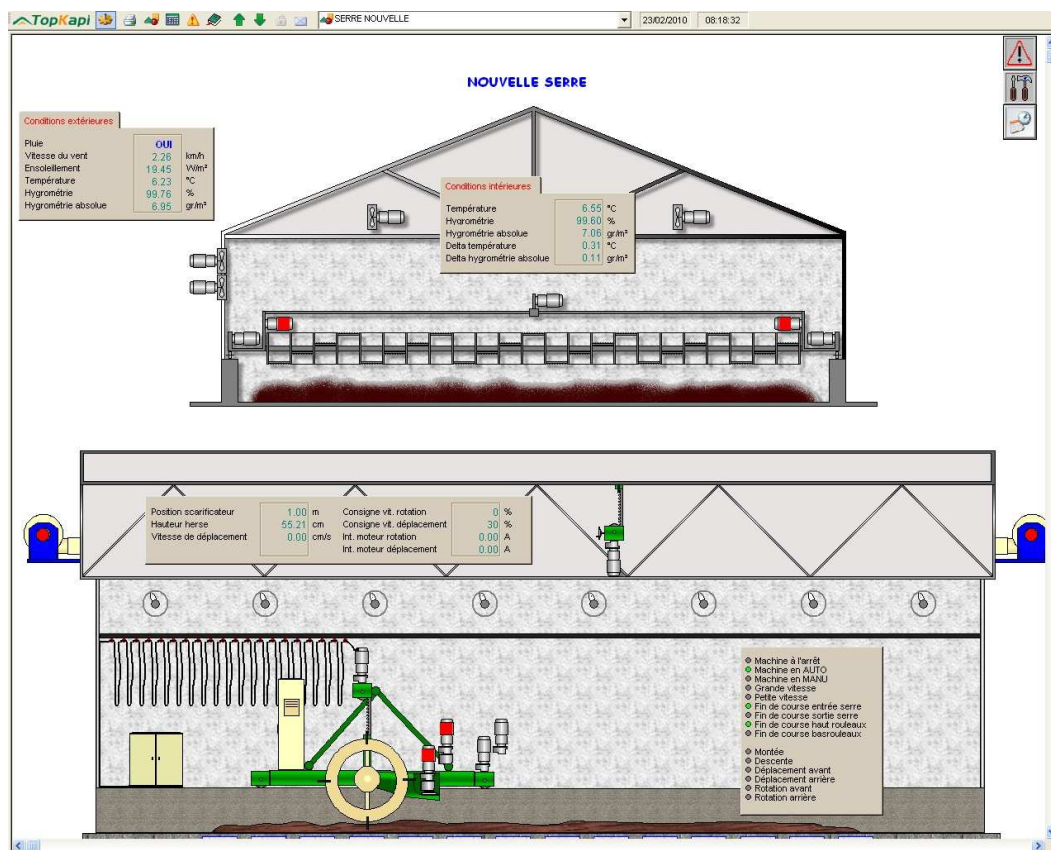


Figure 10 : Une des serres du site de ASE3-boue

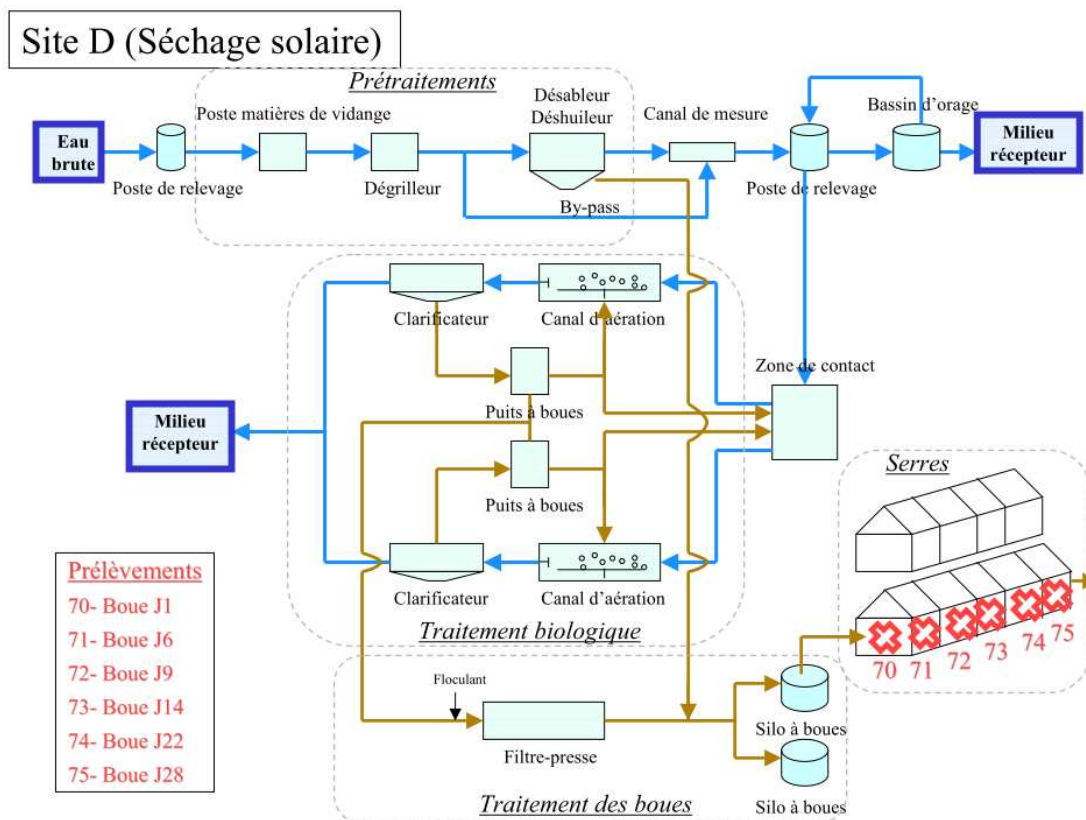


Figure 11 : Points de prélèvement sur le site de ASE3-Boue

▪ **Corbeil (91) (compostage + digestion anaérobie) – ASE4-Boue**

Objectif : Suivre un lot de boue à travers le procédé de digestion anaérobie suivie d'un compostage ainsi que les condensats et les co-produits

Description de l'installation :

Le site de Corbeil possède pour le traitement des boues un digesteur anaérobie ainsi qu'un compostage, ce qui est plutôt rare. Le digesteur est un digesteur mésophile avec une capacité de 2 400 m³. Le compostage fonctionne avec le procédé Adonis de la société Amendior afin de traiter les boues de la station d'épuration (110 000 EH). La STEU traite les eaux usées avec un procédé R3F (réacteur à flore fixe fluidisée). Les boues du site sont extraites du flottateur puis égouttées et digérées lors d'une digestion anaérobie mésophile, puis déshydratées et mélangées avec des refus de criblage et des déchets verts pour être compostées. La capacité de l'unité de compostage est de 3 150 tonnes de compost produit par an.

Le compostage se fait en trois étapes. D'abord, le mélange boues-déchets verts-refus de criblage est mis en fermentation dans un tunnel fermé avec recirculation d'air chaud pendant 7 à 10 jours. La température peut dépasser 70°C dans le tunnel ce qui garantit une bonne élimination des germes pathogènes. Ensuite, la phase de maturation s'effectue en tunnels en aération forcée pendant 15 à 20 jours. Le compost final est criblé à une maille de 20mm et le refus retourne à la première étape du compostage. Les différentes étapes du procédé sont décrites dans la figure 12.

