

Recueil des résumés

16^{ème} congrès international du GRUTTEE



Du 31 Mars
au 2 Avril
2026



Aix-Marseille Université - Marseille St Charles

Sommaire



Conférences plénières	p. 3
Session Eau potable / Chloration	p. 14
Session Pollution plastique / Effluents industriels	p. 26
Session Infiltration / Sols	p. 37
Session PFAS 1	p. 46
Session Approches, outils et méthodes	p. 55
Session Micropolluants 1	p. 66
Session Traitement biologiques	p. 77
Session PFAS 2	p. 86
Session Pollution et diversité microbiennes	p. 93
Session Récupération de nutriments	p. 99
Session Réutilisation des eaux	p. 106
Session Micropolluants 2	p. 115
Session Posters	p. 124





Conférences plénières



Conférences plénières



Impacts du changement climatique sur l'approvisionnement, le traitement et la distribution des eaux destinées à la consommation Humaine

Bernard LEGUBE

Institut de Chimie des Milieux et des Matériaux de Poitiers (IC2MP - UMR CNRS 7285) Université de Poitiers bernard.legube@univ-poitiers.fr



Mots-clés : changement climatique, qualité de l'eau, alimentation en eau potable

Préambule sur le devenir de la disponibilité des eaux douces naturelles

Une synthèse rapide des données climatologiques, notamment nationales, ainsi que des impacts du changement climatique sur la disponibilité des ressources en eau douce (constats et projections) sera présentée en préambule. Elle s'appuiera sur les nombreux bilans et études réalisés ces dernières années (e.g. 6^{ème} rapport du GIEC, DRIAS 2023, EXPLORE 2 ...).

La figure choisie ici concentre à elle seule les bases de cette conférences et l'origine de son principal objet. En effet, elle présente une projection à mi-siècle de l'état des cours d'eau sur la métropole en période estivale, dans le scénario de la trajectoire nationale de référence du réchauffement pour l'adaptation au changement climatique (TRACC).

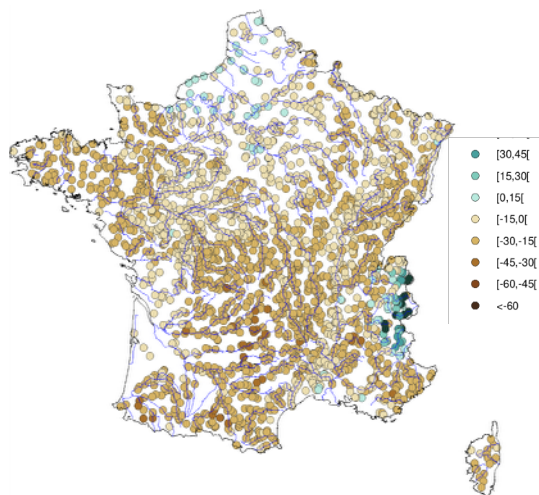


Figure 1 : Ecart relatif (en %) de la valeur des débits QMNA entre l'horizon 2041-2070 et la période référence 1976-2005, selon le scénario TRACC 2050 - Produit multi-modèles - Médiane de l'ensemble selon DRIAS [1] et EXPLORE 2 [1]

Cette projection, qui ne prend pas en compte l'évolution des prélèvements, montre que presque partout en France métropolitaine la disponibilité de la ressource en eau douce naturelle de surface en milieu du 21^{ème} siècle en période estivale sera nettement plus faible qu'en fin de 20^{ème} siècle. La tendance est parfois la même pour les eaux souterraines [2].



Les effets directs du changement climatique sur la qualité des eaux douces naturelles

Cette partie de la conférence, consacrée aux effets directs du changement climatique sur la qualité des ressources en eau brute de surface destinées à la production d'eau potable, s'appuiera tout d'abord sur plusieurs hypothèses à horizon proche (2041-2070), basées sur un scénario dit « tendanciel ». Seront décrits les principaux aléas liés aux impacts du changement climatique sur la qualité des eaux brutes (cf. tableau 1), souvent illustrés d'exemples.

Tableau 1 : Différents impacts du changement climatique sur la qualité des eaux brutes

Types d'impacts du changement climatique	Différents aléas en eau de surface	Différents aléas en eau souterraine
Sécheresse et vague de chaleur	Disponibilité ressource	Disponibilité ressource
	Évolution MOD	Déstockage polluants
	Métabolisation MPO	Métabolisation MPO
	Minéralisation et métaux	
	Eutrophisation et microbiologie	
Précipitations extrêmes et inondations	Turbidité	Turbidité
	Microbiologie	Microbiologie
		Déstockage
		Salinité

Les risques induits sur l'alimentation en eau potable

Cette partie, la plus importante de la présentation, ne peut pas être résumée ici en quelques mots, compte tenu de la diversité des opérations de traitement et de distribution qui, de plus, doivent satisfaire un nombre très important de paramètres de qualité [3]. Au moment de la rédaction de ce résumé, il n'a pas été choisi de présenter les risques (déclinés en termes d'exploitation, de qualité de l'eau distribuée, de santé publique, etc.) par opération de traitement (clarification, oxydation, adsorption, filtration membranaire ...) ou par groupes de paramètres de qualité (microbiologie, COD, métaux, micropolluants organiques ...), le second choix permettant probablement de mieux mettre en évidence les futurs travaux de recherche à mener dans les équipes du GRUTTEE.

Conclusion

En conclusion, quelques solutions d'adaptation aux effets du changement climatique sur l'alimentation en eau potable seront abordées. Seront également évoqués certains effets indirects, comme l'évolution probablement plus rapide des réglementations, la nécessité d'innover sur les outils analytiques et les procédés, sur le prix de l'eau, sur l'utilisation des ressources non conventionnelles et sur la méfiance du grand public.

Références :

- [1] DRIAS LES FUTURS DE L'EAU – *Projections climatiques pour l'adaptation de nos sociétés*. Projet Life Eau Climat, ministère de la Transition écologique (2023) – <https://www.drias-eau.fr>
- [2] EXPLORE 2 et COLLECTIF D'AUTEURS. – *Anticiper les évolutions climatiques et hydrologiques en France : messages et enseignement* (2024) – <https://www.inrae-fr> ou <https://www.meandre.explore2.inrae.fr>
- [3] B. LEGUBE – *Production d'eau potable 2^{ème} édition – Procédés de traitement, paramètres de qualité et impacts du changement climatique*. 434 pages, Dunod Paris (2021).



Conférences plénières



Impact of water treatment on biological stability in drinking water distribution networks

Emmanuelle PREST^a, Peter Schaap^b, Matthijs Rietveld^b

^a*PWNT Holding B.V., Amsterdam, The Netherlands*

emmanuelle.prest@pwnt.com

^b*PWN Water Supply Company Noord-Holland, Velsenbroek, The Netherlands*

Mots-clés: drinking water treatment, microbiological growth, brown water, sediment, distribution.

Introduction

Uncontrolled microbial growth in drinking water distribution systems can cause turbid or colored water and exceedance of regulatory guidelines for microbial parameters. This is particularly relevant where drinking water is distributed without a disinfectant residual. In this study, two treatment facilities in the Netherlands and their connected distribution systems were compared. In distribution System A, repeated issues were experienced related to discolored water and exceedance of the Dutch *Aeromonas* guideline, while only occasional issues were experienced in System B. Customer complaints about discolored water and *Aeromonas* growth in the distribution system are both linked with the presence of sediments deposited in the distribution pipes [1,2]. Therefore, to mitigate issues experienced in System A, intensive pipe flushing effort is required. However, these mitigation actions to remove sediments from the pipes have only temporary effect. To identify factors controlling sediment formation in the distribution network is needed to define longer-term mitigation solutions.

Here we present a summary of findings obtained over 10 years of research on sediment formation mechanisms [3]. Both systems A and B were studied to compare a biological unstable with a biological stable system. The results have led to a proposal for mitigation solutions at treatment level. Alternative treatment trains are currently tested on a pilot scale, and preliminary results are included.

Materials and methods

The two treatment facilities produce drinking water from the same eutrophic lake, but with different treatment strategies. System A applies a direct treatment including two parallel pre-treatments, followed by advanced oxidation (H₂O₂/UV), activated carbon filtration and micro-sieving (35 µm). A low concentration of chlorine dioxide is dosed in the final water (0.01 mg/L) but is not maintained in the distribution network. System B includes artificial infiltration of pre-treated water via the sand dunes, followed by aeration, rapid sand filtration and UV disinfection. Part of the pre-treated water goes through ultrafiltration and reverse osmosis before mixing (40%) with the UV effluent.

Sediment formation dynamics were studied by placing 35 µm filters connected to distribution pipes 1) at one single location to study temporal dynamics for 10 years (system A only); 2) at several locations with increasing residence times to study spatial dynamics over one year (systems A and B). The filters were replaced weekly and brought to the laboratory for microscopic observation of the collected sediment (composition and counting of zooplankton). Besides, detailed chemical (FTIR, XRD) and microbiological (metaproteomics) analysis were performed on a selection of sediment samples. To investigate the differences in microbial water quality produced by systems A and B, microbiological parameters such as cell counting by flow cytometry, and adenosine triphosphate (ATP) were monitored over several years at the treatment effluents and at various locations in the distribution networks.



Results

The volume of sediment collected in the filters displayed seasonal variations, that were congruent with temperature, *Aeromonas* concentrations in the water, and biomass of zooplankton present in the sediment. Numerous zooplankton were found in the sediment samples, among which the large isopod *Asellus aquaticus*. The sediment further contained detritus and *Asellus* feces. Chemical analysis indicated presence of proteins and compounds originating from biomineralization, while metaproteomic analysis indicated the presence of filamentous bacteria, EPS producers and iron and manganese oxidizers. Overall, all results point out that sediment formation is driven by microbiological activity.

Comparison of systems A and B showed that sediment was not released by the treatment but formed along both distribution systems, with sediment volumes and biomass of zooplankton higher in system A than in system B at locations with similar residence times. This result highlighted that microbiological-driven sediment formation in the distribution network is controlled by the water quality of the produced water. Further analysis of flow cytometry data in the distribution network confirmed clear bacterial growth in system A, while limited growth was observed in system B.

Comparison of water qualities at the treatment facilities A and B showed higher concentrations of assimilable organic carbon (AOC) and of biopolymers in system A (AOC = 15 µg C/L and biopolymers = 98 µg/L yearly averages) than in system B (AOC = 5 µg C/L and biopolymers = 8 µg/L). Besides, system B provides stable water quality over the year (e.g. ATP = 2 ng/L all along the year), due to the dune infiltration, while system A displays large seasonal variations in ATP concentrations, with peak values significantly higher than in system B (e.g. ATP up to 7 ng/L). The differences in water quality are attributed to dune infiltration, along with parallel membrane filtration, that both drastically decrease the content of organic matter in system B, compared to the direct treatment in system A. Besides, the addition of chlorine dioxide in system A also increases the risk of producing additional assimilable organic carbon.

Conclusions and follow-up

The results indicate that 1) sediment formation in the distribution system is caused by microbiological processes in the distribution system and 2) water quality at the treatment effluent is the main driver for microbiological growth in the system. Alternative treatment trains should decrease biodegradable organic matter, particles and zooplankton to improve biological stability of the produced water.

Two alternative treatment trains were proposed for system A, one applying slow sand filter as a polishing step, the other applying a parallel UF/RO line to the current treatment, to mimic treatment conditions of system B. Both treatments are tested at pilot scale for the produced water quality (e.g. organic matter and microbiology) and for microbiological growth under dynamic conditions in distribution pipe loops. Preliminary results show that both alternative treatments decrease the concentrations of biodegradable organic matter, compared to the current treatment, and decrease the biofilm formation in the pipe loops.

References:

- [1] Van der Wielen & Lut, Distribution of microbial activity and specific microorganisms across sediment size fractions and pipe wall biofilm in a drinking water distribution system. *Water Science & Technology: Water Supply*, 2016, 16.4
- [2] Vreeburg & Boxall, Discolouration in potable water distribution systems: A review. *Water Research*, 2007, 41 519-529.
- [3] Prest et al., (Micro)Biological Sediment Formation in a Non-Chlorinated Drinking Water Distribution System. *Water* 2023, 15(2), 214; <https://doi.org/10.3390/w15020214>



Conférences plénières

Réduire l'empreinte carbone du traitement des eaux usées par des technologies innovantes et des outils d'ingénierie



Eveline I.P. VOLCKE

*BioCo Research Group, Department of Green Chemistry and Technology,
Ghent University, Belgium*



Mots-clés : traitement des eaux usées, émissions de GES, bilans massiques, analyse des effluents gazeux



Résumé

La réduction de l'empreinte carbone est devenue primordiale dans le traitement des eaux usées. Dans cette contribution, Eveline Volcke réfléchira à la manière dont les outils d'ingénierie (analyses des effluents gazeux et bilans massiques) et les technologies innovantes telles que les réacteurs à boues granulaires aérobies peuvent contribuer à atteindre cet objectif. Les émissions de Scope 1 (directes) sous forme de N_2O et de CH_4 et les émissions de Scope 2 (indirectes) résultant de la consommation d'énergie sont toutes deux abordées.

La surveillance des effluents gazeux pour quantifier les émissions de gaz à effet de serre est désormais largement répandue. Au cours des 15 dernières années, de nombreuses stations d'épuration à grande échelle ont commencé à surveiller leurs émissions de N_2O et, dans une moindre mesure, leurs émissions de méthane. L'utilisation croissante des mesures des effluents gazeux pour surveiller les émissions de gaz à effet de serre offre une excellente occasion d'étudier d'autres composants de la phase gazeuse, en particulier l'oxygène. Les bilans massiques ne doivent pas être strictement réservés aux modélisateurs, mais s'avèrent également très utiles dans l'analyse des données expérimentales. La combinaison des mesures en phase gazeuse et de l'application des bilans massiques permet d'obtenir des avantages synergiques. Elle peut servir non seulement à quantifier les facteurs d'émission de gaz à effet de serre et l'efficacité de l'aération, mais aussi à suivre les profils de concentration dynamiques des composants dissous sans capteurs dédiés et/ou à calculer d'autres variables non mesurées. Le rapprochement des données basé sur le bilan massique permet d'obtenir des données fiables et précises, et ce d'autant plus lorsqu'il est combiné à l'analyse des effluents gazeux.

Les avantages des analyses des effluents gazeux et des bilans massiques dans la réduction de l'empreinte carbone des processus de traitement des eaux usées sont démontrés pour les réacteurs à boues granulaires aérobies. Les réacteurs à boues granulaires aérobies sont considérés comme une technologie de traitement des eaux usées véritablement innovante, qui consomme jusqu'à 50 % d'énergie en moins que les systèmes conventionnels à boues activées, permettant ainsi de réduire les émissions de Scope 2. Mais qu'en est-il des émissions de N_2O et de méthane (Scope 1) de ces réacteurs ? En outre, il est question de la manière dont la consommation d'énergie restante – principalement pour l'aération – peut être réduite grâce à l'optimisation des processus basée sur des modèles.



Références

- Baeten J.E., van Dijk E.J.H., Pronk M., van Loosdrecht M.C.M., Volcke E.I.P. (2021) Potential of off-gas analyses for sequentially operated reactors demonstrated on full-scale aerobic granular sludge technology. *Science of the total environment*, 787, 147651 <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.147651>
- Baeten, J.E., Walgraeve, C., Granja, R., van Loosdrecht, M.C.M., Volcke, E.I.P. (2021). Unaerated feeding alters the fate of dissolved methane during aerobic wastewater treatment. *Water Research*, 204, 117619 <https://doi.org/10.1016/j.watres.2021.117619>
- Daelman M.R.J., De Baets B., van Loosdrecht M.C.M., Volcke E.I.P. (2013a). Influence of sampling strategies on the estimated nitrous oxide emission from wastewater treatment plants. *Water Research*, 47(9), 3120-3130. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2013.03.016>
- Daelman M.R.J., van Eynde T., van Loosdrecht M.C.M., Volcke E.I.P. (2014). Effect of process design and operating parameters on aerobic methane oxidation in municipal WWTPs. *Water Research*, 66, 308 - 319. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2014.07.034>
- Daelman M.R.J., van Voorthuizen E.M., van Dongen L.G.J.M., Volcke E.I.P., van Loosdrecht M.C.M. (2012). Methane emission during municipal wastewater treatment. *Water Research*, 46(11), 3657-3670. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.04.024>
- Daelman M.R.J., van Voorthuizen E.M., van Dongen L.G.J.M., Volcke E.I.P., van Loosdrecht M.C.M. (2013b). Methane and nitrous oxide emissions from municipal wastewater treatment – results from a long-term study. *Water Science and Technology*, 67(10), 2350–2355. <https://doi.org/10.2166/wst.2013.109>
- Daelman M.R.J., van Voorthuizen E.M., van Dongen U.G.J., Volcke E.I.P., van Loosdrecht M.C.M. (2015). Seasonal and diurnal variability of N₂O emissions from a full-scale municipal wastewater treatment plant. *Science of the Total Environment*, 536, 1-11. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.06.122>
- Le Q.H. Verheijen P.J.T., van Loosdrecht M.C.M., Volcke E.I.P. (2022). Application of data reconciliation to a dynamically operated wastewater treatment process with off-gas measurements. *Environmental Science: Water Research and Technology*, 8, 2114-2125 <https://doi.org/10.1039/D2EW00006G>
- Le Q.H, Carrera P., van Loosdrecht M.C.M., Volcke E.I.P., 2025. Data evaluation for wastewater treatment plants: linear vs bilinear mass balances. *Comp. Chem Eng.*, 195, 109012. <https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2025.109012>
- Le Q.H, Carrera P., van Loosdrecht M.C.M., Volcke E.I.P., 2025. Effective measuring campaigns for reliable and informative full-scale WWTP data. *Environmental Science: Water Research & Technology*, 11, 667.
- Liu Y., Cheng X., Lun X., Sun D. 2014. CH₄ emission and conversion from A₂O and SBR processes in full-scale wastewater treatment plants, *Journal of Environmental Sciences*, 26 (1), 224-230.
- Pronk M., de Kreuk M.K., de Bruin B., Kamminga R. Kleerebezem, M.C.M. van Loosdrecht (2015). Full scale performance of the aerobic granular sludge process for sewage treatment. *Water Research* 84, 207-217. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.07.011>
- Rosso D., Stenstrom M. (2007). Energy-saving benefits of denitrification. *Environ. Eng. Appl. Res. Pract.* 3.
- Strubbe L., van Dijk E.J.H., Carrera P., van Loosdrecht M.C.M., Volcke E.I.P. (2024). Impact of oxygen transfer dynamics on the performance of an aerobic granular sludge reactor. *Chemical Engineering Journal*, 482, 148843. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.148843>
- Strubbe L., van Dijk E.J.H., Deenekamp P.J.M., van Loosdrecht M.C.M., Volcke E.I.P. (2023). Oxygen transfer efficiency in an aerobic granular sludge reactor: dynamics and influencing factors of alpha. *Chemical Engineering Journal*, 452, 3, 139548. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.139548>
- van Dijk E.J.H., van Loosdrecht M.C.M., Pronk M. 2021. Nitrous oxide emission from full-scale municipal aerobic granular sludge, *Water Research* 198, 117159. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2021.117159>
- Volcke E.I.P., 2024. Synergies from off-gas analysis and mass balances – some personal reflections on our experiences. *Environmental Science & Ecotechnology*, 21, 100396. <https://doi.org/10.1016/j.esse.2024.100396>
- Winkler, M. K. H., & Van Loosdrecht, M. C. M. (2022). Intensifying existing urban wastewater Aerobic granular sludge offers improvements to treatment processes. *Science*, 375(6579), 377-378. <https://doi.org/10.1126/science.abm3900>
- Ye L., Porro J., Nopens I. (Eds.), Quantification and Modelling of Fugitive Greenhouse Gas Emissions from Urban Water Systems: A report from the IWA Task Group on GHG (pp. 167-196). International Water Association (IWA). https://doi.org/10.2166/9781789060461_0167



Conférences plénières

**Adapter l'accès à l'eau pour l'agriculture en contexte de pénurie :
*proposition interdisciplinaire pour fissurer le narratif dominant à propos de la réutilisation des
eaux usées traitées***

**Anne-Laure COLLARD^a, Marielle MONTGINOUL^a, José-Miguel SANCHEZ-PEREZ^b, Nicolas
SAURIN^c, Sabine SAUVAGE^b**

^a **UMR G-EAU, Univ Montpellier, INRAE, Montpellier, France**
anne-laure.collard@inrae.fr

^b **CNRS, Centre de recherche sur la biodiversité et l'environnement, équipe BIOECO, Toulouse, France** ^c **UE
Pech Rouge, Univ Montpellier, INRAE**

Mots-clés : eau usée traitée, accès, rareté, interdisciplinarité, réutilisation.

Introduction

Après une période de construction de grandes infrastructures hydrauliques dans un objectif de développement économique des territoires agricoles, l'accès à l'eau pour l'agriculture est devenu plus compliqué, alors même que le changement climatique met en tension l'avenir des cultures déjà en place. Des solutions sont régulièrement proposées pour s'adapter à la rareté. Parmi celles-ci figure l'utilisation des eaux usées traitées (REUT) provenant des stations d'épuration à des fins agricoles (entre autres), qui nécessite la mise en place de nouveaux procédés de traitement pour améliorer la qualité de l'eau. Plusieurs promesses sont associées à cette pratique, généralement appelée « réutilisation » : garantir l'accès à l'eau, économiser l'eau, remplacer les intrants chimiques et améliorer la qualité de l'eau [1].

Mais dans quelle mesure la « réutilisation » peut-elle être une solution pour s'adapter à la pénurie d'eau dans l'agriculture ? Quel est son rapport avec les questions environnementales ? Cet article propose de « fissurer » [4] le discours dominant sur la « réutilisation » en s'appuyant sur une approche interdisciplinaire. En croisant des travaux en économie, en agronomie et en hydroécologie, nous montrons que le discours dominant occulte les limites méthodologiques et analytiques des disciplines concernées, ainsi que les incertitudes sur lesquelles il repose.

Méthodologie

Nous avons basé notre approche sur les justifications fournies pour le financement de sites expérimentaux sur la « réutilisation » (analyse CBA, amélioration de la qualité des environnements, impacts sur les sols) dans le but de les comparer avec les réalités sur le terrain. Deux études de cas ont été choisies à cette fin : le projet Irrialt'eau (81 ha de vignobles irrigués avec des EAT) et le projet Roquefort-des-Corbières (15 ha de vignobles irrigués avec des EAT) dans le département de l'Aude (France). Dans le cas d'Irrialt'eau, nous avons posé les questions suivantes : la « réutilisation » est-elle économiquement avantageuse pour les parties prenantes concernées ? Quels sont les impacts de l'irrigation avec des eaux usées traitées sur le sol ? Dans le cas de Roquefort-des-Corbières : le détournement de l'eau de la station d'épuration améliore-t-il la qualité du Rieu et de l'étang de Bages en aval ?



Résultats

Les travaux montrent les limites méthodologiques et analytiques spécifiques à chaque discipline et communes à toutes pour répondre à ces questions : la prise en compte de l'échelle et du long terme, car les réponses en hydroécologie ne peuvent souvent être démontrées qu'à long terme. Pour évaluer un impact, il est donc important de disposer d'un site témoin aussi proche que possible des conditions testées, idéalement avec un impact à long terme également. Les travaux en agronomie montrent que les phénomènes d'accumulation dans le sol dépendent de la nature du sol, des éléments apportés par les ETT, mais aussi des phénomènes de lessivage dus aux précipitations. Les quantifications à court terme sont souvent difficiles à extrapoler à long terme. Enfin, en économie, le travail de développement de scénarios avec et sans projets de « réutilisation », nécessaire pour estimer avec précision les avantages économiques, implique une comparaison avec des situations similaires.

Conclusion et discussion

La « réutilisation » des eaux usées traitées en sortie de station d'épuration est actuellement considérée comme une solution pertinente pour faire face au manque d'eau, contribuant à une meilleure circularité des eaux. Cette recherche met en exergue certaines des conditions nécessaires pour tenir les promesses de la « réutilisation » et contribuer ainsi aux débats sur l'adaptation de l'agriculture dans le contexte du changement climatique.

En termes d'implications théoriques, cette étude démontre la capacité herméneutique de l'interdisciplinarité construite autour d'un objet commun – en l'occurrence, la réutilisation – en tant que catalyseur du dialogue entre les disciplines [3]. Elle montre également, en termes pratiques, comment le dialogue interdisciplinaire peut contribuer à faire entrer l'eau dans la société, en impliquant le chercheur qui le pratique [2,5].

Références :

- [1] Collard, A.-L., Montginoul, M., Ait-Mouheb, N., & Harmand, J., (2025). Les eaux usées traitées : réallouer ou laisser couler ? . *Comment partager l'eau en France ?* Editions Quae. [10.35690/978-2-7592-4099-9](https://doi.org/10.35690/978-2-7592-4099-9)
- [2] Collard, A.-L., Riaux, J., & Kuper, M., (2024). *Récits de recherche sur l'eau dans un monde interdisciplinaire*, Editions Quae. [10.35690/978-2-7592-3807-1](https://doi.org/10.35690/978-2-7592-3807-1)
- [3] Riaux, J., & Massuel, M., (2014). Construire un regard sociohydrologique (2). Le terrain en commun, générateur de convergences scientifiques. *Natures Sciences Sociétés*, 22(4), 329-339. <https://doi.org/10.1051/nss/2014046>
- [4] Stengers, I. and V. Despret (2013). *Les faiseuses d'histoires : Que font les femmes à la pensée ?*, Empêcheurs de penser rond.
- [5] Massuel, S., Riaux, J., Molle, F., Kuper, M., Ogilvie, A., Collard, A. L., Leduc, C., & Barreteau, O. (2018). Inspiring a broader socio-hydrological negotiation approach with interdisciplinary field-based experience. *Water Resources Research*, 54(4), 2510-2522. <https://doi.org/10.1002/2017WR021691>



Keynote



**La recherche sur la réutilisation des eaux usées
traitées (REUT) dans les appels à projets de l'ANR :
état des lieux et perspectives**

Mélanie PATEAU, Julie MENDRET

*Agence nationale de la recherche, Paris, France :
melanie.pateau@anr.fr*



Mots-clés : REUT, ANR, instruments de financement

Contexte général

L'Agence nationale de la recherche (ANR) est l'agence française de financement de la recherche sur projets, pour les opérateurs publics en coopération entre eux ou avec des « entreprises » (PME, ETI, GE mais aussi associations/fondations...). Elle est placée sous la tutelle du ministère chargé de l'Enseignement supérieur et de la Recherche.

Le Plan d'action, publié chaque année, permet aux chercheurs et aux chercheuses des différents champs scientifiques d'accéder, en complément des financements récurrents qui leur sont alloués, à des cofinancements sur un grand nombre de thématiques de recherche, finalisées ou non, dans un cadre disciplinaire autant qu'interdisciplinaire.

Une des composantes du Plan d'action a pour objet de stimuler le partenariat avec les entreprises et le transfert des résultats de la recherche publique vers le monde économique. Les actions proposées renforcent les coopérations et les partenariats et permettent la valorisation des résultats de la recherche publique. En corollaire, elles visent à encourager l'effort de R&D des entreprises en les incitant à inventer et à innover.

Ces actions se positionnent selon un axe croissant de maturité technologique mais aussi d'intégration plus ou moins renforcée de ces partenariats intersectoriels. Par ailleurs, le constat, en France, qu'un nombre relativement faible de PME et ETI propose des innovations de service ou de produits en raison des difficultés qu'elles ont à tisser des liens avec le secteur de la recherche publique, motive une orientation spécifique de certaines actions vers ces PME et ETI.

