

---

# Mise en place, validation et suivi d'un prototype UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à échelle

---

## V.1 Introduction

---

En France, près de 80% des stations d'épuration (STEU) ont une taille inférieure à 2000 EH. Cela représente environ 15000 installations réparties sur le territoire français et qui constituent autant de points de rejets de micropolluants organiques ou de micro-organismes potentiellement pathogènes dans le milieu. L'installation de filtres plantés de roseaux pour le traitement des eaux usées est en pleine expansion en France pour les communes de moins de 2000 EH (Kim, 2014). Ces installations sont dites rustiques, car elles fonctionnent de façon très autonome, s'intègrent facilement dans le paysage et consomment peu d'énergie. Néanmoins, à l'instar des plus grandes STEU, les filtres plantés de roseaux ne sont pas conçus pour traiter les micropolluants réfractaires (Matamoros et Salvadó, 2012 ; Papaevangelou *et al.*, 2016 ; Vymazal *et al.*, 2015). Dès lors, la mise en place d'un traitement complémentaire doit être envisagé dans l'optique d'améliorer la qualité des milieux aquatiques et de constituer des réserves en eau directement mobilisables pour les industries ou l'irrigation dans un contexte de raréfaction des ressources.

Le développement d'un système de traitement permettant de produire une eau de qualité supérieure à un coût abordable devient donc un enjeu environnemental et économique. Les essais réalisés préalablement à l'échelle pilote ont montré l'efficacité et la faisabilité économique d'un procédé de traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur des composés estrogéniques et pharmaceutiques. Ces résultats doivent désormais être validés à échelle réelle à travers le développement et la mise en place d'un prototype UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. L'étude a ainsi pour objectifs :

- d'atteindre au moins 80% d'abattement pour les molécules suivies en conditions réelles
- de déterminer la qualité biologique et chimique de l'eau après traitement dans la perspective d'une réutilisation (REUT)
- de démontrer l'accessibilité économique de ce procédé de traitement à l'échelle d'une STEU dimensionnée pour moins de 2000 EH.

Ce chapitre présente dans un premier temps le site choisi et la démarche qui a conduit au dimensionnement du prototype. Le choix des polluants suivis et des méthodes d'analyses sélectionnées est ensuite justifié. La dernière partie expose les premiers résultats obtenus et permet de conclure sur le coût et l'efficacité du procédé développé pour les petites STEU.

## V.2 Choix et description du site pilote

---

Le choix du site pilote pour l'installation d'un prototype UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> s'est porté sur la station d'épuration de Vercia (39190, Jura) qui a une capacité de traitement de 1100 EH et qui met en œuvre des filtres plantés de roseaux. En effet, la mise en place d'un traitement complémentaire tel que le procédé UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pourrait permettre d'atteindre des qualités d'eaux traitées compatibles avec les exigences réglementaires du recyclage de l'eau (Arrêté du 2 août 2010) mais aussi d'anticiper de futures réglementations sur le rejet des micropolluants. La démonstration de la faisabilité technique et économique de ce système de traitement sur de petites STEU rurales est primordiale pour répondre à des objectifs de qualité d'eau supérieure. La très haute transmittance (> 75%) en sortie de STEU et la faible concentration en matière organique (COT ≈ 5 mg/L) sont particulièrement favorables pour un procédé UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. En effet, les radicaux hydroxyles formés par le procédé vont moins interagir avec la matière organique comme cela a été montré dans IV.2.1 page 107 et d'avantage réagir avec les micropolluants organiques. Par ailleurs, la STEU de Vercia est située dans une zone déficitaire en eau où des actions de préservation de l'équilibre quantitatif relatives aux prélèvements sont nécessaires (SDAGE 2016-2021<sup>6</sup>) (ANNEXE 7). Le recyclage de l'eau suscite donc l'intérêt du Syndicat intercommunal des eaux et d'assainissement (SIEA) de Beaufort-Ste-Agnès (Jura). L'un des usages possibles serait l'irrigation de cultures de maïs, très affectées par la sécheresse estivale en 2015.

---

### V.2.1 STEU de Vercia : généralités

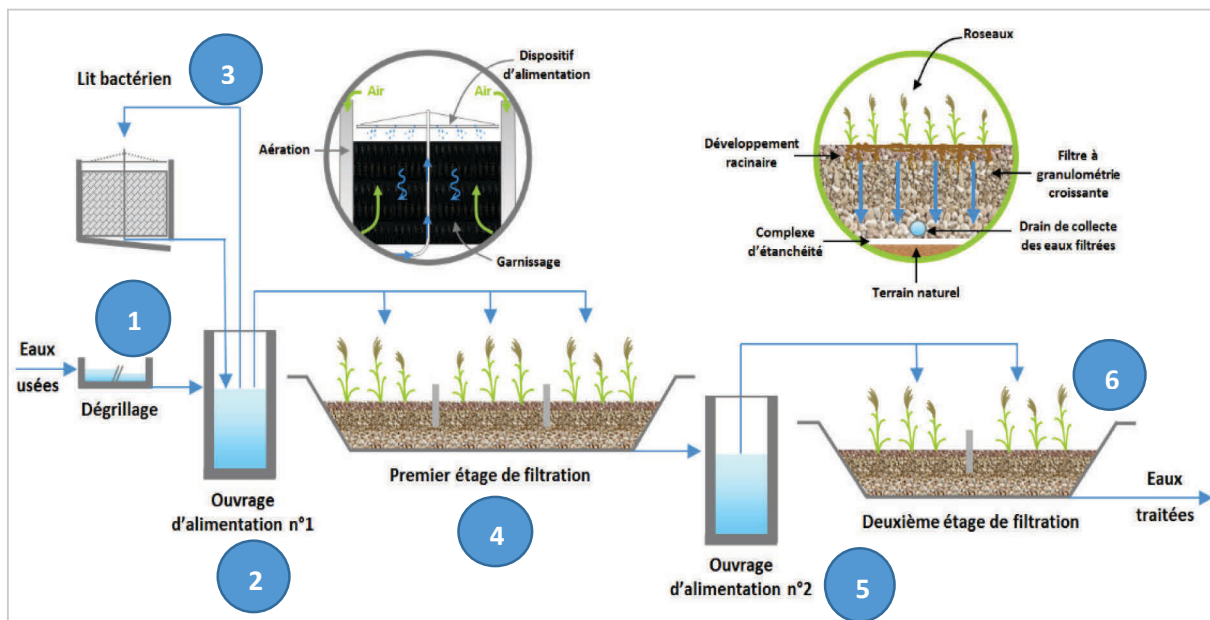
Mise en service en septembre 2004, la STEU de Vercia traite, au moyen d'un Filtre Planté de Roseaux (FPR), les eaux usées des habitants des villages de Rotalier et de Vercia (470 EH), mais aussi celles issues de l'activité générée par cinq viticulteurs. La charge liée à la viticulture peut atteindre 600 EH en période de pointe, c'est-à-dire au moment des vendanges, entre mi-septembre et mi-octobre. Cette installation utilise une technique de filtration à écoulement vertical. Les eaux usées circulent par percolation verticale à travers les filtres composés de matériaux de granulométries croissantes de haut en bas (sables sur les couches supérieures pour filtrer et galets en couches inférieures pour drainer). Une partie de la matière organique est retenue en surface, dans le système racinaire des roseaux où elle est dégradée par les micro-organismes présents. Le débit moyen annuel de la Station de Vercia est de 6 m<sup>3</sup>/h, mais peut augmenter de manière considérable (>40 m<sup>3</sup>/h) en temps de forte pluie. La filière de traitement mise en place par la société SCIRPE sur la station de Vercia répond aux objectifs réglementaires de traitement classique en matière de DBO<sub>5</sub>, DCO et MES. Un traitement complémentaire par lit bactérien (procédés AZOE NP) permet d'améliorer le traitement de l'azote et du phosphore. Cependant, comme la plupart des installations, cette STEU n'a pas été conçue pour traiter des micropolluants organiques qui sont rejetés dans le milieu naturel (ruisseau en contrebas de la STEU).

---

<sup>6</sup> Schéma Directeur D'Aménagement et de Gestion des Eaux (SDAGE) Rhône Méditerranée 2016-2021

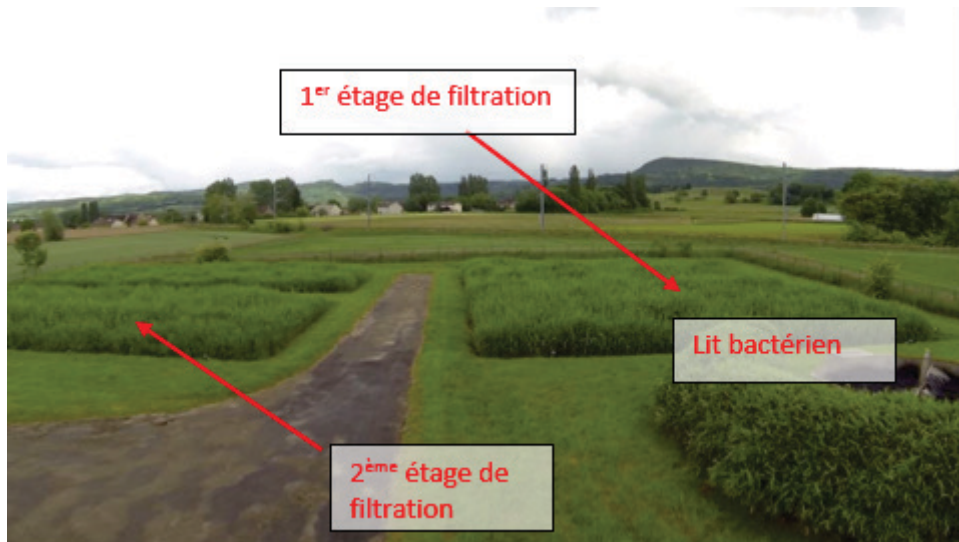
## V.2.2 Description technique de la STEU de Vercia

La *Figure V.1* est un schéma général de la STEU de Vercia qui montre le cheminement de l'eau, de l'entrée des eaux brutes à la sortie des eaux traitées. Un dégrilleur élimine les macro-déchets en entrée de traitement (1). L'eau est ensuite canalisée vers une première cuve de stockage (2), acheminée vers le lit bactérien (3) puis redirigée dans la cuve. Le prétraitement biologique sur lit bactérien crée les conditions oxydantes nécessaires à la nitrification/dénitrification. Lorsque la cuve est pleine, une pompe se déclenche pour alimenter le premier étage de filtration (4). L'eau y est épurée lors de son passage vertical dans les différents substrats qui forment le filtre puis elle se déverse dans une seconde cuve (5). Une seconde pompe répartit l'eau sur le second étage de filtration (6) pour affiner le traitement. La présence de cuves de stockage provoque des afflux d'eau par bâchées. La *Figure V.2* montre une vue générale de la STEU de Vercia et notamment ces deux étages de filtration.