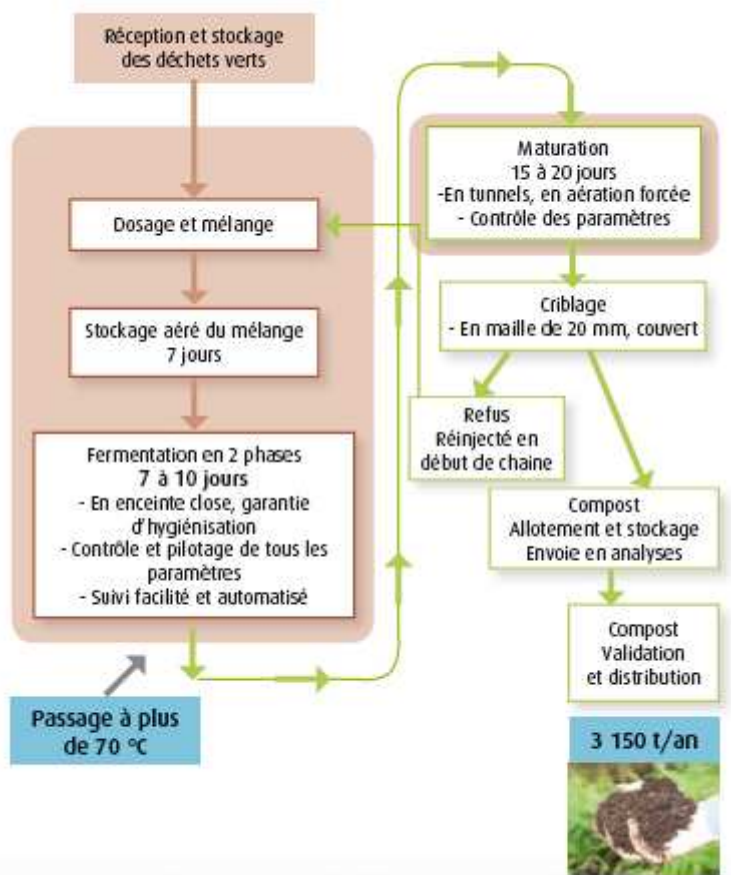


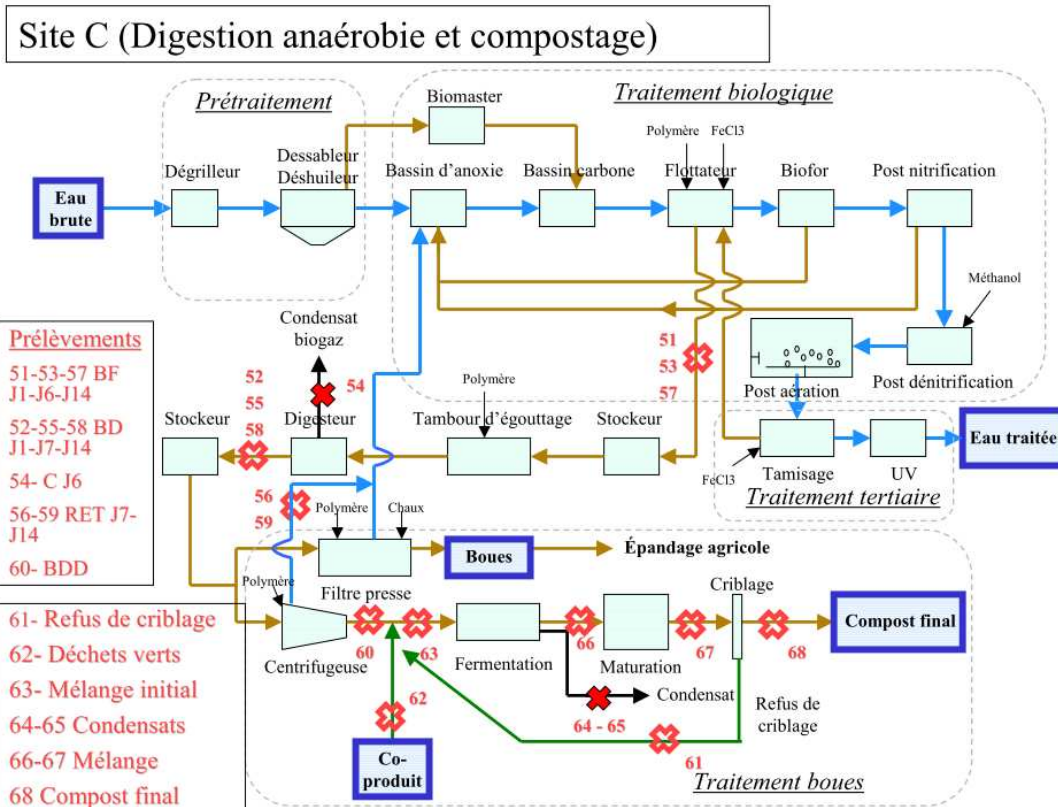
Figure 12 : Etapes du procédé Amendor – ASE4-boue

Moyens mis en œuvre :

Les prélèvements ont été réalisés sur un lot de boue en suivant l'ensemble du procédé de traitement des boues : de la digestion anaérobie au compostage. Les points de prélèvement sont indiqués sur la figure 13.