La REUT s'impose comme une thématique grandissante dans les projets déposés à l'ANR, portée par les défis liés à la raréfaction des ressources en eau et aux exigences réglementaires. Ce domaine requiert des recherches fondamentales pour lever les verrous scientifiques (qualité sanitaire, impacts environnementaux, procédés innovants), avant de pouvoir être transposé à l'échelle opérationnelle. Cette transition implique une collaboration étroite entre la recherche académique et les acteurs industriels afin de développer des solutions fiables, durables et adaptées aux usages.



Les projets REUT financés par l'ANR

Dans ce contexte seront présentés : l'appel à projets générique avec un focus sur l'instrument PRCE (Projet de recherche collaborative – Entreprises), les autres instruments de financement centrés sur les partenariats publics/privés (Labcom, Chaires industrielles, Carnot) ainsi que les appels tournés vers l'Europe et l'international qui ont des approches co-construites avec les partenaires non académiques.

Il sera ensuite proposé un état des lieux des projets liés à la REUT, financés depuis 2005 dans les différents appels à projets de l'Agence (fig. 1), afin d'analyser les disciplines impliquées et leurs interactions.

Cet état des lieux permet ainsi de suivre l'évolution des projets financés et d'évaluer leur impact sur la gestion des ressources en eau. En recensant ces projets, l'ANR pourra identifier les verrous scientifiques et technologiques où la recherche et l'innovation sont insuffisantes et ainsi d'encourager de nouvelles synergies entre chercheurs, industries et collectivités.

Enfin, ce travail de synthèse contribuera à une meilleure compréhension des dynamiques de recherche sur la REUT et à une gestion plus durable de la ressource en eau. Il s'inscrit pleinement dans les objectifs du GRUTTEE et du Plan Eau, en promouvant une approche intégrée et interdisciplinaire de la recherche environnementale.

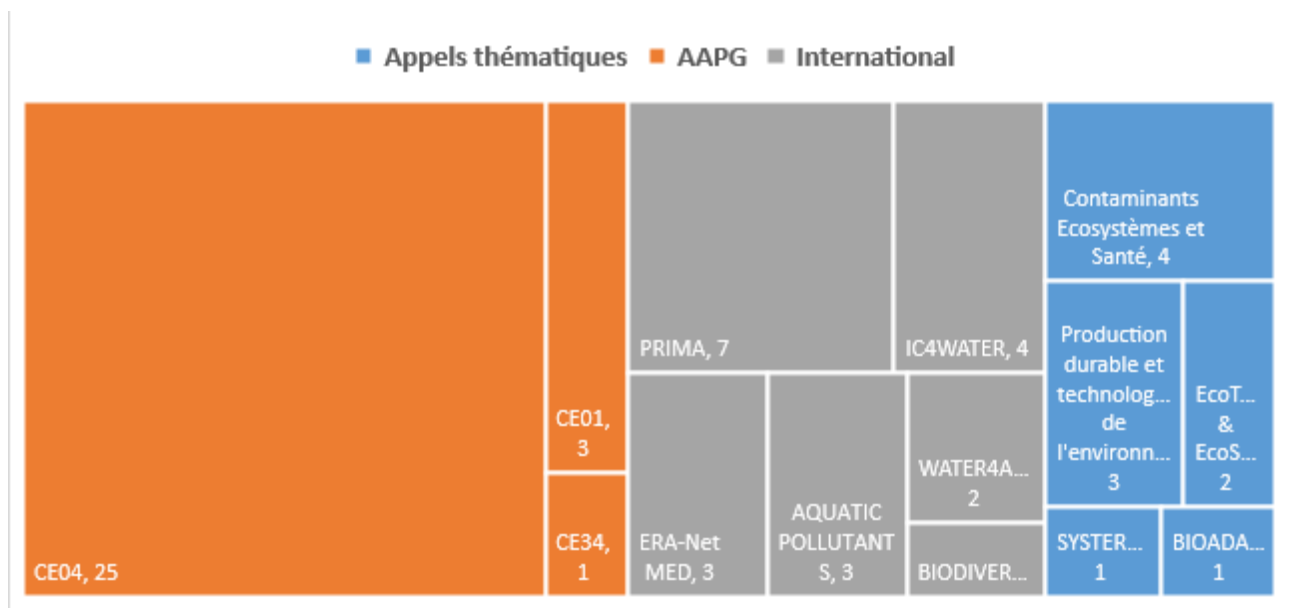


Figure 1 : Répartition des projets REUT dans les appels à projets de l'ANR





Session

Eau potable / Chloration



Devenir des métabolites de chloridazone en présence de chlore

Mahdi BOURASSI^a, Théo MARTIN^{a,b}, Isaac OSEI SAFO^{a*}, Héloïse BERTIN^c, Jérôme ENAULT^c, François GROSJEAN^b, André ESTEVEZ-TORRES^a, Justine CRIQUET^{a,d*}

^aUniv. Lille, CNRS, UMR 8516 - LASIRE, Laboratory of Advanced Spectroscopy for Interactions, Reactivity and Environment, Lille F-59000, France

^bSUEZ Hauts de France, Villeneuve d'Ascq, France

^cCIRSEE, LePecq, France

^dInstitut Universitaire de France

*justine.criquet@univ-lille.fr

Mots-clés : métabolites de pesticides, chloration, sous-produits de désinfection.

1. Introduction

Depuis décembre 2020, suite à la publication d'une instruction du Ministère de la Santé (Instruction N° DGS/EA4/2020/177 du 18 décembre 2020), un certain nombre de substances phytosanitaires supplémentaires sont analysées par les Agences Régionales de Santé (ARS) dans le cadre du contrôle sanitaire de l'eau de distribution. Cette liste comprend notamment des métabolites de pesticides, comme la desphényl chloridazone (DPC) et la méthyl-desphényl chloridazone (MDPC) métabolites de la Chloridazone. Ce pesticide était jusque récemment massivement utilisé dans la culture de la betterave, très largement représentée dans l'activité agricole des Hauts-de-France, cette substance peut être partiellement dégradée et former in-situ des métabolites. Ces métabolites ont été classés comme « pertinents » par l'ANSES et entrent donc dans la liste des substances quantifiées dans les eaux de distribution pour lesquels une concentration maximale de 0,1 µg/L est requise. Un seuil transitoire de 3 µg/L a toutefois été établi par le ministère de la santé (Instruction N° DGS/EA4/2022/127 du 24 mai 2022).

Il a été mis en évidence que la qualité de la ressource en eau de la région est fortement impactée par ce changement de législation. Ainsi, les Hauts-de France constituent la région française la plus touchée, avec 65% de la population qui serait concernée par des non-conformités de leur eau distribuée au robinet. Les eaux distribuées dans 105 communes de la région sont mises sous surveillance renforcées par l'Agence Régionale de Santé [Tableau 1][1].

Tableau 1 : Nombre de communes et d'habitants concernés par des concentration en métabolites de chloridazone supérieures à 0,1 µg/L dans les eaux distribuées de la région Hauts-de-France

Concentration en métabolites (µg/L)	Nombre d'habitants	Nombre de communes
> 3 µg/L	13 500	45
de 2 à 3 µg/L	45 000	60
de 0,1 à 2 µg/L	3,8 millions	2200

2. Objectifs

Les objectifs de la collaboration entre le laboratoire LASIRE de l'Université de Lille, la direction régionale de SUEZ Hauts-de-France et le CIRSEE étaient d'étudier la chloration des métabolites de chloridazone, déterminer les vitesses de réaction, la formation d'éventuels sous-produits et de confronter ces résultats générés à échelle laboratoire, à ceux recueillis sur des sites de production d'eau potable impactés par la présence de ces métabolites.

3. Résultats

Contrairement à la grande majorité des micropolluants organiques, les substances étudiées présentent une plus forte réactivité à pH basique qu'à pH acide lors de la chloration. Par exemple, les constantes spécifiques de réaction de la DPC sont de 0,29 et 5,5 M⁻¹ s⁻¹ respectivement avec HOCl et ClO⁻. Cette réactivité singulière est due à la présence de la fonction amide au sein de la structure [2].

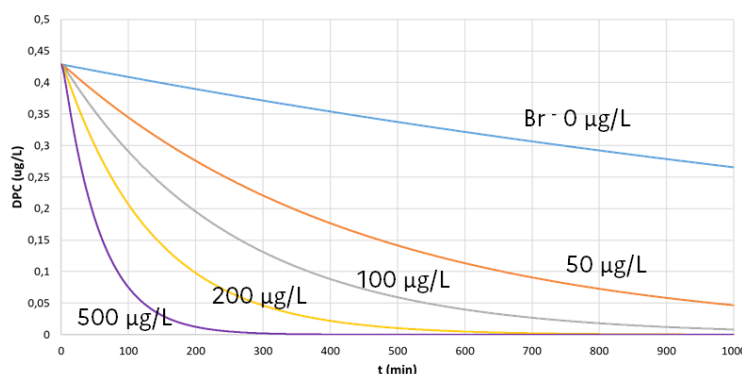


Figure 1 : Simulation de dégradation de la DPC dans une eau à pH 7, [HOCl] = 0,4 mg Cl₂/L et concentrations variables en ions bromure.

Les temps de demi-vie de la DPC sont de l'ordre de quelques heures à plusieurs dizaines d'heures en fonction du pH et de la dose de chlore. Ainsi, les concentrations de métabolites en sortie d'usine, après désinfection au chlore, et au robinet du consommateur après des temps de séjour en réseau de distribution de quelques heures à plusieurs jours, peuvent grandement varier. Ces concentrations sont impactées par la présence de bromure (Figure 1).

[HOCl] (mgCl ₂ /L)	pH	t _{1/2} (h)
0,1	7	77
	8	31
0,5	7	15,4
	8	6,1

4. Conclusion

Les expérimentations ont été réalisées sur les 2 métabolites de chloridazone et complétées de l'identification de sous-produits. Il a été mis en évidence la destruction de la structure de la molécule avec la formation de petits sous-produits de désinfection de la famille des haloacétonitriles et haloacétaldéhydes, composés non réglementés en eau potable à ce jour. Ces composés ont été recherchés en réseaux de distribution. Les résultats produits en laboratoire (constantes cinétiques) permettent de simuler l'évolution des concentrations de métabolites en eau chlorée l'oxydation ; les valeurs simulées sont proches des valeurs observées sur site. Ces résultats serviront de support à la prédiction d'évolution de ces composés en sur des sites de production d'eau potable à partir de ressources contaminées par ces métabolites.

Références :

- [1] <https://www.hauts-de-france.ars.sante.fr/media/99889/download?inline>
 [2] Zhang T. and von Gunten U. 2023 Water Research 242 120131. DOI10.1016/j.watres.2023.120131

Degradation of organophosphate insecticides by chlorination and UV/chlorine: Kinetics, mechanisms, and impacts by surface water DOM

Alex Yuichiro MURATA^{a,b,*}, Hiroshi SAKAI^b, Futoshi KURISU^c, Jean-Philippe CROUÉ^a

^a *Institut de Chimie des Milieux et Matériaux, UMR 7285 CNRS, Université de Poitiers, Poitiers, France.*

^b *Department of Civil and Environmental Engineering, Tokyo Metropolitan University, Tokyo, Japan.*

^c *Research Center for Water Environment Technology, The University of Tokyo, Japan*

**Corresponding author: yuichiro.murata@univ-poitiers.fr*

Keywords: ultraviolet, advanced oxidation processes, emerging contaminants, non-target screening.

1. Introduction

Ultraviolet advanced oxidation processes (UV-AOPs) are promising methods to decompose refractory emerging contaminants such as pesticides and endocrine disruptors [1]. UV/chlorine is demonstrated to decompose various compounds more efficiently than the conventional UV/H₂O₂ and UV/persulfate [2,3]. However, toxicity risks have been concerned due to formation of unknown transformation products and unintentional reactions involving inherent dissolved organic matter (DOM) [1]. This study investigated reaction kinetics and degradation pathways of hazardous pesticides by UV/chlorine, and impacts of DOM on degradation efficiency of the pesticides were elucidated at molecular-level by non-target screening using LC-ESI-Orbitrap MS.

2. Methods

Target compounds included four organophosphate insecticides acephate, methamidophos, dimethoate, and omethoate (oxon of dimethoate). Specimens, consisting of 5 µM target compounds, 1 mM phosphate buffer, and 50 µM chlorine or H₂O₂ with or without 1 mg C L⁻¹ DOM isolate, were irradiated under UV light (254 nm, 1.48×10^{-7} einstein s⁻¹). DOM was collected from the raw water influents from the Seine River and ozone reactor effluents of a water treatment plant, followed by fractionating into hydrophobic (HPO) and transphilic (TPI) fractions [4]. Quantification of the parent compounds and qualification of transformation products were conducted by LC-ESI-Orbitrap MS (Q Exactive, Thermo Scientific). Non-target screening was implemented by Compound Discoverer (CD 3.4, Thermo Scientific). Experiments were duplicated and the average values are shown including the standard deviations.

3. Results and discussion

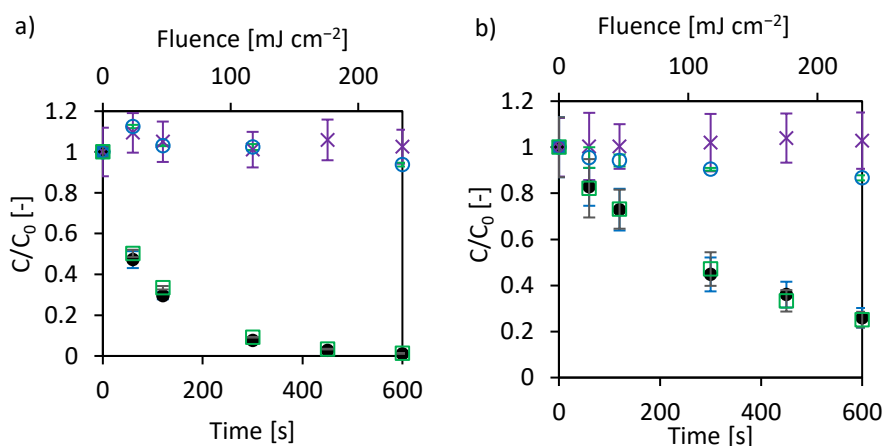
Degradation kinetics of each target pesticide was firstly investigated in buffered water (pH 7.0 except where noted) in the absence of DOM (**Figure 1**). Acephate, methamidophos, and dimethoate were swiftly decomposed by dark chlorination, while UV/chlorine did not exhibit clear improvements. Theoretical rate constants (ref. [5]) to generate radical species by 254 nm UV photolysis of free chlorine were 10⁻⁴ s⁻¹, whilst apparent rate constants of chlorination of the target compounds were 10⁻² – 10⁻³ s⁻¹. This indicated that free chlorine reacted with the target pesticides before generating radical species. Conversely, radical-induced reactions played a major role in the degradation of omethoate. By using nitrobenzene as the probe, relative contribution of OH radicals were found to be more predominant than reactive chlorine species, which was determined by subtracting rate constant of OH radicals from the entire rate constant. That is, UV/chlorine at pH 6 generated the highest steady-state OH radical concentration, resulting in the most efficient degradation.

Furthermore, transformation products of acephate, methamidophos, and dimethoate were detected by non-target screening. The results indicated that the nature of the transformation products varied with the applied oxidation process, even though the degradation efficiency of the parent compounds were similar between dark chlorination and UV/chlorine.

In the presence of DOM, degradation efficiency of the target pesticides was hindered (**Figure 2**). Degradation efficiency was suppressed most drastically for methamidophos, followed by acephate and dimethoate, which was inversely correlated to the rate constants of chlorination in buffered water. Furthermore, impacts of DOM on the degradation rates of the target compounds were fluctuated depending on the fractions. Components of the DOM isolates were analysed by non-target screening before and after the treatments. By comparing average double bond equivalent (DBE) — sum of double bonds and rings — of the molecules eliminated by UV/chlorine and remained after the treatment, DBE of the eliminated molecules were significantly higher than that of remained components ($p < 0.05$), suggesting that high carbon density features affected radical activities of UV/chlorine. The molecular-level analysis of the DOM isolates will be further investigated to find a critical factor to influence degradation of the target contaminants

4. Conclusions

Acephate, methamidophos, and dimethoate were primarily decomposed by chlorination, whilst omethoate was degraded mainly by OH radicals. Thus, UV/chlorine exhibited definite ability on decomposing refractory pesticides that could not be eliminated by dark chlorination. Furthermore, non-target screening proposed different degradation pathways for the target pesticides, suggesting that mitigation of potential toxicity could be different depending on the oxidation process. Moreover, impacts of DOM isolates were different depending on fraction and pre-treatments, which will be elucidated more.



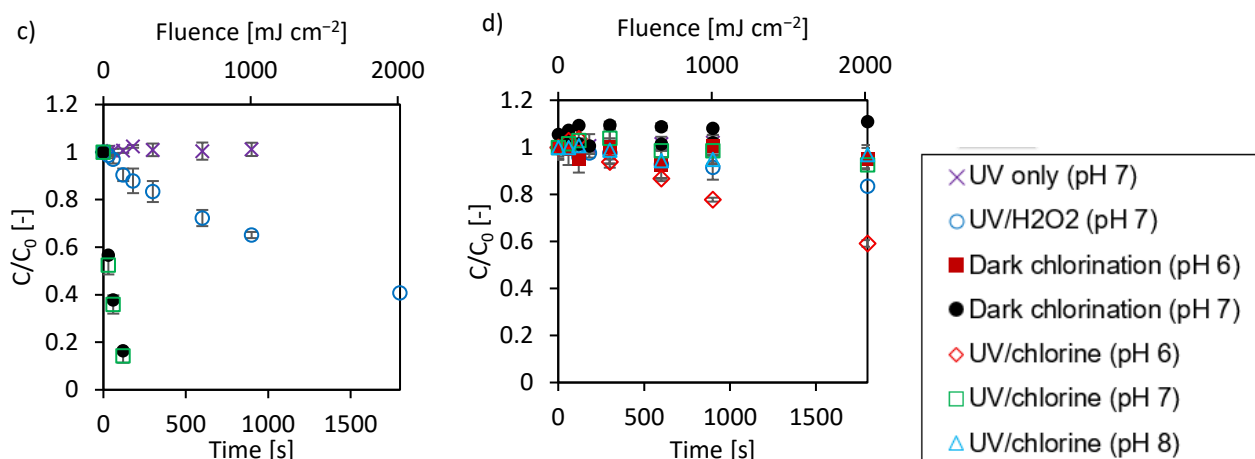


Figure 1: Degradation of a) acephate, b) methamidophos, c) dimethoate, and d) omethoate in buffered water by various processes.

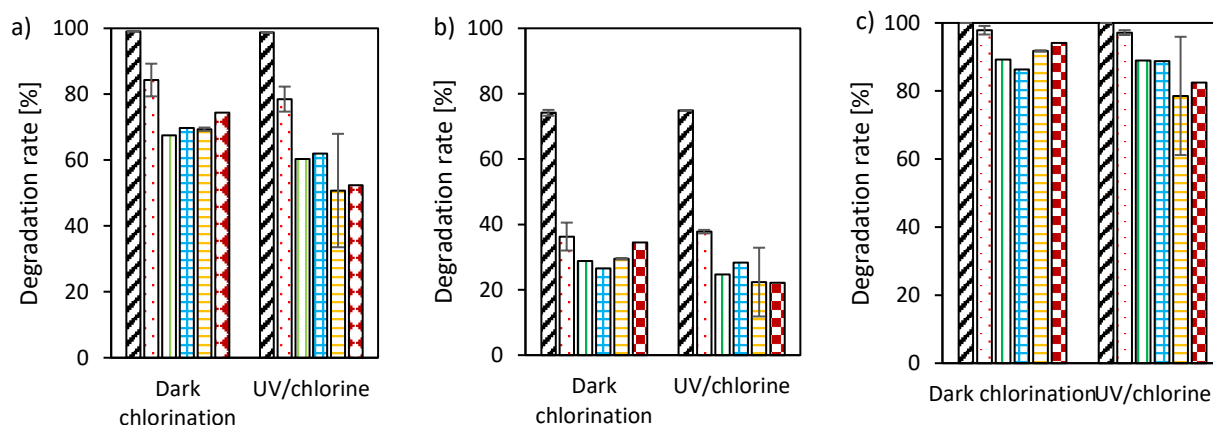


Figure 2: Comparison of degradation rate of a) acephate, b) methamidophos, and c) dimethoate at 10 min reaction time in the buffered water (single species and mixture of three pesticides in buffer) and mixture of the three pesticides spiked with DOM. Bars from left to right: single compound in buffer, mixture in buffer, HPO fraction of raw water spiked, TPI fraction of raw water spiked, HPO fraction of ozone effluent spiked, and TPI fraction of ozone effluent spiked.

References:

- [1] U. von Gunten. Oxidation processes and me. *Water Res.*, 2024, 253, 121148.
- [2] Y. Murata, H. Sakai, Abating a micropollutant epinastine by UV-based advanced oxidation processes: Comparison for UV/hydrogen peroxide, UV/persulfate, and UV/chlorine, impacts of bromide contents, and formation of DBPs during post-chlorination. *Chemosphere*, 2025, 374, 144206.
- [3] D.B. Miklos, W.L. Wang, K.G. Linden, J.E. Drewes, U. Hübner, Comparison of UV-AOPs (UV/H₂O₂, UV/PDS and UV/Chlorine) for TOrC removal from municipal wastewater effluent and optical surrogate model evaluation. *Chem. Eng. J.*, 2019, 362, 537–547.
- [4] C.J. Hwang, S.W. Krasner, M.J. Scrimanti, G.L. Amy, E. Dickenson, A. Bruchet, C. Prompsy, G. Filippi, J.P. Croué, D. Violleau, J.A. Leenheer, Polar NOM: Characterization, DBPs, treatment. 2001, AWWA Research Foundation and American Water Works Association.
- [5] A. Leifer, *The kinetics of environmental aquatic photochemistry*. 1988, ACS Professional Reference Book.

Formation et toxicité des sous-produits de désinfection lors de l'ingestion d'eau chlorée ou chloraminée

Eliette TAVERNIER^{a,b,*}, Cécile VIGNAL^b, Justine CRIQUET^{a,c}

^a Univ. Lille, CNRS, UMR 8516 - LASIRE, Laboratoire de Spectroscopie pour les Interactions, la Réactivité et l'Environnement F-59000 Lille, France

^b Univ. Lille, Inserm, CHU Lille, U1286 - INFINITE - Institute for Translational Research in Inflammation, F-59000 Lille, France

^c Institut Universitaire de France (IUF)

Auteur correspondant : eliette.tavernier@univ-lille.fr

Mots-clés : Sous-produits de désinfection, Digestion, INFOGEST, Désinfectants résiduels

1. Introduction

Si la désinfection de l'eau a permis de réduire efficacement les maladies d'origine hydrique, des inquiétudes persistent quant aux conséquences imprévues sur la santé des sous-produits de désinfection (SPD). Ces composés se forment lorsque des désinfectants tels que le chlore (HOCl) ou la monochloramine (NH₂Cl) réagissent avec des matières organiques/inorganiques présentes dans l'eau. Ces sous-produits peuvent se former directement en station de potabilisation ou lors du transport dans les canalisations par réaction avec les désinfectants résiduels. Depuis la découverte par Bellar et al. en 1974 [1] de la formation de chloroforme lors de la chloration, plus de 700 SPD ont été identifiés [2]. Certains d'entre eux sont liés à des effets cancérogènes et génotoxiques par ingestion, inhalation ou exposition cutanée [3,4]. Toutefois, peu d'informations sont disponibles sur l'impact du résiduel d'oxydant présent dans l'eau de consommation. Ainsi ici, nous examinons comment ces oxydants interagissent avec les fluides digestifs le long du tractus gastro-intestinal, leurs voies de dégradation et leur potentiel à former de nouveaux SPD.

2. Méthodes

La simulation de l'ingestion de l'eau traitée est effectuée à l'aide du modèle *in vitro* INFOGEST [5]. Cette méthode standardisée permet de simuler la digestion salivaire, gastrique et intestinale. Afin d'étudier l'évolution des concentrations en désinfectants résiduels lors de ces phases, les concentrations d'oxydants ont été quantifiées à l'aide de la méthode N,N-diéthyl-p-phénylènediamine après chaque étape. Les résultats obtenus ont été comparés à des simulations cinétiques. Les interactions oxydants-enzymes digestives sont étudiées par HPLC-DAD/Fluorescence et les sous-produits formés par GC-MS/MS. Pour ces expérimentations, l' α -amylase, la pepsine et la pancréatine sont utilisées comme enzymes caractéristiques des phases de digestion salivaire, gastrique et intestinale respectivement.

3. Résultats

Les premiers résultats sur la digestion de l'eau traitée ont mis en évidence une modification du désinfectant tout au long du tractus gastro-intestinal. Lorsque l'on boit de l'eau chlorée, l'hypochlorite de sodium forme de la monochloramine avec l'ammonium présent dans la salive et une partie de l' α -amylase est oxydée. Par la suite, lors de la digestion gastrique, la monochloramine formée entraîne une deuxième réaction avec la pepsine, enzyme présente dans cette phase. En conséquence, après deux heures de digestion, aucun résiduel d'oxydant n'est détectable. Ils ont été réduits par interaction avec les enzymes. Les interactions entre les

enzymes et le désinfectant ont été confirmées par les résultats HPLC, où une modification du chromatogramme en fluorescence est relevée après l'ajout de NaOCl ou de NH₂Cl. La réponse semble être différente entre les deux oxydants, avec une vitesse de réaction plus faible pour NH₂Cl. Cela concorde avec les recherches théoriques menées par Scully et White [6]. De cette manière, il est probable que les résidus de désinfectant, ayant été réduits, n'entrent pas en contact direct avec l'intestin. Cette information est importante, car elle souligne que le tractus gastro-intestinal est sensible à d'autres contaminants et que, par conséquent, la toxicité potentielle ne provient pas des oxydants eux-mêmes, mais des sous-produits formés lorsque l'eau est consommée.

4. Discussion

La prochaine étape dans les mois à venir consistera à identifier les sous-produits formés afin de mieux comprendre leur mécanisme de formation et leur impact potentiel sur la santé. À cette fin, des analyses en GC-MS/MS seront effectuées afin de vérifier si des SPD connus sont produits. De plus, en collaboration avec le Laboratoire Eau Environnement et Systèmes Urbains (Leesu), des analyses HPLC-MS/MS seront réalisées afin de voir s'il est possible de fragmenter les enzymes digestives et d'observer des changements dans ces fragments après traitement avec du HOCl et du NH₂Cl. Enfin, des tests de toxicité sont prévus afin d'examiner si la digestion des désinfectants résiduels entraîne un stress oxydatif ou des réactions d'inflammation au niveau de l'intestin à l'aide d'une coculture de cellules intestinales Caco2-HT29-MTX. Pour l'ensemble des tests, il est important de noter que le protocole de simulation de la digestion est une simplification de la réalité. Elle ne tient pas compte notamment du microbiote, de la présence d'autres protéines telles que les immunoglobulines ou l'albumine. Cela constitue cependant une première approche permettant d'évaluer l'impact du résiduel de désinfectant tout en le comparant aux SPD dont la toxicité est connue.

