



**HAL**  
open science

## Caractérisation intégrée de la matière organique dissoute d'eaux résiduaires

M. Masson, M. Arhror, C. Brosse Quilgars, L. Richard, J. Vivaldi, I. Elfeky,  
R. Schrader, B. Bonnefille, E. Parlanti, Cecile Miege

### ► To cite this version:

M. Masson, M. Arhror, C. Brosse Quilgars, L. Richard, J. Vivaldi, et al.. Caractérisation intégrée de la matière organique dissoute d'eaux résiduaires. ResMO2018: "La matière organique dans tous ses états", 4ème séminaire organisé par le Réseau Matières Organiques, Feb 2018, Trégastel, France. pp.1, 2018. hal-02607506

**HAL Id: hal-02607506**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02607506>**

Submitted on 16 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.

# Caractérisation intégrée de la matière organique dissoute d'eaux résiduaires

M. Masson<sup>1</sup>, M. Arhror<sup>1</sup>, C. Brosse-Quilgars<sup>1</sup>, L. Richard<sup>1</sup>, J. Vivaldi<sup>1</sup>, I. Elfeky<sup>2</sup>, R. Schrader<sup>2</sup>, B. Bonnefille<sup>1</sup>, E. Parlanti<sup>2,3</sup>, C. Miège<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Irstea, UR RiverLy, centre de Lyon-Villeurbanne, 5 rue de la Doua CS 20244, 69625 Villeurbanne, France

<sup>2</sup> Université de Bordeaux, UMR 5805, EPOC, LPTC, 33400 Talence, France

<sup>3</sup> CNRS, UMR 5805, EPOC, LPTC, 33400 Talence, France

Contexte

- La matière organique dissoute (MOD) des milieux aquatiques soumis à des pressions urbaines possède des propriétés physico-chimiques différentes de la MOD des eaux de surface pas ou peu impactées par les rejets anthropiques [1],[2].
- Les caractéristiques de la MOD d'origine anthropique semblent varier en fonction de l'origine des eaux (e.g. domestique, industrielle, pluviale, ruissellement) et du type de traitement appliqué ou non [3].
- Les connaissances sur la nature et les propriétés physico-chimiques de la MOD d'origine anthropique, ainsi que sa réactivité et son devenir dans le milieu récepteur, sont limitées : peu d'études de caractérisation fine des propriétés de la MOD d'origine anthropique et faible nombre d'échantillons étudiés (étapes d'extraction et de purification de la MOD).

Objectifs

- Initier une étude sur les relations entre les propriétés physico-chimiques de la MOD d'origine anthropique et ses différentes sources/origines.
- Etudier le potentiel d'une stratégie de caractérisation intégrée de la MO basée sur la combinaison de différentes techniques analytiques complémentaires et de descripteurs pertinents.

Echantillons et analyses

6 stations (○, △, □, ◇, ×, +)

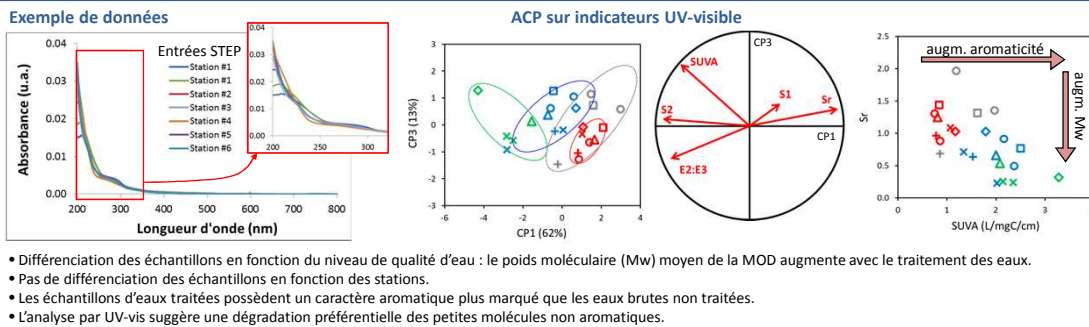
4 niveaux de qualité d'eau (entrée station, sortie traitement primaire, sortie station, sortie ZRV)

FPR: filtre planté de roseaux ZRV: zone de rejet végétalisée BA: boue activée BF: biofiltre