(Source : société Scirpe Procédé AZOE®-NP)

**Figure V.1 : Schéma du procédé de traitement de la STEU de Vercia**



**Figure V.2 : vue générale de la STEU de Vercia**

Aucune STEU française de petite taille n'est actuellement équipée pour traiter les micropolluants réfractaires en sortie de traitement. La station d'épuration de Vercia constitue ainsi un site d'étude novateur pour valider l'efficacité du procédé UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur de petits volumes et vérifier sa fiabilité sur une période de temps étendue. Dans un premier temps, un criblage des micropolluants réfractaires présents en sortie de traitement est réalisé préalablement à l'implantation du prototype afin d'identifier les molécules présentes et de proposer le suivi de certaines d'entre elles. Un suivi microbiologique et chimique est proposé par la suite.

### V.2.3 Criblages des micropolluants

L'étude bibliographique sur l'occurrence des micropolluants ciblés (E1, E2, EE2, diclofénac, naproxène et ibuprofène) en sortie de petites STEU, et notamment des lagunes artificielles ou lits plantés de roseaux (I.4.1.2 et I.4.2.2), montre que les concentrations de ces molécules en sortie de traitement sont de l'ordre du ng/L ou du µg/L et peuvent fréquemment dépasser les Normes de Qualité Environnementale (NQE) actuelles établies au niveau européen. De plus, d'autres composés (pesticides, perturbateurs endocriniens...), dont certains figurent sur les listes de vigilance de l'union européenne, sont aussi susceptibles d'être présents en sortie de ces petites STEU (García *et al.*, 2010 ; Rossi *et al.*, 2013). Ces molécules ont donc un impact potentiel sur le milieu aquatique et la mise en place d'un traitement complémentaire doit être envisagée (Rossi *et al.*, 2013). Dans le but de vérifier la pertinence d'installer un prototype de traitement sur le site de Vercia, trois criblages ont donc été réalisés sur les eaux usées traitées de cette STEU. Le premier criblage a privilégié le nombre de molécules recherchées (350) sur la sensibilité de détection. Il s'agit d'une analyse multicomposés où un compromis est généralement fait entre le nombre de molécules détectées et la sensibilité de détection. Dans ce cas, la limite de détection de la majorité des micropolluants ciblés est supérieure à 10 ng/L. Cette méthode n'est donc pas suffisamment sensible pour des molécules retrouvées à de plus faibles concentrations mais pouvant présenter une activité biologique néfaste pour les écosystèmes aquatiques. C'est le cas des résidus d'hormones retrouvés, dont les NQE sont comprises entre 0,035 ng/L (EE2) et 0,4

ng/L (E1 et E2). Deux autres criblages ont donc été menés pour détecter la présence ou l'absence (analyse semi-quantitative) de micropolluants en sortie de STEU de Vercia. Ils ont ciblé plus particulièrement les produits pharmaceutiques et les hormones estrogéniques. Une analyse de l'activité estrogénique totale (par test YES) a également été menée.

## V.2.4 Identification des micropolluants réfractaires en sortie

### V.2.4.1 Criblage 1 : méthode multi-composés

Le premier criblage a permis de rechercher 350 molécules dans des échantillons prélevés en sortie de la STEU de Vercia. Les micropolluants sélectionnés sont présentés en ANNEXE 6. La sélection a été réalisée en fonction des molécules les plus fréquemment détectées en sortie de STEU (Loos *et al.*, 2009; Luo *et al.*, 2014; Martin Ruel *et al.*, 2012; Víctor Matamoros and Salvadó, 2012). Le premier prélèvement ponctuel a été réalisé le 21 mai 2015 et analysé par le Laboratoire de la Drôme (LDA 26). Un volume de 2,5 litres d'eau a été échantillonné dans un contenant en verre brun et analysé dans les 48h. Ce criblage a mis en évidence la présence de trois résidus médicamenteux et de trois pesticides à des concentrations de l'ordre du µg/L. La classe et la concentration de ces molécules sont présentées dans le *Tableau IV.1*. Parmi ces molécules, le diclofénac a été détecté à une concentration de 7,7 µg/L soit une teneur près de 70 fois supérieure à la NQE actuellement envisagée par l'Europe (100 ng/L).

**Tableau V.1 : concentrations et limites de quantification des molécules détectées lors du premier criblage effectué sur l'eau prélevée en sortie de la station de Vercia en mai 2015.**

	Classe des molécules	[C] (µg/L)	LQ (µg/L)
Sel de sodium du Diclofénac	Anti-inflammatoire, liste vigilance européenne	7,721	0,01
Ibuprofène	Anti-inflammatoires non stéroïdiens	1,598	0,01
Naproxène	Anti-inflammatoires non stéroïdiens	0,605	0,01
Nicosulfuron	Herbicide de la famille des sulfonyle-urées	0,15	0,02
Glyphosate	Dés herbant	1,56	0,1
acide aminométhylphosphonique (AMPA)	Métabolite du glyphosate	3,9	0,1

## V.2.4.2 Criblage 2 : recherche de produits pharmaceutiques

Le second criblage a été motivé par la possibilité de pouvoir détecter la présence de 47 molécules pharmaceutiques à des concentrations plus faibles que celle proposée par le Laboratoire de la Drôme. Elle repose sur une méthodologie d'analyse développée par l'IRSTEA de Lyon. L'objectif principal était ici de vérifier la présence ou l'absence de ces molécules pharmaceutiques. En effet, la méthodologie d'analyse a été réalisée de façon semi quantitative, c'est-à-dire sans l'utilisation des étalons internes des composés cibles. Il est cependant possible de donner une concentration indicative. Ce second criblage a été réalisé en novembre 2015 sur un prélèvement ponctuel. La méthodologie de prélèvement est identique à celle utilisée pour le premier criblage (2.1.1). Ce criblage a permis de mettre en évidence la présence de 17 molécules (sur 47 recherchées). Elles sont présentées dans le *Tableau V.2.* avec leur concentrations indicatives. Les molécules les plus fréquemment trouvées au niveau européen sont également détectées en sortie de la station de Vercia. Il s'agit notamment du diclofénac, de la carbamazépine, du naproxène et de l'ibuprofène (Bueno *et al.*, 2012 ; Loos *et al.*, 2009). D'autre part, des molécules fréquemment identifiées dans l'étude AMPERE (2011) ont aussi été retrouvées. Il s'agit de bêta-bloquants ou d'agents anti-arythmiques (Sotalol, propranolol...), de pesticides (atrazine) ou d'antibiotiques (sulfaméthoxazole).

**Tableau V.2 : listes des 17 micropolluants identifiés en sortie de la STEU de Vercia (sur 47 recherchés) en Novembre 2015. Les concentrations sont indicatives**

	Classe des molécules	[C] (ng/L)
Sotalol	β bloquant (antiarythmique)	2593
Acébutalol	β bloquant (antihypertenseur)	17,4
Propranolol	β bloquant (inhibiteur le système sympathique)	9,6
Métoprolol	β bloquant (antihypertenseur)	7,9
Déséthylatrazine	sous-produit de l'atrazine	9
Atrazine*	pesticide	8,6
Simazine*	herbicide	2,7
carbamazépine	antiépileptique	1250
Carbamazépine - 10,11- époxyde	sous-produit de la carbamazépine	417
sulfaméthoxazole	antibiotique	389
kétoprofène	anti-inflammatoire	490
naproxène	anti-inflammatoire	113
oxazépam	anxiolytique	8,6
Nordiazépam	anxiolytique	6,1
Clarithromycine*	antibiotique	70
Diclofénac*	anti-inflammatoire	194
Bézafibrate	anti-cholestérol	358

\*Molécules appartenant aux listes prioritaires ou de surveillance de l'Europe

Lors de ce criblage, près de 36% des molécules recherchées ont été détectées. La mise en évidence d'un si grand nombre de molécules par rapport au premier criblage peut être due d'une part à la sensibilité de la méthode et d'autre part à la variabilité de l'occurrence des micropolluants entre les 2 prélèvements. Ces observations mettent donc en évidence deux points :

- La sensibilité de la méthode de détection est un facteur limitant pour suivre les micropolluants endogènes de la STEU de Vercia.
- Un nombre de prélèvements importants serait nécessaire pour permettre d'évaluer correctement la présence des micropolluants sur la STEU de Vercia.

#### V.2.4.3 Criblage 3 : Recherche des hormones estrogéniques et de l'activité estrogénique associée

L'objectif de ce 3ème criblage était de détecter spécifiquement la présence d'hormones ou d'activité estrogénique en sortie de la STEU de Vercia. En effet, les hormones E1, E2 et EE2 peuvent être retrouvées à de très faibles concentrations en sortie de traitement de STEU (Pereira *et al.*, 2011; Song *et al.*, 2009 ; Vymazal *et al.*, 2015), généralement en dessous des limites de quantification des laboratoires prestataires (< 10 ng/L). Aucune des trois hormones n'avait été détectée lors du premier criblage. Pour vérifier si ces hormones ne sont pas présentes à plus faible concentration, une méthode d'analyse semi-quantitative (UHPLC-MS-MS) qui cible 7 hormones féminines (Diethylstilbestrol (DES), Dienestrol (DIEN), Estriol (E3),  $\beta$ -Estradiol (bE2),  $\alpha$ -Estradiol (aE2),  $\alpha$ -Ethinylestradiol (EE2), Estrone (E1)) a été utilisée. Elle a été développée par l'IRSTEA de Lyon et est réalisée sur les échantillons de Vercia prélevés en septembre 2015 et concentrés par SPE. L'analyse par UHPLC-MS-MS, qui n'est ici que semi-quantitative du fait qu'aucun étalon interne n'a été utilisé, donne une indication de la présence ou non des hormones ciblées et une idée de leurs concentrations. Le *Tableau V.3* met en évidence la présence de 4 hormones féminines. Les trois hormones étudiées dans le pilote de laboratoire ont été retrouvées dans les eaux traitées de Vercia à des concentrations indicatives de 0,5 à 10 ng/L. Les concentrations de ces hormones sont supérieures aux NQE proposées par les instances européennes (Commission européenne, 2011).