Références :

- [1] T.A. Bellar, J.J. Lichtenberg, R.C. Kroner, The Occurrence of Organohalides in Chlorinated Drinking Waters, American Water Works Association, 1974, 66, 703-706
- [2] X. Lei, Z. Xie, Y. Sun, J. Qiu, X. Yang, Recent Progress in Identification of Water Disinfection Byproducts and Opportunities for Future Research, Environmental Pollution, 2023, 337, 122601
- [3] M.J. Plewa, E.D. Wagner, Charting a New Path To Resolve the Adverse Health Effects of DBPs, ACS Symposium Series, 2015, 1190, 3–23
- [4] E. Helte, F. Söderlund, M. Sjöve-Söderbergh, S.C. Larsson, A. Åkesson, Exposure to Drinking Water Trihalomethanes and Risk of Cancer: A Systematic Review of the Epidemiologic Evidence and Dose–Response Meta-Analysis, Environmental Health Perspectives, 2025, 133, 016001
- [5] M. Minekus, M. Alming, P. Alvito, S. Ballance, T. Bohn, C. Bourlieu, F. Carrière, R. Boutrou, M. Corredig, D. Dupont, C. Dufour, L. Egger, M. Golding, S. Karakaya, B. Kirkhus, S. Le Feunteun, U. Lesmes, A. Macierzanka, A. Mackie, S. Marze, D.J. McClements, O. Ménard, I. Recio, C.N. Santos, R.P. Singh, G.E. Vegarud, M.S.J. Wickham, W. Weitschies, A. Brodkorb, A Standardised Static in Vitro Digestion Method Suitable for Food – an International Consensus. Food & Function, 2014, 5, 1113–1124
- [6] F.E. Scully, W.N. White, Reactions of Chlorine, Monochloramine in the GI Tract, Environmental Science & Technology, 1991, 25, 820–828

Procédés générateurs d'eau destinée à la consommation humaine à partir de condensats

Julie SALVÉ^{a*}, Pierre AMATO^b, Gilles BORNERT^c, Thierry CHESNOT^d, Bruno COULOMB^e, François MANSOTTE^f, Christophe MECHOUK^g, Sophie SOBANSKA^h, Benoit TEYCHENÉⁱ

^aAgence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (Anses), Maisons-Alfort, France

^bCNRS - Institut de Chimie de Clermont-Ferrand, Clermont-Ferrand, France

^cAcadémie militaire de santé, Paris, France

^dAnses - Laboratoire d'Hydrologie de Nancy, Nancy, France

^eUniversité Aix-Marseille - Laboratoire Chimie de l'Environnement, Marseille, France

^fRetraité de l'ARS Normandie, Caen, France

^gSources, Nanterre, France (démission du groupe de travail le 30 avril 2024)

^hCNRS - Université de Bordeaux - Institut des Sciences Moléculaires, Talence, France

ⁱ Université de Poitiers - École Nationale Supérieure d'Ingénieur de Poitiers (ENSI Poitiers) - Institut de chimie des milieux et matériaux de Poitiers (IC2MP), Poitiers, France

Auteur correspondant : julie.salve@anses.fr

Mots-clés : eau destinée à la consommation humaine, générateur d'eau atmosphérique, condensats, traitement, procédé innovant.

1. Introduction

La production d'eaux destinées à la consommation humaine (EDCH) consiste le plus souvent à exploiter une masse d'eau douce provenant du milieu naturel, qu'il s'agisse de ressources superficielles (lacs et rivières) ou de ressources souterraines (accessibles via des puits ou des forages).

Face à la surexploitation et le déficit, conjoncturel ou structurel, de recharge de ces ressources, de nouvelles alternatives pour produire et distribuer de l'EDCH se développent. L'une de ces alternatives consiste à capter l'eau présente dans l'atmosphère sous forme de brouillards (gouttelettes d'eau liquide en suspension dans l'air) ou de vapeur (état gazeux). Les procédés qui connaissent actuellement les plus importants développements sont des procédés actifs de capture/condensation de la vapeur d'eau atmosphérique. Ces générateurs d'eau à partir de condensats sont qualifiés d'AWG pour « *atmospheric water generator* » et mettent en œuvre une succession d'étapes de traitement afin de réduire la concentration de certains polluants présents dans l'air capté et dans l'eau brute condensée (figure 1). L'objectif principal des fabricants d'AWG est de produire de l'EDCH ou de l'eau rendu potable par traitement conditionnée (ERPTC), en particulier dans des zones touchées par la sécheresse et les pénuries d'eau, mais aussi de concurrencer le marché des fontaines à eau en bonbonnes, notamment dans les territoires ultramarins.

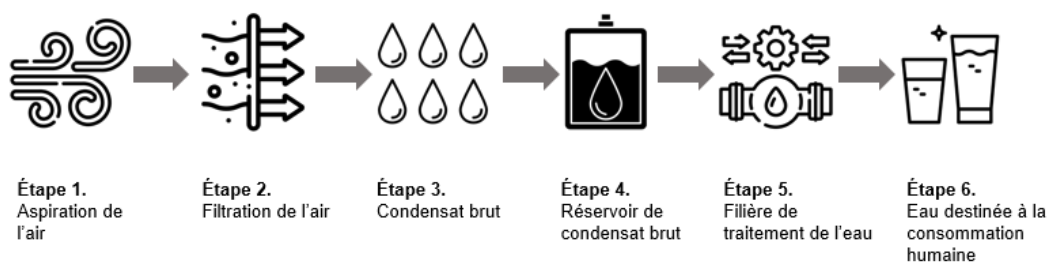


Figure 1. Schéma de principe d'un système de production d'EDCH par un AWG

2. Travaux de l'Anses

La ressource captée par les AWG étant la vapeur d'eau atmosphérique, les dispositions réglementaires et législatives ne s'appliquent pas *de facto* aux AWG, ce qui en fait des procédés innovants. Étant fortement sollicitée sur des projets d'AWG, la DGS a alors saisi l'Anses le 26 décembre 2022 afin de rendre une expertise visant à identifier les risques sanitaires liés à ces dispositifs. Pour cela, l'Anses a constitué un groupe d'experts du traitement de l'air et de l'eau, sur 13 mois, qui a :

- réalisé un recensement des différents types de dispositifs existants et des procédés de traitement de l'air et de l'eau mis en œuvre ;
- identifié les dangers susceptibles d'être présents dans l'air capté et proposé une approche méthodologique de sélection des dangers pertinents liés à l'air pouvant impacter la qualité de l'eau produite ;
- identifié les dangers susceptibles d'être présents dans l'eau produite aux différentes étapes ;
- évalué l'efficacité des procédés de traitement mis en œuvre ;
- en fonction des données recueillies, formulé des recommandations en termes de conditions d'utilisation des dispositifs et de l'eau produite.

Les travaux d'expertise se sont articulés autour de la collecte de données, incluant la recherche bibliographique, les auditions de quatre fabricants ou distributeurs européens commercialisant des AWG, le rapport réalisé par le Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB)¹ et une consultation par courriel des Agences régionales de santé (ARS) et du réseau européen ENDWARE².

3. Conclusions et recommandations de l'Agence

L'Anses souhaite présenter au GRUTTEE ses conclusions, les limites associées à ses travaux et les principales recommandations de l'avis et du rapport d'expertise publiés le 20 décembre 2024. Un focus sera fait sur les recommandations aux fabricants, aux exploitants d'installations fixes et aux utilisateurs particuliers. L'Anses a notamment proposé des recommandations sur l'élaboration des dossiers de demande d'autorisation de mise sur le marché pour les AWG destinés à un usage domestique ou collectif, et des dossiers de demande d'autorisation par le Préfet pour les AWG industriels fixes.

Une synthèse des retours des ARS des départements et régions d'Outre-Mer (DROM), particulièrement touchés par des crises de l'eau entre 2023 et 2024, concernant les AWG testés sur leur territoire sera également présentée.

¹ CSTB. « État des lieux et étude des dispositifs alternatifs de distribution d'eau potable en cas d'insuffisance ou d'absence de réseau public de distribution » (non publié).

² *European Network of Drinking Water Regulators* – groupe informel de représentants (Ministères en charge de la réglementation sur l'EDCH et Agences sanitaires) des États membres de l'Union européenne et autres pays qui mettent en œuvre les dispositions de la directive sur la qualité de l'eau potable (DWD).

Coopération universitaire pour l'évaluation des ressources en eaux de surface et de la qualité de l'eau potable produite au Ghana

Isaac OSEI SAFO^a, Junias ADUSEI GYAMFI^b, David AZANU^c, Justine CRIQUET^{a, d*}

Univ. Lille, CNRS, UMR 8516 - LASIRE, Laboratory of Advanced Spectroscopy for Interactions, Reactivity and Environment, Lille F-59000, France

^b *JUNIA, ULR 4515 – LGCgE, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement, F-59000 Lille, France*

^c *Department of Environmental Science, Kwame Nkrumah University of Science and Technology (KNUST), Kumasi, Ghana*

^d *Institut Universitaire de France*

**Justine.criquet@univ-lille.fr*

Mots-clés : Eaux de surface, désinfection, sous-produits

1. Introduction

Le Ghana produit une grande partie de son eau de distribution à partir d'eau de surface. Ce type d'eau, complexe à traiter, présente plus de risques de défauts de qualité, notamment en termes de désinfection. Une collaboration entre KNUST (Kwame Nkrumah University of Science and Technology, Kumasi, Ghana) et l'Université de Lille a réalisé un état des lieux de la qualité des ressources d'eau de surface principales du Ghana et des eaux de distribution produites à partir de ces ressources. Les 7 principales usines, couvrant la consommation de 65 % de la population alimentée par de l'eau de surface ont été étudiées. Un focus a été réalisé sur la formation de sous-produits de désinfection.

2. Résultats

La concentration moyenne en matière organique lors des 5 campagnes de mesures est de 6.5 mgC/L avec des variations temporelles et de sites. Ainsi, le COD varie de 2.0 à 16.0 mgC/L (Figure 1).

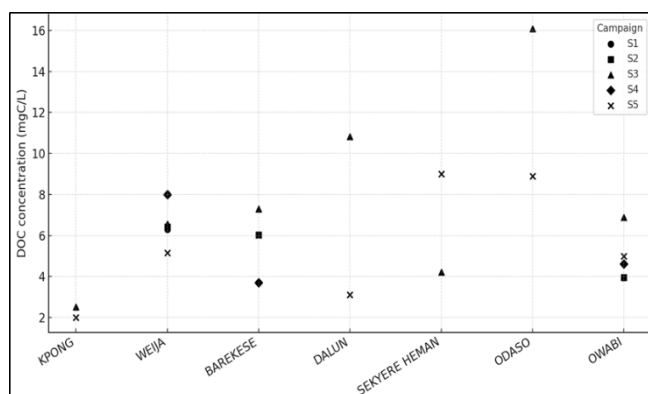


Figure 1 : Concentration en carbone organique dissous des ressources en eaux des 7 usines de traitement sélectionnées par ordre de volume produit décroissant (383 000 à 11 400 m³/J) de février 2023 (Campagne 1) à septembre 2024 (campagne 5).

Les usines montrent des capacités de traitement de la matière organique variées avec une élimination du carbone organique par clarification de 14 à 78%, ce qui est similaire à l'étendue décrite dans la littérature [1]. Ainsi, hormis sur le site de Kpong, les eaux produites ont toutes une concentration en COD supérieur à 2 mgC/L les rendant à risque en matière de formation de sous-produits de chloration.

Le Ghana a une réglementation en matière de trihalométhane, celle-ci se base sur des valeurs individuelles (i.e. chloroforme < 200 µg/L; bromoforme <100 µg/L; dibromochloromethane <100 µg/L et bromodichloromethane <60 µg/L), légèrement différentes de celles de l'OMS, mais aucun contrôle n'est réalisé. Ainsi les mesures réalisées dans ce projet montrent que la somme de ces 4 trihalométhane (THM4) varie de 1.6 à 103 µg/L et est toujours inférieure à la législation nationale et aux recommandations de l'OMS, mais dépasse ponctuellement les seuils établis par l'US EPA (80 µg/L) ou l'union européenne (100 µg/L).

L'Usine de Weiija (200 000 m³/J) alimentant une partie de la capitale Accra est celle où les concentrations sont les plus élevées. L'évaluation des potentiels de formation des sous-produits identifie 3 sites sur lesquels les sous-produits risquent d'augmenter dans les réseaux de distribution et dépasser les seuils de qualité compte-tenu des fortes doses de résiduel de chlore utilisées (2 à 5 mg Cl₂/L) et des fortes températures.

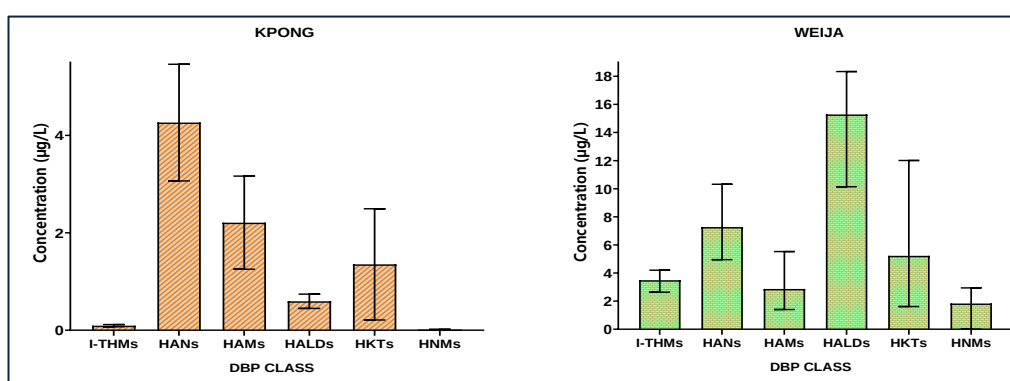


Figure 2 : Exemple de formation de sous-produits non régulés : Trihalométhanes iodés (I-THMs), haloacétonitriles (HANs), Haloacétamides (HAMs), Haloacétaldéhydes (HALs), Halocétones (HKTs) et Halonitrométhanes (HNMs) sur 2 sites.

De même que pour les trihalométhanes, la formations de sous-produits non régulés est contrastée et dépend de la teneur en matière organique dans l'eau en cours de traitement et des pressions anthropiques sur la ressource pour les sous-produits azotés. La formation de sous-produits iodés est notable sur la plupart des eaux avec des teneurs en I-THMs de 63 ng/L à 4.7 µg/L, la proportion des produits iodés bien que faible d'un point de vue massique peut représenter jusqu'à 50% de la cytotoxicité calculée à partir des différents sous-produits analysés. Cette particularité est due à la concentration relativement élevée de iodure (8.7 à 127 µg/L pour l'iode total), mais surtout la faible concomitante concentration en bromure [2].

Conclusion :

Cette étude a permis un premier état des lieux de la présence de sous-produits de désinfection dans ce pays et permet de localiser les sites les plus vulnérables là où les efforts pourraient être faits pour améliorer l'eau produite. Cette méthodologie coopérative a été accompagnée d'un transfert de compétences.

Références :

- [1] MacKeown, H., Gyamfi, J. A., Schoutteten, K. V. K. M., Dumoulin, D., Verdict, L., Ouddane, B., & Criquet, J. Formation and removal of disinfection by-products in a full-scale drinking water treatment plant. *Science of The Total Environment*, 2020, 704, 135280.
- [2] Criquet, J., Allard, S., Salhi, E., Joll, C. A., Heitz, A., & von Gunten, U. Iodate and iodo-trihalomethane formation during chlorination of iodide-containing waters: role of bromide. *Environmental science & technology*, 2012, 46(13), 7350-7357.



Session

Pollution plastique / Effluents industriels



Screening of catalysts for the heterogeneous Fenton process for plastics degradation

Guanghao Li^a, Peng Cheng^a, Jesús González-Cobos^a, Sonia Gil^{a*}

^aInstitut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon, CNRS, Université Claude Bernard Lyon 1, 69626 Villeurbanne, France

*[*sonia.gil@ircelyon.univ-lyon1.fr](mailto:sonia.gil@ircelyon.univ-lyon1.fr)*

Mots-clés : heterogeneous Fenton, microplastics degradation, polymers, FeS₂ catalyst, self-adjusting pH.

1. Introduction

Since their invention in the early 1900s, plastics have gradually become indispensable in modern society. They combine great durability, low cost, outstanding malleability, which have resulted in their global annual production reaching 430.9 million tons in 2024 and being projected to reach 1200 million tons by 2060 [1]. However, the extensive use of plastics has given rise to a variety of environmental concerns, one of which is the accumulation of microplastics (MPs) in aquatic environments, which can have serious health consequences for humans [2]. MPs are any synthetic solid particles or polymeric matrices with size between 1 µm and 5 mm. Common types of MPs include polyethylene (PE), polystyrene (PS), polyvinyl chloride (PVC), which are components of many everyday products [3]. They can accumulate in the human body due to their resistance to natural degradation. Among the methods for degrading MPs, the advanced oxidation processes (AOPs) have attracted increasing attention due to their fast reaction speed, strong oxidation ability, easy operation and high adaptability [4]. Of particular interest is heterogeneous Fenton reaction, in which the iron is stabilized in the solid catalyst structure, thereby preventing the formation of sludge and broadening the operation range of pH compared to homogeneous Fenton reaction [5]. This process has indeed been extensively used for degrading organic compounds, however only a small number of studies have used heterogeneous Fenton's process for the degradation of MPs, and polymers in general.

Therefore, the objective of this work is to study the oxidation mechanism of polyethylene glycol (PEG), as a model polymer, with the aim of advancing the development and application of this technology for the elimination of MPs and other polymeric wastes by heterogeneous Fenton. For this purpose, four commercial materials (Fe-ZVI (zero valence iron), Fe₃O₄, FeS₂ and FeOOH-goethite) have been firstly screened as catalysts for the degradation of the monomer, ethylene glycol (EG). This catalyst screening allowed to select the most effective catalyst for EG degradation, with which the influence of the reaction parameters has been further investigated. This information will be then useful for developing new upgraded catalysts for the heterogeneous Fenton process, as well as for elucidating the reaction mechanisms.

2. Main Results and Discussion

After confirming that EG concentration decrease in the solution due to adsorption on all four catalysts was negligible, their catalytic performances for EG degradation were evaluated by adding H₂O₂ to an aqueous solution with EG and the studied catalyst, at initial pH 9 (**Figure 1a**) and pH 6 (pure water). EG mineralization and conversion was measured by TOC and HPLC analysis, respectively. Only the FeS₂ catalyst exhibited effective and pronounced EG mineralization performance. Fe-ZVI, Fe₃O₄ and FeOOH catalysts only possessed 4.15%, 2.69% and 3.48% of EG conversion towards liquid organic products, respectively. In contrast, the FeS₂ catalyst achieved the 100% of EG conversion within 60 min at initial pH 9, indicating that FeS₂ is a promising catalyst for degrading EG by heterogeneous Fenton reaction. Additionally, we observed that the pH of all four catalysts changed during the reaction. In fact, the most pronounced change was observed with the most

active catalyst FeS_2 . The effect of initial pH on the degradation of EG was investigated over FeS_2 catalyst. This catalyst possessed comparable mineralization rate under various pH conditions in the range of pH 3-9 (**Figure 1b**), and the pH decreased to around 3 regardless of the initial pH in the mentioned range (**Figure 1c**), which may be attributed to the reactions of the FeS_2 catalyst with O_2 and H_2O_2 ($2\text{FeS}_2 + 7\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Fe}^{2+} + 4\text{SO}_4^{2-} + 4\text{H}^+$, $2\text{FeS}_2 + 15\text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow 2\text{Fe}^{3+} + 4\text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}^+ + 14\text{H}_2\text{O}$). These results indicate that FeS_2 catalyst can maintain a high mineralization efficiency and possess the strong pH self-adjusting ability in a wide range of pH (3 to 9).

On the other hand, ICP analysis was performed to evaluate the possible Fe leaching, which may compromise catalyst stability and lead to the homogeneous Fenton reaction, thereby influencing the overall proportion of heterogeneous catalysis in the total mineralization or conversion. ICP results showed that the Fe ions leaching from FeS_2 catalyst was 46 mg/L after 120 min reaction at initial pH 9, corresponding to around 1.6 wt% of the total Fe content in initial catalyst. In order to discriminate the activity associated with these ions (as homogeneous catalyst) and that of the stable solid (heterogeneous) catalyst, in other words, to determine the contribution of these ions in the overall Fenton performance, a homogeneous Fenton reaction experiment was conducted using 46 mg/L of Fe^{2+} ions as catalyst and initial pH 3. The results showed that the homogeneous reaction achieved a mineralization efficiency of 13.5% after 120 min, accounting for only 18% of the total mineralization observed in the FeS_2 heterogeneous Fenton reaction (74.9%), which indicated that the heterogeneous reaction played the dominant role in the FeS_2 Fenton reaction. However, further characterization and testing are required to better understand and optimize the degradation of EG over the FeS_2 catalyst, prior to PEG degradation assessment, as well as to elucidate the by-products formed during the reaction (HPLC and ATR measurement in progress).

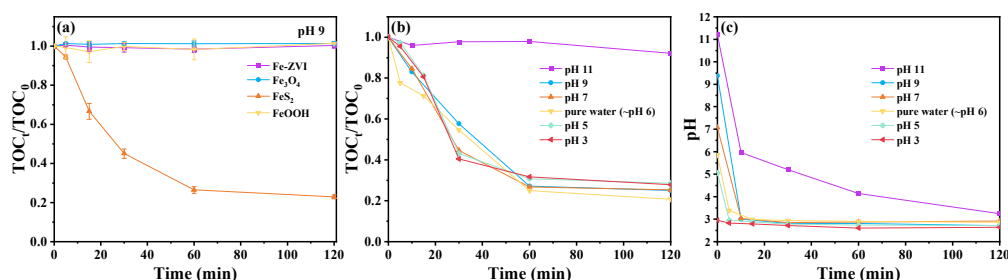


Figure 1 : (a) EG mineralization over Fe-ZVI, Fe_3O_4 , FeS_2 and FeOOH catalysts during reaction at initial pH 9; (b) EG mineralization and (c) pH change over FeS_2 catalyst at different initial pH (Conditions: 100 mL of solution containing 0.2 g/L EG, 6.0 g/L of catalyst, 50 mM of H_2O_2 , room temperature)

Acknowledgement: This work was financially supported by the doctoral program of China Scholarship Council (No. 202408370069).

References :

- [1] P.J. Landrigan, S. Dunlop, M. Treskova, et al., The Lancet Countdown on health and plastics, The Lancet, 2025, 406, 1044–1062.
- [2] X. Zhang, Y. Zhai, Z. Wang, et al., Effect of microplastic ingredient on the removal of microplastics by calcium alginate flocculation, Chemical Engineering Journal, 2024, 498, 155701.
- [3] R.C. Thompson, W. Courteney-Jones, J. Boucher, et al., Twenty years of microplastic pollution research—what have we learned?, Science, 2024, 386, eadl2746.
- [4] J. Kang, L. Zhou, X. Duan, et al., Degradation of Cosmetic Microplastics via Functionalized Carbon Nanosprings, Matter, 2019, 1, 745–758.
- [5] Y. Yang, H. Yu, M. Wu, et al., Dual H_2O_2 production paths over chemically etched $\text{MoS}_2/\text{FeS}_2$ heterojunction: Maximizing self-sufficient heterogeneous Fenton reaction rate under the neutral condition, Applied Catalysis B: Environmental, 2023, 325, 122307.

Microfiltration de micro et nanoplastiques dans l'eau : étude de la rétention et du type de colmatage

Hoang Man Nghi PHAM^a, Joséphine AMEY^b, Philippe MOULIN^a, Mathias MONNOT^a

^aAix-Marseille Univ, CNRS, Centrale Med, M2P2, Equipe Procédés Membranaires (EPM), Marseille, France

^bAix-Marseille Univ, Laboratoire de Chimie de l'Environnement (LCE), Marseille, France

Auteur correspondant : hoang.pham@etu.univ-amu.fr

Mots-clés : Traitement de l'eau, Microplastiques, Nanoplastiques, Microfiltration, Membrane.

1. Introduction

La pollution de l'eau par des microplastiques (MPs, 1 μm – 5 mm) et des nanoplastiques (NPs, <1 μm) est alarmante, constituant une menace pour la santé humaine et la biodiversité [1]. La détection de ces polluants de plus en plus fréquente dans l'eau potable et les eaux usées souligne la nécessité de développer des solutions de traitement efficaces. Parmi les solutions, les procédés membranaires représentent une alternative économique et prometteuse par rapport aux procédés conventionnels [1, 2]. Grâce à des membranes adaptées à la taille des MPs et NPs, ces procédés permettent une bonne rétention avec réduction de l'usage de produits chimiques et une meilleure qualité d'eau traitée [1]. Cette étude vise à élucider à l'échelle laboratoire l'impact des propriétés des MPs et des NPs telles que leur morphologie, leur distribution de taille et leur concentration, sur leur rétention membranaire et comparer l'efficacité de différentes membranes de microfiltration et d'ultrafiltration (seuil de coupure, matériau) pour leur élimination en milieu aqueux modèles.

2. Matériels et Méthodes

Les premières expériences ont été réalisées avec des membranes en esters mixtes de cellulose (GS), présentant une taille de pore de 0,22 μm (Milipore) afin de filtrer 1 L des suspensions de PMMA de taille comprise entre 38 et 45 μm (Lab261), à une concentration de 450 mg.L^{-1} , sous trois pressions différentes (0,3-0,8 bar). Des membranes en polyéthersulfone (PES), avec une taille de pore de 0,1 μm (Sartorius), ont ensuite été utilisées pour filtrer 500 mL des suspensions de PMMA de taille de 53 nm, à une concentration de 1 mg.L^{-1} , sous une pression de 0,5 bar. Les suspensions ont été préparées dans de l'eau ultrapure contenant du tensioactif Tween 20, à 0,1 % pour les MPs et à 0,01 % pour les NPs, afin d'assurer leur stabilité colloïdale en milieu aqueux. L'analyse des échantillons d'eau (alimentation, perméat et concentrat) est réalisée par micro-spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (μFTIR) pour les MPs et par pyrolyse couplée à la chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (Py-GC-MS) pour les NPs. Le protocole opératoire est développé et optimisé en collaboration avec le Laboratoire Chimie Environnement (LCE) d'Aix-Marseille Université. D'autres techniques, telles que le microscope électronique de balayage (MEB) pour visualiser la morphologie des suspensions et des surfaces de membrane et la diffusion de lumière dynamique (DLS) pour caractériser la polydispersité et la granulométrie des suspensions, sont également mises en œuvre.

3. Résultats et discussions

La **Figure 1** présente les chutes de perméabilités normalisées (L_p/L_{p0}) en fonction du facteur de concentration volumique (FCV) pour les filtrations des MPs (a) et de NPs (b). La Figure 1 (a) montre très clairement un effet de la pression transmembranaire. Les formes simplifiées linéaires du

modèle d'Hermia ont été utilisées pour déterminer les types de colmatage au cours de la filtration. Pour les expériences impliquant des MPs à 0,5 bar, le modèle de filtration sur gâteau présente le coefficient de détermination (R^2) le plus élevé (0,9962), ce qui confirme que ce type de colmatage est dominant. De plus, l'observation de la membrane après filtration, réalisée par MEB, révèle la formation d'un lit de MPs à la surface confirmant le colmatage de type gâteau. Le taux de rétention en MPs, calculé à partir des concentrations mesurées par μ FTIR, est d'environ 6 log (99,9999 %) ce qui est cohérent avec la taille des pores de la membrane environ 200 fois plus petites que la taille des MPs. Les filtrations menées à 0,3 bar et 0,8 bar ont présenté des cinétiques de colmatage similaire différentes prenant en compte sans doute un compactage du gâteau. En effet, l'indice de compressibilité (n) a révélé des valeurs systématiquement supérieures à 0,2, ce qui indique que le gâteau de colmatage était compressible quelle que soit la pression appliquée.