Les prélèvements de boues ont été effectués à l'entrée du flottateur, à la sortie du digesteur, à la sortie de la centrifugeuse, à l'entrée du tunnel de fermentation, à la sortie du tunnel de fermentation, à la sortie du tunnel de la maturation, après le criblage (compost final). Un condensat de biogaz ainsi que des retours en tête de la centrifugeuse ont été prélevés afin d'évaluer les transferts vers la phase liquide. Des prélèvements des déchets verts et de refus de criblage ont également été effectués. Le condensat de l'air chaud recirculant pendant la fermentation du compost a été prélevé afin d'évaluer les transferts vers la phase liquide pendant le compostage.

(14 échantillons de boues, 2 retours en tête, 3 condensats, et 2 co-produits sur 7 semaines).



BF : Boues flottées ; BD : Boues digérées liquides ; C : Condensat ; RET : Retour en tête ; BDD : Boues digérées déshydratées

Figure 13 : Points de prélèvement (compostage + digestion anaérobie) – ASE4-boue

▪ **Moulin-sous-Touvent (compostage) – ASE5-Boue**

Objectif : Suivre un lot de boue à travers le procédé de compostage ainsi que les condensats et les co-produits, de préférence un autre type de compostage que ASE4-Boue (casier/andain).

Description de l'installation :

Le site traite les boues provenant d'une dizaine de stations. Il a une capacité de production de 15 000 T de compost par an. Les boues sont co-compostées avec des déchets verts et des refus de criblage. Le mélange est fermenté dans un casier semi-fermé (ventilé sous une toiture) pendant 4 à 6 semaines. Un retournement du mélange est effectué chaque semaine. Le mélange fermenté est ensuite criblé puis subit une maturation en extérieur pendant 6 à 8 semaines.

Moyens mis en œuvre :

L'objectif de la campagne de prélèvement sur le site est de suivre le même lot de boues au cours du processus du compostage, c'est-à-dire la fermentation, le retournement, le criblage, la maturation. Deux prélèvements de condensat ont été également réalisés lors de la fermentation afin d'évaluer les transferts vers la phase liquide. Les points de prélèvement sont indiqués sur la Figure 14.

(8 échantillons de boues, 2 condensats et 2 co-produits sur environ 10 semaines, selon temps de séjour).

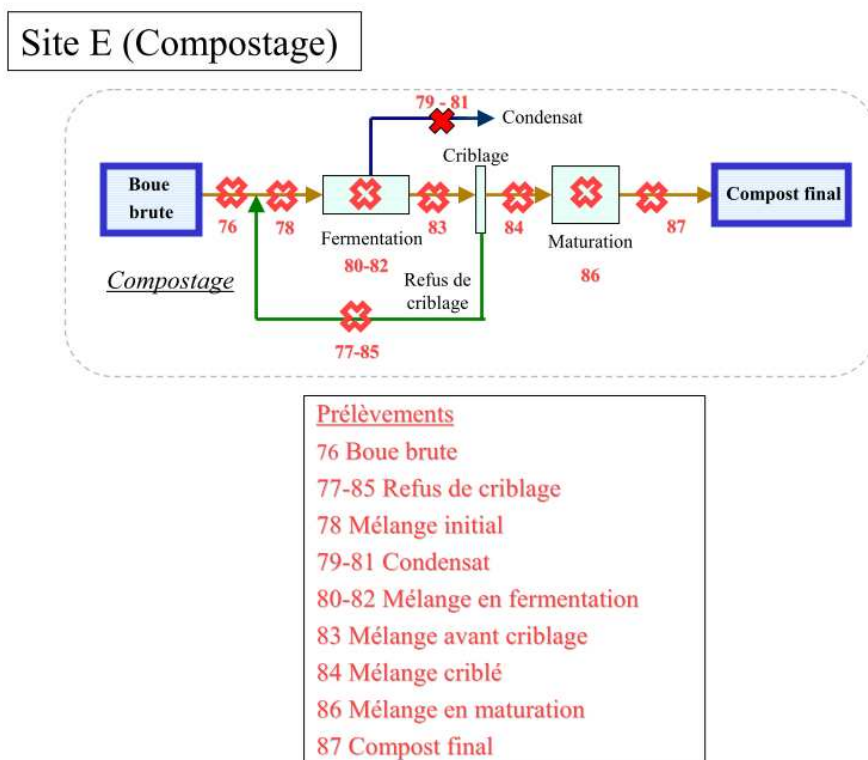


Figure 14 : Points de prélèvement (compostage) – ASE5-boue

Campagnes de mesures 2012 :

