



**HAL**  
open science

## **AMPERES : Evaluation de l'efficacité d'élimination des substances prioritaires et émergentes par les stations d'épuration**

J.M. Choubert, Cecile Miege, S. Martin Ruel, H. Budzinski, Catherine Gourlay-Francé, C. Lagarrigue, Marina Coquery

### ► To cite this version:

J.M. Choubert, Cecile Miege, S. Martin Ruel, H. Budzinski, Catherine Gourlay-Francé, et al.. AMPERES : Evaluation de l'efficacité d'élimination des substances prioritaires et émergentes par les stations d'épuration. 2008, pp.4. hal-02594985

**HAL Id: hal-02594985**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02594985>**

Submitted on 15 May 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## AMPERES : Évaluation de l'efficacité d'élimination des substances prioritaires et émergentes par les stations d'épuration



### → Objectifs :

- Maîtriser des méthodes analytiques pour les micro-polluants prioritaires et émergents dans des matrices complexes (eaux usées / boues).
- Quantifier les flux de micro-polluants émis et les performances des procédés de traitement classiques dans les stations d'épuration domestiques.
- Identifier et évaluer les traitements avancés les plus prometteurs.
- Évaluer le risque associé aux usages ultérieurs de l'eau : milieu aquatique récepteur et production d'eau potable.

### → Développement de méthodes d'analyses et d'échantillonnage

#### Protocoles pour l'analyse de matrices liquides et particulaires

(eaux brutes et traitées, matières en suspension, boues)

Famille de composés	Limite de quantification		Méthode d'analyse employée	Laboratoire en charge
	Dissous (ng/L)	Boue (µg/g MS)		
Volatils	100	-	Purge and Trap GC-MS	Cirseec
Semi-volatils (HAP, pesticides, DEHP, ...)	20 à 1000	0,02 à 1	Multi-résidus ELL-GC-MS	Cirseec
Chlorophénols	50 à 150	en cours	SPME-GC-MS	Cirseec
Antibiotiques et pesticides hydrophiles	1 à 2	0,02 à 20	SPE extraction	Cirseec
Glyphosate, AMPA	100	-	LC-ESI(+) MS-MS	Cirseec
PBDE, bisphénol A, triclosan	1 à 100	0,004 à 0,05	SBSE-TD-GC-MS	Cirseec
C10-C13 chloroalcane	500	1	SBSE-TD-GC-ECD	Cirseec
Métaux (24 éléments)	10 à 5000	0,2 à 3	ICP-MS	Cemagref
Mercure	0,5	0,01	pré-concentration, AFS	Cemagref
Alkylphénol-polyéthoxylés	1 à 10	0,01 à 0,1	LC-ESI-MS	LPTC
Hormones (libres et totales, après déconjugaison)	0,5 à 5	en cours	SPE extraction LC-ESI(-) MS-MS	Cemagref
Bétabloquants	1 à 10	en cours	SPE extraction LC-ESI(+) MS-MS	Cemagref
Analgésiques, anti-inflammatoires, hypolipémiant, bronchodilatateurs, antidépresseurs	0,5 à 5	0,001 à 0,01	SPE extraction UPLC-MS-MS ESI (-ou+) GC-MS	LPTC



Chromatographie en phase liquide avec double détection par spectrométrie de masse (LC-MSMS) pour l'analyse des médicaments et des pesticides.

### LA RECHERCHE POUR L'INGENIERIE DE L'AGRICULTURE ET DE L'ENVIRONNEMENT

#### Contact scientifique

Marina Coquery [marina.coquery@cemagref.fr]

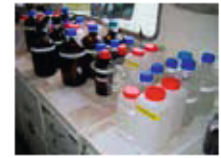
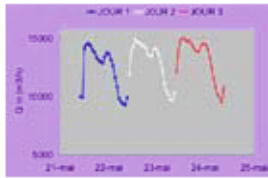
Cemagref, unité de recherche *Qualité des eaux et prévention des pollutions*