Pour les expériences des NPs (Figure 1 (b)), le blocage standard possède la valeur R^2 la plus élevée ($R^2 = 0,9952$) au début de filtration (jusqu'à $FCV = 2,32$), suivie par la filtration sur gâteau ($R^2 = 0,9984$), ce qui suggère une combinaison séquentielle de ces deux types de colmatages. L'observation de la membrane par MEB après filtration montre d'ailleurs un colmatage à la fois en profondeur et en surface. Le taux de rétention calculé à partir des concentrations mesurées par Py-GC-MS augmente au cours de la filtration (grâce au colmatage) pour atteindre quasiment 100% avec un taux de rétention global de 81,5%.

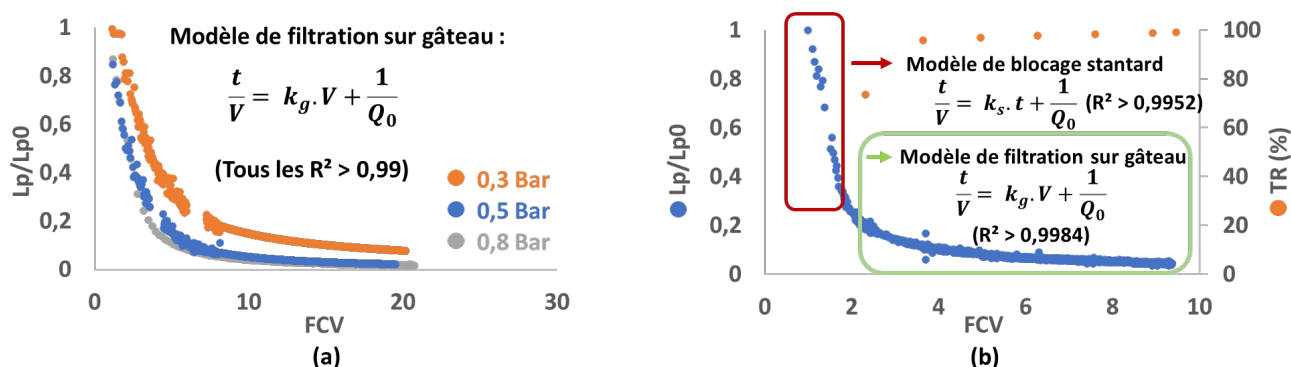


Figure 1 : Variation des perméabilités normalisées (L_p/L_{p0}) en fonction du facteur de concentration volumique (FCV) pour les filtrations des MPs (a) et de NPs (b)

4. Conclusions et perspectives

En conclusion, le mécanisme de colmatage des MPs prédominant est de type gâteau, conduisant à une excellente rétention, supérieure à 6 log. Le mécanisme de colmatage prédominant observé pour les NPs correspond d'abord à un blocage standard, évoluant ensuite vers une filtration sur gâteau avec un taux de rétention qui augmente au cours de la filtration (avec une valeur globale de 81,5%). L'orientation de l'étude est d'étudier l'impact de taille des MPs et NPs, l'impact du seuil de coupure et du matériau membranaire, ainsi que l'effet de la présence de matière organique sur les mécanismes de colmatage, les taux de rétention et la performance de rétrolavage.

Références :

- [1] Z. Lin, X. Hu, H. Lin, G. Yu, L. Shen, W. Yu, B. Li, L. Zhao, M. Ying, Membrane technology for microplastic removal: Microplastics occurrence challenges, and innovations of process and materials, Chemical Engineering Journal, 2025, 520, 166183.
- [2] T. Poerio, E. Piacentini, R. Mazzei, Membrane Processes for Microplastics Removal Molécule, Molecules 2019, 24, 4148.

Evaluation des performances du procédé Recyclo sur le traitement des microplastiques dans les effluents de blanchisseries

Lisa Rouvière ^{*a}, Baptiste Mathon^a, **Quitterie Fréchet^{*a}**, Matthieu Dreillard^b, Cyril Jermann^b,
Jérémy Maillet^b, Bruno Cédât^a

^a*TreeWater, Lyon, France*

^b*IFP Energies Nouvelles, Solaize, France*

Auteur correspondant : qfrechet@treewater.fr

Mots-clés : microfibres, microplastiques, recyclage, oxydation avancée, blanchisserie.

1. Introduction

Les microplastiques proviennent principalement de la dégradation d'objets plastiques lors de leur usage quotidien. Parmi eux, les microfibres synthétiques issues des textiles en polymères (PET, polyester, polyamide, acrylique, polyuréthane, élasthane) sont prédominantes. La majorité de ces fibres est libérée lors de l'entretien du linge, rendant les effluents de blanchisserie particulièrement chargés en microplastiques. Ces microfibres représentent 5 à 35 % de la charge totale en microplastiques des eaux usées [1,2]. Cette variabilité s'explique par les difficultés de quantification et de caractérisation, les microfibres synthétiques présentant de fortes similarités avec les fibres naturelles. De nombreuses recherches visent à améliorer ces méthodes d'analyse [3,4]. Depuis quelques années, plusieurs études se sont penchées sur la dégradation des microplastiques dans les eaux usées en recourant aux procédés d'oxydation avancée (AOP), notamment à travers l'utilisation d'amorceurs tels que l'UV/H₂O₂, le photo-Fenton ou encore l'ozonation [5,6]. Ces techniques dégradent ainsi les fibres, en créant des fissures et des microcavités à leur surface. Treewater propose d'intégrer dans une chaîne de traitement d'eau cette technologie, permettant de traiter les effluents des blanchisseries. La chaîne développée est constituée de trois étapes : coagulation/floculation, processus d'oxydation avancé (AOP) et filtration sur du charbon actif. Il a été démontré que l'eau traitée par cette chaîne permet d'avoir un abattement en DCO et en micropolluant suffisant pour pouvoir réutiliser l'eau. Actuellement, les travaux de TreeWater portent sur le traitement des microplastiques à l'aide de cette chaîne de procédés visant non seulement à les séparer, mais également à les dégrader de manière efficace. Les premiers résultats issus de ce projet sont présentés ci-dessous.

2. Résultats

Les premiers résultats sont obtenus sur le traitement d'un effluent venant d'une blanchisserie industrielle. La caractérisation et la quantification des microfibres ont été réalisées par IFP Energies Nouvelles (IFPEN, Solaize, France). L'échantillonnage a été réalisé sur 200 L d'eau de manière homogène et représentative de l'effluent. L'eau a d'abord été filtrée avec des filtres de 25 µm puis 0,7 µm. Leurs longueurs ont été mesurées par microscope optique puis les microfibres ont été différenciées par la méthode RockEval® développée par l'IFPEN. Parmi les microfibres quantifiées 20 % sont des microfibres synthétiques. Pour pouvoir réaliser l'oxydation avancée par UV/H₂O₂, il est nécessaire d'assurer une transmittance suffisante. L'étape de coagulation/floculation est donc nécessaire en amont de l'AOP. L'AOP a été réalisée par la suite à l'échelle laboratoire avec une dose en UV de 39 000 mJ/cm². Les résultats de cette expérience montrent que le processus de coagulation/floculation permet un abattement plus sélectif des microfibres naturelles que des microfibres synthétiques, la proportion de ces fibres augmentant ainsi pour atteindre 63 % après traitement. La figure 1 rassemble les performances de rétention de la chaîne de traitement Treewater.

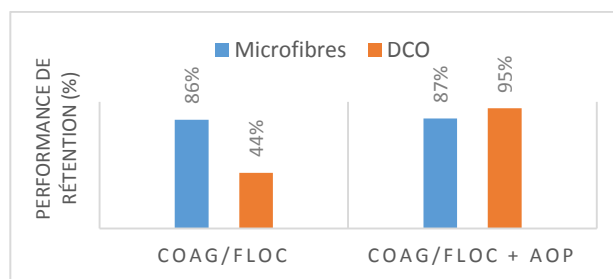


Figure 1 : performance de la chaîne de traitement Treewater

3. Perspectives du projet et conclusions

Des analyses complémentaires seront menées sur une seconde installation de traitement située dans une autre blanchisserie, utilisant un volume d'eau plus important. Afin d'assurer la fiabilité des résultats, un ensemble d'analyses, couramment décrites dans la littérature [3,4], sera réalisé sur les effluents à chaque étape du traitement. Les premières analyses porteront sur l'observation des microplastiques par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage (MEB), dans le but de caractériser leur morphologie. Une identification chimique des polymères sera ensuite effectuée par spectroscopie micro-Raman, permettant de quantifier les types de polymères présents dans les effluents avant et après traitement. Ces analyses permettront d'optimiser les paramètres du procédé, notamment la dose de coagulants/floculants et le temps d'exposition aux rayonnements UV. Sur la base des premiers essais présentés précédemment, ainsi que des données issues de la littérature [5,6,7], il est estimé que la chaîne de traitement développée par TreeWater permettrait d'éliminer environ 90 % des microplastiques présents dans les effluents de blanchisserie. De plus, une dégradation chimique d'environ 25 % des microplastiques serait obtenue par le procédé d'oxydation avancée (AOP).

L'étude des effluents de la première blanchisserie a confirmé l'efficacité de l'oxydation avancée pour éliminer les polluants organiques, tout en ouvrant une voie de dégradation pour les microplastiques. L'optimisation en cours de la chaîne de traitement vise à réduire significativement leur présence dans l'environnement. Il sera intéressant d'évaluer l'efficacité de la chaîne de traitement sur un effluent d'industrie textile.

Références :

- [1] OCDE Perspectives mondiales des plastiques : Scénarios d'action à l'horizon 2060, (2023), Éditions OCDE, Paris.
- [2] Microfibres: The invisible pollution from textiles, First Sentier MUFG (2022)
- [3] Y. Li, C. Ping, T. Yalan « Microplastics in Water: A Review of Characterization and Removal Methods », Sustainability 2024, 16, 4033.
- [4] M. Corte Tedesco et M. Anthony Browne, « Identifying and Measuring Individual Micrometre-Sized Fibres in Environmental Samples by Light and Confocal Microscopies », Chemical Engineering Journal 2021, 417, 129218
- [5] T. Easton, M. Katarzy, L. Charlton « Transformation of Polyester Fibre Microplastics by Sulfate Based Advanced Oxidation Processes », Journal of Environmental Chemical Engineering 2024, 12, 112988
- [6] T. Easton, K. Vasilei, C. Efthalia « Removal of Polyester Fibre Microplastics from Wastewater Using a UV/H₂O₂ Oxidation Process », Journal of Environmental Chemical Engineering 2023, 11, 109057.
- [7] S. Vasiljević, . Vujić, J. Agba « Efficiency of Coagulation/Flocculation for the Removal of Complex Mixture of Textile Fibers from Water », Processes 2023, 11, 820.

Couplage de procédés pour l'élimination des Eléments de Traces Métalloïdes dans les effluents industriels

Emmanuelle MYOTTE^a, Yvan WYART^a, Hasan SEYHUN^b, Sylvain BERTHELOT^b, Philippe MOULIN^{a*}

^a*Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Méditerranée, M2P2, EPM, Marseille, France*

^b*Terresis, Dinard, France*

^{*}*philippe.moulin@univ-amu.fr*

Mots-clés : Eléments de Traces Métalloïdes (ETM), couplage de procédés, procédés membranaires, hydroxyde de magnésium, traitement d'effluent industriel.

1. Contexte

Le traitement des effluents industriels contenant des Eléments de Traces Métalloïdes (ETM) représente un défi environnemental majeur. Face à une réglementation plus stricte sur les rejets industriels, l'efficacité des procédés conventionnels est remise en question. Cette problématique s'accroît lorsque les effluents sont complexes, composés de quelques ou plusieurs métaux, étant peu ou fortement chargés et pouvant posséder des pH très faibles. L'objectif de cette étude est de développer un procédé hybride suffisamment robuste pour s'adapter à tous les cas de figures possibles. Ce procédé innovant consiste à coupler la formation des hydroxydes métalliques par ajout d'hydroxyde de magnésium avec la filtration membranaire. L'utilisation de l'hydroxyde de magnésium permet de former des hydroxydes métalliques, mais aussi de contrôler le pH puis la filtration membranaire permet de stopper la suspension formée. Cette approche soulève plusieurs questions scientifiques et technologiques que ce travail tentera d'aborder, à savoir : la formation d'hydroxydes métalliques par le contrôle du pH, la filtration membranaire à différentes valeurs de pH par rapport à l'élimination des métaux et la régénération des membranes.

2. Expérimentation & Méthodologie

Une étude à l'échelle laboratoire a été réalisée avec un effluent synthétique afin d'établir le couplage de procédés. La caractérisation des précipités formés par trois agents précipitants différents a été réalisée en mesurant la vitesse de décantation, la taille de particules et la viscosité. Les bilans matières ont permis de déterminer la quantité de $Mg(OH)_2$ nécessaire pour assurer la précipitation des hydroxydes métalliques au pH ciblé. Ce pH a été déterminé en fonction du pKa des hydroxydes métalliques constituant l'effluent étudié. Un passage à l'échelle semi-industrielle a ensuite été effectué en utilisant l'effluent synthétique sur un pilote équipé d'une membrane en oxyde de zirconium de 120 cm de longueur, constituée de 30 canaux, ayant une perméabilité à l'eau d'environ 200 à 300 $L \cdot h^{-1} \cdot m^{-2} \cdot bar^{-1}$ et une taille des pores de 60 nm. La robustesse du procédé a été évaluée par l'étude de différents effluents industriels. L'efficacité de l'élimination des ETM a été quantifiée par des analyses ICP mais aussi en termes de turbidité et de pH. Pour limiter le colmatage de la membrane, la filtration tangentielle est le mode qui a été utilisé avec une forte vitesse de circulation. L'abrasion de la membrane a été étudiée avec une suspension d'hydroxyde de magnésium à l'aide d'un banc de vieillissement. Les membranes ont été caractérisées avant et après abrasion par MEB et des mesures de perméabilité ont complété les observations. Enfin, une étude sur la dissolution de l'hydroxyde de magnésium par ajout d'acide sulfurique a été étudiée afin d'évaluer la régénération de la membrane par nettoyage chimique.

3. Résultats & Discussion

L'étude de caractérisation des précipités formés a montré que l'hydroxyde de magnésium apparaît comme le meilleur agent précipitant en termes de vitesse de décantation, de taille de particules mais aussi en

termes de viscosité. L'étude du couplage précipitation et filtration membranaire sur l'effluent synthétique a confirmé les résultats obtenus lors des expériences en batch. Le protocole établi consiste en une première montée en pH réalisé avec de l'hydroxyde de magnésium suivie d'une première filtration membranaire. Une deuxième montée en pH est ensuite effectuée avec de l'hydroxyde de sodium avant une seconde filtration membranaire. L'ajout d'une base forte est nécessaire dans certains cas pour éliminer la totalité des ions métalliques car le dérivé magnésien possède un pH de précipitation proche de 8,5. Lors de la filtration membranaire, la perméabilité s'est avérée stable au cours du temps tout en maintenant une bonne rétention avec un fort abattement de la turbidité. La régénération de la membrane a été réalisée efficacement par lavage chimique à l'acide et à la soude et aucune abrasion n'a été observée dans les conditions opératoires choisies. Enfin, la robustesse du procédé a été évaluée par l'étude du couplage sur différents effluents industriels réels démontrant l'efficacité et la sélectivité du traitement. Les concentrations résiduelles en ions métalliques après traitement sont nettement inférieures aux normes de rejets. Ces résultats confirment l'importance du contrôle du pH, du choix de l'agent précipitant et de la décantation préalable pour limiter le colmatage et optimiser les performances globales du traitement. De plus, la qualité du perméat produit ouvre des perspectives prometteuses en matière de réutilisation de l'eau.

Ce couplage de procédés propose donc une approche de dépollution mais aussi une valorisation de l'eau, impliquant une possibilité de diminuer le coût du traitement et d'obtenir une meilleure durabilité des ressources.

Eco-Friendly Chromium Removal from Tannery Wastewater Using Electrocoagulation and *Opuntia ficus indica* Cladode Powder

Saliha Elabbas^{*1,2}

¹Laboratoire Réactions et Génie des Procédés – Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique, Centre National de la Recherche Scientifique : UMR7274 / UPR3349 – France

²Université Cadi Ayyad [Marrakech] – Maroc

Résumé

Mots-Clés: OFI Powder, Chromium, Electrocoagulation, Adsorption, Energy consumption.

^{*}Intervenant



Session

Infiltration / Sols



Potentiels d'infiltration des eaux pluviales : analyse comparative et prospective des bénéfices de la désimperméabilisation lors d'évènements extrêmes

Lina SAOUDI ^a, Loïc MAURER ^a, Clara JODRY ^b, Adrien WANKO NGNIEN ^{a*}

^a *Université de Strasbourg, CNRS, ENGEEES, ICube UMR 7357, Strasbourg, France.*

^b *Université de Strasbourg, CNRS, EOST, ITES UMR 7063, Strasbourg, France.*

Auteur correspondant : wanko@unistra.fr

Mots-clés : *Gestion intégrée des eaux pluviales, zonage pluvial, désimperméabilisation, SIG, Curve Number.*

L'expansion urbaine et le dérèglement climatique bouleversent les conceptions traditionnelles des réseaux d'assainissement unitaires et séparatifs [1]. En effet, l'artificialisation des sols modifie profondément le cycle hydrologique en augmentant le ruissellement des eaux pluviales et la pollution associée [2] tout en réduisant l'évapotranspiration et l'infiltration de celles-ci [3]. Le réchauffement climatique accentue ces problématiques notamment avec la projection de l'augmentation de l'intensité des précipitations à l'échelle mondiale d'environ 7 % par °C de réchauffement [4].

Pour pallier ces problématiques, à l'échelle européenne, la Directive Eaux Résiduaire Urbaines 2 (2024) encourage la mise en œuvre de plans intégrés de gestion des eaux pluviales (infiltration de ces eaux au plus proche de leur point de chute) afin de limiter les rejets polluants. A l'échelle de la France, les plans de gestion intégrée des eaux pluviales se déclinent par le zonage pluvial défini à l'Article L2224-10 du Code Général des Collectivités Territoriales. Il amène les collectivités compétentes à identifier les zones sujettes aux débordements de réseaux d'assainissement en temps de pluie et planifier les aménagements nécessaires pour y remédier. Cela mène les collectivités à mettre en place des stratégies de désimperméabilisation et/ou de déracordement des eaux et remédier aux débordements des réseaux d'assainissement. Ces stratégies apparaissent ainsi comme des leviers prioritaires pour favoriser l'infiltration et s'adapter aux changements climatiques et urbains.

Pour répondre à ces politiques, un zonage pluvial de l'Eurométropole de Strasbourg (EMS) est en cours d'où notre étude quantitative des eaux pluviales et de leur infiltration. L'EMS est une métropole de 340 km² regroupant 33 communes. Cette étude cartographie, à partir d'indicateurs SIG, les zones à fort potentiel d'infiltration et celles dominées par le ruissellement pour un zonage pluvial, tout en reliant le pourcentage de désimperméabilisation au gain en infiltration afin de guider les stratégies territoriales. L'EMS compte 26 % de surfaces imperméables selon OCS Grand-Est (données PIAO sur photos aériennes BD ORTHO® IGN, 20 cm de résolution). L'analyse repose sur 26 ans de données de pluviométrie journalière (période 1999-2024) récoltées par 26 pluviomètres de l'EMS. Une hétérogénéité des précipitations sur le territoire a été mise en évidence (les lames cumulées variant de 1,8 à 127 mm selon les pluviomètres pour un même jour), les évènements extrêmes ont donc été distribués spatialement.

L'étude utilise une approche SIG combinant des couches d'occupation du sol (OCS Grand-Est) et de types de sols (Soil Grids à une résolution de 250 m). La méthodologie de Soil Grids se base sur un algorithme de machine learning de type random forest sur des données satellitaires et 150 000 données de profils de sol [5]. Le croisement de ces deux couches permet calculer le CN (Curve Number), un paramètre développé par le Soil Conservation Service des Etats-Unis entre 1964 et 1972. Le CN permet d'estimer, pour un événement pluvieux donné, la hauteur des lames d'eau ruisselées et infiltrées. En spatialisant ces résultats, le potentiel

d'infiltration en fonction de différents événements pluvieux a été établi, donnée nécessaire pour un pré-zonage pluvial à l'échelle du territoire. Nous avons pu créer une cartographie à l'échelle de l'ensemble de l'EMS des temps d'infiltrations, allant de 1 à 30 h sur zones perméables pour une pluie décennale. Ces temps d'infiltration des eaux pluviales ont pu être comparés à ceux des différents niveaux de services préconisés par la Doctrine des eaux pluviales du Grand-Est de 2022. Ils constituent une aide au dimensionnement des systèmes d'infiltration des eaux pluviales. Ces premiers résultats permettent ainsi de réaliser des scénarios prospectifs de désimperméabilisation et d'évaluer les gains potentiel en infiltration et leurs incertitudes associées sur le territoire.

Toutefois, certaines limites doivent être soulignées. Le Curve Number se base sur les conditions observées aux Etats-Unis, il serait donc intéressant de l'adapter localement [6]. De plus, le Curve Number ne prend en compte ni la pente ni l'évapotranspiration, or ces paramètres sont susceptibles d'influencer localement le ruissellement et ainsi les lames infiltrées. Cependant, l'intégration de la propagation d'incertitudes des CN dans cette étude permet de prendre en compte ces limites. Cette approche ne remplace pas les investigations de terrain ni les modélisations hydrologiques ; c'est pourquoi l'approche globale de l'étude considère ces analyses.

Cette approche cartographique présente deux atouts majeurs : elle s'appuie sur des données libres et une méthodologie simplifiée, ce qui la rend facilement reproductible et elle offre une visualisation rapide du potentiel de ruissellement et d'infiltration, constituant un outil d'aide à la décision pour initier le zonage pluvial et orienter les stratégies de désimperméabilisation. Une étude complémentaire vise par ailleurs à spatialiser les risques liés à l'infiltration des eaux pluviales en produisant des cartes de vulnérabilité à des polluants spécifiques (métaux lourds, HAP, PCB), issues du croisement entre l'occupation des sols et des coefficients d'émission documentés dans la littérature.

Références :

- [1] Tim D. Fletcher, Matthew J. Burns, Kathryn L. Russell, Perrine Hamel, Sophie Duchesne, Frédéric Cherqui, and Allison H. Roy. 2024. Concepts and evolution of urban hydrology. *Nat. Rev. Earth Environ.* 5, 11 (October 2024), 789–801.
- [2] Colin D. Bell, Sara K. McMillan, Sandra M. Clinton, and Anne J. Jefferson. 2016. Hydrologic response to stormwater control measures in urban watersheds. *J. Hydrol.* 541, (October 2016), 1488–1500.
- [3] Yao Wang, Xiang Zhang, Jing Xu, Guoyan Pan, Ye Zhao, Yue Liu, Haoyuan Liu, and Jie Liu. 2022. Accumulated impacts of imperviousness on surface and subsurface hydrology—continuous modelling at urban street block scale. *J. Hydrol.* 608, (May 2022), 127621.
- [4] GIEC (Groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat). (2021). Changement climatique 2021 : Les bases scientifiques physiques. Résumé à l'intention des décideurs. Contribution du Groupe de travail I au sixième Rapport d'évaluation du GIEC.
- [5] Tomislav Hengl, Jorge Mendes De Jesus, Gerard B. M. Heuvelink, Maria Ruiperez Gonzalez, Milan Kilibarda, Aleksandar Blagotić, Wei Shangguan, Marvin N. Wright, Xiaoyuan Geng, Bernhard Bauer-Marschallinger, Mario Antonio Guevara, Rodrigo Vargas, Robert A. MacMillan, Niels H. Batjes, Johan G. B. Leenaars, Eloi Ribeiro, Ichsan Wheeler, Stephan Mantel, and Bas Kempen. 2017. SoilGrids250m: Global gridded soil information based on machine learning. *PLOS ONE* 12, 2 (February 2017), e0169748.
- [6] David A. Chin. 2023. The Curve Number Method in the 21st Century. *J. Irrig. Drain. Eng.* 149, 6 (June 2023), 02023001.

Bilan sur le silicium dans une zone de rejet végétalisée

Marie-Noëlle PONS^{a,b,*}, Nicolas MAURICE^a, Steve PONTVIANNE^a, Nouceiba ADOUANI^a,
Bénédicte CHAPERON^c

^a*Université de Lorraine, CNRS, LRGP, Nancy, France*

^b*LTSEZ-ZAM, Nancy, France*

^c*Grand Reims, Reims, France*

Auteur correspondant : marie-noelle.pons@univ-lorraine.fr

Mots-clés : Eaux usées traitées, Phragmites, Rejets urbains de temps de pluie, Silicium.

1. Introduction

Les zones de rejets végétalisées (ZRV) sont des solutions basées sur la nature permettant de parfaire le traitement d'eaux résiduaires urbaines traitées (EUT) et/ou de traiter des rejets urbains de temps de pluie (RUTP), tout en favorisant la biodiversité végétale et animale.

C'est dans ce cadre que le projet AZHUREV a été développé, à la sortie de la station d'épuration urbaine (STEU) du Grand-Reims. La ZRV est composée de trois bassins rectangulaires de 2 ha chacun, avec une végétation composée de plantes émergées, flottantes et submergées, suivant la saison. La ZRV est alimentée soit par des EUT (10% des EUT) soit par des RUTP (25% des RUTP).

Le système a été mis en eau en juillet 2017, avec une alimentation exclusive par des EUT. A partir d'octobre 2021, des RUTP ont été injectés, en fonction de leur disponibilité, donc de la pluviométrie (377 mm de pluie en 2021, 451 en 2022, 660 mm en 2023 et 737 en 2024). La végétation pérenne est constituée de phragmites (*P. australis*), sachant que des algues et des lentilles d'eau sont présentes à partir du printemps et jusqu'en automne. Si les phragmites ont montré une très bonne santé jusqu'en 2023, leur disparition progressive a été observée ensuite. Cette disparition nous a poussés à un bilan complet des éléments constitutifs des phragmites, notamment en ce qui concerne le silicium [1, 2], en comparaison avec la présence de cet élément dans l'alimentation de la ZRV.

2. Matériels et méthodes

2.1 Instrumentation de la ZRV

La Figure 1 présente un schéma simplifié de la ZRV. Les débits en entrée et en sortie de chaque bassin (350 m x 50 m orientés globalement Est-Ouest, avec une profondeur variant de 20 cm à 50 cm) sont mesurés automatiquement (base horaire) par des débitmètres et télétransmis. Les quantités délivrées d'EUT et de RUTP sont fournies par le service de métrologie de la STEU sur une base journalière. Des préleveurs automatiques permettent de connaître la composition des EUT et des RUTP (échantillon composite sur une base journalière). Des capteurs de température et de conductivité sont placés à l'entrée du bassin B2 et à la sortie des trois bassins (période d'échantillonnage de 15 min). Chaque basculement d'alimentation EUT-RUTP induit une baisse brutale de la conductivité en entrée. Le développement de la végétation de surface est suivi à l'aide d'images fournies tous les deux ou trois jours (sauf en cas de couverture nuageuse) par les satellites SENTINEL2 de l'Agence Spatiale Européenne.

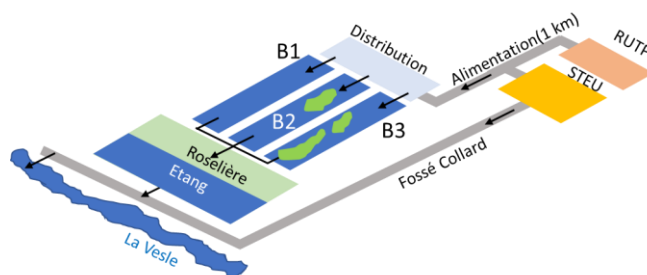


Figure 1 : Schéma simplifié de la ZRV AZHUREV. Les zones vertes des bassins B2 et B3 correspondent aux bancs de phragmites

2.1 Analyses

Les analyses effectuées sur les différents échantillons (entrée et sortie de chaque bassin, RUTP, etc.) sont, outre le pH et la conductivité, les anions et éléments minéraux majeurs (Ca, Na, Mg, K et Si), le carbone organique et inorganique dissous et l'azote total dissous. Des échantillons des différents organes des phragmites ont été prélevés (rhizomes, tiges, feuilles, panicules) : leur taux de cendre a été déterminé et une analyse des cendres par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie a été réalisée.