Code	Niveau de qualité d'eau	Code	Niveau de qualité d'eau
<b>#1. Traitement eaux usées de station autoroute par FPR</b>			
1.FPR-E1	Entrée STEP	4.BA-E	Entrée STEP
1.FPR-P1	Sortie traitement primaire poussé	4.BA-S	Sortie STEP
1.FPR-S1	Sortie STEP	4.BA-Z	Sortie ZRV type Sol
<b>#2. Traitement (C,N,P) par BA (15 000 EH) + ZRV</b>			
2.BA-E	Entrée STEP		
2.BA-S	Sortie STEP		
2.BA-Sz	Sortie ZRV type Bassin		
<b>#3. Traitement (C,N) par BA (300 000 EH)</b>			
3.BA-E	Entrée STEP		
3.BA-P	Sortie traitement primaire		
3.BA-S	Sortie STEP		
<b>#4. Traitement (C,N) par BA (2 000 EH) + ZRV</b>			
4.BA-E	Entrée STEP		
4.BA-S	Sortie STEP		
4.BA-Z	Sortie ZRV type Sol		
<b>#5. Traitement (C) par BF (420 000 EH) + FPR (N) + ZRV</b>			
5.BF-E	Entrée STEP		
5.BF-S1	Sortie STEP		
5.BF-S2	Sortie FPR		
5.BF-Sz+Z1	Sortie ZRV type Prairie		
5.BF-Sz+Z2	Sortie ZRV type Filtre horizontal		
<b>#6. Traitement (C) par BF (30 000 EH)</b>			
6.BF-E	Entrée STEP		
6.BF-P	Sortie traitement primaire		
6.BF-S	Sortie STEP		

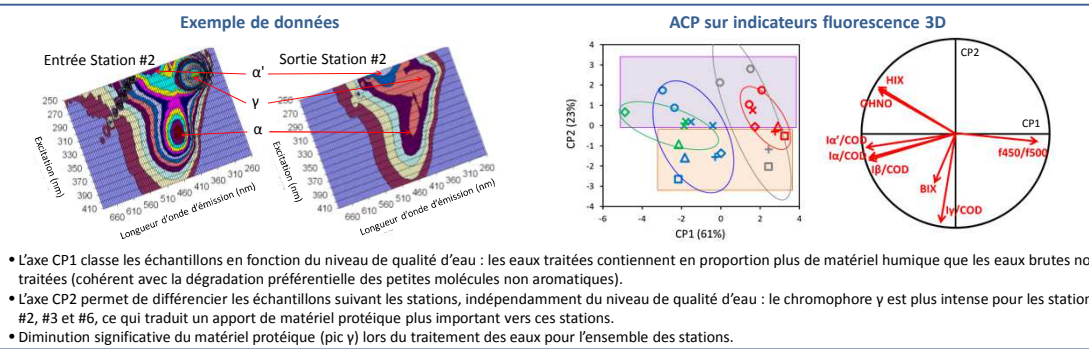
Techniques	Indicateurs [4]	Informations
Spectrophotométrie UV-visible Varian, Cary 100	SUVA (Abs254/COD) E2:E3 (Abs250/Abs365) S <sub>275-285</sub> (pente spectrale) S <sub>350-400</sub> (pente spectrale) Sr (rapport pentes spectrales)	↗ avec ↗ aromaticité ↗ avec ↗ taille des molécules ↗ avec ↗ aromaticité et/ou taille molécules ↗ avec ↗ aromaticité et/ou taille molécules ↗ avec ↗ de la taille des molécules
	Fluorescence 3D Horiba Jobin Yvon, Fluorolog FL3-22	pic α pic α' pic β pic γ HIX BIX f450/f500
Chromatographie d'exclusion stérique avec détection UV à barette de diodes (HP-SEC-UV) Waters, Alliance 2690	A(272)/A(254) A(prot)/A(tot) max 1.5-3/0.5-0.7 max 1.5-3/0.5-0.7 max 0.75-1/0.5-0.7	↗ avec teneur en matériel de type protéique rapports des max. d'absorbance pour des plages de tailles de molécules exprimées en kDa
Chromatographie liquide couplé à spectrométrie de masse haute résolution (LC-HRMS) Waters, Acquity UPLC H Class et Xevo-G2S-QTOF		couple de masse (m/z) et de temps de rétention (dépendant de la polarité) pour chaque signal détecté

1. Spectres UV-visible



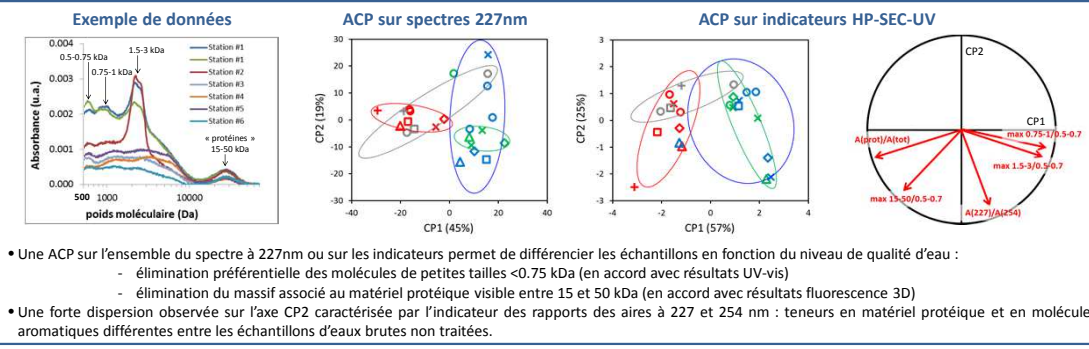
- Différenciation des échantillons en fonction du niveau de qualité d'eau : le poids moléculaire (Mw) moyen de la MOD augmente avec le traitement des eaux.
- Pas de différenciation des échantillons en fonction des stations.
- Les échantillons d'eaux traitées possèdent un caractère aromatique plus marqué que les eaux brutes non traitées.
- L'analyse par UV-vis suggère une dégradation préférentielle des petites molécules non aromatiques.

