

SOMMAIRE

I-	OBJET DU RAPPORT	4
II -	CADRE GENERAL DES TRAVAUX.....	5
III -	LES MICROPOLLUANTS ORGANIQUES DANS LES BOUES DE STATION D'ÉPURATION..	10
III.1.	ETAT INITIAL DES CONNAISSANCES	10
III.1.1.	Choix des micropolluants organiques.....	10
III.1.1.1.	Les eaux usées.	10
III.1.1.2.	Les boues de station d'épuration	11
III.1.2.	Analyse des micropolluants dans les eaux usées.....	14
III.1.3.	Analyse des micropolluants dans les boues	15
III.1.3.1.	Etat de la normalisation	15
III.1.3.2.	Synthèse de la revue de littérature	15
III.1.3.2.1.	Echantillonnage et conservation des boues	16
III.1.3.2.2.	Les techniques d'extraction	17
III.1.3.2.3.	Purification et dosage des polluants organiques	18
III.1.3.2.4.	Conclusion.....	19
III.2.	OBJECTIFS TECHNIQUES	22
III.2.1.	Phase 1 : développement d'une méthodologie analytique commune.....	22
III.2.2.	Phase 2 : évolutions saisonnières des concentrations en micropolluants dans les boues et domaines de validité des méthodes.....	23
III.3.	DEROULEMENT DES TRAVAUX.....	23
III.3.1.	Phase 1 : développement de méthodologies analytiques convergentes : intercomparaison des méthodes	23
III.3.1.1.	Actualisation des connaissances.....	23
III.3.1.2.	Choix des micropolluants	24
III.3.1.3.	Choix des stations d'épuration déterminant les différentes matrices de boues.....	24
III.3.1.4.	Méthodes utilisées.....	26
III.3.1.4.1.	Echantillonnage.....	26
III.3.1.4.2.	Préparation et prétraitement des échantillons	26
III.3.1.4.3.	Analyse instrumentale.....	28
III.3.1.5.	Résultats	29
III.3.1.5.1.	Mise en forme et présentation	29
III.3.1.5.2.	Exploitation et discussion.....	36
III.3.1.6.	Comparaison des 2 campagnes d'analyses et conclusion.....	43
III.3.2.	Phase 2 : application à l'étude de l'évolution spatiale et temporelle des concentrations en micropolluants dans les boues	43
III.3.2.1.	Objectifs	43
III.3.2.2.	Choix des Polluants	44
III.3.2.3.	Choix des stations d'épuration	44
III.3.2.4.	Stratégie et programmation des prélèvements	45
III.3.2.5.	Résultats et interprétation	46
III.3.2.5.1.	Présentation des données obtenues par les 3 laboratoires au cours de la deuxième phase du projet.....	46
III.3.2.5.2.	Discussion	58
III.3.2.6.	Conclusions.....	74
III.4.	CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	79

IV.	LES GERMES PATHOGÈNES DANS LES BOUES DE STATION D'ÉPURATION	a2
IV.1.	ETAT INITIAL DES CONNAISSANCES	83
IV.1.1.	Techniques analytiques connues au début du programme	88
IV.1.2.	Concentration des pathogènes dans les boues	90
IV.1.3.	Réduction des pathogènes dans les boues par les filières de traitement	90
	<u>IV.1.3.1. Traitements physiques</u>	93
	<u>IV.1.3.2. Traitements biologiques</u>	93
	<u>IV.1.3.3. Traitements chimiques</u>	93
IV.2.	OBJECTIFS TECHNIQUES	94
IV.2.1.	Méthodologie analytique	94
	<u>IV.2.1.1. Échantillonnage</u>	94
	<u>IV.2.1.2. Méthodes analytiques</u>	95
IV.2.2.	Performances des filières et suivi du stockage	95
IV.3.	DEROULEMENTS DES TRAVAUX	96
IV.3.1.	Phase 1 : développement de méthodologies analytiques	96
	<u>IV.3.1.1. Choix des aèrnes</u>	96
	<u>IV.3.1.2. Quantification des Pathogènes dans les boues</u>	96
	<i>IV.3.1.2.1. Analyse des Giardia dans les boues</i>	96
	<i>IV.3.1.2.2. Analyse des œufs d'Helminthes dans les boues</i>	110
	<u>IV.3.1.3. Méthodes analytiques sélectionnées</u>	125
	<i>IV.3.1.3.1. Bactéries</i>	125
	<i>IV.3.1.3.2. Giardia</i>	127
	<i>IV.3.1.3.3. Oeufs d'Helminthes</i>	128
	<u>IV.3.1.4. Stratégie d'échantillonnage</u>	129
	<i>IV.3.1.4.1. Choix et provenance des boues</i>	129
	<i>IV.3.1.4.2. Étude de l'échantillonnage par quadratation</i>	130
	<i>IV.3.1.4.3. Influence de la conservation des échantillons</i>	130
	<i>IV.3.1.4.4. Variabilité temporelle des concentrations en germes dans les boues</i>	133
	<i>IV.3.1.4.5. Homogénéité et répétabilité lors de l'échantillonnage pour analyses des œufs d'Helminthes</i>	141
	<i>IV.3.1.4.6. Variabilité temporelle des concentrations parasitaires dans les boues</i>	142
	<i>IV.3.1.4.7. Conclusion</i>	147
	<u>IV.3.1.5. Intercomparaison</u>	147
	<i>IV.3.1.5.1. Résultats sur la boue déshydratée</i>	147
	<i>IV.3.1.5.2. Résultats sur la boue liquide</i>	148
IV.3.2.	Phase 2 : Application au suivi des performances des filières et du suivi du stockage	149
	<u>IV.3.2.1. Bilan d'hygiénisation des différentes filières de traitement</u>	149
	<i>IV.3.2.1.1. Choix des procédés</i>	149
	<i>IV.3.2.1.2. Choix et description des stations</i>	150
	<i>IV.3.2.1.3. Programmation des prélèvements</i>	153
	<i>IV.3.2.1.4. Bilan sur les filières de traitement</i>	153
	<u>IV.3.2.2. Synthèse des résultats</u>	196
	<i>IV.3.2.2.1. Qualité des boues en amont des filières de traitement des boues</i>	196
	<i>IV.3.2.2.2. Performances des procédés</i>	197
	<i>IV.3.2.2.3. Conclusion</i>	201
	<u>IV.3.2.3. Suivi du stockage</u>	210
	<i>IV.3.2.3.1. Conception et réalisation des dispositifs expérimentaux</i>	211
	<i>IV.3.2.3.2. Conduite des essais</i>	213
	<i>IV.3.2.3.3. Bilan lors du stockage de boues</i>	215
	<i>IV.3.2.3.4. Conclusions</i>	240
V.	CONCLUSION GENERALE	244
V.1.	ACQUIS DE LA REALISATION DU PROJET	244
v.2.	VALORISATION DES RESULTATS	246
v.3.	AMELIORATION DES PRATIQUES DE SUIVI	246
v.4.	LACUNES SUBSISTANTES ET PERSPECTIVES	247