2. Conclusions

La Figure 2 montre une très grande variabilité de la concentration en silicium dans les RUTP en 2023 et 2024 (années pluvieuses). Elle est globalement inférieure à celle retrouvée dans les EUT. Cela est en accord avec notre hypothèse sur l'importance de la présence de silicium dans l'alimentation pour favoriser le développement des phragmites. Les bilans sur les autres éléments importants pour la croissance des phragmites (K, Cl) seront discutés. Depuis novembre 2024, l'alimentation par les RUTP a été stoppée, dans l'espoir de relancer la croissance des phragmites.

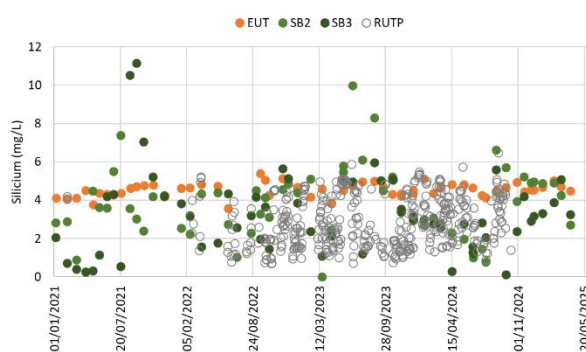


Figure 2 : Concentration en Si dans les EUT et les RUTP, ainsi qu'en sortie des bassins B2 et B3 (SB2 et SB3)

Références :

- [1] J. Schoelynck, E. Struyf, Silicon in aquatic vegetation, Functional Ecology, 2016, 30, 1323.
- [2] S.P. Xia et al., Silicon accumulation controls carbon cycle in wetlands through modifying nutrients stoichiometry and lignin synthesis of *Phragmites australis*, Environmental and Experimental Botany, 2020, 175, 104058.

Évaluation de l'impact de l'infiltration des eaux de piscines sur les compartiments environnementaux au sein de l'Eurométropole de Strasbourg

Alexandra CERONE ^{a,b,*}, Loïc MAURER ^a, Dimitri HEINTZ ^b, Adrien WANKO NGNIEN ^a

^a Université de Strasbourg, CNRS, ENGEEES, ICube UMR 7357, Strasbourg, France.

^b Université de Strasbourg, CNRS, IPHC UMR7178, Strasbourg, France

Auteur correspondant : alexandra.cerone@etu.unistra.fr

Mots-clés : Eaux non conventionnelles, Infiltration, Hydrodynamique, Polluants émergents.

1. Introduction

Les ressources en eau douce font face à une pénurie croissante qui pourrait affecter une personne sur quatre d'ici 2050 (Nations Unies, 2015). Face à cette situation, les Nations Unies ont adopté en 2015 17 Objectifs de Développement Durable (ODD), parmi lesquels l'objectif 6, intitulé « Eau propre et assainissement », vise à garantir un accès équitable à l'eau potable et à en améliorer la qualité. En France, cette démarche est soutenue par le Plan Eau du 30 mars 2023, qui encourage la valorisation des eaux non conventionnelles.

Les eaux non conventionnelles regroupent l'ensemble des ressources en eau, à l'exception des ressources en eau potable traditionnelles, résultant de processus spécialisés, incluant soit un traitement spécifique avant leur utilisation, soit des technologies spécifiques permettant leur collecte ou leur accès [1,2]. En milieu urbain, elles incluent principalement les eaux usées traitées, les eaux pluviales et les eaux de piscines.

Actuellement, les eaux de piscines constituent une ressource encore peu valorisée. Elles sont le plus souvent rejetées dans les réseaux d'assainissement, contribuant ainsi à leur saturation. Plusieurs initiatives pilotes menées en France (Plan Bleu du Val-de-Marne), en Pologne et au Portugal ont montré la faisabilité de leur réutilisation pour des usages tels que l'irrigation, l'arrosage des espaces verts ou le nettoyage des voiries. En France, le décret du 12 juillet 2024 relatif aux eaux impropres à la consommation humaine encadre désormais ces pratiques et autorise l'utilisation des eaux de piscines (pédiluves, vidange, nettoyage des filtres) pour le nettoyage et l'arrosage urbain. Ces pratiques favorisent l'infiltration de l'eau dans les sols, ce qui soulève des interrogations quant à leurs effets sur l'environnement.

En effet, la réutilisation des eaux de piscines ne peut être envisagée sans précautions en raison de la diversité des contaminants qu'elles contiennent. Plus d'une centaine de composés ont déjà été identifiés [3], incluant des sous-produits de désinfection (trihalométhane, trichloramines, acides haloacétiques...), mais également des filtres UV, des parabènes, des résidus médicamenteux, des drogues illicites, des microplastiques et des contaminants biologiques [4,5]. Il apparaît donc nécessaire d'étudier les impacts hydrodynamiques, physico-chimiques et biologiques de l'infiltration de ces eaux sur les écosystèmes.

Cette communication propose une approche globale visant à évaluer le potentiel de réutilisation des eaux de piscines au sein de l'Eurométropole de Strasbourg. Dans un premier temps, un diagnostic des ressources à l'échelle du territoire est réalisé afin d'évaluer leur disponibilité et leur qualité. Dans un second temps, les premiers résultats d'un dispositif expérimental d'infiltration seront présentés. Ce dispositif permet de suivre les impacts hydrodynamiques et bio-physico-chimiques afin de mieux comprendre les processus et les mécanismes du continuum occupation du sol - sol - nappe phréatique et d'évaluer les impacts de l'infiltration des eaux de piscines. L'objectif final est de fournir aux collectivités locales des éléments d'aide à la décision dans le cadre de projets portant sur la réutilisation des eaux de piscines en milieu urbain.

1.1 Enjeux de la valorisation des eaux de piscines à l'échelle du territoire

L'Eurométropole de Strasbourg compte neuf piscines publiques sur son territoire. Cette étape a pour objectif de caractériser les eaux issues de l'ensemble de ces équipements. Pour atteindre cet objectif, l'approche mise en œuvre combine deux dimensions. La première est quantitative, reposant sur des mesures hydrologiques permettant d'estimer la disponibilité des flux d'eau. La seconde est qualitative, fondée sur des analyses à spectre large par spectrométrie de masse haute résolution, capables de caractériser finement la composition chimique des eaux et de détecter la présence éventuelle de polluants émergents.

1.2 Suivi expérimental de l'infiltration des eaux de piscines

Pour approfondir la compréhension de l'impact de l'infiltration des eaux de piscines, un dispositif basé sur des colonnes de sol a été mis en place (**Figure 1**). Cette expérimentation permet d'étudier simultanément plusieurs paramètres : l'occupation du sol (dispositif d'infiltration végétalisé, non végétalisé, parking perméable), la nature des sols (selon la diversité géologique de l'Eurométropole de Strasbourg) ainsi que la saturation en eau (simulant différents niveaux piézométriques).

Les suivis réalisés fournissent des données hydrodynamiques via différents capteurs intégrés au dispositif, tandis que des analyses bio-physico-chimiques seront effectuées par spectrométrie de masse haute résolution à l'aide de différentes matrices (eaux, sols, végétaux) afin de réaliser une caractérisation fine et de permettre l'identification de polluants susceptibles d'affecter les écosystèmes.

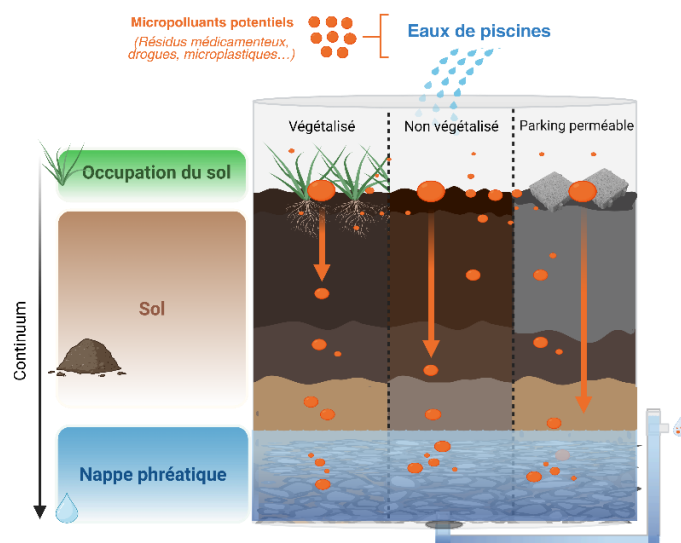


Figure 1 : Dispositif expérimental d'infiltration

Références :

- [1] Negm, A.M., Omran, E.S.E., Abdel-Fattah, S. (2018). Update, conclusions, and recommendations for the "Unconventional Water Resources and Agriculture in Egypt". Unconventional Water Resources and Agriculture in Egypt. Springer, Cham, pp. 509–532.
- [2] Angelakis, A. N., Tchobanoglous, G., Capodaglio, A. G., et al. (2024). The Importance of Nonconventional Water Resources under Water Scarcity. Water 2024, 16, 1015.
- [3] Teo, T. L., Coleman, H. M., Khan, S. J. (2014). Chemical contaminants in swimming pools : Occurrence, implications and control. Environment International, 76, 16-31.
- [4] Drdanová, A. P. et al. (2025). Comprehensive analysis of pharmaceutical and illicit drugs contamination in thermal swimming pools: Occurrence, distribution, and potential impact. Environ. Pollut. 368, 125775
- [5] Poćwiardowski, W. (2023). The potential of swimming pool rinsing water for irrigation of green areas : a case study. Environmental Science and Pollution Research, 30(19), 57174-57177.

Wildfires increase the molecular heterogeneity of soil dissolved organic matter across Mediterranean-climate type forest ecoregions

Jingyi ZENG^a, Kathleen Murphy^b, Carlos Afonso^c, Marie Hubert-Roux^c, Yingying Xiang^d, Jean-Philippe Croué^{a*}

^a *Université de Poitiers, Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS), Institut de Chimie des Milieux et des Matériaux de Poitiers (IC2MP) UMR 7285, 86000 Poitiers, France*

^b *Architecture and Civil Engineering, Chalmers University of Technology, 41296 Gothenburg, Sweden*

^c *Université de Rouen Normandie, INSA Rouen Normandie, Université de Caen Normandie, ENSICAEN, CNRS, Institut CARMEN UMR 6064, 76821 Mont-Saint-Aignan Cedex, France*

^d *School of Civil and Environmental Engineering, Georgia Institute of Technology, Atlanta, 30332 Georgia, United States*

Auteur correspondant : jean.philippe.croue@univ-poitiers.fr

Key words: wildfire, soil, pyrogenic dissolved organic matter, molecular transformation, disinfection byproducts.

Abstract

Wildfires are increasing in frequency, scale, and severity in recent decades and are associated with anthropogenic warming and more frequent droughts [1-3]. Wildfires consume the terrestrial organic matter (e.g., soil organic layers) to emit large amounts of greenhouse gases and produce solid combustion residues [4]. These solid residues, collectively termed pyrogenic organic matter (PyOM), can alter water quality following rain events that mobilize their soluble fraction (i.e., pyrogenic dissolved organic matter (PyDOM)) into nearby surface waters [4, 5]. Unlike controlled laboratory combustion, wildfires typically burn at mixed intensities across landscapes, and fire regimes vary across ecosystems. During transport through soil, PyDOM quantity and composition are further linked to soil properties and forest ecoregion, and exhibit variable abundances of pyrogenic condensed aromatic organics (CAOs) and nitrogen heterocyclic compounds [3, 6]. All of these shaped the bulk DOM pool in the natural environment and propagate to water utilities' intakes. The fire-modified DOM can thus increase disinfection byproduct (DBP) formation [7]. It is essential to assess the post-fire alterations in the quality and composition of DOM in soils derived from different forest ecoregions, and gauge their implications for drinking water production.

In this study, the influence of soil from various Mediterranean-type forest ecoregions during wildfires on the quality of PyDOM extracts was investigated. The topsoil samples, including burned soils or ash (soil = 9, ash = 1) and their unburned counterparts (n = 5), were collected from six forest regions in three countries: Argeles-mer-sur (France), Gigean (France), Altos de Cantilliana Reserve (Chile), Santa Juana (Chile), Mont Bold Reservoir (Australia), and Hickman Creek Weir (Australia). PyDOM and unburned DOM were extracted from these solids with ultrapure water, and subsequently filtered through 0.7 µm glass fiber membrane and 0.22 µm PVDF membrane. A series of analyses were further conducted to characterize soil PyDOM, including: 1) basic water chemical-physical parameters (e.g., DOC, major anions, pH, and conductivities), 2) optical DOM properties and fluorescence components using UV/Fluorescence with parallel factor analysis (PARAFAC), and 3) molecular characteristics and wildfire-induced transformations of soil DOM using Fourier transform ion cyclotron resonance mass spectrometry (FT-ICR MS). The disinfection byproduct formation (THM₄, HAA₅, HAN₉, Dalapon acid and HAcAm₂) was also evaluated by chlorinated unburned and burned soil DOM leachates.

Overall, burned soil samples contained higher leachable organic carbon (0.24 – 1.94 mg/g-solids) and organic nitrogen (15.41 – 99.09 µg/g-solids) compared to leachates of soils from unaffected-fire regions (0.22 – 1.37 mg/g-solids in DOC, and 0.15 – 18.33 µg/g-solids). Higher pH, conductivity and anion content (i.e., sulfate and phosphate) were observed in burned soil leachates which could be attributed to the thermal degradation of soil organic matter. SUVA₂₅₄ values (a proxy of aromaticity) in soil PyDOM were generally lower than unburned soil leachates, except for soils collected from the Altos de Cantilliana Reserve (Chile) post-fire region. Leaching experiments conducted with samples collected from Hickman Creek Weir (Australia), indicated that grey-ash water extracts showed higher SUVA₂₅₄ (6.37 L·mg⁻¹·m⁻¹) than burned soil leachates (4.66 L·mg⁻¹·m⁻¹), a finding that can be attributed to areas subjected to different fire severity. E2:E3 ratio, an indicator of DOM molecular weight (MW), did not shift significantly in all burned soil leachates comparing to solutions prepared with their corresponding unburned soils. Fluorescence indices (e.g., humification index) and distributions of PARAFAC fluorescent components varied by the soil sampling location; yet only one terrestrial humic-like component generally produced by the photochemical degradation of terrestrial materials decreased its abundance in soil PyDOM. However, the molecular composition of PyDOM varied across sampling sites and consistently showed the generation of oxidized and unsaturated compounds with higher aromaticity and lower MW. Wildfire burning also generated large amounts of newly heterocyclic N compounds with lower O/C ratios (< 0.5). Simultaneously, among the 1000 pyrogenic Condensed Aromatics (CAs) identified, 213 were commonly found across all PyDOM samples. The ash leachate, however, contained the highest number of unique CAs (n = 57) and might be attributed to origin from aboveground vegetation. The few halogenated organic species observed in the non-burned soil were not detected in the pyDOM, possibly mineralized or volatilized during wildfire. Chlorination of the water-soluble fraction of all burned soils led to elevated formation of nitrogenous DBPs, in agreement with the generation of heterocyclic organic N structures. In contrast, carbonaceous DBPs and total DBP yields varied by soil origin.

Our findings reveal chemical heterogeneity in PyDOM from wildfire-affected soils across different Mediterranean-climate type forest ecoregions. These alterations may pose challenges to drinking water production in fire-affected areas.

Références :

- [1] X. CAO, S. LI, H. HUANG, et al. Wildfire impacts on molecular changes of dissolved organic matter during its passage through soil [J]. *Environmental Science & Technology*, 2024, 58(26): 11436–11446.
- [2] J. P. VANDERROEST, J.A. FOWLER, C. C. RHOADES, et al. Fire Impacts on the Soil Metabolome and Organic Matter Biodegradability [J]. *Environmental Science & Technology*, 2024, 58(9): 4167-4180.
- [3] M.I. HASAN, N. SINHA, B. SONMEZ BAGHIRZADE, et al. Wildfires in Alaskan Boreal Forests Release Elevated Levels of Polyaromatic Hydrocarbon [J]. *Environmental Science & Technology*, 2025, 59(21): 10434-10444.
- [4] A. S. WOZNIAK, S. MITRA, A. I. GORANOV, et al. Effects of environmental aging on wildfire particulate and dissolved pyrogenic organic matter characteristics [J]. *ACS Earth and Space Chemistry*, 2023, 8(1): 104-118.
- [5] J.A. MOODY, R. A. SHAKESBY, P. R. ROBICHAUD, et al. Current research issues related to post-wildfire runoff and erosion processes [J]. *Earth-Science Reviews*, 2013, 122: 10-37.
- [6] H. CHEN, A. T. CHOW, X. LI, et al. Wildfire Burn Intensity Affects the Quantity and Speciation of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Soils [J]. *ACS Earth and Space Chemistry*, 2018, 2(12): 1262-1270.
- [7] P.T. JUSTEN, E.K. JAYNES, C. A. BEAVERS, et al. Impact of wildland-urban interface wildfires on drinking water: Urban structural ash is a source of precursors for toxic disinfection byproducts [J]. *Environmental Science & Technology*, 2025, 59(27): 14030-14040.



Session

PFAS 1



Electrochemical oxidation of PFAS in membrane concentrates: performance evaluation on BDD electrodes and transformation insights from FT-ICR MS

Meng Jiao^a, Marie HUBERT-ROUX^b, Carlos Afonso^b, Christophe Coutanceau^a, Jean-Philippe Croué^{a*}

^a*Institute de Chimie des Milieux et des Matériaux de Poitiers (IC2MP), UMR 7285, CNRS, University of Poitiers, Poitiers 86000, France.*

^b*Chimie Organique Bioorganique: Réactivité et Analyse (COBRA), UMR 6014, CNRS, University of Rouen, Mont Saint Aignan 76821, France.*

Corresponding author : jean.philippe.croue@univ-poitiers.fr

Keywords: PFAS, electrochemical oxidation, boron-doped diamond, membrane concentrate, FT-ICR MS.

1. Abstract

Per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs) are highly persistent and bioaccumulative compounds that pose significant environmental and health risks [1]. Membrane separation processes, such as nanofiltration (NF) and reverse osmosis (RO), can efficiently concentrate PFASs from the aqueous phase, yet the treatment of the resulting PFAS-enriched concentrates remains a critical challenge [2]. Electrochemical oxidation (EO) using boron-doped diamond (BDD) electrodes has emerged as a promising strategy for the destruction of PFASs through direct and indirect oxidation pathways [3,4].

In this study, we investigated the degradation behavior of PFASs in real NF and RO concentrates collected from full-scale membrane systems. Two electrode configurations, BDD/BDD and BDD/Pt, were evaluated to assess the effect of electrode composition on PFAS removal and transformation. Process performance was monitored by measuring total organic carbon (TOC), extractable organic fluorine (EOF), and individual PFAS concentrations. Complementary characterization of unknown transformation products was achieved by high-resolution Fourier transform ion cyclotron resonance mass spectrometry (FT-ICR MS), which enabled molecular-level elucidation of PFAS degradation pathways and product formation.

Electrochemical oxidation led to substantial decreases in both TOC (–70%) and EOF (–40%), indicating extensive mineralization and partial defluorination of PFASs and coexisting organic constituents in the concentrates. Target analysis revealed 40–90% removal of individual PFASs, depending on chain length and functional group. Carboxylic acid–type PFASs degraded more rapidly than sulfonic acid–type compounds, highlighting the influence of molecular structure on electrochemical reactivity. The time-resolved data showed a progressive decline of long-chain PFASs and a transient increase in short-chain analogues, suggesting a stepwise chain-shortening degradation mechanism. Comparative tests demonstrated that the BDD/Pt configuration exhibited higher overall degradation efficiency than the BDD/BDD system (Figure 1). The enhanced performance was attributed to the catalytic activity of Pt, which promotes the generation of hydroxyl radicals and accelerates oxidative decomposition. However, BDD/BDD electrodes provided a more stable operation with consistent degradation kinetics and lower risk of surface fouling.

FT-ICR MS analysis offered unprecedented insights into PFAS transformation during EO treatment. Distinct regions of the mass spectral space were assigned to common intermediates detected under both electrode systems, indicating shared degradation routes, whereas unique product ions were observed for each configuration, suggesting electrode-dependent transformation mechanisms (Figure 2). These observations confirm that both electrode material and PFAS molecular structure play decisive roles in determining degradation kinetics and product evolution.

Overall, this study demonstrates the effectiveness of BDD-based electrochemical oxidation for the treatment of PFAS-enriched membrane concentrates. The combined application of bulk chemical monitoring (TOC, EOF, target PFASs) and FT-ICR MS molecular characterization provides a comprehensive understanding of PFAS degradation and transformation mechanisms. These findings contribute to the mechanistic basis for optimizing electrochemical treatment systems and highlight the potential of BDD electrodes for sustainable remediation of persistent PFAS pollution in real water matrices.

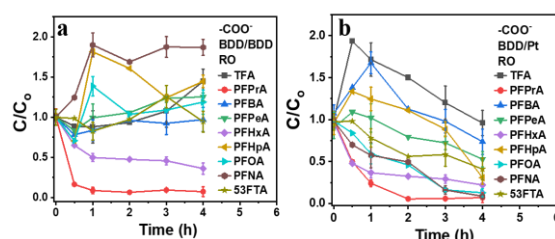


Figure 1 : Electrochemical degradation of PFASs in RO concentrate using BDD-based electrodes. (a) BDD/BDD; (b) BDD/Pt.

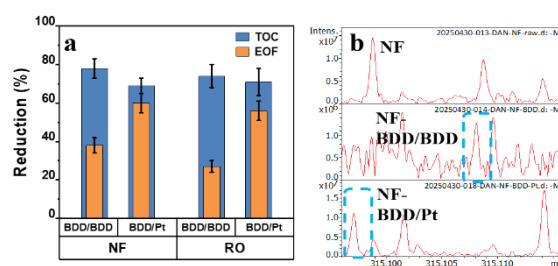


Figure 2 : Overall removal performance and molecular-level characterization of electrochemical degradation of PFASs. (a) TOC and EOF reduction efficiencies under BDD/BDD and BDD/Pt systems. (b) Electrode-specific products detected after BDD/BDD and BDD/Pt treatment.

Références :

- [1] Panieri, E., Baralic, K., Djukic-Cosic, D., et al. PFAS Molecules: A Major Concern for the Human Health and the Environment. *Toxics*, 2022, 10(2).
- [2] Ali, S., Wang, R.N., Huang, H.O., et al. Per- and polyfluoroalkyl substance separation by NF and RO membranes: a critical evaluation of advances and future perspectives. *Environmental Science-Water Research & Technology*, 2024, 10(9), 1994-2012.
- [3] Xu, X., Li, Y., Vo, P.H.N., et al. Electrochemical advanced oxidation of per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs): Development, challenges and perspectives. *Chemical Engineering Journal*, 2024, 500.
- [4] Smith, S.J., Lauria, M., Ahrens, L., et al. Electrochemical Oxidation for Treatment of PFAS in Contaminated Water and Fractionated Foam? A Pilot-Scale Study. *Acs Es&T Water*, 2023, 3(4), 1201-1211.

Coupling nanofiltration and highly effective and stable membranes for electro-oxidation of persistent pollutants in water

João Henrique Barbosa Pinton*, Julie Mendret, Mikhael Bechelany

Institut Européen des Membranes, Université de Montpellier, France

Corresponding author: joao.barbosa-pinton@umontpellier.fr

Keywords: PFAS, electro-oxidation, Titanium Suboxide, Reactive Electrochemical Membrane, nanofiltration.

1. Introduction

Per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS) are persistent contaminants widely found in water. Their strong C-F bonds confer high thermal and chemical stability, limiting degradation by conventional treatment methods and earning them the label “forever chemicals” [1]. Their persistence and associated environmental and health impacts have raised global concern [2]. Techniques such as adsorption and membrane separation can remove PFAS from water but do not degrade them [3]. This work proposes coupling nanofiltration (NF), used to concentrate PFAS, with electro-oxidation (EO), responsible for their degradation. The approach focuses on developing TiO_x (Magnéli phase) electrocatalytic anodes to reduce treated volume, enhance degradation efficiency, and improve energy performance.

2. Materials and Methods

2.1. Pre-concentration by Nanofiltration

Nanofiltration is used as a preliminary step to reduce the volume to be treated and increase PFAS concentration, making electro-oxidation more energetically viable and improving degradation kinetics. The filtration unit is the Mexplorer pilot (NX Filtration) equipped with the MP025-0300 dNF40 module. This membrane consists of hollow nanofibers with an active area of 0.050 m² in an inside-out configuration, where the feed flows through fibers of 0.7 mm internal diameter and the permeate diffuses radially through the wall. It has a MWCO of approximately 400 Da. The system allows precise control of TMP and cross-flow velocity, enabling optimization of permeate flux and filtration performance.

2.2. Synthesis of TiO_x Reactive Electrochemical Membranes (REM)

The process begins with the preparation of the porous titanium substrate (2.5 mm thickness, 35% porosity, 50–100 nm pore size). For the first layer, a TiO_x powder mostly composed of Ti₃O₅ (average particle size 1 μm) is mixed with a binder to ensure mechanical cohesion during slurry deposition and drying, and a dispersant is added to reduce particle agglomeration. These steps ensure the mechanical integrity of the REM. For the second, active layer, a finer TiO_x powder is used. The slurry is prepared with a rheology modifier to obtain a uniform spread during spin coating, producing a dark, low-viscosity suspension suitable for thin-layer deposition. Between the two depositions, the assembly undergoes thermal treatment in a tubular furnace under high-purity argon to ensure mechanical robustness.

3. Preliminary results

X-ray diffraction confirmed the formation of the intended phases. For TiO_x, the original powder composition was preserved, exhibiting characteristic peaks of Ti₃O₅ (marked as 3) and Ti₄O₇ (marked as 4), as shown in Figure 1a. Preliminary electrochemical degradation tests were performed using acetaminophen as a model target on 4 cm² samples. At a current density of 10 mA/cm², approximately 50% degradation efficiency was achieved after 1.5h of electrochemical treatment, as shown in Figure 1b. This performance indicates that the TiO_x anodes are electrochemically active and capable of removing pollutants. All degradation tests were conducted using the same TiO_x electrode, suggesting its potential for repeated use without significant loss of activity.

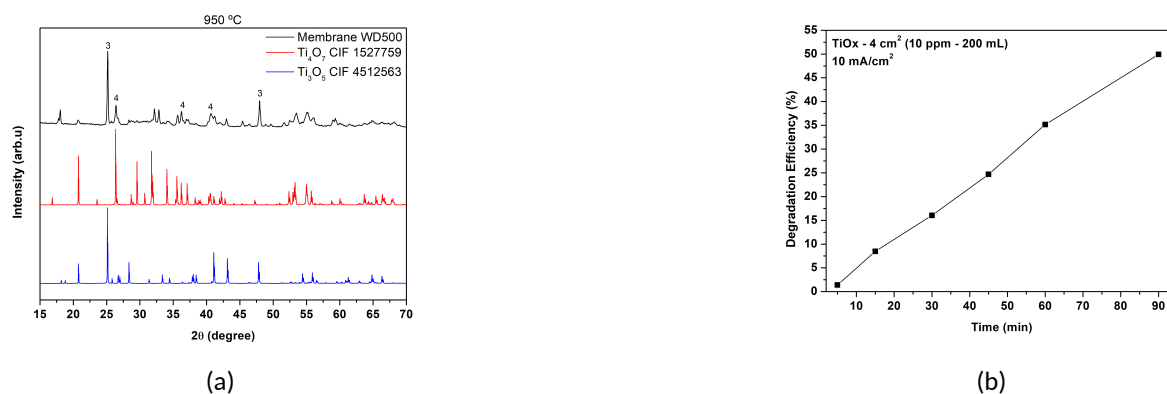


Figure 1: (a) XRD pattern of thermally treated TiO_x. The red and blue reference lines correspond to CIF 1527759 (Ti₄O₇) and CIF 4512563 (Ti₃O₅), respectively. (b) Degradation of acetaminophen at 10 mA/cm² using a 2 × 2 cm TiO_x sample in 200 mL of a 10 ppm solution, reaching ~50% removal after 1.5 h of electrochemical treatment.