3 bis quai Chauveau - CP 220, 69336 LYON Cedex 09

Tél. +33 (0)4 72 20 86 16 - Fax +33 (0)4 78 47 78 75

## Méthodes d'échantillonnage spécifiques

- Développement et validation d'échantillonneurs passifs (DGT, SPMD, POCIS) pour la mesure dans les eaux
- Développement pour limiter les contaminations lors des prélèvements moyens 24 heures : matériel spécifique (verre, téflon), procédure de nettoyage, témoin de non-contamination

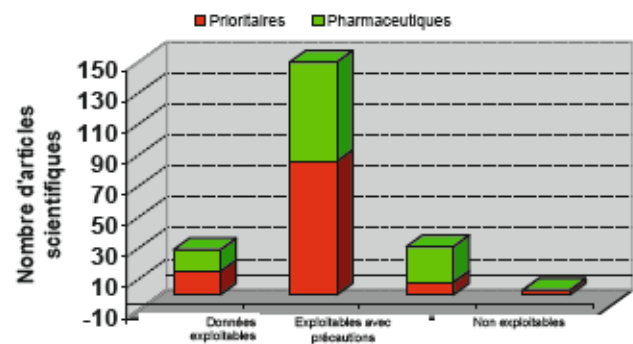
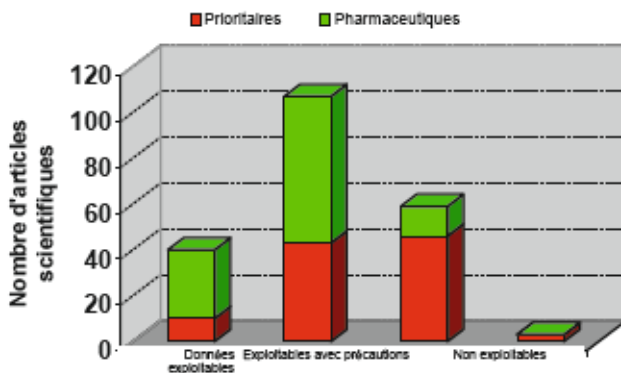


## ➔ État de l'art

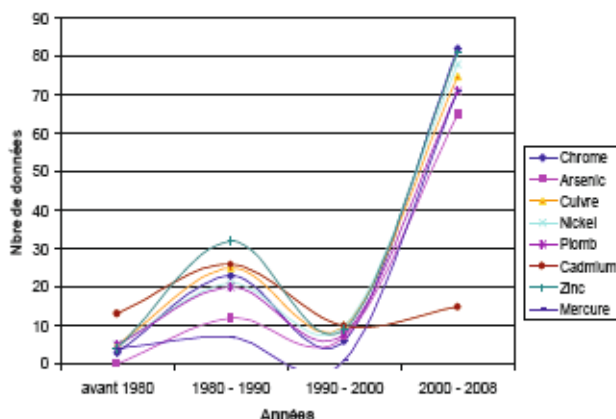
- Sources de données : articles scientifiques, inventaires nationaux (jusqu'en 2006) contenus dans les eaux résiduaires brutes et traitées.
- 17 000 données concernant 71 micro-polluants (métaux, HAP, chlorophénols, alkylphénols, solvants, pesticides) et 184 molécules pharmaceutiques.
- Contexte d'acquisition de la donnée souvent incomplet. Lacune dans la description des méthodes d'analyse, dans la description des procédés.
- Environ 15% de ces données utilisables pour le calcul de rendements d'élimination des micro-polluants.

## Des données bibliographiques de qualité inégale, inégalement produites dans le temps

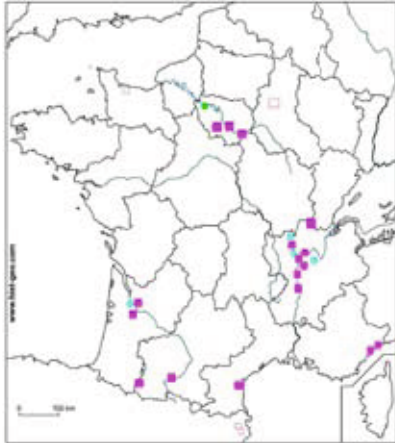
- Qualité de réalisation de l'analyse
- Qualité d'évaluation du procédé