**Tableau V.3 : concentrations et Normes de Qualité Environnementale (NQE) envisagées par les instances européennes pour les hormones détectées dans le prélèvement d'eau traitée de Vercia en février 2015**

Hormones	E1	E2	EE2	E3
Concentration (ng/L)	10	0,7	0,5	13
NQE envisagées	0,4	0,4	0,035	-

Les mêmes échantillons ont été analysés par test YES (duplicat) afin de détecter une activité estrogénique globale exprimée en équivalent estradiol (EEQ). Les résultats donnent une concentration moyenne équivalente en E2 égale à  $9,23 \pm 0,64$  ng/L. Cette concentration est cohérente par rapport aux concentrations des principaux estrogènes identifiés dans le *Tableau V.3*. En effet, le potentiel estrogénique diffère selon les hormones. Si le potentiel estrogénique d'E2 est ramené à une valeur de 1, celui d'EE2 est d'environ 1,2 et celui d'E1 de 0,1 avec le test YES



(Murk *et al.*, 2002). Pour E3, le potentiel estrogénique est environ 3000 fois plus faible qu'E2 (Jarošová *et al.*, 2014). D'autres molécules sont susceptibles d'activer le test YES mais leur potentiel estrogénique est faible par rapport à ceux des estrogènes. Par exemple, le potentiel estrogénique du bisphénol A est 100 000 fois plus faible que celui d'E2 (Murk *et al.*, 2002).

Au regard des valeurs obtenues par les approches biologique (test YES) et chimique, la présence d'hormones estrogéniques a été mise en évidence dans les eaux traitées de Vercia sur ce prélèvement. Le nombre de prélèvement effectué n'est pas suffisant pour conclure fermement sur l'occurrence des hormones sur la STEU de Vercia. Néanmoins, le suivi de l'activité estrogénique globale *via* le test YES est proposé pour vérifier l'efficacité du procédé UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Le test YES est réalisé au sein de l'équipe ECOTOX à l'IRSTEA de Lyon.

#### V.2.4.4 Choix des micropolluants retenus pour le suivi sur le site de Vercia

Les prélèvements réalisés sur la STEU de Vercia ont mis en évidence la présence de micropolluants parmi lesquels des produits pharmaceutiques, des hormones et des pesticides. Le faible nombre d'analyses effectuées ne permet pas de tirer de conclusions précises sur l'occurrence des micropolluants en sortie de la STEU de Vercia. Néanmoins, ces analyses permettent de cibler un panel de micropolluants réfractaires dont le suivi permettra d'évaluer l'efficacité du prototype UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> avec des coûts analytiques limités. Les critères de sélection sont basés d'une part sur l'occurrence des molécules détectées lors des différents criblages mais aussi sur leurs concentrations. En effet, certaines molécules dont la concentration est proche des LQ du laboratoire prestataire (LDA), ne seront pas retenues. Le coût analytique est également un critère majeur du choix final. Le diclofénac et le naproxène ont été détectés lors des criblages 1 et 2 à des concentrations de l'ordre du µg/L et sont donc intéressants à suivre. L'ibuprofène (1,6 µg/L lors du premier criblage) et la carbamazépine (1,2 µg/L lors du second criblage) ont aussi été sélectionnés au regard de leurs concentrations importantes en sortie de traitement. Les hormones estrogéniques sont en dessous des LQ du LDA mais l'activité estrogénique peut être suivie par le test YES.

Le laboratoire prestataire propose différents « package » analytiques qui ciblent à chaque fois plusieurs molécules. Le suivi des molécules sélectionnées (diclofénac, naproxène, ibuprofène, carbamazépine et sulfaméthoxazole) nécessitent deux méthodes analytiques différentes qui ciblent en tout 22 molécules. La première méthode analytique, qui cible 13 molécules, est basée sur une extraction liquide/liquide (SPE) suivie d'une analyse par GC-MS. La seconde, qui permet de suivre 10 molécules, est basée sur une extraction liquide/liquide (SPE) suivie d'une analyse par HPLC-MS. Le coût analytique et les limites de quantification proposées en analyse de routine ont été pris en compte. Les biocides (pesticides, fongicides et herbicides) n'ont pas été suivis dans cette étude car leurs concentrations lors du criblage 2 étaient inférieures aux limites de quantifications proposées par le laboratoire de la Drôme. Le coût analytique important du glyphosate et de l'AMPA a conduit à ne pas les intégrer dans la sélection.

**Tableau V.4 : liste des 22 molécules sélectionnées pour le suivi de l'efficacité du prototype sur le site de Vercia.**

Molécules	Classe des molécules	LQ (ng/L)	Méthode analytique
E1	hormone naturelle	10	SPE- GC-MS
$\alpha$ E2	hormone naturelle	10	SPE- GC-MS
$\beta$ E2	hormone naturelle	10	SPE- GC-MS
EE2	hormone synthétique	10	SPE- GC-MS
E3	hormone naturelle	10	SPE- GC-MS
acide acétylsalicylique	anti-inflammatoire	10	SPE- GC-MS
carbamazépine	antiépileptique	10	SPE- HPLC-MS
diclofénac sodium salt	anti-inflammatoire	10	SPE- GC-MS
épiandrostérone	anti-inflammatoire stéroïdien	20	SPE- GC-MS
ibuprofène	anti-inflammatoire	10	SPE- GC-MS
naproxène	anti-inflammatoire	10	SPE- GC-MS
paracétamol	anti-inflammatoire	10	SPE- HPLC-MS
propranolol hypochloride	$\beta$ bloquant	20	SPE- HPLC-MS
aténolol	$\beta$ bloquant	10	SPE- HPLC-MS
métrizamide	antibiotique	20	SPE- HPLC-MS
érythromycine	antibiotique	20	SPE- HPLC-MS
sulfaméthoxazole	antibiotique	20	SPE- HPLC-MS
triméthoprime	antibiotique	10	SPE- HPLC-MS
tylosine	antibiotique	20	SPE- HPLC-MS
roxythromicine	antibiotique	10	SPE- HPLC-MS
étiocolanone	métabolite de la testostérone et de l'androstènedione	10	SPE- HPLC-MS
stanolone	métabolite de la testostérone	10	SPE- HPLC-MS

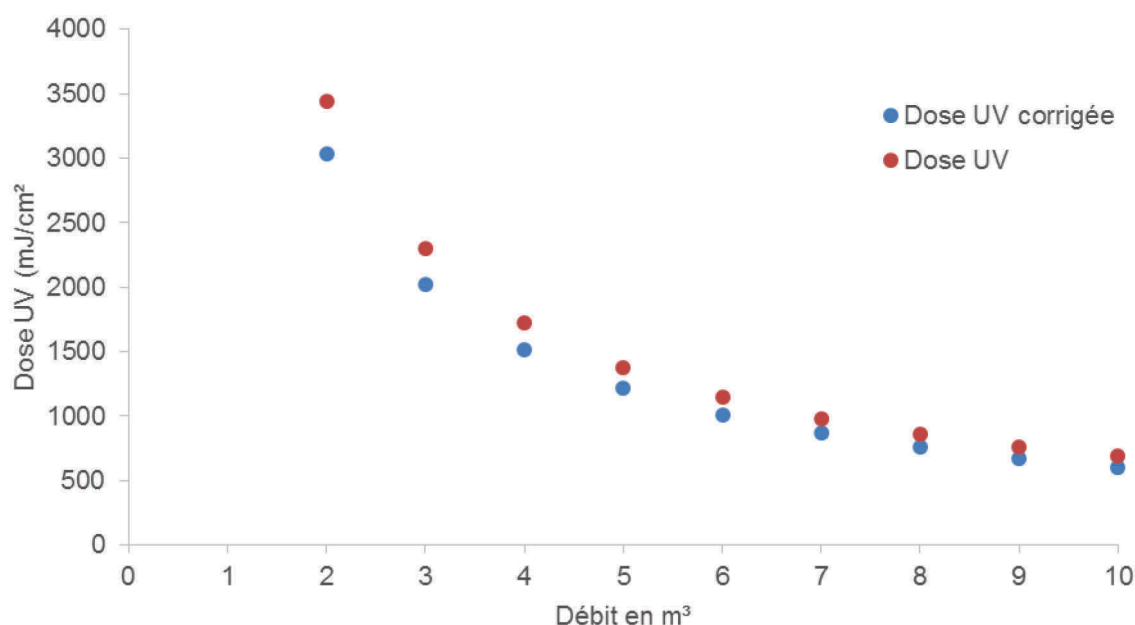
## V.2.5 Dimensionnement du prototype

Le prototype est dimensionné sur les bases de l'étude technique et économique réalisée dans IV.2.3 page 122. Les résultats sur le pilote de laboratoire avaient en effet permis d'établir qu'une dose UV supérieure à 520 mJ/cm<sup>2</sup> et une concentration en peroxyde d'hydrogène de 30 mg/L permettait d'abattre 80% des composés estrogéniques étudiés (E1, E2 et EE2). Ces paramètres ont été utilisés pour dimensionner le prototype en prenant en compte les conditions de transmittance les plus défavorables rencontrées lors des expériences sur pilote soit 50 %. Le débit moyen de la station se situe aux environs de 5-6 m<sup>3</sup>/h. Le prototype a été dimensionné pour traiter 10 m<sup>3</sup>/h. Il est conçu à partir d'un réacteur en inox existant développé par la société COMAP. Le *Tableau V.5* regroupe les principales caractéristiques du prototype.