4. Conclusions

The results confirm the potential of the developed material as an electrocatalytic anode/REM for advanced oxidation processes in water treatment. Structural analysis verified the formation of the expected phases, and preliminary degradation tests demonstrated its electrochemical activity toward persistent pollutants. Coupling NF and EO enables the concentration and degradation of such compounds, reducing energy demand and effluent volume. In the next stages, the electrodes will be applied to PFAS degradation in real and synthetic solutions, along with studies on stability and degradation mechanisms. This work therefore contributes to advancing water purification strategies aligned with environmental and public-health demands.

5. Future Perspectives

Future studies on TiO_x will focus on its application for PFAS degradation. Using synthetically contaminated solutions, tests will evaluate degradation efficiency and electrode stability over multiple cycles to assess durability and reusability in water-treatment conditions. In addition to synthetic matrices, experiments with PFAS-contaminated drinking water will be carried out to assess performance under real conditions. Further work will investigate degradation mechanisms and by-product formation to identify pathways leading to complete PFAS mineralization. Together, these studies aim to enhance the physicochemical and catalytic properties of TiO_x anodes and support the development of sustainable water-treatment technologies aligned with environmental and public health demands.

References

- [1] J. Glüge, M. Scheringer, I. T. Cousins, J. C. DeWitt, G. Goldenman, D. Herzke, R. Lohmann, C. A. Ng, X. Trier, and Z. Wang. An overview of the uses of per- and polyfluoroalkyl substances (pfas). *Environ. Sci. Process. Impacts*, 22:2345–2373, 2020.
- [2] S. Y. Wee and A. Z. Aris. Environmental impacts, exposure pathways and health effects of pfoa and pfos. *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, 267:115663, 2023.
- [3] Y.-L. Liu and M. Sun. Ion exchange removal and resin regeneration to treat per- and polyfluoroalkyl ether acids and other emerging pfas in drinking water. *Water Res.*, 207:117781, 2021.

Rétention des PFAS dans des effluents industriels par nanofiltration et osmose inverse

Guillaume DERUY^{a,b,*}, Mathias MONNOT^a, Renaud PEYRE DE FABREGUES^b, Marc HENRY^c, François CHEVREUL^c, et Philippe MOULIN^a

^aAix Marseille Univ, CNRS, Centrale Med, M2P2, EPM, Marseille, France

^bSéché Environnement, Département recherche, 1425 Av. Charles de Gaulle, 01150 Saint-Vulbas, France

Auteur correspondant : guillaume.deruy@etu.univ-amu.fr

Mots-clés : PFAS, Osmose inverse, Nanofiltration fibres creuses, eaux usées industrielles

1. Introduction

Les substances per- et polyfluoroalkylées (plus connues sous l'acronyme PFAS) sont des molécules organofluorées caractérisées par la présence d'un groupe alkyle d'atomes de carbone totalement per- ou partiellement polyfluorés à une extrémité, l'autre étant un groupe fonctionnel varié (carboxylique, sulfonique, sulfonamide, alcool, iodure, alcène) [1, 2]. Leur inertie chimique et thermique, combinée à leurs effets nocifs sur la santé, leur ubiquité et de nouvelles normes de traitement expliquent l'intérêt de développer des procédés de traitement [2, 3, 4, 5]. L'objectif de cette étude est de réaliser, avant un procédé d'oxydation, la concentration des PFAS par des procédés membranaires dans des eaux usées industrielles contenant des PFAS pouvant déjà être fortement concentrés (plusieurs mg.L⁻¹). Deux eaux usées réelles sont traitées, une eau de ruissellement industrielle (« eau de voirie », $\Sigma_{21}\text{PFAS}=136 \mu\text{g.L}^{-1}$, dont 128 $\mu\text{g.L}^{-1}$ de TFA) et une eau souterraine (« eau de nappe », $\Sigma_{21}\text{PFAS}=90 \mu\text{g.L}^{-1}$, dont 69 $\mu\text{g.L}^{-1}$ de TFA) impactées par des PFAS dans des mousses anti-incendie. La rétention de l'acide trifluoroacétique (TFA) par osmose inverse ou par nanofiltration, en particulier de géométrie fibres creuses [6, 7] sera particulièrement étudiée.

2. Matériel et méthode

Un pilote de nanofiltration Mexplorer® NX Filtration équipé d'une membrane de nanofiltration fibre creuse dNF40 MP025 a été utilisé pour filtrer plusieurs PFAS (acide perfluorooctanoïque PFOA, acide perfluorobutanoïque PFBA, acide perfluoropentanoïque PFPeA) en solution à 30 mg.L⁻¹ dans de l'eau ultrapure. La membrane présente une couche active constituée de polyélectrolytes assemblés couche par couche, avec un seuil de coupure de poids moléculaire de 400 Da. Un pilote d'osmose inverse (Osmonics SG) équipé d'une membrane plane (Veolia AD) a été utilisé pour filtrer le TFA, PFBA, PFPeA, ou le PFOA et un mélange de 9 PFAS (PFBA, PFPeA, PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA, PFuNDA, PFBS, Gen-X), à des concentrations entre 7 et 60 mg.L⁻¹ dans de l'eau ultrapure. Les eaux usées réelles ont été filtrées avec les mêmes paramètres opératoires que la filtration des PFAS dans l'eau ultrapure. Des mesures de perméabilité à l'eau ont été réalisées entre les filtrations pour valider la régénération des membranes. Afin d'évaluer directement ou indirectement la rétention, les PFAS ont été analysés par chromatographie LC-MS/MS et des mesures du carbone organique total (COT) et de la conductivité ont été faites.

3. Résultats

Dans le cas de mélange en eau ultrapure, pour la nanofiltration, après stabilisation du flux de perméation, on observe une rétention comprise entre 63 % et 90 % selon le PFAS. Les PFAS à longue chaîne (80-90 %) sont mieux retenus que les PFAS à courte chaîne (50-65 %). Par osmose inverse et du fait de la phase de concentration en amont de la membrane, le TFA fait l'objet d'une rétention initiale de 90,8 %, qui

augmente et se stabilise à 95 %. Le PFBA présente une rétention qui augmente également, de 95 à 98 %. Les autres PFAS montrent une rétention constante, comprise entre 98 % et 99,99 %. Les 9 PFAS en cocktail ont montré des rétentions comprises entre 96,7 % et 99,9 % pour l'ensemble des PFAS. Les PFAS ont été légèrement mieux retenus en cocktails que tout seuls, du fait d'un potentiel blocage des pores par les PFAS à longue chaîne [8]. Concernant les eaux usées réelles, l'osmose inverse a permis une rétention de 97 % (eau de voirie) et 99,7 % (eau de nappe) de l'ensemble des 15 PFAS analysés. Le TFA a été retenu respectivement à 99,6% et 99,7 %. La rétention plus faible des PFAS dans l'eau de voirie peut être liée à la conductivité élevée de l'effluent (14,29 mS.cm⁻¹). La nanofiltration a montré des rétentions des PFAS comprises entre 70 % et 98,5 % pour l'eau de nappe, et entre 40 % et 98,7 % pour l'eau de voirie. Le TFA a présenté une rétention de 70,5 % dans l'eau de nappe, contre 37,2 % pour l'eau de voirie. La rétention des PFAS par nanofiltration a été plus faible dans les eaux usées réelles que dans l'eau ultrapure, là où l'osmose inverse a été peu impactée par le type d'eau traitée.

4. Conclusion

Comme attendu, l'osmose inverse a montré de meilleurs résultats que la nanofiltration à fibres creuses pour la rétention des PFAS de plus petite taille. Ces résultats permettent de confirmer l'intérêt de l'osmose inverse pour concentrer aussi bien les effluents synthétiques qu'industriels avant oxydation à l'inverse de la nanofiltration.

Références

- [1] B. LEGUBE, Production d'eau potable, Procédés de traitement, paramètres de qualité et impacts du changement climatique, 10/2021., 2E édition, Dunod, 434 p
- [2] S. BARISCI, R. SURI, Occurrence and removal of poly/perfluoroalkyl substances (PFAS) in municipal and industrial wastewater treatment plants, Water Science and Technology, 09/11/2021, Vol 84, No 12
- [3] STOCKHOLM CONVENTION ON PERSISTENT ORGANIC POLLUTANTS (POPS), The 16 New POPs, An introduction to the chemical added to the Stockholm Convention as Persistent Organic Pollutants by the Conference of the Parties, 05/2017.
- [4] European Union, EUR-Lex, Directive (EU) on the quality of water intended for human consumption (recast), 16/12/2020
- [6] A. SAFULKU, T.Y. CATH, B. TAJDINI, M. BOYD, R.P. HUEHMER, C. BELLONA, Rejection of perfluoroalkyl acids by nanofiltration and reverse osmosis in a high-recovery closed-circuit membrane filtration system, Separation and Purification Technology, 1 December 2023, Volume 326, 124867
- [7] Q. MA, Q. LEI, F. LIU, Z. SONG, B. KHUSID, W. ZHANG, Evaluation of commercial nanofiltration and reverse osmosis membrane filtration to remove per-and polyfluoroalkyl substances (PFAS): Effects of transmembrane pressures and water matrices, Water Science and Technology, 30/01/2024, Vol 96, Issue 2
- [8] X. HANG, X. CHEN, J. LUO, W. CAO, Y. WAN., Removal and recovery of perfluorooctanoate from wastewater by nanofiltration, Separation and Purification Technology, 05/05/2015, Volume 145, Pages 120-129.

Étude de la dégradation électrochimique des PFAS dans l'eau

Jiaxin YANG^{a*}, Marc CRETIN^a, Stella LACOUR^a, Christine ENJALBAL^b, Eddy PETIT^c, Guillaume CAZALS^c

^a*Institut Européen des Membranes (IEM), Université de Montpellier, Montpellier, France*

^b*Institut des Biomolécules Max Mousseron (IBMM), Université de Montpellier, Montpellier, France*

^c*Plateforme d'Analyse et de Caractérisation (PAC), Université de Montpellier, Montpellier, France*

**Jiaxin.yang@umontpellier.fr*

Mots-clés : PFAS, dégradation électrochimique, LC-MS/MS.

1. Introduction

Les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAS), aussi appelées "produits chimiques éternels", constituent un groupe important de plus de 4700 composés synthétiques. Elles sont largement utilisées dans les applications industrielles et domestiques en raison de leurs propriétés hydrophobes et lipophobes¹. Cependant, leur grande stabilité chimique grâce à la forte énergie de leur liaison C–F, rend leur élimination difficile, entraînant une accumulation croissante dans l'environnement, notamment dans les sols, les eaux et les organismes vivants². Leur présence ubiquitaire dans l'environnement ainsi que leur persistance soulèvent des préoccupations croissantes pour la santé publique et les écosystèmes. Le perfluorooctanoate (PFOA) fait partie des composés PFAS les plus étudiés. Cet acide perfluorocarboxylique à 8 atomes de carbone se distingue par sa grande stabilité chimique, qui lui donne une grande persistance dans l'environnement. En raison de cette stabilité, il s'accumule dans les organismes vivants, notamment dans le sang, le foie et les reins. L'exposition au PFOA a été associée à divers effets potentiels sur la santé humaine, tels que des atteintes hépatiques, rénales et thyroïdiennes, ainsi qu'à un risque accru de certains cancers³. Malgré les restrictions croissantes, il reste encore produit et utilisé dans certaines industries, et est fréquemment détecté dans les eaux usées, les eaux de surface et l'eau potable⁴. Face à ces risques sanitaires, l'Agence américaine de Protection de l'Environnement (EPA) a fixé en 2016 une valeur guide particulièrement stricte de 0,07 µg·L⁻¹ pour les PFAS les plus courants, notamment le perfluorooctanoate (PFOA) et le perfluorooctane sulfonate (PFOS), dans l'eau potable⁵. Plus récemment, en 2025⁶, cette limite a été révisée à 4 ng·L⁻¹ pour le PFOA. Dans le même esprit, la législation européenne a également établi des seuils très contraignants, fixant à 0,1 µg·L⁻¹ la concentration maximale pour la somme de 20 PFAS fréquemment détectés (tels que le PFOA, le PFOS, le PFBS ou le PFBA), et à 0,5 µg·L⁻¹ la limite totale pour l'ensemble des PFAS⁷. Avec des normes réglementaires de plus en plus strictes, la fiabilité analytique est essentielle pour la surveillance et le traitement des PFAS. Il est donc important d'une part d'abaisser les limites de détection et d'autre part de contrôler la contamination et la perte d'échantillons lors des manipulations et des analyses, afin d'assurer la pertinence des résultats. Dans ce contexte, l'objectif de cette étude est d'évaluer la dégradation du PFOA dans l'eau par électro- oxydation et de développer des méthodes analytiques sensibles et fiables, permettant d'identifier et de quantifier les sous- produits de dégradation à de très faibles teneurs.

2. Méthode

Plusieurs approches ont été développées pour traiter la contamination de l'eau par les PFAS. L'électro- oxydation (EO) se distingue par son efficacité, sa flexibilité et son potentiel d'application à grande échelle. Ce procédé repose sur l'application d'un courant électrique pour générer des espèces oxydantes puissantes, telles que les radicaux hydroxyles qui sont capables de rompre les liaisons C–F⁸. Dans notre étude, le PFOA est dégradé dans l'eau à l'aide d'une anode en diamant dopé au bore (BDD) et d'une

cathode en titane supportant du platine (Ti/Pt). L'anode BDD a montré une résistance exceptionnelle à la dégradation dans des conditions chimiques, mécaniques et thermiques difficiles. Son utilisation pour l'électro- oxydation a été évaluée pour de nombreux micropolluants organiques ces dernières années, ce qui en fait un matériau particulièrement attractif pour le traitement des PFAS⁹. Ensuite, l'efficacité de la dégradation et l'évolution des concentrations de 6 sous-produits connus de plus courtes chaînes ont été suivies par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS), en utilisant un dispositif triple quadripolaire (QqQ) en raison de sa spécificité et sensibilité de détection en mode suivi de transition (MRM). Des analyses non ciblées ont également été effectuées par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem d'ultra haute résolution avec un analyseur de masse OrbitrapTM (LC-HRMS/MS), afin d'identifier d'éventuels sous-produits inconnus. Pour éviter la contamination croisée et la perte d'échantillons, plusieurs protocoles ont été mis en place comme le rinçage de la cellule de dégradation et l'injection d'une solution 50:50 (v:v) MeOH/H₂O avant et pendant chaque série d'analyses. Des tests d'adsorption ont aussi été effectués avec l'ensemble du matériel utilisé. Ces mesures ont permis de surveiller la contamination et de limiter la perte des échantillons. Enfin, les conditions analytiques ont été optimisées afin d'améliorer la résolution chromatographique et d'abaisser les limites de détection et de quantification (type de phase stationnaire, gradient, volume d'injection, ...).

3. Conclusion

Cette étude explore la dégradation du PFOA (PFAS à chaîne longue) dans l'eau par l'EO sur anode BDD. La stratégie analytique, combinant approches ciblées par LC- MS/MS et non ciblées par LC- HRMS/MS, a permis de suivre sa disparition et l'apparition de ses sous-produits (PFAS à chaîne courte et ultra-courte). Ces résultats apportent des informations importantes pour mieux comprendre les mécanismes de dégradation de ces polluants persistants et ainsi orienter le développement de méthodes de traitement de l'eau.

Références :

- [1] Bugsel, B.; Zweigle, J.; Zwiener, C. Nontarget Screening Strategies for PFAS Prioritization and Identification by High Resolution Mass Spectrometry: A Review. *Trends Environ. Anal. Chem.* **2023**, *40*, e00216.
- [2] Xu, S.; Zheng, Y.; Zhang, C.; Chen, F.; Song, Y.; Zhang, F.; Zhang, S.; Liu, P.; Meng, L.; Xu, L.; Wang, J.; Zhao, Y.; Yang, Z.; Shen, X. Review of Quality Control Measures of Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Water Using Liquid Chromatography-Mass Spectrometry: The Basis for Safe Utilization and Production. *Therm. Sci. Eng. Prog.* **2023**, *43*, 102012.
- [3] Gar Alalm, M.; Boffito, D. C. Mechanisms and Pathways of PFAS Degradation by Advanced Oxidation and Reduction Processes: A Critical Review. *Chem. Eng. J.* **2022**, *450*, 138352.
- [4] Zhuo, Q.; Deng, S.; Yang, B.; Huang, J.; Wang, B.; Zhang, T.; Yu, G. Degradation of Perfluorinated Compounds on a Boron-Doped Diamond Electrode. *Electrochimica Acta* **2012**, *77*, 17–22.
- [5] Drinking Water Health Advisories for PFOA and PFOS. *FACT SHEET* **2016**.
- [6] US EPA, O. *Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS)*. <https://www.epa.gov/sdwa/and-polyfluoroalkyl-substances-pfas>
- [7] *Treatment of drinking water to remove PFAS (Signal)*. <https://www.eea.europa.eu/en/european-zero-pollution-dashboards/indicators/treatment-of-drinking-water-to-remove-pfas-signal>
- [8] Mirabediny, M.; Sun, J.; Yu, T. T.; Åkermærk, B.; Das, B.; Kumar, N. Effective PFAS Degradation by Electrochemical Oxidation Methods-Recent Progress and Requirement. *Chemosphere* **2023**, *321*, 138109.
- [9] McBeath, S. T.; Serrano Mora, A.; Asadi Zeidabadi, F.; Mayer, B. K.; McNamara, P.; Mohseni, M.; Hoffmann, M. R.; Graham, N. J. D. Progress and Prospect of Anodic Oxidation for the Remediation of Perfluoroalkyl and Polyfluoroalkyl Substances in Water and Wastewater Using Diamond Electrodes. *Curr. Opin. Electrochem.* **2021**, *30*, 100865.



Session

Approches, outils et méthodes



Couplage de séries temporelles à long terme et d'analyses ponctuelles pour la caractérisation physico-chimique des eaux de ruissellement

Sarah POTREAU^a, Mathieu GAUTIER^{a*}, Damien TEDOLDI^a, Nicolas WALCKER^{a,b}, Denise BLANC^a

^aINSA Lyon, DEEP, UR7429, 69621 Villeurbanne, France

^bGRAIE, CS 52132, 69603 Villeurbanne, France

Auteur correspondant : mathieu.gautier@insa-lyon.fr

Mots-clés : Eaux de ruissellement, bassin industriel, suivi haute résolution, qualité physico-chimique, hydrologie urbaine.

1. Introduction

La gestion des eaux pluviales en milieu urbain et industriel représente un enjeu majeur pour la maîtrise des flux hydriques et des transferts de polluants vers le milieu récepteur [1]. Les eaux de ruissellement peuvent présenter une variabilité temporelle, liée à la succession de périodes sèches et humides, à la nature des surfaces imperméables et aux processus physico-chimiques de mobilisation des particules et des composés dissous [2].

En parallèle la désimperméabilisation et les solutions fondées sur la nature apparaissent de plus en plus en ville comme des solutions durables pour limiter les inondations et favoriser l'infiltration dans les sols. Mieux comprendre la variabilité des caractéristiques des eaux de ruissellement en milieux urbains apparaît nécessaire pour mieux appréhender les risques potentiels pour les sols et les eaux souterraines lors des processus d'infiltration. Pour mieux comprendre les processus susceptibles de s'établir, il apparaît important de mieux connaître les paramètres physico-chimiques et la distribution des contaminants dans ces eaux de ruissellement [3]. En complément des phases totalement dissoutes et des phases particulaires, il apparaît important de continuer à renseigner le rôle des phases colloïdales des eaux de ruissellement des milieux urbains [4].

2. Objectifs de l'étude

Ce travail vise à caractériser la variabilité des caractéristiques des eaux de ruissellement d'un bassin industriel instrumenté à partir de deux approches complémentaires :

- Un suivi temporel continu toutes les 2 minutes pendant 7 ans sur les paramètres pH, conductivité, turbidité et débit.
- Un suivi ponctuel de 9 épisodes pluviaux sur 11 mois pour obtenir des caractéristiques sur la distribution des éléments entre les phases dissoutes, colloïdales et particulaires dans ces eaux de ruissellement.

L'objectif est de mieux appréhender les risques liés à l'infiltration des eaux pluviales et de ruissellement, qui se développent très largement en milieu urbain.

3. Données et méthodologie

Cette étude s'inscrit dans les travaux menés par l'Observatoire de Terrain en Hydrologie Urbaine (OTHU). Elle porte sur un bassin industriel (Django Reinhardt) de 185 ha situé dans l'agglomération lyonnaise, dont les écoulements sont dirigés vers un ouvrage de gestion des eaux pluviales constituées d'un bassin de rétention et d'un bassin d'infiltration. Le site est équipé de plusieurs sondes mesurant en continu différents paramètres

hydrologiques et physico-chimiques (débit, turbidité, conductivité, pH), avec une fréquence d'acquisition de deux minutes. Ce dispositif de mesure offre une caractérisation détaillée des variations temporelles du ruissellement et de la qualité de l'eau à l'entrée de l'ouvrage.

Les données brutes acquises ont été analysées à leur pas de temps d'origine, sans agrégation préalable, afin de préserver la dynamique fine des signaux. Un contrôle qualité a été effectué pour détecter et supprimer les valeurs aberrantes. À partir de ces mesures collectées sur neuf années (de janvier 2017 à décembre 2024), les paramètres étudiés (débit, turbidité, conductivité et pH) ont été analysés conjointement pour identifier les comportements typiques des eaux de ruissellement selon les conditions hydrologiques, mettre en évidence d'éventuelles tendances saisonnières et interannuelles, et dégager une typologie des eaux de ruissellement propre au site étudié.

En complément de ce suivi continu, neuf épisodes pluviaux ont été échantillonnés sur une année par prélèvements ponctuels. Ces échantillons ont fait l'objet d'une caractérisation approfondie par ultrafiltration centrifuge visant à déterminer la distribution des éléments entre les phases dissoutes, colloïdale et particulaire. Cette approche complémentaire permet d'affiner la compréhension des mécanismes de transport des polluants dans les eaux de ruissellement. Les prélèvements ont été réalisés lors d'événements pluviaux représentatifs de différentes intensités et conditions saisonnières, afin de capturer la variabilité événements hydrologiques observées.

3. Résultats

Les premiers traitements des séries temporelles révèlent une saisonnalité prononcée des épisodes de ruissellement, plus fréquents et intenses en automne-hiver. Le pH varie entre 7,5 et 9, gamme dans laquelle les mécanismes de mobilisation des contaminants diffèrent significativement.

Les analyses des prélèvements ponctuels confirment que les contaminants sont majoritairement associés à la phase particulaire. Une attention plus particulière a été portée sur la fraction <0,45 µm plus susceptible d'être vecteur de transport dans les sols. Les résultats ont montré une distribution variable des métaux d'intérêt (Cu, Zn, Fe...) entre les phases totalement dissoutes, les petits et grands colloïdes. Ces résultats permettront d'établir une typologie des eaux de ruissellement spécifique au site et seront détaillés lors de la présentation.

4. Perspectives

Cette démarche pourra être transposée à d'autres sites instrumentés de l'OTHU dans la perspective d'une meilleure intégration des observations de terrain dans les stratégies de gestion durable des eaux urbaines.

Références :

- [1] J. Sage, E. Berthier, M.-C. Gromaire, *Stormwater management criteria for on-site pollution control: A comparative assessment of international practices*, Environmental Management, 56(1), 2015, pp. 66–80.
- [2] D. Wicke, A. Matzinger, H. Sonnenberg, N. Caradot, R.-L. Schubert, R. Dick, B. Heinzmann, U. Dünnebier, D. von Seggern, P. Rouault, *Micropollutants in Urban Stormwater Runoff of Different Land Uses*, Water, 13(9), 2021, 1312.
- [3] T. Grangeon, O. Cerdan, V. Landemaine, R. Vandromme, J.-F. Desprats, S. Salvador-Blanes, L.-T. Pak, Les observatoires du ruissellement : comprendre les processus pour améliorer les modélisations, La Houille Blanche, 106(6), 2020, pp. 7–16.
- [4] X. Du, H. Liang, X. Fang, S.S. Chen, J.Q. Li, Characteristics of colloids and their affinity for heavy metals in road runoff with different traffic in Beijing, China, Environmental Science and Pollution Research, 28, 2021, pp. 14146–14158.

Développement d'une modélisation systémique des ressources du bassin rennais pour anticiper les impacts du changement climatique

Luc AQUILINA^a, Bastien BOIVIN^a, Jean-Yves GAUBERT^b, Ronan GUILLOSSOU^c et Jean-Raynald DE DREUZY^a

^a *Observatoire des Sciences de l'Environnement de Rennes OSERen - Université de Rennes-CNRS, France*

^b *Société Publique Locale Eau du bassin rennais, Rennes, France*

^c *Collectivité Eau du bassin rennais, Rennes, France*

Auteur correspondant : luc.aquilina@univ-rennes.fr

Mots-clés : Ressources en Eau, approche systémique, modélisation.

1. Un système de production d'eau potable soumis au changement climatique

Le changement climatique génère de fortes modifications du cycle de l'eau continental. Le plus connu du grand public est l'augmentation des températures et le développement de sécheresses estivales [1]. Effectivement, on assiste à un élargissement de la période chaude et sèche estivale sur l'ensemble du territoire hexagonal. Moins bien perçu, le changement climatique est également à l'origine d'une modification de la répartition temporelle des précipitations. Leur diminution estivale se double d'une intensification hivernale. La résultante pour les eaux souterraines est incertaine car elle est très sensible à la fenêtre étroite de la période de recharge qui peut être affectée par ces deux processus antagonistes. Ces modifications créent de fortes tensions sur les territoires et posent de gros problèmes aux structures en charge de la gestion de la ressource en eau et la production d'eau potable. Elles leur imposent de sécuriser des réserves pour assurer la période estivale où les ressources sont plus limitées. Elles demandent également une anticipation plus importante et une conception plus agile des interactions entre leur différentes sources d'eau potable.

2. Les ressources du bassin rennais

Le territoire d'Eau du Bassin Rennais (EBR) comprend environ 500 000 personnes et inclut la métropole rennaise. EBR produit annuellement 26,5 millions de m³ d'eau à partir d'un total de 16 ressources (Fig. 1). Un tiers de ces ressources sont des eaux souterraines mais la majorité provient de prélèvements de surface. En particulier, le système est organisé autour de deux barrages et d'un système de drains situés à environ 40 km de Rennes. Ces trois points de production jouent des rôles différents le barrage le plus au nord ayant une durée de remplissage très courte joue un rôle de distribution courante tandis que le barrage situé à l'Ouest constitue un point de réserve pour la période estivale. Ce dernier point peut être soutenu durant l'hiver par un prélèvement dans une rivière dynamique, le Meu. Les années très sèches de ces dernières années ont conduit Eau du Bassin Rennais à modifier sa gestion des ressources et solliciter les chercheurs pour appuyer leurs modes de gestion.