- Répartition temporelle : cas des métaux



→ Campagnes sur sites réels

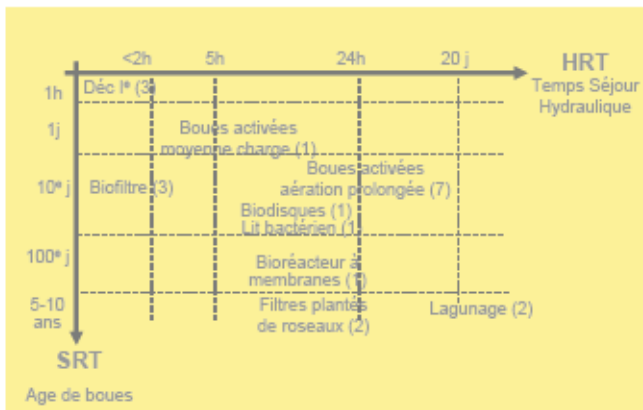


25 sites étudiés :

- 20 stations d'épuration [■, □].
- 4 milieux récepteurs [●].
- 1 site ressource pour la production d'eau potable [●].



Filières conventionnelles (100 à 950 000 EH) :  
traitement primaire / secondaire (16 sites) [■]



Démarche

- Pluviométrie : conditions de temps sec recherchées
- Stratégie d'échantillonnage (Bilan global eau-boue)
  - proportionnel au volume transitant au point
  - 2 à 4 points Eau, 2 à 4 points Boue, 1 retour en tête
  - durée : 2 à 3 jours successifs

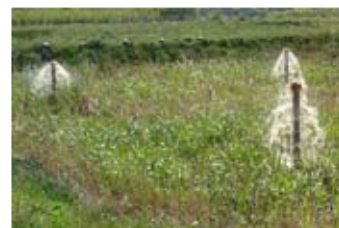
Traitements tertiaires (10 sites)

- Clarifloculation (3) [□]
- Filtration sur sable (2)
- Oxydation UV (1)
- Ozonation (1)
- Charbon actif (1)
- Osmose inverse (2)



Traitements de boues (19 sites)

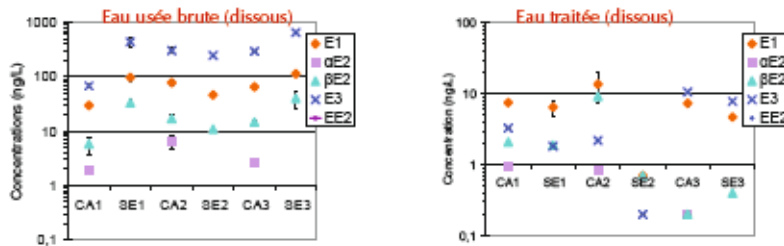
- Déshydratation (10)
- Lits de séchage plantés (2)
- Digestion anaérobie (2)
- Séchage (2)
- Chaulage (2)
- Compostage (1)



## ➔ Résultats pour le procédé Boues Activées

### Cas des composés pharmaceutiques (hormones et bêtabloquants)

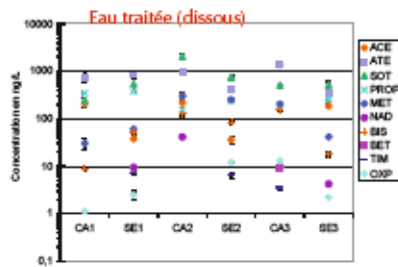
#### • Hormones (totales)



#### Hormones

- dans les eaux brutes :
  - Estriol (E3) : très présent
  - Isomère (βE2) estradiol > αE2
- dans les eaux traitées :
  - Estriol (E3) : < LQ
  - Estrone (E1) majoritaire en sortie
  - Ethinylestradiol (EE2) < LQ
- Rendement d'élimination : 74 à 98%

#### • Bêtabloquants



#### Bêtabloquants

- Concentrations (sortie STEP) :
  - 500 à 2000 ng/L pour acébutolol (ACE), aténolol (ATE), sotalol (SOT)
  - < 400 ng/L pour les autres bêtabloquants
- Rendement d'élimination de la phase dissoute :
  - < 40% : métoprolol (MET), oxprénolol (OXP), propranolol (PRO), sotalol (SOT)
  - > 60% : acébutolol (ACE), bisoprolol (BIS), betaxolol (BET), aténolol (ATE), nadolol (NAD)