**Tableau V.5: caractéristiques techniques du prototype UV/ H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

Volume du réacteur (L)	Longueur totale du réacteur (cm)	Nombre de lampes	Puissance totale (kW)
89	162,6	14	4,55

Le choix de maintenir une lame d'eau peu épaisse entre les lampes et la paroi du réacteur a été fait pour favoriser la pénétration des UV, même dans le cas d'une très faible transmittance. La multiplication du nombre de lampes a donc été privilégiée par rapport à la puissance unitaire des lampes. Le logiciel UVCalc®2A a été utilisé pour dimensionner le réacteur. Une simulation a été conduite avec 14 lampes de 325 W. Cette configuration permet de délivrer une dose d'environ 600 mJ/cm<sup>2</sup> (dose UV corrigée) pour un débit de 10 m<sup>3</sup>/h et une transmittance de 50 % (Figure V.3). Le facteur de correction déterminé sur le pilote de laboratoire (F = 0,88) est appliqué. Il permet de prendre en compte l'hydraulique du réacteur. L'automate qui contrôle la puissance des lampes est paramétré pour que la dose UV n'excède pas 1000 mJ/cm<sup>2</sup>. Cette précaution permet de limiter les coûts électriques et l'usure des lampes UV.



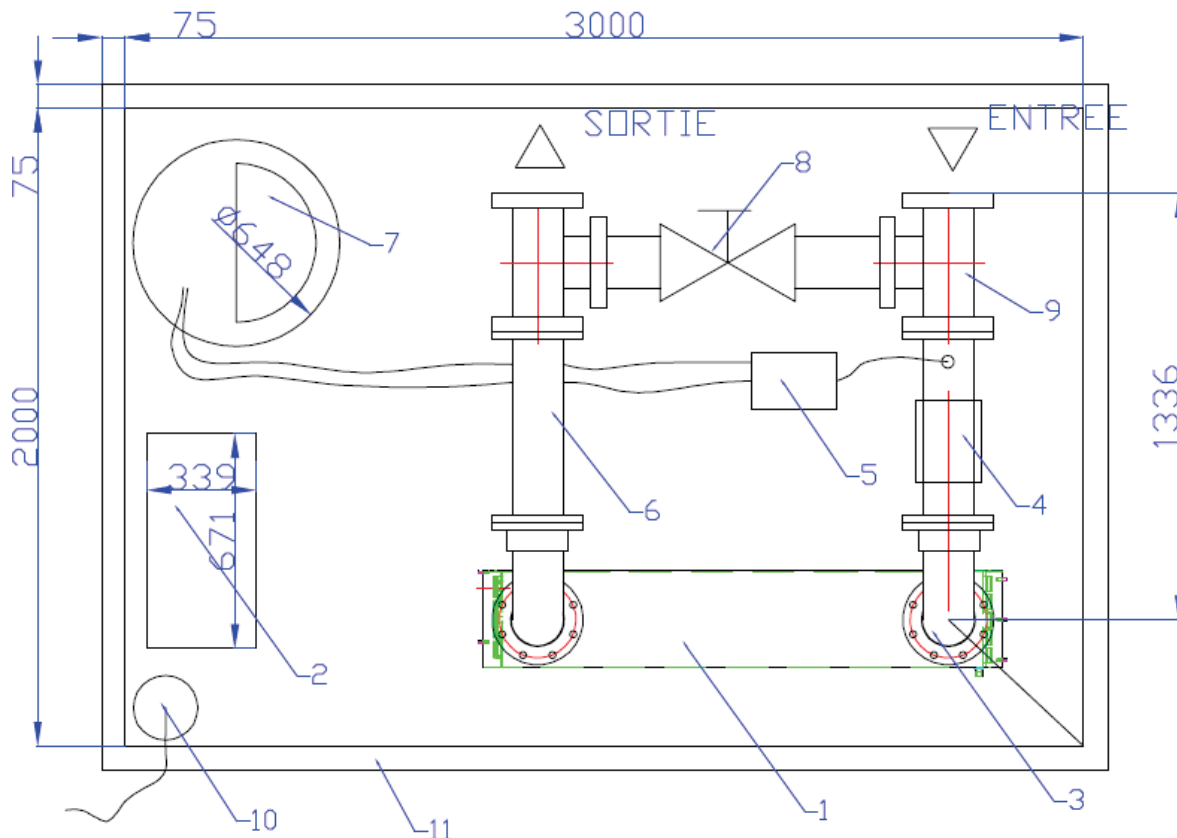
**Figure V.3 : simulation des doses UV obtenues sous le logiciel UVCalc2A avec 14 lampes de 325 W et à différents débits théoriques. Un facteur de correction de 0,88 est appliqué.**

## V.2.6 Schéma de l'installation

### V.2.6.1 Description du prototype

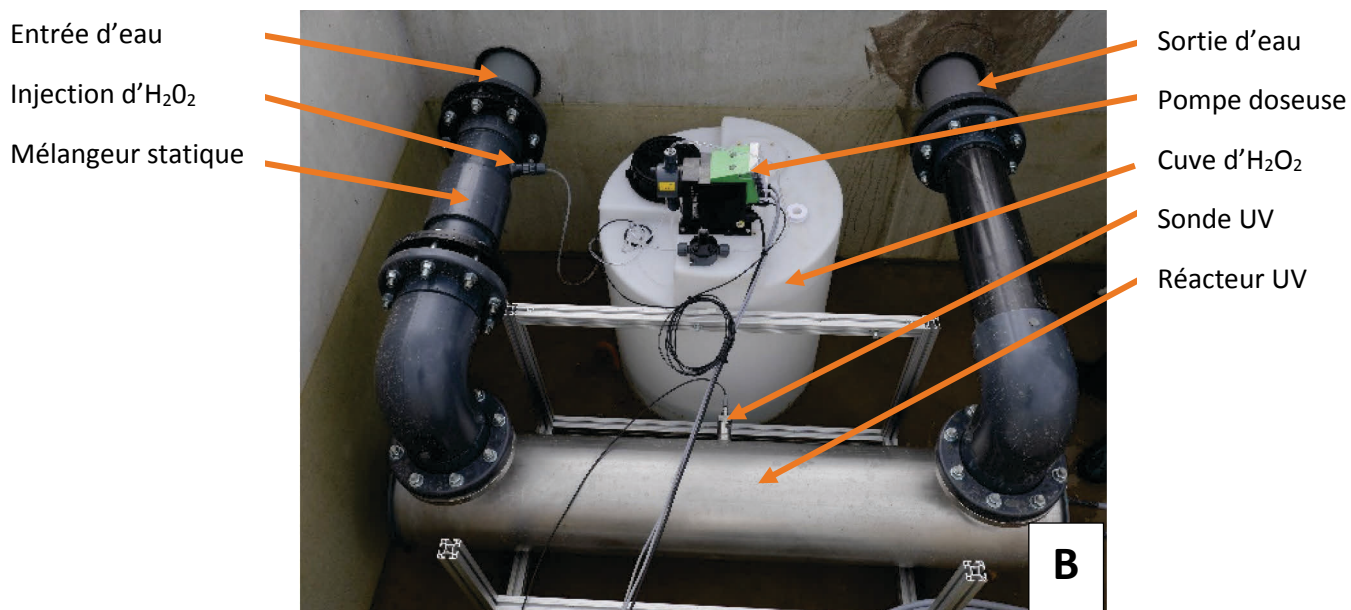
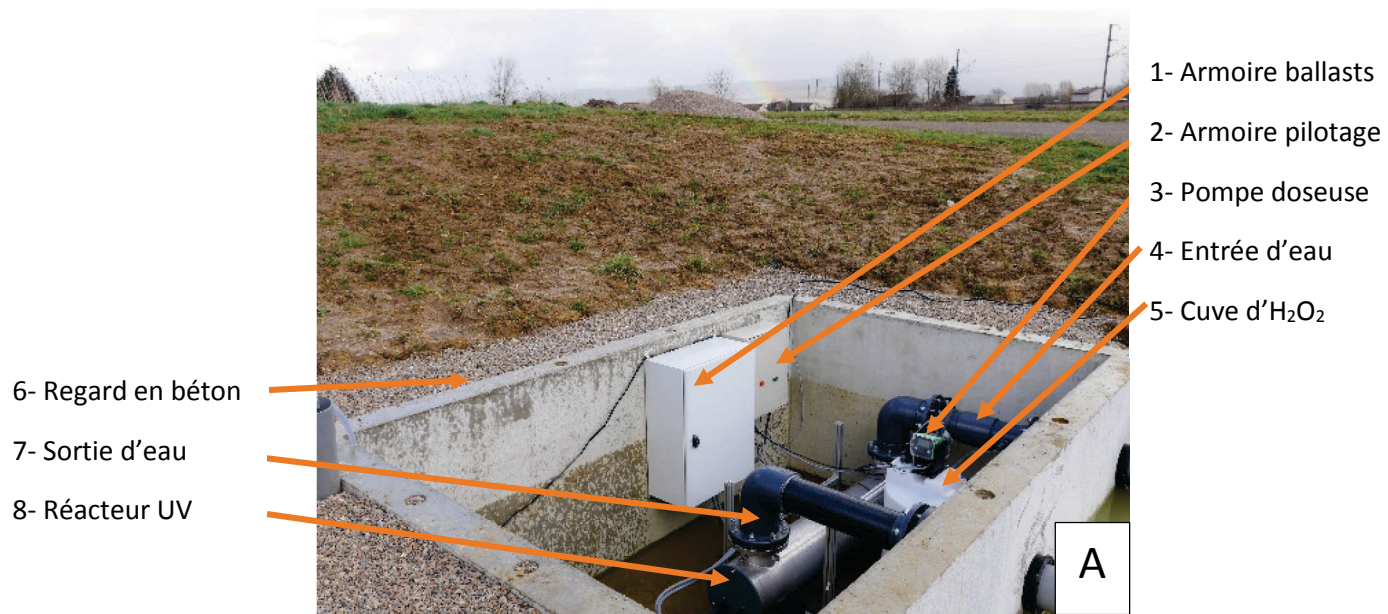
Le prototype a été installé en janvier 2016 sur la STEU de Vercia. Le schéma présenté dans la Figure V.4 détaille les principaux composants du système mis en place. Il se compose du réacteur UVC (1) comprenant 14 lampes UV de 325 W, alimentées par 14 ballasts. L'eau traitée issue de la STEU de Vercia arrive à l'entrée du pilote par gravité. Une pompe doseuse (5) (Grundfos) injecte le peroxyde d'hydrogène en amont du réacteur. Juste après, un mélangeur statique en ligne (4) assure l'homogénéisation de l'oxydant avant son entrée dans le réacteur. Une

cuve de stockage de 200 L (7) assure une autonomie en peroxyde d'hydrogène d'environ 20 jours à la concentration de 15 mg/L et au débit maximal de 10 m<sup>3</sup>/h. La conformation du réacteur (entrée et sortie vers le haut) assure une mise en eau permanente. L'eau traitée est ensuite rejetée dans un canal de comptage puis dans le milieu naturel. Deux piquages de prélèvement ont été mis en place en amont de l'injection du peroxyde d'hydrogène, et en sortie du prototype. Une sonde UV biosimétrique est insérée au centre du réacteur. Elle permet de mesurer, en ce point précis, la puissance UV exprimée en W/m<sup>2</sup>. Cette donnée sera utilisée pour vérifier le bon fonctionnement des lampes.