3. La chaire Eau et territoires de la fondation de l'Université de Rennes

Eau du Bassin Rennais a apporté son soutien à une démarche de recherche concrétisée sous la forme d'une chaire de la fondation de l'Université de Rennes intitulée « Eaux et territoires ». Cette chaire qui rassemble une équipe de numériciens, d'hydrologues et de modélisateurs a fonctionné pour une première saison entre 2019 et 2023 et a débuté une seconde saison en 2024 jusqu'en 2028. La première phase a modélisé précisément l'impact du changement climatique sur les ressources dont dépend le bassin rennais [2]. Elle a permis de répondre à certaines interrogations des gestionnaires : quelle est la probabilité d'avoir des niveaux

de faibles étiages comme ceux de 2022 dans les années qui viennent ? Quelle est la probabilité d'observer une succession de deux années de sécheresse consécutives ? Pour répondre à ces questions, les débits des rivières, et donc des ressources principales, sont simulés à partir du fonctionnement des eaux souterraines associées aux bassins versants. Une approche très agile a été utilisée dans cette démarche, reposant sur des modèles simples qui permettent d'une part une large exploration des scénarios climatiques et d'autre part la simulation de bassins versant sur lesquels on ne dispose pas de mesures hydrogéologiques [3].

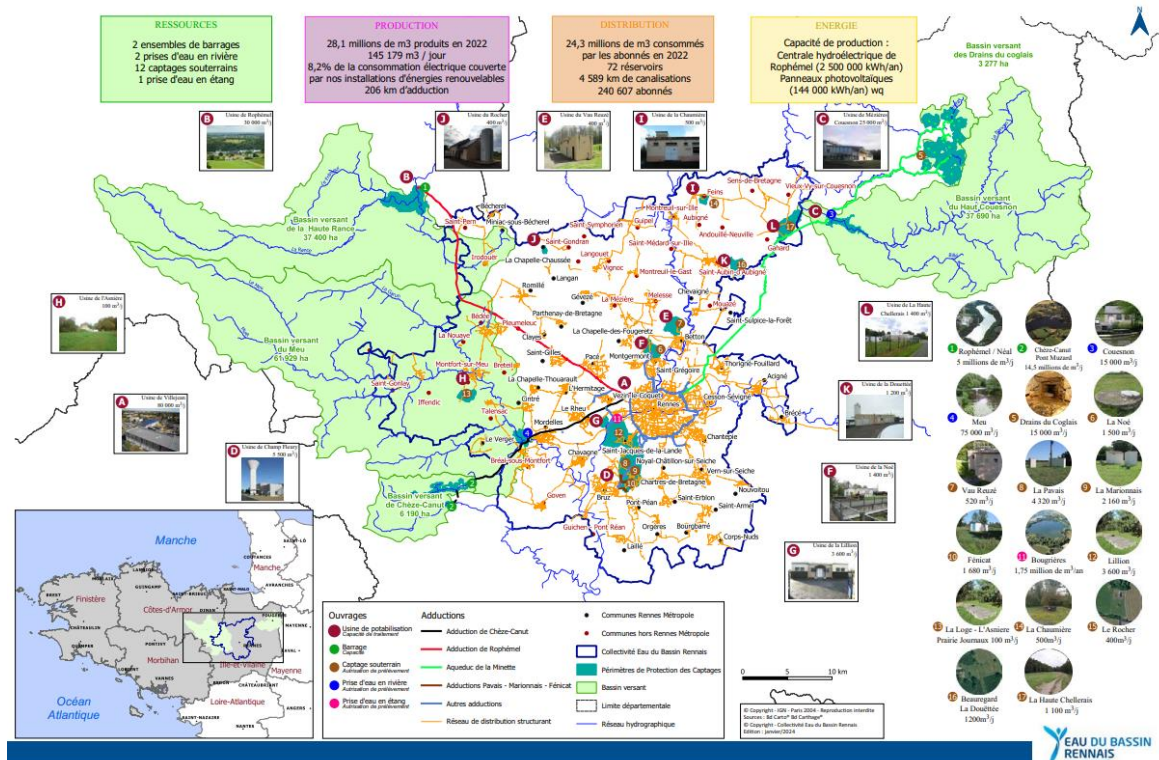


Figure 1 : Organisation de l'alimentation en eau potable du bassin rennais.

4. Le développement d'une approche systémique

Dans la seconde phase de la chaire, notre équipe a développé dans un premier temps un modèle de fonctionnement des barrages d'EBR. A partir de ce modèle et de la compréhension des liens entre les différents paramètres, une approche systémique est développée sur l'ensemble du bassin rennais. L'objectif est de construire une approche analytique du fonctionnement de chacune des sources afin de pouvoir les relier entre elles. Un modèle global de l'ensemble des ressources sera ainsi disponible afin d'optimiser les prélèvements en temps réel pour s'adapter aux aléas climatiques (recharge, consommation...) et techniques (arrêt usine, rupture, besoin d'un territoire voisin...).

Références :

- [1] IPCC, 2021. *Climate Change 2021: The Physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change*. Cambridge University Press, Cambridge, United Kingdom and New York, NY, USA. DOI: [10.1017/9781009157896](https://doi.org/10.1017/9781009157896).
- [2] Abhervé, et al., 2024. *Intégration du changement climatique dans la gestion des ressources en eau : exemple du bassin rennais*. *Techniques Sciences et Méthodes*, mai 2024. DOI: [10.36904/20240579](https://doi.org/10.36904/20240579).
- [3] Abhervé, et al., 2024. *Improving calibration of groundwater flow models using headwater streamflow intermittence*. *Hydrological Processes*, 28-6. DOI: [10.1002/hyp.15167](https://doi.org/10.1002/hyp.15167).

Modélisation du traitement des eaux par procédés à microalgues comme outil d'aide à la décision grâce aux données météorologiques ouvertes

Aymen RGUIEG^a, Paul CHAMBONNIERE^{a*}

^a*Aix Marseille Université, Centrale Med, CNRS, M2P2, Marseille, France*

Auteur correspondant : paul.chambonniere@centrale-med.fr

Mots-clés : Bassins d'algues à haut rendement, OpenData, Microalgues, Traitement biologique

1. Introduction

Les bassins d'algues à haut rendement ont largement démontré leur efficacité pour le traitement secondaire des eaux usées [1]. Il s'agit aujourd'hui d'une technologie à haut TRL déployable à grande échelle. C'est par ailleurs une solution intéressante dans un contexte d'économie circulaire car elle permet de combiner de bonnes performances de traitement des eaux usées avec la production de biomasse microalgale captant le carbone atmosphérique (CO₂) et valorisable en engrais et/ou énergie [2,3]. Cependant, les bassins d'algues à haut rendement présentent un certain nombre de contraintes qu'il convient de considérer avant l'implémentation de cette solution [4]. Cette étude présente un outil d'aide à la décision permettant d'établir une cartographie des différents impacts, positifs comme négatifs, du traitement des eaux usées en bassins d'algues à haut rendement à partir de modélisations mathématiques existantes [5,6] grâce à l'automatisation de la récupération des données météorologiques.

2. Méthodes

Une modélisation issue de la littérature [5] a été reprise afin de simuler la variation de la composition chimique et biologique d'un bassin d'algues à haut rendement à partir de données météorologiques historiques. Les données météorologiques ont été acquises à travers l'API mise à disposition par le site open-meteo.com. Les données horaires pour un quadrillage de 162 points de France métropolitaine et Corse ont ainsi été obtenues permettant de calibrer un certain nombre d'indicateurs de performance de traitement des eaux et d'autres variables telles que la productivité de biomasse et la capture nette de carbone atmosphérique. La modélisation a été appliquée à un bassin d'algues à haut rendement présentant un temps de rétention de 5 jours. Une cartographie à grande résolution des performances de traitement des eaux usées est alors recréée pour la France par interpolation naturelle permettant de visualiser les zones plus ou moins adaptées au traitement des eaux usées domestiques grâce à cette technologie.

3. Résultats

Des indicateurs de performance de traitement des eaux usées ont été cartographiés tels que le contenu des effluents en Demande Chimique en Oxygène biodégradable (bCOD, Fig 1A), l'absorption nette de CO₂ atmosphérique en comparaison à un traitement classique de boues activées (Fig 1B), et le contenu des effluents en azote ammoniacal (Fig 1C) et phosphore inorganique (Fig 1D). D'autres indicateurs non représentés tels que l'empreinte en eau liée à l'évaporation ou le traitement des organismes pathogènes ont aussi pu être implémentés. Les résultats montrent qu'un bassin d'algues à haut rendement permet un traitement efficace de la bCOD en accord avec les normes de rejets européennes sur l'ensemble du territoire français. Le traitement est en revanche régulièrement insuffisant pour respecter les normes de rejet d'azote et de phosphore. Enfin, la modélisation montre un intérêt de la technologie pour la séquestration de dioxyde

de carbone atmosphérique particulièrement marqué dans les zones ensoleillées (pourtour méditerranéen) et dans les régions les plus froides (attribuable à une solubilité plus importante du CO₂ à faible température).

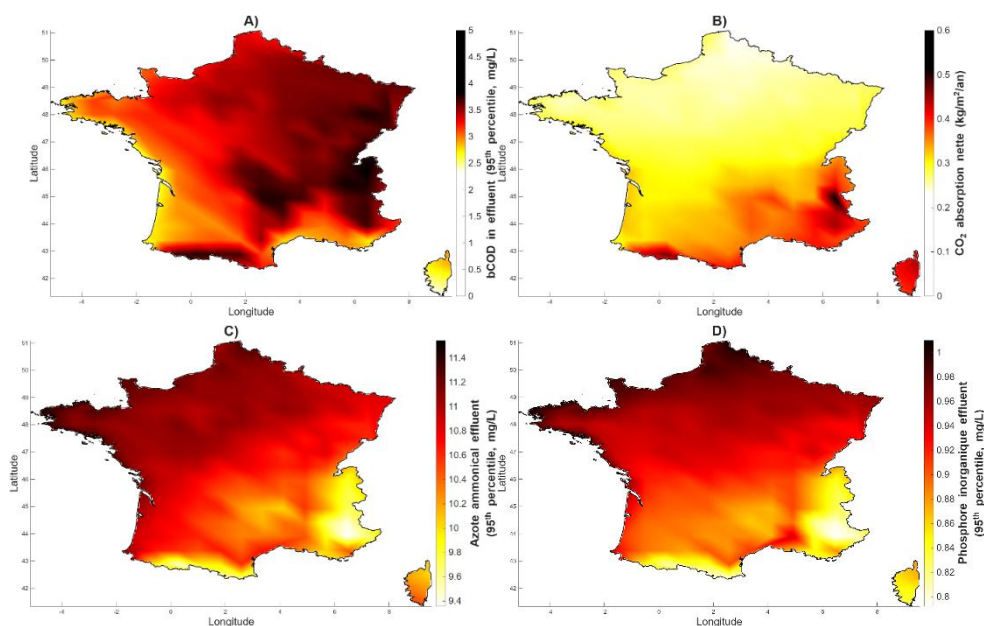


Figure 1 : Cartographie des performances de traitement des eaux usées domestiques par bassin d’algues à haut rendement en France. A) 95^{ème} centile de la concentration en bCOD dans l’effluent ; B) Absorption de CO₂ nette comparée à un traitement à boues activées ; C) 95^{ème} centile de la concentration en azote ammoniacal dans l’effluent ; D) 95^{ème} centile de la concentration en phosphore inorganique dans l’effluent ;

4. Conclusion

L’approche présentée peut être étendue à toute eau usée dont une modélisation de la remédiation par microalgues a été développée. De nombreuses données locales peuvent également être implémentées en entrée du modèle (e.g. alcalinité de l’eau, concentrations des polluants). Cette approche offre ainsi un outil puissant et versatile d’aide à la décision pour la pertinence d’un traitement aux microalgues dans toute localité, et applicable au monde entier.

Références

- [1] P Young, M Taylor, HJ Fallowfield Mini-review: high rate algal ponds, flexible systems for sustainable wastewater treatment. *World J Microbiol Biotechnol*, 2017, 33:117
- [2] A Álvarez-González, E Uggetti, L Serrano, G Gorchs, G., Ferrer, I., & Díez-Montero, R. (2022). Can microalgae grown in wastewater reduce the use of inorganic fertilizers?. *Journal of environmental management*, 323, 116224.
- [3] Craggs, R., Sutherland, D. & Campbell, H. Hectare-scale demonstration of high rate algal ponds for enhanced wastewater treatment and biofuel production. *J Appl Phycol* **24**, 329–337 (2012). <https://doi-org.lama.univ-amu.fr/10.1007/s10811-012-9810-8>
- [4] Béchet, Q., Plouviez, M., Chambonnière, P., & Guieysse, B. (2017). Environmental impacts of full-scale algae cultivation. In *Microalgae-based biofuels and bioproducts* (pp. 505-525). Woodhead Publishing.
- [5] Chambonnière, P. (2019). Understanding the mechanisms involved in *Escherichia coli* decay during wastewater treatment in High Rate Algal Ponds, Doctoral dissertation, Massey University.
- [6] Casagli, F., Zuccaro, G., Bernard, O., Steyer, J. P., & Ficara, E. (2021). ALBA: A comprehensive growth model to optimize algae-bacteria wastewater treatment in raceway ponds. *Water Research*, 190, 116734.

Usage de la sonde de fluorescence « Fluocopée® » pour l'estimation in situ et à haute fréquence de la DCO et de la DBO soluble dans les eaux usées

Armand POIRIER^{ab*}, Nadège Musabimana^{ab}, Jérôme CLUZEAU^c, Rania KRIMOU^c, Sabrina GUERIN^c, Vincent ROCHER^c, Gilles Varrault^{ab}, Angélique GOFFIN^{ab}

^aLaboratoire Eau, Environnement et Systèmes Urbains, Créteil, France

^bUniversité Paris-Est Créteil, Créteil, France

^cSyndicat Interdépartemental pour l'Assainissement de l'Agglomération Parisienne, Colombes, France

Auteur correspondant : armand.poirier@u-pec.fr

Mots-clés : matière organique, épuration, haute fréquence, analyse in situ, fluorescence.

1. Introduction

L'épuration de la matière organique (MO) dans les eaux usées représente un enjeu majeur au regard des problématiques environnementales actuelles. Une mauvaise connaissance des quantités et qualités de MO en entrée de traitement peut engendrer une consommation excessive d'énergie et de réactifs dans les usines d'épuration, conduire à des difficultés d'exploitation et induire des rejets impactant les milieux aquatiques [1]. Actuellement, les méthodes de référence permettant de mesurer la MO ne sont pas applicables in situ, et nécessitent des temps d'exécution importants : deux heures pour la mesure de la demande chimique en oxygène (DCO) et cinq jours pour la mesure de la demande biochimique en oxygène (DBO₅). Ces contraintes ne permettent pas une gestion optimale des procédés de traitement en temps réel par les opérationnels.

Il a été démontré que la spectrométrie de fluorescence permettait une estimation de la DCO et de la DBO₅ avec des délais expérimentaux plus courts, de l'ordre de 15 mn [2]. Une sonde de fluorescence pour la mesure in situ et à haute fréquence, la sonde « Fluocopée® », a été développée entre 2018 et 2021 dans le cadre d'un partenariat entre le SIAAP et le LEESU. Elle permet la mesure in situ et à haute fréquence de 10 à 25 couples d'excitation/émission ($\lambda_{\text{ex}}/\lambda_{\text{em}}$), soit une plus large gamme que les sondes commercialisées actuellement.

Cette étude a pour objectif de tester le potentiel d'utilisation de la sonde Fluocopée® pour l'estimation in situ et à haute fréquence de la DCO soluble (DCO_s) et de la DBO soluble (DBO_s) dans l'effluent de sortie de décantation de station d'épuration des eaux usées.

2. Matériel et méthodes

Dans le cadre de notre étude, une sonde Fluocopée® a été déployée en sortie de l'étape de décantation de l'usine de Seine Aval (Saint-Germain-en-Laye, France) en 2022 et en 2024, et des prélèvements ponctuels ont été réalisés en parallèle afin de mesurer la DCO_s et la DBO_s par les méthodes normées (n = 65). Plusieurs modèles de prédiction (RLS, RLM, PLS) de la DCO_s et de la DBO_s ont été construits à partir des données collectées. L'ensemble des modèles ont été validés par validation croisée et validation sur un jeu de données supplémentaire.

3. Résultats et discussion

Des modèles de prédiction de la DCO_s et de la DBO_s performants ont été identifiés (Figure 1, Figure 2). Ces modèles de prédiction peuvent être considérés robustes, car ils ont été construits à partir de données provenant de campagnes différentes et de conditions d'exploitation différentes (ex : temps sec, temps de pluie). De meilleures performances de prédiction ont été obtenues lorsqu'une plus large gamme de couples $\lambda_{Ex}/\lambda_{Em}$ était utilisée en tant que variables explicatives (Figure 2). Ces résultats semblent indiquer la possibilité d'utiliser la sonde Fluocopée® en tant qu'outil de suivi in situ et à haute fréquence de la DCO_s et de la DBO_s en usine d'épuration. Son utilisation permettra des économies de réactifs et d'énergie et pourra constituer un outil précieux d'aide à la gestion des procédés.

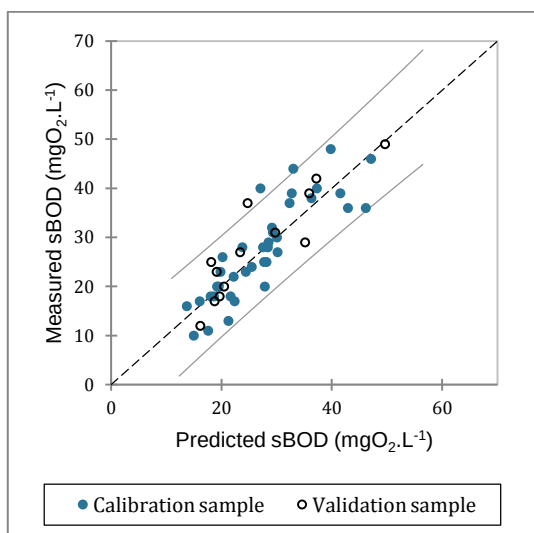


Figure 1 : DBO_s mesurée en fonction de la DBO_s prédite par le modèle PLS Fluocopée® unifié à 10 couples $\lambda_{Ex}/\lambda_{Em}$.

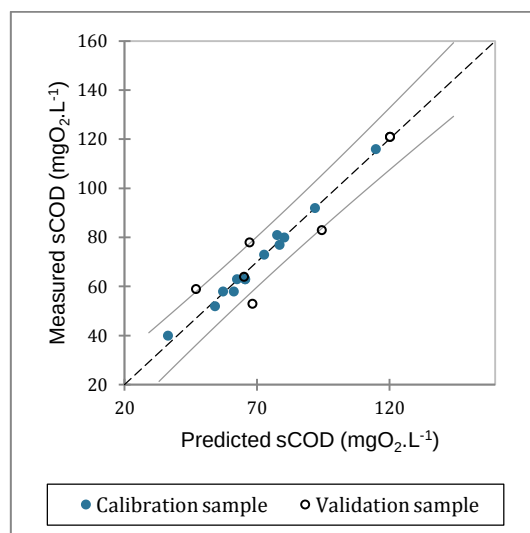


Figure 2 : DCO_s mesurée en fonction de la DCO_s prédite par le modèle RLM Fluocopée® 2024 à 25 couples $\lambda_{Ex}/\lambda_{Em}$.

Références :

- [1] Drewnowski, J., Remiszewska-Skwarek, A., Duda, S., & Łagód, G. Aeration Process in Bioreactors as the Main Energy Consumer in a Wastewater Treatment Plant. Review of Solutions and Methods of Process Optimization. *Processes*, 2019, 7(5), 311.
- [2] Goffin, A., Varrault, G., Musabimana, N., Raoult, A., Yilmaz, M., Guérin-Rechdaoui, S., & Rocher, V. Improving monitoring of dissolved organic matter from the wastewater treatment plant to the receiving environment : A new high-frequency *in situ* fluorescence sensor capable of analyzing 29 pairs of Ex/Em wavelengths. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2025, 325, 125153.

Développement d'une méthode d'évaluation et de suivi de la qualité chimique des eaux de rejets par le couplage d'échantillonneurs passifs à l'analyse non-ciblée

Isabelle ANDRE^{a,b}, Nina HUYNH^b, Azziz ASSOUMANI^b, Dominique WOLBERT^a, Nicolas LE YONDRE^c, Nicolas CIMETIERE^{a*}

^aUniversité de Rennes, ENSCR, CNRS UMR 6226, CIP, Rennes, France

^bInstitut National de l'Environnement Industriel et des Risques (INERIS), Verneuil-en-Halatte, France

^cUniversité de Rennes, CRMPO, UAR 2025 ScanMAT, Rennes, France

Auteur correspondant : Nicolas.cimetiére@ensc-rennes.fr

Mots-clés : Echantillonnage passif, Eaux usées, Spectrométrie de masse, Analyse non-ciblée

1. Contexte et objectifs

Aujourd'hui, l'évaluation de la qualité chimique de l'eau en sortie de station de traitement des eaux usées (STEU) repose presque exclusivement sur la mesure de la concentration d'une liste de substances préétablie par des approches dites « ciblées » ; et via un échantillonnage ponctuel ou moyenné sur 24 h [1]. Ces méthodes ne sont pas exhaustives et ne permettent d'intégrer les fluctuations temporelles qualitative et quantitative de l'eau de rejet qu'au mieux sur une journée. Depuis 2022, il est possible d'utiliser des échantillonneur intégratif passif (EIP) pour la surveillance de l'état chimique des eaux de surface [2]. Ces outils permettent d'obtenir une concentration des substances d'intérêt moyennée sur une période de plusieurs jours, voire semaines. Couplés à l'utilisation de la spectrométrie de masse à haute résolution (HRMS) avec des approches non-ciblées, ces dispositifs permettent d'obtenir une empreinte spectrale complexe contenant une information représentative de quelques milliers de composé présents dans l'eau [3]. L'objectif de ce projet est la mise au point d'une méthode d'évaluation et de suivi de la qualité des eaux de rejet urbain à partir de ces empreintes spectrales.

L'utilisation d'EIPs induit une sélection des composés retenus en fonction de leur affinité pour la phase réceptrice utilisée [3]. La première étape de ces travaux consiste donc à sélectionner le type d'EIP et les conditions de déploiement qui permettront d'extraire la plus large gamme de contaminants présents dans les eaux de STEU. Pour ce faire, trois types d'EIP ont été testés dans un chenal pilote en laboratoire (Figure 1a) sur une semaine, puis en sortie de STEU durant deux semaines : un Polar Organic Chemical Integrative Sampler (POCIS) avec une phase réceptrice de type « hydrophilic-lipophilic balance » (HLB), un POCIS « multisorbants » avec un mélange de phases HLB/Weak Anion Exchanger/Weak Cation Exchanger (HLB/WAX/WCX) ; et un dispositif sous forme de membrane également « multisorbants » HLB/ WAX/WCX (figure 1b) développé par la société Affinise. Lors des essais en pilote, quatre positions des EIPs par rapport au courant ont été testées, et en sortie de STEU, un dispositif permettant le déploiement des EIPs dans plusieurs positions a été conçu (figure 1c).



Figure 1 : a. Chenal pilote - b. Membranes avant extraction (Blanc terrain et membranes immergées dans l'eau usé) - c. Dispositif pour le dépôt des disques en STEU

2. Résultats et discussion

Aussi bien dans le chenal pilote qu'en sortie de STEU, les deux EIPs de type « multisorbants » permettent d'observer davantage de marqueurs, avec un fort taux de marqueurs communs (> 75 % en mode d'ionisation positive) (Figure 2a), ce qui est cohérent avec la littérature existante [4]. Il a été observé que l'utilisation des membranes Affinisip permet la rétention d'un grand nombre de marqueurs très apolaires (Temps de rétention > 12 min) sur toute la gamme de masse.

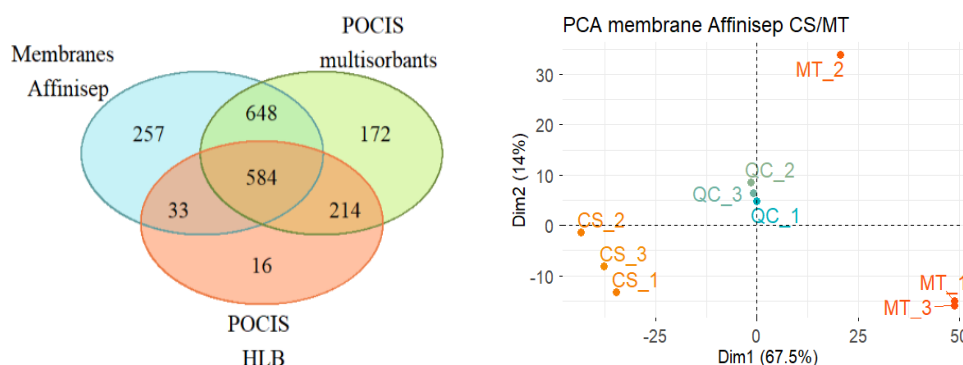


Figure 2 : a. Diagramme de Venn des marqueurs détectés en fonction de la phase réceptrice - b. PCA sur les marqueurs présents dans les membranes Affinisip pour deux eaux (CS = Cesson ; MT = Montataire ; QC = Contrôle Qualité)

L'étude en chenal pilote de la variabilité inter-EIPs pour des EIPs placés sur quatre positions différentes par rapport au courant, montre des différences aussi bien dans le nombre (42 % de marqueurs communs aux membranes Affinisip, 62 % pour les POCIS HLB) que dans l'intensité des marqueurs. Cette variabilité positionnelle est aussi observée pour les EIPs immergés dans la STEU, avec néanmoins dans ce cas un meilleur taux de marqueurs communs pour les EIPs multisorbants (> 80 % pour les membranes Affinisip et POCIS multisorbants contre 70 % pour les POCIS HLB).

Une seconde étude, réalisée au laboratoire sur deux eaux de provenance différente a permis de mettre en évidence que cette variabilité inter-EIPs reste faible face à la variabilité observée pour deux eaux de qualité différentes (Figure 2b).

Dans l'objectif de développer une méthode non-ciblée permettant de suivre l'évolution d'un grand nombre de marqueurs, ces premiers travaux ont permis de sélectionner les EIPs multisorbants pour l'extraction d'une large gamme de substances présentes dans les eaux. La variabilité inter-EIPs observée restant faible par rapport à celle induite par un changement de qualité d'eau, ces résultats préliminaires permettent la validation de notre workflow analytique pour le suivi des eaux de rejet.

Références :

- [1] Note technique DGALN/DEB du 24 mars 2022 relative à la recherche de micropolluants dans les eaux brutes et dans les eaux usées traitées de stations de traitement des eaux usées et à leur réduction, précisant la liste des micropolluants à considérer pour la campagne de mesure RSDE de 2022.
- [2] Arrêté du 26 avril 2022 modifiant l'arrêté du 25 janvier 2010 établissant le programme de surveillance de l'état des eaux en application de l'article R. 212-22 du code de l'environnement.
- [3] V. Castro, J. B. Quintana, I. Carpinteiro, J. Cobas, N. Carro, R. Cela, R. Rodil: Combination of different chromatographic and sampling modes for high-resolution mass spectrometric screening of organic microcontaminants in water. *Anal. Bioanal. Chem.* 2021, 413, 5607–5618.
- [4] G. Bernier-Turpin, T. Thiebault, F. Alliot, E. Mebold, S. Guérin-Rechdaoui, M. Oliveira, J. L. Roux, R. Moilleron: Target and non-target screening of biomarkers in wastewater: towards a unique analytical methodology for sample preparation. *Anal. Methods* 2024, 16, 6241–6256.