### Efficacité d'élimination de la filière Eau (sélection de composés)

#### • Cohérence et plus faible dispersion des résultats de terrain vs littérature

Famille	Composé	Rendement littérature (base de données)	Rendement observé pour 7 boues activées françaises	Balaise de performance en hiver (10°C) ?
HAP	Naphtalène	52 ± 12	74 ± 16	
COHV	Dichlorométhane	50 ± 17	59 ± 34	> 25%
chlorophénols	Pentachlorophénol	-56 ± 61	29 (1 donnée)	
PBClé	Pentabromodiphényléther	pas de valeur	55 ± 13	
phthalates	DEHP	49 ± 59	55 ± 5	
métaux	Chrome	70 ± 15	74 ± 23	
métaux	Cuivre	59 ± 21	52 ± 12	
métaux	Cadmium	44 ± 41	63 ± 21	> 25%
métaux	Plomb	53 ± 20	59 ± 40	> 25%
AKP	4-NP (Nonylphénol)	74 ± 55	87 ± 21	
AKP	4-4-OP (Octylphénol)	58 ± 37	81 ± 13	
AKP	4-NP1EO	38 ± 52	80 ± 34	
herbicide	Atrazine	pas de valeur	14 ± 23	
herbicide	Diuron	31 ± 13	25 ± 24	
hormone	Estrone (E1)	74 ± 29	51 ± 5	
hormone	17β-estradiol (E2)	79 ± 17	53 ± 23	
bêtabloquant	Propranolol	56 ± 11 (donnée)	16 ± 15	
antibiotique	Sulphaméthoxazole	59 ± 22	45 ± 27	
antidépresseur	Diazepam	pas de valeur	16 ± 17	
analgésique	Aspirine	55 ± 0	55 ± 1	

#### • Rendement d'élimination de la phase eau :

- > 70% : naphtalène, chloroalcanes, DEHP, Cr, Cu, alkylphénols, aspirine, hormones (E1, E2)
- compris entre 50 et 70 % : dichlorométhane, Cd, Pb
- < 30% : pentachlorophénol, atrazine, diuron, propranolol, sulphaméthoxazole, diazepam
- Impact très limité de l'abaissement de la température



\*Calcul sur dissous seulement

### ➔ Livrables

- Méthodes d'analyse sous forme de fiches synthétiques.
- État de l'art sur les concentrations dans les eaux usées et sur l'élimination des micro-polluants.

- État de l'art sur les échantillonneurs passifs pour la mesure des micro-polluants dans les eaux usées.
- à venir : Bilan des résultats des campagnes sur site // Concentration dans les boues

### ➔ Références bibliographiques

Gabet V., Miège C., Bados P., Coquery M. (2008). Analysis of estrogens in environmental matrices, a review. Trends Anal. Chem. 26: 1113-1131

Togola A., Budzinski H. (2008). Multi-residue analysis of pharmaceutical compounds in aqueous samples. J. Chrom. A. 1177: 150-158

Gourlay C., Lorgeoux C., Tusseau-Vuillemin M.H. (2008). Polycyclic aromatic hydrocarbon sampling in wastewaters using semipermeable membrane devices: Accuracy of time-weighted average concentration estimations of truly dissolved compounds. Chemosphere (sous presse)

Miège C., Choubert J.-M., Ribeiro L., Eusèbe M., Coquery M. (2008). Fate of pharmaceuticals and personal care products in wastewater treatment plants - Conception of a database and first results. Environ. Pollut. (accepté)

Martin S., Choubert J.-M., Ginestet P., Coquery M. (2008). Semi-quantitative analysis of a specific database on priority substances in wastewater and sludge. Wat. Sci. Tech. 57 (12), 1935-1944

Miège C., Gabet V., Choubert J.-M., Martin Ruel S., Coquery M. (2007). Presence of estrogenic compounds and betablockers in influent and effluent of six wastewater treatment plants. 8th EMEC conference, Inverness (UK), 5-8 déc. 07.

Esperanza M., Martin S., Bruchet A., Valor I. (2008). Assessing the fate of priority substances and pertinent emerging pollutants in wastewater treatment. 6e IWA conference. Autriche, 9-12 sept. 08.