**Figure V.4 : schéma du prototype du site de Vercia. 1 : réacteur UV ; 2 : armoire électrique pilotage ; 3 : coude PVC ; 4 : mélangeur statique ; 5 : pompe doseuse ; 6 : raccord PVC ; 7 : cuve d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ; 8 : vanne by pass ; 9 : coude PVC ; 10 : pompe de relevage ; 11 : re**

Une vue d'ensemble du site d'implantation du prototype est présentée *Figure V.5*. Le prototype a été installé dans un regard en béton et branché sur le réseau à la sortie de la STEU afin que l'eau puisse s'écouler par gravité.



**Figure V.5: implantation du prototype UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en sortie de traitement de la STEU de Vercia. A : vue générale. B : vue de dessus**

## V.2.6.2 Adaptation du traitement en fonction du débit

La particularité des systèmes de traitement par lit planté de roseaux réside dans la variation permanente du débit en sortie. En effet le système de traitement se fait par série de bâchées au moment de la mise en route des pompes. Dès lors, un système de contrôle par automate a été mis en place afin d'asservir le débit de la pompe doseuse au flux d'eau. Une concentration constante d'oxydant est ainsi maintenue dans le réacteur quel que soit le débit. Néanmoins, par temps de forte pluie, la station peut subir des débits pouvant atteindre 40 m<sup>3</sup>/h. Pour éviter une surconsommation de l'oxydant, la pompe doseuse se déconnecte au-dessus d'un débit de 15 m<sup>3</sup>/h. Inversement, en période sèche, le débit en sortie de station peut devenir inférieur à 1 m<sup>3</sup>/h. Dans ce cas, la puissance de chaque lampe est ajustée individuellement par l'automate de manière à ce que la dose UV n'excède pas 1000 mJ/cm<sup>2</sup>. En cas de débit proche de zéro, les lampes sont automatiquement éteintes.

---

## V.2.7 Conditions opératoires

### V.2.7.1 Choix de la dose UV appliquée

Les expérimentations sur le pilote de laboratoire ont montré qu'une concentration en oxydant de 30 mg/L combinée à une dose UV d'environ 520 mJ/cm<sup>2</sup> était optimale pour abattre 80% de l'activité estrogénique dans des conditions de faible transmittance de l'eau (T=50%). Le coût du peroxyde d'hydrogène est le principal poste de dépense de fonctionnement du système de traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Dans ces conditions opératoires, il atteint près de 54% du coût du traitement (IV.2.3.2). La transmittance de l'eau de Vercia est beaucoup plus importante que celle de l'eau de la STEU de la Feysine. Sur 3 prélèvements, la moyenne atteint 78 ± 1%. A cette transmittance, la dose théorique délivrée par le réacteur UV est de l'ordre de 1500 mJ/cm<sup>2</sup> à un débit de 10 m<sup>3</sup>/h (estimation réalisée par le logiciel UVCalc2B). De ce fait, il a été choisi de réduire la dose d'oxydant de moitié pour limiter les coûts opératoires et augmenter l'autonomie du système (pour 10 m<sup>3</sup>/h et une tonne d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à 30%, l'autonomie passe d'environ 40 jours à 80 jours). Ainsi les premières expérimentations sur le prototype ont été réalisées à une concentration de 15 mg/L d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et à un débit de 10 m<sup>3</sup>/h, pour une transmittance moyenne de 78 %.

### V.2.7.2 Echantillonnage

Le temps de séjour de l'eau dans le réacteur est très court. Il varie généralement entre 30 s (Q ≈ 10 m<sup>3</sup>/h) et 1 minute (Q ≈ 6 m<sup>3</sup>/h). L'échantillonnage a été réalisé sur environ 3 minutes afin d'atteindre une période égale à 3 fois le temps de séjour maximum dans le réacteur. Les horaires des prélèvements se situent généralement entre 14h et 16h. Les contenants sont rincés 3 fois avec l'eau à prélever. Brièvement, les deux contenants en verre de 2 L sont placés au niveau des points de piquage en amont et en aval du réacteur. L'échantillonnage est réalisé en simultané. Deux grammes de thiosulfate de sodium sont ajoutés immédiatement après le prélèvement dans tous les échantillons pour neutraliser l'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> résiduel (concentration finale d'1 g/L).

Les contenants sont alors placés dans une glacière. Les échantillons sont conservés à 4°C et les extractions par SPE sont effectuées dans les 48 heures. Différents volumes d'eau sont prélevés en amont et en aval du réacteur et conservés dans des flacons en verre brun en vue des analyses :

- les analyses microbiologiques et physico chimiques nécessitent un litre d'échantillon.
- les analyses des micropolluants par le laboratoire de la Drôme requièrent un volume d'1,5 L.
- le test YES exige un prélèvement d'environ 1,5 L afin de réaliser une pré-concentration par SPE

### V.2.7.3 Méthodologie de concentration par SPE :

La méthode d'extraction nécessite préalablement une filtration sur membrane d'acétate de cellulose (0,45 µm). Un litre de solution est nécessaire. Pour être certain de concentrer ce volume, 1015 mL sont systématiquement préparés. Par la suite un programme d'extraction est réalisé sur un « Autotrace SPE workstation » de Thermo Scientific en utilisant des cartouches Oasis de 6 mL et 500 mg de phase (Waters). Un volume initial exact de 1000 mL va passer à travers la cartouche qui va adsorber les molécules d'intérêt (molécules polaires). Ces dernières seront éluées par du méthanol pour finalement conduire à un volume final de 6 mL. Le solvant est alors évaporé sous azote (30 minutes à 35°C). Enfin, l'extrait est repris dans 1mL d'éthanol absolu et passé 5 minutes au bain à ultrasons pour favoriser la dissolution. Le facteur de concentration de la méthode d'extraction est donc de 1000. L'extrait peut être conservé jusqu'à 2 mois.

## V.3 Suivi des performances du réacteur

---

Cette partie s'intéresse à l'efficacité du traitement du prototype UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> installé sur la STEU de Vercia. Dans un premier temps, le choix de la méthodologie de calcul des rendements d'abattement des micropolluants suivis est justifié. Dans un second temps, les performances de désinfection et d'élimination du système sont présentées. Enfin, le bilan économique de la technologie UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> est établi à partir des coûts réels calculés sur le prototype de Vercia et comparé à d'autres technologies.

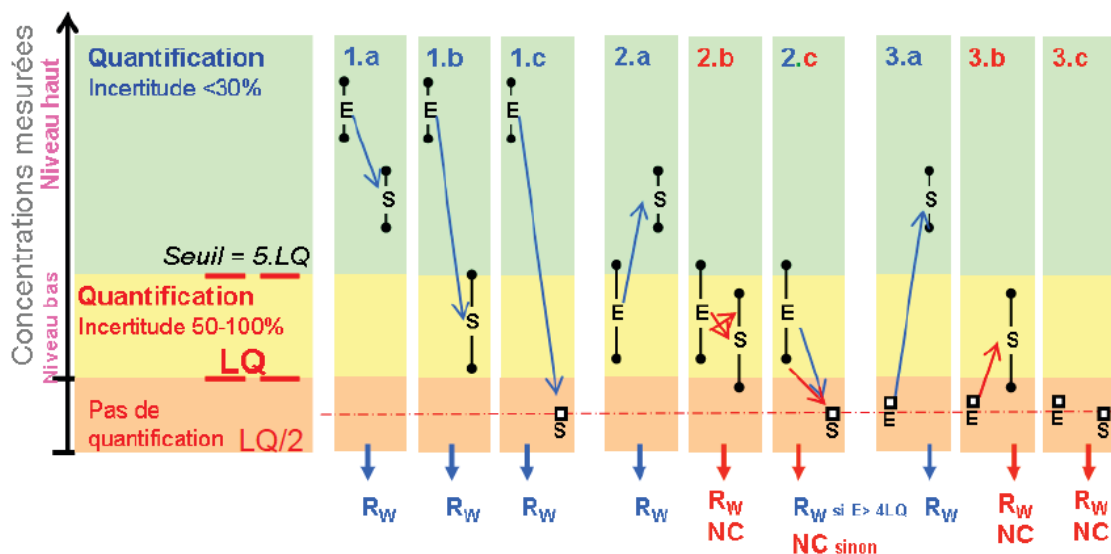
---

### V.3.1 Méthodologie de calcul des rendements d'abattement

Le calcul des rendements d'abattement s'avère délicat lorsque la concentration d'une molécule en sortie de traitement est inférieure à la limite de quantification. Différentes méthodologies de calculs sont rencontrées dans la littérature. Par exemple, certains auteurs (De la Cruz *et al.*, 2013) utilisent la limite de détection (LD = LQ/3,33) de la molécule comme concentration finale. De leur côté, Kim *et al.* (2012) considère que le rendement est de 100% lorsque la concentration finale est en dessous de la limite de détection de la molécule après traitement. Dans la présente étude, le calcul des taux d'abattement des micropolluants est effectué en suivant la méthode décrite dans le projet ARMISTIQ (Besnault *et al.*, 2011). Cette méthode, qui émane de celle proposée par Choubert *et al.* (2011), adapte le calcul des taux d'abattements en fonction des incertitudes sur les mesures des concentrations. La *Figure V.5* schématise le principe de cette méthode de calcul. Sur cette Figure, la zone orange correspond à une concentration mesurée inférieure à la LQ. Dans ce cas, la concentration sera considérée comme étant égale à LQ/2. La zone jaune correspond à une concentration comprise entre LQ et 5LQ: dans ce domaine de concentrations, l'incertitude de mesure est très importante car comprise entre 50 et 100%. La zone verte correspond à une concentration au moins 5 fois supérieure à la LQ, dont l'incertitude est considérée comme acceptable. Généralement, la concentration après traitement est inférieure à la concentration initiale. Dans les cas 1.a, 1.b et 1.c, l'abattement est calculable car la concentration initiale est supérieure à 5 LQ. Dans certains cas, la concentration finale peut cependant être supérieure à la concentration initiale (formations de sous-produits par exemple). L'abattement sera négatif mais calculable (cas 2.a et 3.a). Si la concentration initiale est inférieure à 5 LQ mais est néanmoins supérieure à 4 LQ, alors l'abattement est calculable (cas 2.c). Dans tous les autres cas, l'abattement n'est pas calculable (2b, 3b et 2c). Lorsqu'il est calculable, le rendement d'abattement (R%) est calculé selon la formule :

$$R\% = ([\text{Concentration à l'entrée}] - [\text{concentration en sortie}]) / [\text{Concentration à l'entrée}]$$





NC : non-calculable ; LQ : limite de quantification ;  $R_w$  : rendement de la phase eau.