- **Procédés extensifs**
 - Andancette (26) et Beaujeu (69), Lit de séchage planté de roseaux – ACA2-boue2

Objectif : connaître l'évolution des concentrations en substances dans deux Lits de séchage planté de roseaux (LSPR) étudiés en mars 2007 et en déc 2010.

En septembre 2012, la campagne de prélèvement ACA2-Boue2 sera organisée sur les lits de séchage des deux installations ci-dessus. L'épaisseur de boues accumulée est d'environ 70 à 80 cm de boues. Les échantillons de boues seront prélevés dans les mêmes filtres que ceux étudiés en 2007 et 2010, ce qui permettra d'établir l'évolution des concentrations dans le temps, dans le fond et le milieu des lits de séchage.

- Prélèvements individuels de boues (prélèvements manuels) pour reconstituer des échantillons moyens dans l'espace, et réalisés à deux hauteurs au sein de deux lits de séchage.

(4 échantillons de boues).

Substances étudiées :

AKP (6)	4-t-butylphenol, 4-t-OP, 4-NP, 4-NP1EO, 4-NP2EO, 4-NP1EC
PAH (16)	Naphthalene, acenaphtylene, acenaphtene, fluorene, phenanthrene, anthracene, fluoranthene, pyrene, benzo(a)anthracene, chrysene, benzo(b)fluoranthene, benzo(k)fluoranthene, benzo(a)pyrene, dibenzo(a,h)anthracene, benzo(g,h,i)perylene, indeno(1,2,3-cd)pyrene
Hormones (5)	Estrone (E1), 17 α estradiol (Ea2), 17 β estradiol (Eb2), estriol (E3), ethinylestradiol (EE2)
PCB (8)	CB50, CB28, CB 52, CB 101, CB 118, CB 153, CB 138, CB 180
Metals (14)	Al, Ti, Cr, Fe, Mn, Ni, Cu, Zn, Se, As, Ag, Cd, Pb, Hg
PBDE (38)	BDE-3, -7, -15, -17, -28, -47, -49, -66, -71, -77, -85,-99, -100, -119 and -126, BDE-138, -153, -154, -156, -183, -184, -191, -196, and -197 and BDE-206,-207, and -209 and BDE-194, -195, -198, -199, -200, -201, -202, -203, -204 and -205, BDE-208
Others (8)	DEHP, benzothiazole, n-dibutyl phthalate, pentachlorophénol, bisphénol A, triclosan, galaxolide, tonalide

ANNEXE 2

PLANNING DES CAMPAGNES DE MESURES (2011 - 2012)