Résumé

Ce rapport constitue le rapport final qui **présente** la **Première** phase de mise au point et d'intercomparaison des méthodes analytiques, d'identification de micropolluants organiques et de germes pathogènes dans les boues de stations d'épuration ainsi que la validation des méthodes d'échantillonnage et la remise **à** jour des connaissances. Les micropolluants et les germes font l'objet d'un traitement séparé du fait de la différence de **problématique**.

Les composés organiques analysés aux cours de deux campagnes, sur neuf échantillons de boues différents sont : les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP : 6 lors de la 1ère campagne et 16 pour la 2ème campagne), 7 polychlorobiphényles (PCB) (en particulier les **congénères** : 28, 52, 101, 118, 138, 158, **180**), 6 pesticides chlorés et les organochlorés adsorbables (AOX). La variabilité des résultats a été largement améliorée d'une campagne **à** l'autre par une harmonisation de la phase d'extraction et de la phase de détection, qui a permis de conserver les méthodes de chacun des 3 laboratoires intervenant dans l'étude pour la deuxième phase du programme. Cette dernière a permis de valider les méthodes sur un nombre suffisant d'échantillons et d'étudier l'effet du point de prélèvement et la variabilité saisonnière de la contamination des boues.

La première phase de mise au point de méthodes a permis aux trois laboratoires participant de s'approprier les mêmes protocoles opératoires pour identifier la présence d'organismes cibles indicateurs de contamination (*E. Coli*, Entérocoques, spores de Clostridium, Salmonelles) et de parasites (Giardias et oeufs **d'Helminthes**) dans les boues. La deuxième phase a permis d'évaluer l'efficacité des filières et des opérations de traitement et de stockage des boues sur l'élimination des pathogènes.

Deux protocoles ont été mis en œuvre pour échantillonner : norme NFU 44-108 pour les échantillons liquides et la méthode des quartiers pour les prélèvements solides. Dû **à** des contraintes de conservation différente des micropolluants, ces protocoles ont été adaptés pour les germes. Il n'existe pas de différence statistique entre les résultats obtenus sur un échantillon ponctuel et un échantillon composite que ce soit pour les germes pathogènes ou les micropolluants organiques.

Mots-clés

Analyses boues - Hydrocarbures polycycliques aromatiques (HPA) - Pesticides chlorés - Polychlorobiphényles (PCB) - Composés organohalogénés adsorbables (AOX) - extraction en phase solide - chromatographie - Germes pathogènes - Parasites - Bactéries - Virus - Micropolluants - Echantillonnage boues - Giardia - Helminthes -

I -OBJET DU RAPPORT

Ce rapport constitue le rapport final du programme d'études sur les micropolluants organiques et les germes pathogènes dans les boues de stations d'épuration **après** 24 mois d'étude.

Le NANCIE, maître d'ouvrage délégué du ministère de **l'Environnement** (subvention n° 96151, notifiée le **27/12/96**), de **l'Ademe** (contrat n° 9775018, notifié le **08/12/97**), des six Agences de **l'Eau** (SN : contrat n° 980391, notifié le **01/11/97** - AG : contrat n° 110 54 1001, notifié le **16/12/98** - AP : contrat n° 24239, notifié le **30/11/98** - RM : signé le **12/02/98** - LB : contrat n° 7979874, notifié le **02/12/97** - RMC : contrat n° 980492, notifié le **06/04/98**), du CIRSEE et d'Anjou Recherche (contrat signé le **20/03/98**) a confié à ces derniers, à **l'IRH** Environnement (IRH) et à la Faculté de Pharmacie de Nancy, la réalisation du programme d'études.

Les travaux portent sur deux thématiques :

- les micropolluants organiques, à savoir les HPA, les PCB, les AOX et les pesticides organochlorés d'une part,
- les germes pathogènes, bactéries et parasites d'autre part,

dont il sera rendu compte successivement dans ce rapport.

Ce rapport décrit d'abord :

- une première phase de mise au point et d'intercomparaison des méthodes analytiques, d'identification des polluants et des germes dans les boues ainsi que la validation des méthodes d'échantillonnage.
- puis dans un deuxième temps, l'application de ces méthodes analytiques au suivi des chaînes de traitement ou de stockage des boues.