$R_w$  : rendement d'élimination des micropolluants. E : concentration d'entrée. S : concentration en sortie de traitement.

**Figure V.6 : méthodologie de calcul des abatements des micropolluants adaptés de Choubert *et al.* (2011) et utilisée dans le projet ARMISTIQ (Besnault *et al.*, 2011).**

### V.3.2 Campagnes de prélèvement réalisées

Initialement, l'étude de l'efficacité du traitement sur le site de Vercia devait se dérouler sur plusieurs mois à raison d'un prélèvement toute les deux semaines. Or, le pilote a subi des dommages consécutifs à de fortes pluies (armoires électriques inondées). Néanmoins, trois campagnes d'échantillonnage réalisées entre février et mars 2016 ont permis d'évaluer la fiabilité du prototype et de déterminer les taux d'abattement bactériens et des micropolluants cibles. Pour chaque campagne d'échantillonnage, un prélèvement en entrée du réacteur et un prélèvement en sortie sont réalisés en simultanément au niveau des points de piquage.

Le *Tableau V.6* présente les trois prélèvements réalisés et les analyses menées. Le prélèvement 1 a permis d'évaluer la capacité de désinfection du traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et d'évaluer les effets de ce dernier sur les paramètres physico-chimiques de l'eau. Les deux prélèvements suivants (2 et 3) ont été réalisés pour suivre l'effet du traitement sur les micropolluants endogènes de la STEU de Vercia ainsi que sur l'activité estrogénique (test YES).

**Tableau V.6 : analyses réalisées pour les différents prélèvements sur le site de Vercia**

	Date	Analyses physico-chimiques	Analyses microbiologiques	Suivi des micropolluants	Test YES
Prélèvement 1 (P1)	10/02/2016	oui	oui	non	non
Prélèvement 2 (P2)	24/02/2016	non	non	oui	oui
Prélèvement 3 (P3)	16/03/2016	non	non	oui	oui

Sur le site de Vercia, la température et la puissance UV (paramètres généraux) sont mesurées au moment du prélèvement. La transmittance à 254 nm et la concentration en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> avant et après traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sont systématiquement mesurées au laboratoire dans les 2 h qui suivent le prélèvement sur des échantillons non traités au thiosulfate de sodium. Les analyses microbiologiques et chimiques sont réalisées par le laboratoire départemental de la Drôme (LDA 26, France). Les échantillons sont conservés à 4°C et acheminés au LDA dans les 24 h.

### V.3.3 Performances du réacteur

#### V.3.3.1 Consommation de l'oxydant et suivi de la transmittance

La consommation en oxydant s'élève à 25% dans les conditions opératoires du prototype (10 m<sup>3</sup>/h, concentration initiale de 15 mg/L en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) (Tableau V.7). Cette valeur se situe entre celle mesurée dans l'eau du réseau (20%) et celle mesurée dans l'eau de STEU de la Feysine (30-39%) dans le chapitre IV (IV.2.1.2.3). La faible concentration en matière organique de cette eau de STEU (COT < 6 mg/l) limite probablement la réaction de l'oxydant avec la matière organique.

**Tableau V.7 : suivi de la consommation d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et paramètres généraux mesurés lors des différents prélèvements.**

	[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ] entrée (mg/L)	[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ] sortie (mg/L)	% oxydant consommé	Température de l'eau (°C)	Puissance UV (W/m <sup>2</sup> )
P1	17	13	23	9	73
P2	15	11	26	10	87
P3	15	11	26	8	87
Moyenne ± écart type	16,3 ± 0,8	11,7 ± 0,9	25 ± 1,3	9 ± 0,7	82,3 ± 6,2

Dose UV ≈ 1500 mJ/cm<sup>2</sup>

La mesure de la transmittance à 254 nm avant et après traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> montre un gain moyen de 7 % sur les 3 prélèvements (Tableau V.8). La transmittance est liée à l'absorbance UV à 254 nm par la relation  $T = 10^{-A}$  où T est la transmittance et A l'Absorbance. Un gain de transmittance correspond donc à une diminution de l'absorbance UV. L'amélioration significative de la transmittance peut s'expliquer par l'oxydation de la matière organique chromogène et notamment des structures aromatiques, très sensibles aux radicaux hydroxyles (Michael-Kordatou

*et al.*, 2015). Audenaert *et al.* (2013) ont également montré que le traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> conduisait à une réduction progressive de l'absorbance UV à 254 nm (donc à une augmentation de la transmittance) en traitant une eau de STEU (COD = 7 mg/L). D'autres études font une corrélation entre l'absorbance UV et l'élimination des micropolluants. Par exemple, Altmann *et al.* (2016) ont traité 10 effluents secondaires de STEU (COD entre 9,5, et 15,3 mg/L) par charbon activé. Ils montrent qu'une diminution de 25 % de l'absorbance à 254 nm correspond à un abattement de 80% de la carbamazépine ou du métoprolol (qui absorbent fortement à 254 nm). Rosario-Ortiz *et al.* (2010) s'intéressent au traitement de 6 produits pharmaceutiques par traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dans trois eaux de STEU différentes (COT compris entre 6,6 et 10,3 mg/L et transmittance à 254 nm comprise entre 55 et 72%). Ils s'observent également une bonne corrélation entre l'élimination des micropolluants ciblés et la diminution de l'absorbance UV. Le suivi en temps réel de ce paramètre avant et après traitement pourrait donc permettre de suivre l'efficacité du traitement et d'optimiser la dose d'oxydant. Il faut noter que la concentration des micropolluants est négligeable par rapport à la concentration en matière organique (composés humiques notamment). Cette dernière est donc responsable de la majorité de l'absorbance à 254 nm et peut donc masquer la dégradation des micropolluants.

**Tableau V.8 : suivi des transmittances initiales et finales (avant et après traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) et calcul du gain de transmittance.**

	TUV <sub>254nm</sub> initiale (A <sub>UV254nm</sub> ) Avant traitement (%)	TUV <sub>254nm</sub> finale (A <sub>UV254nm</sub> ) Après traitement (%)	Gain de TUV <sub>254nm</sub> (%)
Prélèvement 1	79±0,2 (0,102)	82±0,5 (0,086)	3,8
Prélèvement 2	76±0,2 (0,120)	82±0,1 (0,086)	7,9
Prélèvement 3	79±0,1 (0,102)	86±0,3 (0,065)	8,9
Moyenne ± écart type	78 ± 1,3 (0,108 ± 0,008)	83,3 ± 1,3 (0,079 ± 0.007)	6,9 ± 2,0

L'absorbance UV à 254 nm est indiquée entre parenthèse et est liée à la transmittance par la formule  $T=10^{-A}$ . Concentration initiale en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> = 15 mg/L. Dose UV ≈ 1500 mJ/cm.

Compte tenu des incertitudes de mesures, le traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ne modifie pas significativement les paramètres physico-chimiques de l'eau comme indiqué dans le *Tableau V.9*. Il n'y a notamment pas de formation de nitrites qui pourraient être issus de la photolyse des nitrates à 254 nm et qui sont connus pour constituer l'un des principaux sous-produits de désinfection UV (Zoschke *et al.*, 2012).

**Tableau V.9 : comparaison des principaux paramètres physico-chimiques avant et après traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> de l'eau de Vercia lors du premier prélèvement.**

Paramètres physico-chimiques		Avant traitement	Après traitement	Incertitude (%)
	pH	7,4	7,4	5
	Conductivité 25 °C	680	685	5
	Conductivité 20 °C	613	618	5
	Turbidité	0,7	0,7	20
	Carbone Organique Total (mg/L)	5,7	5,4	10
	Titre Alcalimétrique Complet (TAC) (°f)	21,4	21,6	5
	Bicarbonates (mg/L)	261	262,9	5
	Calcium (mg/L)	89,8	89,8	10
	Dureté (degrés français)	23,7	23,7	10
	Sodium (mg/L)	31	31	5
	Potassium (mg/L)	11	11	15
	Chlorure (mg/L)	50	50	10
	Nitrate mg (NO <sub>3</sub> )/ L	34	34	20
	Nitrate mg (N)/L	7,6	7,6	20
	Nitrite mg (NO <sub>2</sub> )/L	0,087	0,062	30
	Nitrite mg (N)/L	0,026	0,019	30
	Sulfates (mg/L)	21	22	5
	MES (mg/L)	< 1	< 1	20
	DCO (mg/L)	15	19	30

Concentration initiale en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> = 15 mg/L. Dose UV ≈ 1500 mJ/cm<sup>2</sup>

Analyse réalisée par le Laboratoire Départementale de la Drôme (LDA)

Le COT et la DCO sont similaires avant et après le traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Or, la transmittance à 254 nm diminue (*Tableau V8*). Cette observation montre que le traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> n'aboutit pas à une minéralisation des composés organiques présents dans l'eau mais probablement à la formation de sous-produits qui absorbent peu ou pas à 254 nm.

### V.3.3.2 Performance sur l'abattement bactérien

L'efficacité du prototype UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> vis-à-vis de l'abattement de différents modèles bactériens est présentée dans le *Tableau V.10*. Sur les 5 indicateurs suivis, 4 ont des concentrations inférieures aux limites de détection après traitement. Seuls les germes totaux mesurés à 22 °C sont encore détectables. Au regard de la réglementation (arrêté du 25 juin 2014 relatif à l'utilisation d'eaux issues du traitement d'épuration des eaux résiduaires urbaines), l'eau avant traitement appartiendrait aux catégories C ou D du fait que la concentration en *E. coli* est supérieure à 3,5.10<sup>4</sup> UFC/100 mL. Après traitement, le niveau de qualité A est largement atteint avec moins de 15 UFC/100 mL alors que la réglementation impose moins de 250 UFC/100 mL.