Planning des campagnes de mesure 2011

2011, 1er semestre						2011, 2ème semestre					
Janvier	Fevrier	Mars	Avril	Mai	Juin	Juillet	Août	Sept	Oct	Nov	Déc
	01 au 04	28/02 au 04/03 VAC SCOL (1-4)	04 au 08	Fête travail 01 VAC SCOL (2-6)	30/05 au 03/06	04 au 08	01 au 05 ASE5-Boue2 (2 boues) ASE5-Boue5 (1 boue)	29/08 au 02/09	03 au 07 ASE3-PA2 (5 dissous)	31/10 au 04/11	28/11 au 02/12
		ASE4-Boue5 (2 boues, 2 co-produit, 2 condensats)		ASE3-Boue1 (2 boues, 1 condensat)							ASE2-PA3 (5 dissous)
VAC SCOL (01-03)	ASE4-Boue1 (2 boues liquides)	ASE1-PA3 (2 dissous)			ASE1-PA4 (2 dissous)	VAC SCOL (04-08)	VAC SCOL (01-08)	VAC SCOL (01-05)		VAC SCOL (01-02)	ACA4-PA3 (4 liq à filtrer, dissous)
Nouvel An 01				Victoire 08	Ascension 02					Toussaint 01	
	07 au 11 ASE4-Boue2 (2 boues liquide, 1 condensat, 1 retour en tête)	07/03 au 11/03 VAC SCOL (7-11)	11 au 15	9 au 13 ASE3-Boue2 (2 boues)	06 au 10	11 au 15 ASE5-Boue3 (1 boue)	08 au 12	05 au 09	10 au 14	07 au 11	05/12 au 09/12 ACA1-S-BP3 (1 EB, 2ET, 3 liq à filtrer)
	ACA1-S1 (1 EB, 1 ET, 1 Boue liquide)	ASE4-Boue6 (3 boues+1 condensat)	VAC SCOL (11-18)			VAC SCOL (11-18)	VAC SCOL (08-15)		ASE3-PA3 (2 dissous)	ASE2-PA1 (5 dissous)	ASE2-PA2 (3 dissous)
					Pentecôte 12	Fête Nat 14	Assomption 15			Armistice 11	
	14 au 18 ASE4-Boue3 (2 boues liquide, 1 retour en tête)	14/03 au 18/03 ASE4-Boue7 (2 boues+ 1 condensat)	18 au 22	16 au 20 ACA1-S2 (1 EB, 1 ET, 1 Boue liquide)	13 au 17	18 au 22 ASE5-Boue4 (3 boues)	15 au 20	12 au 16	17 au 21 ACA1-S3 (1 EB, 1 ET, 1 B)	14 au 18	13 au 16 ACA4-PA3 (4 liq à filtrer, dissous)
	VAC SCOL (14-21)		VAC SCOL (18-25)	ASE3-Boue3 (1 boue)		VAC SCOL (18-25)	VAC SCOL (15-22)		ASE3-PA3 (3 dissous)		ASE2-PA4 (2 blancs + 2 dissous + 1 boue liquide)
	21 au 25 ASE4-Boue4 (1 boue)	21 au 25	25 au 29	23 au 27 ASE3-Boue4 (1 boue, 1 condensat)	20 au 24	25 au 29	22 au 26 ASE5-Boue6 (1 boue)	19 au 23	24 au 28	21 au 25	19 au 31 VAC SCOL (19-26)
	VAC SCOL (21-28)	ACA1-P1 (4 EB, 4 ET, 6 Boue liquide, 20 déjà filtré)	VAC SCOL (25-29)	ACA1-S-BP1 (8 liq déjà filtré, dissous)		VAC SCOL (25-31)	VAC SCOL (22-29)		VAC SCOL (24-31)	ACA1-P3 (4 EB, 4 ET, 12 Boue liquide, 17 déjà filtré)	Noel 25
					semaine 27/06 au 01/07 ACA1-P2 (4 EB, 4 ET, 6 Boue liquide, 20 déjà filtré) ASE5-Boue1 (4 boues)			26 au 30 ASE3-PA1 (5 dissous)			VAC SCOL (26-31)

Page 2

Planning des campagnes de mesure 2012

2012, 1er semestre						2012, 2ème semestre					
Janvier	Fevrier	Mars	Avril	Mai	Juin	Juillet	Août	Sept	Oct	Nov	Déc
02 au 06	30/01 au 03/02	05 au 09	02 au 06	30/04 au 04/05	04 au 08	02 au 06	30/07 au 03/08	03 au 07	01 au 05	05 au 09	03 au 07
				VAC SCOL (2-6)				ACA2-Boue2 (4 B) selon curage LSPR			
		VAC SCOL (1-5)									
VAC SCOL (01-03)											
Nouvel An 01				Fête travail 01							
09 au 13	06 au 10	12 au 16	09 au 13	07 au 11	11 au 15	09 au 13	06 au 10	10 au 14	08 au 12	12 au 16	10 au 14
ACA1-S4 (1 EB, 1 ET, 1 B)			VAC SCOL (7-13)								
				Victoire 08							
16 au 20	13 au 17	19 au 23	16 au 20	14 au 18	18 au 22	16 au 20	13 au 17	17 au 21	15 au 19	19 au 23	17 au 21
	ACA1-P4 (4 EB, 4 ET, 6 Boue liquide, 20 déjà filtré)										
	VAC SCOL (11-18) Evaluation AERES TED-e		VAC SCOL (14-21)								
				Ascension 17							
23 au 27	20 au 24	26 au 30	23 au 27	21 au 25	25 au 29	23 au 27	20 au 24	24 au 28	22 au 26	26 au 30	24 au 28
ACA4-PA4 (4 liq à filtrer, dissous)		ACA4-PA5 (4 liq à filtrer, dissous)									
	VAC SCOL (19-25)		VAC SCOL (22-28)		ACA4-PA6 (4 liq à filtrer, dissous)			ACA4-PA7 (4 liq à filtrer, dissous)		ACA4-PA8 (4 liq à filtrer, dissous)	
	27/02 au 02/03			Pentecôte 28			27 au 31		29/10 au 02/11		