2. Fluorescence 3D



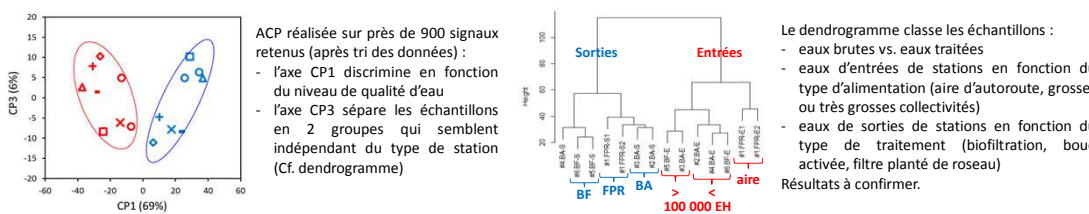
- L'axe CP1 classe les échantillons en fonction du niveau de qualité d'eau : les eaux traitées contiennent en proportion plus de matériel humique que les eaux brutes non traitées (cohérent avec la dégradation préférentielle des petites molécules non aromatiques).
- L'axe CP2 permet de différencier les échantillons suivant les stations, indépendamment du niveau de qualité d'eau : le chromophore γ est plus intense pour les stations #2, #3 et #6, ce qui traduit un apport de matériel protéique plus important vers ces stations.
- Diminution significative du matériel protéique (pic γ) lors du traitement des eaux pour l'ensemble des stations.

3. HP-SEC-UV

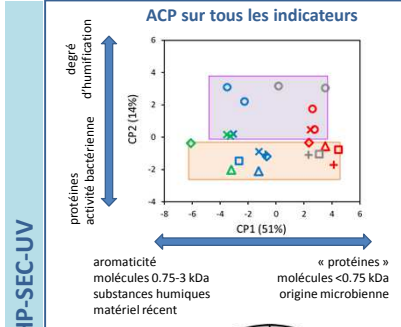


- Une ACP sur l'ensemble du spectre à 227nm ou sur les indicateurs permet de différencier les échantillons en fonction du niveau de qualité d'eau :
  - élimination préférentielle des molécules de petites tailles <0.75 kDa (en accord avec résultats UV-vis)
  - élimination du massif associé au matériel protéique visible entre 15 et 50 kDa (en accord avec résultats fluorescence 3D)
- Une forte dispersion observée sur l'axe CP2 caractérisée par l'indicateur des rapports des aires à 227 et 254 nm : teneurs en matériel protéique et en molécules aromatiques différentes entre les échantillons d'eaux brutes non traitées.

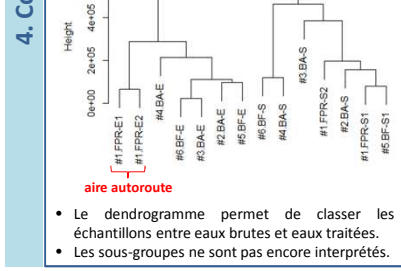
5. LC-HRMS



- ACP réalisée sur près de 900 signaux retenus (après tri des données) :
- l'axe CP1 discrimine en fonction du niveau de qualité d'eau
  - l'axe CP3 sépare les échantillons en 2 groupes qui semblent indépendant du type de station (Cf. dendrogramme)
- Le dendrogramme classe les échantillons :
- eaux brutes vs. eaux traitées
  - eaux d'entrées de stations en fonction du type d'alimentation (aire d'autoroute, grosses ou très grosses collectivités)
  - eaux de sorties de stations en fonction du type de traitement (biofiltration, boue activée, filtre planté de roseaux)
- Résultats à confirmer.



- La combinaison des indicateurs permet d'améliorer la séparation des échantillons par niveau de qualité d'eau (axe CP1) et par des caractéristiques propres aux eaux entrantes dans les stations (axe CP2).



- Le dendrogramme permet de classer les échantillons entre eaux brutes et eaux traitées.
- Les sous-groupes ne sont pas encore interprétés.

Perspectives

- Acquérir plus d'informations :
- nouveaux échantillons (eaux résiduaires, rejets urbains, eaux de surface)
  - autres types d'analyses comme biodégradabilité (DBO21), sucres, protéines...
- Continuer à explorer les complémentarités et liens entre la combinaison de techniques et les empreintes obtenues par LC-HRMS.
- Documenter la variabilité des propriétés physico-chimiques de la MOD d'origine anthropique.