**Tableau V.10 : abatements bactériens consécutifs au traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> de l'eau de Vercia.**

Micro-organismes	Concentration à l'entrée	Concentration en sortie	Abattement (log)
Germes 36°C - Totaux (*) (UFC/mL)	15500	0	> 5,19
Germes 22°C - Totaux (*) (UFC/mL)	43000	1	4,6
Coliformes Totaux (UFC/ 100 mL)	37000	0	> 5,57
<i>Escherichia coli</i> (Microplaques) (UFC/ 100 mL)	34659	< 15	> 3,4
Entérocoques (Microplaques) (UFC/ 100 mL)	16740	< 15	> 3,0

Dose UV  $\approx$  1500 mJ/cm<sup>2</sup>, [H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>] = 15 mg/L. Analyse réalisée par le LDA

Au regard de la qualité microbiologique de l'eau après traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, celle-ci serait utilisable pour l'irrigation de cultures, d'espaces verts ou de golfs (ANNEXE 3). Elle pourrait notamment être utilisée pour l'irrigation des champs de maïs situés à proximité de la STEU de Vercia. Ce projet de recyclage de l'eau diminuerait la nécessité des prélèvements directs dans le milieu et contribuerait à garantir un approvisionnement en eau même en période de stress hydrique. Il s'inscrirait également dans la stratégie de préservation des ressources en eau du SDAGE de l'agence de l'eau Rhône Méditerranée Corse car la STEU de Vercia se situe dans une région déficitaire en eau (ANNEXE 7).

### V.3.3.3 Performance sur l'abattement des micropolluants

#### V.3.3.3.1 *Suivi chimique*

Deux campagnes d'échantillonnage (P2 et P3) ont été analysées par le laboratoire de la Drôme (LDA, 26) pour rechercher la présence des 22 micropolluants sélectionnés pour cette étude. L'échantillon P3 ne contenait pas de molécules cibles ou ces dernières étaient en dessous des LQ du laboratoire. Ce résultat peut s'expliquer par les fortes pluies qui ont précédé le jour du prélèvement et qui ont pu conduire à un phénomène de dilution des micropolluants présents. Il est également supposé qu'il existe une forte variabilité de la concentration des micropolluants ciblés d'un prélèvement à l'autre. Aucun abattement n'a donc pu être calculé. Seul P2 contenait des micropolluants cibles en entrée de traitement. Seulement 3 molécules ont été détectées parmi les 22 recherchées : il s'agit du diclofénac, de la carbamazépine et de la roxythromicine. L'ibuprofène ou le naproxène, pourtant détectés lors du criblage des micropolluants à des concentrations de l'ordre du µg/L, n'ont pas été retrouvés lors de ce prélèvement. La période des prélèvements était particulièrement pluvieuse avec des précipitations occasionnellement fortes. La STEU de Vercia a parfois enregistré des débits de 40 m<sup>3</sup>/h. Même si les prélèvements ont été réalisés à un débit de 10 m<sup>3</sup>/h, la dilution des effluents peut expliquer la faible détection des molécules cibles, probablement présentes à des concentrations en dessous des limites de quantification (LQ). Le diclofénac est la molécule la plus fréquemment détectée sur tous les prélèvements réalisés sur la STEU de Vercia (criblage + suivi du pilote). Seul P3 ne présentait pas de diclofénac. Sa fréquence de détection et ses impacts potentiels sur l'environnement en font une molécule à surveiller

particulièrement. La roxythromicine, utilisée comme antibiotique, n'avait pas été détectée lors des premiers prélèvements réalisés en sortie de traitement de la STEU de Vercia pour le criblage des micropolluants. Toutefois, d'après la littérature, elle est fréquemment détectée en sortie de STEU (Martin Ruel *et al.*, 2012; McArdell *et al.*, 2003; Tewari *et al.*, 2013). La carbamazépine est un anti-épileptique largement retrouvé en sortie de STEU (Cleuvers, 2003; Loos *et al.*, 2009; Zhang *et al.*, 2008) et fait partie des 5 molécules sentinelles suisses. En effet, cette molécule est particulièrement récalcitrante aux traitements actuels et est suspectée d'être toxique pour certains organismes aquatiques. Donner *et al.*, (2013) ont démontré sa toxicité vis-à-vis de *V. fisheri*. Cette molécule perturbe également le métabolisme de certains organismes aquatiques tels que les mollusques (Almeida *et al.*, 2015) ou les larves aquatiques (chironomides) (Heye *et al.*, 2016).

Les concentrations des 3 molécules quantifiées avant et après traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sont présentées dans le *Tableau V.11*. Un rendement d'abattement « consolidé » est également calculé. Dans le cas de ce prélèvement, les molécules détectées ont toutes une concentration initiale supérieure à 5 fois leur LQ. Elles ne sont plus détectées en sortie de traitement (cas 1.c sur la *Figure V.6*). La concentration résiduelle après traitement a donc été considérée égale à LQ/2 pour déterminer les rendements d'élimination. L'abattement de chacune de ces trois molécules est supérieur à 90%. Le diclofénac et la carbamazépine sont dégradés à hauteur de 98%. L'objectif de traitement de 80 % des molécules détectées avant traitement, en référence à la loi Suisse de 2016, est largement atteint. Le diclofénac était très bien éliminé dans le pilote de laboratoire par traitement UV seul et UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (≈99% à 1000 mJ/cm<sup>2</sup> avec ou sans d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30 mg/L)) (IV.4.2 page 134). Sur la STEU de Vercia, un taux d'abattement similaire est obtenu avec une dose en oxydant de 15 mg/L mais le traitement UV seul n'a pas été étudié. A noter que la concentration en diclofénac en sortie de la STEU de Vercia est plus de 5000 fois inférieure à celle testée dans le pilote de laboratoire (1,3mg/L).

**Tableau V.11 : concentration des molécules détectées lors du prélèvement P2 avant et après traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (≈1000 mJ/cm<sup>2</sup>, 15 mg/L d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et abattements calculés.**

Molécules	[entrée] (µg/L)	[sortie] (µg/L)	Abattement (%)	LQ (µg/L)
diclofénac	0,254	<LQ	98	0,01
carbamazépine	0,311	<LQ	98,4	0,01
roxythromicine	0,049	<LQ	89,8	0,01

LQ= limite de quantification

Les présents résultats tirés d'un seul échantillon exploitable devront être consolidés par d'autres prélèvements sur site. Un plus grand nombre de prélèvements permettrait probablement de mettre en évidence une variabilité des micropolluants présents dans l'eau traitée de Vercia en fonction des conditions météorologiques ou des saisons (Lindqvist *et al.*, 2005; Matamoros et Salvadó, 2012; Vieno *et al.*, 2005; Zhang *et al.*, 2008). Néanmoins la multiplication des prélèvements et analyses nécessite un budget important. Or, d'autres méthodes de suivis existent telles que les échantillonneurs passifs (Polar Organic Chemical Integrative Sampler (POCIS)). Ces derniers pourraient permettre de suivre l'émission des micropolluants sur plusieurs semaines en limitant le nombre de prélèvements et d'analyses tout en proposant l'identification des molécules. Les POCIS sont dotés d'une membrane protégeant une phase qui adsorbe les composés polaires présents dans l'eau sur une période de 10 à 15 jours. Ces échantillonneurs accumulent

ainsi les molécules présentes à de très faibles concentrations dans l'effluent, dans le but qu'après extraction, les concentrations mesurées se trouvent être supérieures aux limites de quantifications, favorisant ainsi l'obtention de rendements consolidés (Morin *et al.*, 2013). Ces méthodes pourront être envisagées pour un suivi ultérieur du pilote de Vercia. Les POCIS pourraient également permettre de valider des méthodes indirectes de suivi telles que la mesure de l'absorbance ou de la transmittance à 254 nm pour contrôler l'efficacité du traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à moindre coût puisque plusieurs auteurs ont signalé des corrélations entre l'accroissement de la transmittance et l'élimination des micropolluants (Altmann *et al.*, 2016; Gerrity *et al.*, 2012).

Cette étude montre l'aptitude du traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à éliminer des molécules ciblées qui présentent une probable toxicité pour l'environnement. Cependant, le suivi des molécules par analyses chimiques est insuffisant car les hormones n'ont pas pu être quantifiées lors des prélèvements. D'une part, les limites de quantification des méthodes analytiques sont souvent supérieures aux concentrations auxquelles certaines hormones peuvent perturber certains organismes aquatiques (< 10 ng/L). D'autre part, les analyses chimiques ne permettent pas de vérifier l'élimination de l'activité biologique induite par les hormones elles-mêmes ou tout autre micropolluant capable de se lier aux récepteurs estrogéniques (ex : bisphénol A). Les sous-produits potentiellement formés par le traitement ne peuvent pas non plus être suivis. La mise en place de tests toxicologiques ou écotoxicologiques est donc indispensable pour vérifier l'innocuité de l'eau traitée et notamment des sous-produits. Dans cette étude, le suivi de l'activité estrogénique par le test YES a été privilégié au regard des impacts néfastes des hormones féminines qui ont été mis en évidence dans de nombreuses études. De plus, il s'agit également de vérifier les résultats obtenus sur le pilote de laboratoire qui montraient un bon abattement de l'activité estrogénique et chimique (> 80%) générée par un mélange d'hormone (E1, E2 et EE2 à 5 µM) après traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30 mg/l d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et 520 mJ/cm<sup>2</sup>).