Page 3

ANNEXE 3

COMPTE RENDU DES 2 REUNIONS PLENIERES DU PROJET ARMISTIQ - 31 janvier et 5 juillet 2011 -

Compte rendu de la 2ème réunion plénière du projet ARMISTIQ

« Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques »

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)

- 2ème 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 l'aval 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.

Epaisseur 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).

Haut-Rhin : plusieurs sont disponibles pour expérimentations (voir J. Laloé).

- Manips sur matériaux adsorbants :

Récupération du CA quand vieux ? 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, manips 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 manips 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 répliqués 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 manips « global » en STEP

Code P pour manips « lourde » Pilote + en STEP

- Manips 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, ...) : 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 manips.

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).

- **Choix du compostage à faire entre 3 installations :**

Entre installation bien contrôlée et peu contrôlé (+ rustique) ? à choisir ; peut être prévoir 1 campagne bien détaillée sur l'installation contrôlée et 1 campagne 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.

Bêtabloquants : 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 ARMISTIQ : 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 ARMISTIQ (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)

Echibioteb interviendra sur deux types de campagnes :

- Campagnes ponctuelles correspondant à ARMISTIQ
- Campagnes longues en supplément d'ARMISTIQ

* Etude effluents tertiaires : l'étude portera sur 3 procédés intensifs et 3 procédés extensifs. Recherche de l'iode 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 d'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 d'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.

* Autres projets sur les boues :

- Plan d'action DEB en cours de réflexions 2011 (filiale d'épandage ; besoin de règles de gestion). AO sur les PE (PNRPE) lancé par la DEB ; 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)**

Compte rendu de la 3ème réunion plénière du projet ARMISTIQ

« Amélioration de la réduction des micropolluants dans les stations de traitement des eaux usées domestiques »

5 juillet 2011 – 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 – 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 %

=> Ce sont en réalité des rapports de concentrations Entrée/Sortie. D'un point de vue gestion, ce qui est important est la teneur. Par contre pour calculer des rendements R, il faut tenir compte du rendement épuratoire de la MO.

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 ?).

▪ **Action C – Boues activées** (JM Choubert et M Pomies, Cf présentation)

- **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, R4...

- **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 – 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).

- **ASE2-PA : Choix de la station : Ollainville (91)**

Pilote oxydation avancée : container de 4m x 7.5m x 3.5 m ; Prêté par Ozonia (filiale de Degremont).
En comparaison, étude Suisse : CA (en poudre, pas en grain sur colonne) et O3 (pas d'oxydation avancées type UV...).

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 – 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).

▪ Autres projets

- 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^{er} 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 a 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'aout.
- 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_particulaire / ET_secondaires_dissous / ET_tertiaires_dissous / Boues

Niveau bas

Niveau haut

▪ Valorisation

- 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) – 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 – 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'amont possible (1 mois minimum pour les articles !).

▪ Livrables 2011

- Rapports d'avancement :

Méthodo, sites... 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 : Livable 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 envoi 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)

Onema
Hall C – Le Nadar
5 square Félix Nadar
94300 Vincennes
01 45 14 36 00
www.onema.fr

Cemagref
Parc de Tourvoie
BP 44,
92163 Antony cedex
01 40 96 61 21
www.cemagref.fr