#### V.3.3.3.2 *Suivi de l'activité estrogénique*

Dans les eaux usées traitées de STEU, les concentrations en hormones ou composés estrogéniques sont généralement inférieures à 10 ng/L et donc difficilement détectables par analyses chimiques (Pereira *et al.*, 2011). Le test YES permet de pallier à cela car il répond à toute molécule capable de se lier au récepteur estrogénique  $\alpha$  humain. P1 n'apparaît pas car aucune activité estrogénique n'a été détectée sur cet échantillon. La concentration équivalente en E2 s'élève à  $8,2 \pm 0,1$  ng/L pour P2 et  $6,8 \pm 0,3$  ng/L pour P3. Une faible variabilité a été mesurée entre duplicat, démontrant la reproductibilité du test YES. Ces valeurs sont proches de celle obtenue lors du premier criblage réalisé en février 2015 (9,23 ng/L). Une activité estrogénique est donc mise en évidence alors que les analyses chimiques n'avaient pas permis de quantifier d'hormones. Cependant, il n'est pas possible à ce stade de déterminer quelles molécules sont responsables de cette activité. Après traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ([H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>] = 15 mg/l ; dose UV  $\approx$  1000 mJ/cm<sup>2</sup>), plus aucune activité estrogénique n'est détectée par le test YES. Les composés responsables de l'activité estrogénique ont donc probablement été éliminés (au moins suffisamment pour n'engendrer aucune activité) sans que des sous-produits actifs n'aient été formés. Le traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> permet donc d'améliorer la qualité de rejet vers le milieu récepteur. Ces résultats confirment l'efficacité du traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur l'élimination des composés estrogéniques mis en évidence dans le chapitre IV.2.2.2.1 (page IV-119).

---

## V.3.4 Evaluation économique de l'installation

### V.3.4.1 Démarche

Les premiers résultats obtenus depuis la mise en service du prototype de traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur la STEU de Vercia ont démontré son utilité. Cette expérience *in situ* est maintenant exploitée pour évaluer la viabilité économique du procédé de traitement UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. L'objectif est de déterminer les coûts réels d'une installation dimensionnée pour cette taille de STEU et de démontrer la pertinence économique du traitement des micropolluants sur les petites STEU. En effet, la plupart des estimations économiques sont réalisées à partir de données obtenues sur des pilotes de laboratoire, extrapolées pour des systèmes à échelle réelle. Les coûts sont généralement exprimés en €/m<sup>3</sup> d'eau traitée. La conformation des réacteurs et les coûts associés sont peu décrits. Par exemple, De la Cruz *et al.* (2013) ont déterminé les conditions optimales pour dégrader 80% des cinq molécules ciblées par la nouvelle loi suisse (carbamazépine, diclofénac, sulfaméthoxazole, benzotriazole et mécoprop) : un temps de séjour de 10 secondes et une dose de 50 mg/L sont considérés comme l'une des combinaisons les plus économiques pour atteindre cet objectif sur leur pilote (avec 5 lampes de 150 W pour un débit de 14 m<sup>3</sup>/h). Or, pour traiter le débit total de la station étudiée (4600 m<sup>3</sup>/h soit un débit 329 fois plus grand que le pilote), un réacteur de 12,7 m<sup>3</sup> et 230 kg/h d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> seraient nécessaires. En extrapolant le nombre de lampes à partir du pilote, il faudrait 1645 lampes. Cette extrapolation est donc impossible au regard du nombre de lampes nécessaires et de la taille de la chambre inox. D'autres études prennent en compte le coût d'investissement et le coût de fonctionnement mais se basent sur des temps de séjour très longs. Ainsi, dans l'étude ARMISTIQ (Besnault *et al.*, 2011), le procédé UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> est étudié sur un pilote avec un temps de séjour de 10 min. Une telle durée de traitement impliquerait une recirculation de l'eau et la mise en place de cuves de stockage. Les coûts engendrés seraient alors supérieurs. Dans le cadre de cette étude, les coûts globaux de mise en place et d'entretien du procédé UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ont été pris en compte à travers les coûts d'investissement et les coûts de fonctionnement.

### V.3.4.2 Coûts d'investissement

Les coûts d'investissement correspondent au montant financier total nécessaire pour mettre en service le prototype. Il comprend les coûts :

- de construction,
- d'équipement,
- de montage.

Il ne prend pas en compte les coûts de mise au point, difficiles à estimer à ce stade de l'étude, ni le génie civil nécessaire pour implanter le système qui est variable d'une station à l'autre. Dans le cas de Vercia environ 5000 euros ont été investis pour construire le regard en béton qui accueille le prototype. Un amortissement de l'investissement sur 8 ans est proposé car c'est la durée de vie estimée du système de traitement (basé sur la durée de vie du réacteur UV COMAP).



### V.3.4.3 Coûts de fonctionnement

Il comprend l'ensemble des frais nécessaires au bon fonctionnement du prototype ainsi qu'à son entretien. Il s'agit principalement des coûts :

- énergétiques (électricité pour faire fonctionner 14 lampes UV (325 W) et une pompe doseuse (24 W) :  $0,14 \text{ €} \cdot \text{kWh}^{-1}$ : (EDF, 2016),
- du réactif ( $\text{H}_2\text{O}_2$  à 30% acheté chez Alba : 400 litres à 1400 € soit 3,5 €/L). A un débit maximal de  $10 \text{ m}^3/\text{h}$  et à raison de  $15 \text{ mg/L}$  d' $\text{H}_2\text{O}_2$ , la consommation en oxydant s'élève à  $0,5 \text{ L/h}$  soit 33 jours d'autonomie. Le prix comprend la livraison du réactif.
- de remplacement des lampes et quartz sur la base d'un renouvellement complet tous les 1,5 ans environ (150 €/unité),
- de la main d'œuvre sur la base de deux jours par an (500 €/jours).

### V.3.4.4 Résultat de l'étude économique

Le calcul du coût global du traitement UV/ $\text{H}_2\text{O}_2$  est basé sur un dimensionnement du réacteur pour la STEU de Vercia (1100 EH) soit :

- un débit de  $10 \text{ m}^3/\text{h}$ ,
- une concentration en oxydant de  $15 \text{ mg/L}$  soit une consommation de  $0,05 \text{ L/m}^3$  d'une solution initiale à 30% à un débit de  $10 \text{ m}^3/\text{h}$
- une durée de vie des lampes de 12 000 h soit un remplacement tous les 1,4 ans
- une transmittance moyenne de 78 %.

*Tableau V.12* : bilan des coûts d'investissement et d'exploitation du traitement UV/ $\text{H}_2\text{O}_2$  de la STEU de Vercia (1100 EH) exprimés en euros par mètre cube d'eau traitée.

Puissance totale requise	Coût électrique	Coûts d'investissement	$\text{H}_2\text{O}_2$	Maintenance	Coût total
(Wh)	(€/m <sup>3</sup> )	(€/m <sup>3</sup> )	€/m <sup>3</sup>	(€/m <sup>3</sup> )	(€/m <sup>3</sup> )
4,574	0,064	0,033	0,175	0,028	0,3

Débit =  $10 \text{ m}^3/\text{h}$ , concentration  $\text{H}_2\text{O}_2 = 15 \text{ mg/L}$ . L'amortissement est calculé sur 8 ans.

Maintenance= remplacement matériel + main d'œuvre

Le coût global s'élève à environ  $0,3 \text{ €/m}^3$ . Sur une année, cette valeur correspond à un coût global de 24 euros par habitant (sur la base de 1100 EH pour Vercia). Les coûts réels ont été pris en compte dans cette étude. Le prix de l'oxydant est particulièrement élevé à cause des faibles volumes utilisés pour ce prototype. En considérant des volumes plus importants, les coûts d' $\text{H}_2\text{O}_2$  peuvent être divisés au minimum par deux (1400 euros pour 1 tonne d' $\text{H}_2\text{O}_2$  à 30% soit 1,6 €/L). D'autre part, d'importantes économies pourraient être réalisées sur les coûts du matériel (pompe doseuse, fabrication de la chambre UV...) dans le cas d'une fabrication en série et d'une négociation des prix avec les fournisseurs. L'objectif de réduire les coûts globaux en dessous de  $0,2 \text{ €/m}^3$  serait envisageable pour les petites et moyennes STEU.

Cette étude est une des premières à s'intéresser au coût d'un traitement avancé des micropolluants destiné aux petites STEU. Le *Tableau V.13* présente les données de différentes études économiques réalisées sur des procédés de traitement avancé pour éliminer les micropolluants. Sans réglementation actuelle, les objectifs de traitement varient d'une étude à l'autre et influencent donc les coûts associés. Néanmoins, les coûts globaux de la technologie UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> calculés sur la STEU de Vercia se rapprochent de ceux obtenus pour de plus grandes installations ou avec d'autres procédés de traitement avancé comme l'ozonation ou le charbon actif. Il faut souligner que l'inconvénient du charbon actif réside dans la production d'un déchet qu'il faut traiter par la suite.

Tableau V.13 : comparaison des coûts de traitement des micropolluants par différents traitements avancés.

Taille STEU	Traitement avancé	Concentration oxydant	Dose UV	Abattement	€/m <sup>3</sup>	Références
1100 EH	UV/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	15 mg/L	1500 mJ/cm <sup>2</sup>	> 90% carbamazépine, diclofénac, roxythromicine + activité estrogénique	0,28 INV+EXP	Cette étude
60000 EH	UV/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10 mg/L H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	795 mJ/cm <sup>2</sup>	> 90% pour 50 % des 20 molécules détectées dans l'étude	0,136 INV+EXP	Projet ARMISTIQ (Besnault <i>et al.</i> , 2011)
200 000 EH	UV/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	50 mg/L	ND	> 80% pour les 5 substances sentinelles suisses	0,130 EXP	De la Cruz <i>et al.</i> (2013)
60000 EH	Ozonation	5 g O <sub>3</sub> /m <sup>3</sup>	-	> 90% pour 50 % des molécules détectées dans l'étude	0,121 INV+EXP	Projet ARMISTIQ (Besnault <i>et al.</i> , 2011)
20000 EH	Ozonation + filtration sur sable	7,7 g O <sub>3</sub> /m <sup>3</sup>	-	> 80% pour les 5 substances sentinelles suisses	0,22 INV+EXP	Mulder <i>et al.</i> (2015)
20000 EH	Charbon actif + filtration sur sable	10 g/m <sup>3</sup>	-	> 80% pour les 5 substances sentinelles suisses	0,26 INV+EXP	Mulder <i>et al.</i> (2015)
20000 EH	Charbon actif	10 g/m <sup>3</sup>	-	> 80% pour les 5 substances sentinelles suisses	0,29 INV+EXP	Mulder <i>et al.</i> (2015)

INV : coûts d'investissement ; EXP : coûts d'exploitation