Session

Micropolluants 1



High-Throughput Enzymatic Biotransformation of Doxycycline

Giulia PANZIRONI^a, Imen AKROUT^b, Julien LAMBERT^b, Annick TURBE-DOAN^b, Tahar MECHICHI^c, Emmanuel BERTRAND^a, Eric RECORD^b, Amine EZZARIAI^d, Cristian BARCA^{a*}, Giuliano SCIARA^{b*}

^aM2P2 UMR7340 AMU/CNRS/Centrale Med., Marseille, France

^bBBF UMR1163 AMU/INRAE, Marseille, France

^cLBGEL – ENIS, Sfax, Tunisia

^dASARI - UM6P - M. VI Polytechnic University, Laayoune, Morocco

Corresponding author : giuliano.sciara@inrae.fr

Keywords: Antibiotics, Antimicrobial activity, Enzymatic biotransformation, High-throughput approach.

1. Introduction

Antibiotics (ABs) are the most widely used antimicrobials, with consumption rising in human and veterinary medicine. Human AB consumption is projected to rise by 200% by 2030 compared to 2015 [1], while in livestock and aquaculture is expected to increase by 67% and 33% by 2030 compared to 2010 and 2017 [2,3]. Nearly 80% of all ABs are administered to animals mainly tetracyclines for their broad-spectrum activity and low cost [4]. Conventional wastewater treatment processes are ineffective at removing ABs, resulting in their persistence in the environment. Their accumulation contributes to the generation and the spread of antimicrobial resistance (AMR), a global health threat responsible for an estimated 1.14 million deaths in 2021 and projected to increase to nearly 2 million deaths by 2050 [5]. To overcome the challenge of eliminating them, innovative mitigation strategies must be developed and implemented. The FUNZYBIO project is part of the PRIMA Programme supported by the European Union and investigates fungal and enzymatic bioremediation of ABs, enabling safe reuse of livestock residues in agriculture without the induction of AMR genes. This fungal/enzyme-based approach offers a sustainable alternative to chemical pollutant treatments, aligning with circular economy principles (ANR-23-P012-0002).

2. Materials and methods

We focused on the AB doxycycline, a tetracycline, and a purified extracellular, secreted fungal enzyme, used as the biocatalyst and issued from a lignocellulose-degrading white-rot fungus, *Pycnoporus cinnabarinus*. Enzyme performance was assessed with and without four chemical mediators, two of which were biobased, syringaldehyde (SAD) and syringic acid (SAC), and two synthetic mediators, 1-hydroxybenzotriazole (HBT) and 2,2'-azino-bis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid (ABTS). Five enzyme concentrations and four mediator concentrations were tested for a total of 360 different reaction conditions screened, and of 1080 experimental points (triplicates). Reactions were conducted on doxycycline (100 mg/L) in citrate-phosphate buffer, incubated at 30°C with stirring (300 rpm) to ensure optimal enzymatic activity. By miniaturizing reactions into a 96-well format, the method reduced reagent consumption, costs and experimental time, while enabling online reaction monitoring by UV-vis spectroscopy. Three incubation times (45 min, 2 h, and 24 h) were tested, with samples collected at each time point for antimicrobial assay and HPLC. To efficiently manage the extensive experimental plan, an innovative high-throughput (HTP) approach was developed and implemented, as well as semiautomated image collection and analysis, that also reduces the errors of the final antimicrobial data. Ultimately, we could cross-validate the data from three independent microbiological, biophysical and chemical analyses performed on the same set of 1080 reaction conditions:

- i. **Antimicrobial test:** doxycycline biotransformation was assessed by measuring its residual antimicrobial activity on a model Gram-negative bacterium (*Escherichia coli*, strain BL21), by using our original HTP assay that extends the scopes of the well-established EUCAST protocol [6].
- ii. **UV-Vis spectroscopy:** combined with MATLAB-based spectral deconvolution, enabled the quantification of doxycycline transformation, mediator consumption, and product formation over time.
- iii. **HPLC analysis:** to determine the residual amount of doxycycline in each reaction.

3. Results and discussion

3.1 Residual antimicrobial doxycycline activity

Antimicrobial activity varied significantly after enzymatic treatments, ranging from 0% to 160% across 360 conditions, showing dependence on mediator type and enzyme/mediator ratios. Complete loss of activity (0%) indicates full doxycycline biotransformation, enabling bacterial growth, whereas values above 100% suggest unexpected effects, maybe relative to each enzyme/mediator system. Among the tested mediators, ABTS exhibited the highest efficacy, leading to full biotransformation of doxycycline in most of the reaction conditions tested in 45' only, while SAD reduced antimicrobial activity by 75%. Synthetic mediators, pose environmental and economic limitations compared to biobased alternatives [7]. Notably, distinct minima occurred at low enzyme concentrations across all incubation times, revealing that optimal transformations can be achieved with reduced enzyme amounts—a promising strategy for cost-efficient processes.

3.2 Residual doxycycline concentration

Doxycycline concentration decreased by up to 75% after 24 h of treatment with SAD, as estimated by HPLC. A linear correlation was observed between the decrease of doxycycline amount and reduction of antimicrobial activity at 2 h and 24 h, but absent at 45 min. This corroborate the hypothesis that some reaction intermediates relative to the enzyme/mediator system might transiently enhance antimicrobial activity, likely due to radical formation in the early stages of the reaction.

3.3 UV–Vis spectral analysis

Spectral deconvolution recorded for each reaction time enabled the quantification of consumed substrates (mediator, doxycycline) and some intermediate/product species, providing preliminary into chemical species variation during biotransformation. It revealed unused mediator as potential waste, highlighting opportunities to optimize process conditions and reduce reagent-related operational costs. Furthermore, AB consumption estimated spectroscopically aligned with antimicrobial and HPLC data, validating this approach as a reliable monitoring tool.

3. CONCLUSIONS

This study evaluated a fungal enzyme for doxycycline biotransformation through 1080 reactions. Residual antimicrobial activity ranged from complete loss to unexpected enhancement, reflecting the complexity of radical-driven processes. Optimal efficiency often occurred at lower enzyme concentrations, suggesting potential for reduced biocatalyst use and lower costs. Our high-throughput workflow simultaneously assessed antimicrobial activity, doxycycline concentration, mediator consumption, and transformation products, providing mechanistic insights and supporting sustainable antibiotic degradation strategies.

Références :

- [1] Klein EY, Van Boeckel TP, Martinez EM, Pant S, Gandra S, Levin SA, et al. Global increase and geographic convergence in antibiotic consumption between 2000 and 2015. *Proceedings of the National Academy of Sciences*. 2018 Apr 10;115(15):E3463–70.
- [2] Van Boeckel TP, Brower C, Gilbert M, Grenfell BT, Levin SA, Robinson TP, et al. Global trends in antimicrobial use in food animals. *Proc Natl Acad Sci U S A*. 2015 May 5;112(18):5649–54.
- [3] Schar D, Klein EY, Laxminarayan R, Gilbert M, Van Boeckel TP. Global trends in antimicrobial use in aquaculture. *Sci Rep*. 2020 Dec 14;10(1):21878.
- [4] Mulchandani R, Wang Y, Gilbert M, Boeckel TPV. Global trends in antimicrobial use in food-producing animals: 2020 to 2030. *PLOS Global Public Health*. 2023 févr;3(2):e0001305.
- [5] Naghavi M, Vollset SE, Ikuta KS, Swetschinski LR, Gray AP, Wool EE, et al. Global burden of bacterial antimicrobial resistance 1990–2021: a systematic analysis with forecasts to 2050. *The Lancet*. 2024 Sept 28;404(10459):1199–226.
- [6] Matuschek E, Brown DFJ, Kahlmeter G. Development of the EUCAST disk diffusion antimicrobial susceptibility testing method and its implementation in routine microbiology laboratories. *Clinical Microbiology and Infection*. 2014 Apr 1;20(4):O255–66.
- [7] Cañas AI, Camarero S. Laccases and their natural mediators: Biotechnological tools for sustainable eco-friendly processes. *Biotechnology Advances*. 2010 Nov 1;28(6):694–705.

Removal of low concentration of Carbamazepine and Diuron as a micropollution via mixtiure of Chlorella and Scenedesmus microalgae

Maëlle Andriamanampisoa ^a, Olga EL-KIK ^a, Farshid Pajoum Shariati ^{a *}, Marc Heran ^a, Geoffroy Lesage^{a*}

^a *Université de Montpellier - Institut Européen des Membranes*

Auteur correspondant : geoffroy.lesage@umontpellier.fr

Mots-clés : Micropollution, Diuron, Carbamazepine, Micro algae.

Abstract

Water pollution caused by micropollutants is a major environmental issue, especially in countries with inadequate water treatment infrastructure. These contaminants, primarily originating from pharmaceuticals, pesticides, and industrial products, persist in the environment despite conventional wastewater treatment processes. Traditional treatment plants are not designed to effectively remove these substances, leaving behind residual concentrations (in the range of µg/L to ng/L) which, although small, can have long-term toxic effects on aquatic ecosystems and human health. In this study, the use of *Chlorella* and *Scenedesmus* microalgae for the removal of carbamazepine (CBZ), an anticonvulsant (antiepileptic) medication, and diuron (DIR), an herbicide known for its toxic effects on aquatic life, was investigated. Both compounds are frequently detected in wastewater as micropollutants. The experiment was conducted in a bubble column photobioreactor (PBR). Removal efficiency was evaluated using Solid Phase Extraction (SPE) followed by Liquid Chromatography–Mass Spectrometry (LC-MS), enabling precise quantification of micropollutant concentrations before and after treatment. The results demonstrated that microalgae have promising potential for the removal of micropollutants at low concentrations. Specifically, *Chlorella* and *Scenedesmus* significantly enhanced the removal efficiency of carbamazepine and diuron, achieving reductions of over 59% and 55%, respectively.

Introduction

Over the past decade, researchers have drawn attention to a class of contaminants known as micropollutants, which escape traditional treatment processes and persist in the environment. These substances originate from medications, household products, pesticides, and various industrial activities. Their presence at trace levels, ranging from micrograms to nanograms per liter, may appear negligible, yet they are highly persistent and capable of interfering with biological processes in aquatic organisms. Long-term exposure leads to accumulation in the food chain, posing threats to both ecosystems and human health.

Among the most frequently detected compounds in treated effluents are carbamazepine, a widely used antiepileptic drug, and diuron, an herbicide known for its toxic and potentially genotoxic properties. These chemicals resist degradation and are continuously discharged into aquatic environments [1-2].

Conventional wastewater treatment plants are engineered to remove nutrients, organic matter, and suspended solids, but not persistent organic micropollutants. Advanced oxidation processes such as electro-oxidation or activated carbon adsorption can remove compounds like CBZ and DIR but require high

* [Université de Montpellier - Institut Européen des Membranes, Tel : 33 \(0\)4.67.14.37.23, Geoffroy.lesage@umontpellier.fr](mailto:Geoffroy.lesage@umontpellier.fr)

energy inputs (up to 10 kWh/m³), making them economically and environmentally unsustainable at large scale.

In contrast, microalgae-based treatment systems offer an eco-friendly and low-energy alternative. Microalgae capture CO₂ through photosynthesis, generate oxygen, and produce biomass that can be valorized for bioenergy or high-value bioproducts [3]. Species such as *Chlorella* and *Scenedesmus* have shown strong potential for nutrient removal and adsorption of heavy metals, prompting interest in their use for micropollutant removal. Figure 1 and Figure 2 present the removal rates obtained for the two micropollutants investigated in this study.

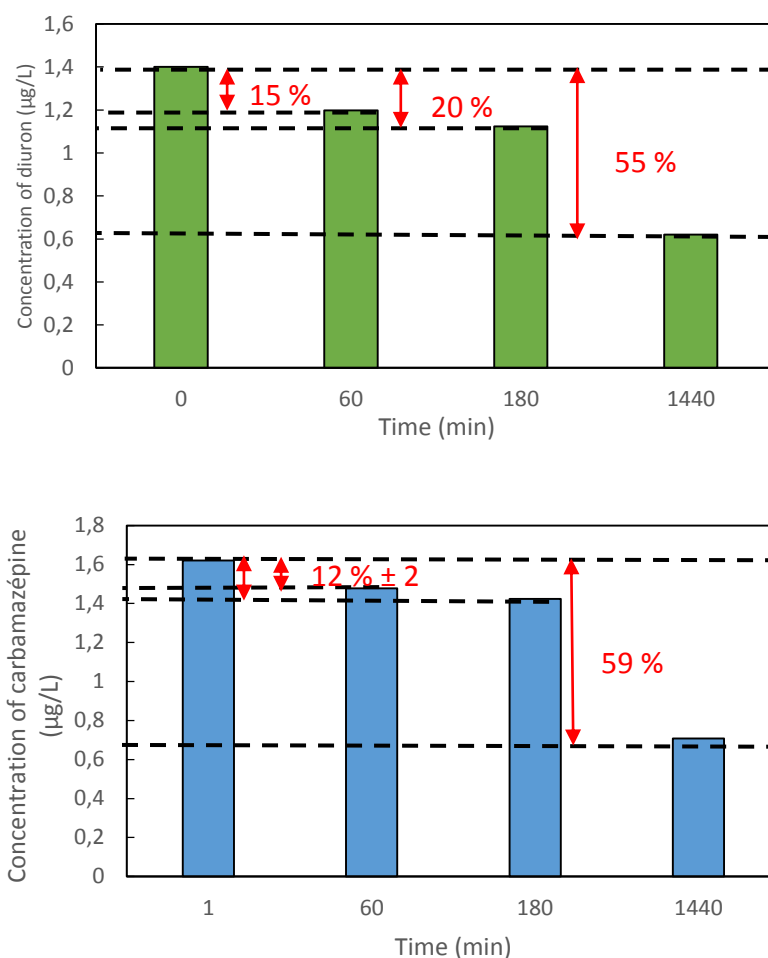


Figure 1 : Diuron removal rate by the chlorella and Scenedesmus mixture.

Figure 2 : Carbamazépine removal rate by the chlorella and Scenedesmus mixture.

Références :

- [1] Beltrán-Flores, E., Torán, J., Caminal, G., Blázquez, P., & Sarrà, M. The removal of diuron from agricultural wastewaters by *Trametes versicolor* immobilized on pinewood in simple channel reactors. *Science of The Total Environment*, 2020, 728, 138414.
- [2] Xiong, J.-Q., Kurade, M. B., Abou-Shanab, R. A. I., Ji, M.-K., Choi, J., Kim, J. O., & Jeon, B.-H. Biodegradation of carbamazepine using freshwater microalgae *Chlamydomonas mexicana* and *Scenedesmus obliquus* and the determination of its metabolic fate. *Bioresource Technology*, 2016, 205, 183-190.
- [3] Azizi, S., Bayat, B., Tayebati, H., Hashemi, A., & ajoum Shariati, F. Nitrate and phosphate removal from treated wastewater by *Chlorella vulgaris* under various light regimes within membrane flat plate photobioreactor. *Environmental Progress and Sustainable Energy*, 2021, 40(2).

Synthèse et évaluation biologique de dérivés halogénés du BPA et des parabènes

Marina Grimaldi ^a, Céline Tomkiewicz ^b, Lucie Larigot ^b, Sian Leneuf de Neufville ^c, Eric Bourdeaux ^c, Mikael Thomas ^c, Patrick Balaguer ^a, Xavier Coumoul ^b, Pascal Carato^{*c}

^a Inserm U1194, Montpellier, France

^b Inserm UMR-S 1124 T3S, Paris, France

^c UMR CNRS 7267/INSERM CIC 1402, Poitiers, France

Auteur correspondant : pascal.carato@univ-poitiers.fr

Mots-clés : perturbateur endocrinien, bisphénol A, parabènes, récepteurs nucléaires, cancer.

1. Introduction

Un grand nombre de perturbateurs endocriniens (PE) peuvent être retrouvés de façon ubiquitaire dans l'eau, l'air, les sols et l'alimentation. Les effets de ces PE pourraient conduire à de nombreuses pathologies : puberté précoce, troubles de la fertilité, cancers (sein, prostate...), obésité et diabète de type 2, maladies cardiovasculaires et neurodégénératives.^[1]

L'un des perturbateurs endocriniens le plus préoccupant est le BPA. Utilisé massivement depuis plus de 50 ans dans l'industrie plastique, le BPA est retrouvé de manière ubiquitaire dans l'environnement (eau, sols, air) et les organismes. Ses propriétés de PE sont liées à ses capacités d'activation de plusieurs récepteurs nucléaires : récepteurs des œstrogènes α et β , récepteur apparenté au récepteur des œstrogènes γ , le récepteur pregnane X (PXR), le récepteur constitutif aux androstanes (CAR), et d'inhibition des récepteurs des androgènes, des progestatifs et des minéralocorticoïdes.^[2,3] Des études ont également montré que ses dérivés halogénés interagissaient avec le récepteur activé par les proliférateurs des peroxyssomes γ (PPAR γ).

Les parabènes sont également des perturbateurs endocriniens potentiels. Ces composés organiques utilisés comme conservateurs dans les produits d'hygiène corporelle, les cosmétiques et les préparations pharmaceutiques activent les récepteurs des œstrogènes α et β .^[4]

L'ubiquité de ces perturbateurs endocriniens (BPA et parabènes) est bien réelle dans l'environnement. Ces molécules sont difficiles à éliminer totalement au niveau des stations de traitement des eaux usées ; or lors de l'étape de désinfection de l'eau par le chlore, elles sont modifiées chimiquement formant ainsi des dérivés chlorés du BPA^[5] et des parabènes.^[6] De plus, à ce stade du processus de traitement des eaux, le milieu contient également des ions hypobromites (BrO⁻), qui réagissent chimiquement avec le BPA ou les parabènes produisant des dérivés bromés.^[7] Ainsi l'eau devient « contaminée » par un ensemble de composés incluant des bisphénols et des parabènes mais également leurs dérivés chlorés et bromés.

Plusieurs équipes ont décrit des activités œstrogéniques des ClxBPA,^[7] ces composés pourraient avoir un effet sur la promotion des tumeurs cancéreuses à des doses environnementales. Les dérivés bromés du BPA (BrxBPA) ont également montré des activités œstrogéniques.^[8] En résumé, l'halogénéation des bisphénols aboutit à une « double peine » caractérisée par un potentiel œstrogénique et une concentration potentielle péri-tumorale liée au microenvironnement adipocytaire des tumeurs. Au-delà de la pathologie cancéreuse, l'implication des dérivés ClxBPA est également décrite comme favorisant l'obésité et le diabète de type 2.^[8]

De plus certaines études montrent que des métabolites conjugués des ClxBPA ou BrxBPA présentent des effets agonistes vis à vis du récepteur PPAR γ . Les réactions de conjugaison sont considérées comme des processus de détoxification dans l'organisme. Or, les sulfo-conjugués du Br₄BPA et du Cl₄BPA possèdent des effets agonistes vis à vis du récepteur PPAR γ , indiquant que ces métabolites sont biologiquement actifs [7]. Le BPA-G est capable de promouvoir l'adipogénèse *in vitro*, suggérant ainsi un probable effet PE.^[9]

Au vu de l'ensemble de ces données, nous présenterons la synthèse des composés halogénés du BPA et des parabènes, les résultats obtenus après l'évaluation sur des récepteurs nucléaires puis l'étude des effets de ces composés sur la prolifération de cellules tumorales mammaires humaines.

2. Travaux réalisés

2.1 Synthèse des composés halogénés

La première phase de ce projet consiste à synthétiser les dérivés halogénés du BPA et des parabènes (méthyl, éthyl, propyl et butyl) avec des puretés supérieures à 98%, mais également les métabolites majeurs des dérivés chlorés du BPA afin de les évaluer dans des tests biologiques (Figure 1).

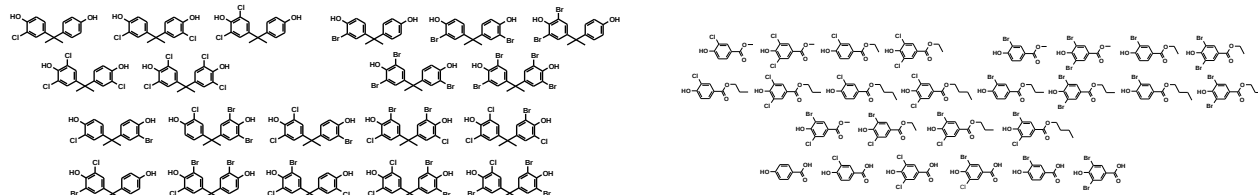


Figure 1 : Synthèse des dérivés halogénés du BPA et des parabènes

2.2 Évaluation des composés halogénés sur des récepteurs nucléaires

La seconde phase réside en l'évaluation des activités de récepteurs nucléaires (ER α , ER β , ERR γ , AR, TR α , TR β , PXR, CAR et PPAR γ) de l'ensemble des composés synthétisés (60 composés).

2.3 Évaluation de molécules sur des cellules humaines (MCF-7)

La dernière phase de ce projet consiste à choisir certains composés sur la base de leurs activités dans les tests précités sur les récepteurs nucléaires sur l'acquisition de propriétés clés de la promotion et de la progression tumorale de cellules exprimant ces mêmes récepteurs.

Funding: This work was supported by the PNREST Anses, ANSES-20-EST-059, ANSES 24-EST-074.

Références :

- [1] F. Maqbool, S. Mostafalou, H. Bahadar, M. Abdollahi. Review of endocrine disorders associated with environmental toxicants and possible involved mechanisms. *Life Sciences* **2016** 145, 265–273.
- [2] D. Gramec Skledar, L. Peterlin Mašič. Bisphenol A and its analogs: Do their metabolites have endocrine activity? *Environ. Toxicol. Pharmacol.* **2016** 47, 182-199.
- [3] M. Grimaldi, A. Boulahtouf, V. Delfosse, E. Thouennon, W. Bourguet, P. Balaguer. Reporter Cell Lines for the Characterization of the Interactions between Human Nuclear Receptors and Endocrine Disruptors. *Front Endocrinol.* **2015** 6, 62.
- [4] D. Błędzka, J. Gromadzińska, W. Wąsowicz. Parabens. From environmental studies to human health. *Environ. Int.* **2014** 67, 27-42.
- [5] T. Yamamoto, A. Yasuhara. Chlorination of bisphenol A in aqueous media: formation of chlorinated bisphenol A congeners and degradation to chlorinated phenolic compounds. *Chemosphere* **2002** 46, 1215–1223.
- [6] W. Li, L. Gao, Y. Shi, Y. Wang, J. Liu, Y. Cai. Spatial distribution, temporal variation and risks of parabens and their chlorinated derivatives in urban surface water in Beijing, China. *Science Total Environ.* **2016** 539, 262–270.
- [7] M. Bourgin, E. Bichon, J.P. Antignac, F. Monteau, G. Leroy, L. Barritaud, M. Chachignon, V. Ingrand, P. Roche, B. Le Bizec. Chlorination of bisphenol A: non-targeted screening for the identification of transformation products and assessment of estrogenicity in generated water. *Chemosphere* **2013** 93, 2814-2822.
- [8] A. Riu, A. le Maire, M. Grimaldi, M. Audebert, A. Hillenweck, W. Bourguet, P. Balaguer, D. Zalko. Characterization of novel ligands of ER(α), Er(β), and PPAR(γ): The case of halogenated bisphenol A and their conjugated metabolites. *Toxicol. Sci.* **2011**, 122, 372–382.
- [9] J.G. Boucher, A. Boudreau, S. Ahmed, E. Atlas. *In vitro* effects of bisphenol A β -D-glucuronide (BPA-G) on adipogenesis in human and murine preadipocytes. *Environ. Health Perspect.* **2015**, 123, 1287–1293.

Application du plasma froid pour la dégradation de molécules organiques

Pierre Th' Madiou VERDIEU^a, Robin GUIBAL^{a*}, Christelle Nabintu KAJOKA^a, Audrey PROROT^a, Christelle TIXIER^b,
Pascal TRISTANT^b, Michel BAUDU^a

^aLaboratoire Eau et environnement, Limoges, France

^bLaboratoire IRCER, Limoges, France

*robin.guibal@unilim.fr

Mots-clés : plasma froid, micropolluants, décontamination, eaux usées traitées, pilote.

Résumé

Introduction

L'élimination des polluants organiques pose encore de nombreuses difficultés. Leurs faibles concentrations et leurs propriétés physico-chimiques complexes les rendent difficilement dégradables par les traitements conventionnels⁽¹⁾. Les procédés d'oxydation avancée (POA) apparaissent comme des méthodes capables de pallier ce problème, puisqu'ils ne se contentent pas de transférer ou filtrer les polluants, mais les détruisent par oxydation. Cependant, les procédés d'oxydation avancée existants présentent encore certaines limites, , qui freinent leur applicabilité à grande échelle (2,3).

Dans ce contexte, le plasma froid émerge comme un nouveau procédé prometteur pour la décontamination chimique et microbiologique. Il se distingue par sa capacité à dégrader les contaminants grâce à la production d'espèces oxydantes radicalaires ou non, sans ajout de réactifs chimiques. Toutefois, les paramètres nécessaires au dimensionnement d'une unité opérationnelle n'ont jamais été étudiés de manière exhaustive et constituent l'objet de ces travaux de recherche. En complément, ce travail a pour ambition d'évaluer les performances d'un procédé utilisant un plasma micro-ondes pour la dégradation de 5 micropolluants organiques modèles.

Matériels et méthodes

Un générateur (0 à 450 W) délivre les micro-ondes qui sont acheminées jusqu'à la torche par un câble coaxial. De l'argon avec un débit contrôlé (débitmètre) alimente le système de façon à générer un plasma froid (gaz partiellement ionisé) dans un tube de quartz de 4 mm de diamètre. Le plasma est dirigé vers un réacteur contenant la solution à traiter, avec une distance torche-liquide de 2 cm. Le réacteur, contenant un mélange de cinq molécules organiques présentant des propriétés physico-chimiques différentes, était placé dans un bain réfrigéré afin de stabiliser la température à 22 ± 2 °C.

Le volume de réaction, variant entre 40 et 120 mL, a été constitué d'eau ultrapure contenant chacun des polluants à une concentration de 100 µg.L⁻¹. Des échantillons de 100 µL ont été prélevés à différents temps de réaction puis conservés à -18° C avant analyse par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse.

Résultats et discussion

Cinétiques de réaction

La dégradation des polluants varie en fonction du temps et suit une cinétique d'ordre 1. Parmi les cinq polluants testés, une dégradation plus rapide a été observée pour le diclofénac ($k = 0,18 \pm 0,03 \text{ min}^{-1}$, à 200 W et 5 L.min⁻¹) en 10 minutes, comparée à la dégradation de l'atrazine ($k = 0,041 \pm 0,0009$), la carbamazépine ($0,07 \pm 0,002$), le métoprolol ($0,05 \pm 0,002$) et le sulfaméthoxazole ($k = 0,06 \pm 0,003$).

Des travaux antérieurs ont montré que le diclofénac pouvait se dégrader avec une efficacité comprise entre 60 et 99% par photolyse. Cette photodégradation est liée à la photosensibilité du diclofénac, qui absorbe les rayons UV (rendement quantique : $0,21 \pm 0,02$) (4–6). Cependant, dans la présente étude, les différences observées dans la cinétique de dégradation entre les micropolluants pourraient être attribuées à la diversité des espèces réactives générées par le plasma (RONS). Ces espèces réactives peuvent interagir différemment avec chaque micropolluant en fonction de leur structure moléculaire et de leur réactivité, ce qui conduit à des comportements de dégradation distincts.

Dans l'ensemble, ces résultats indiquent que la dégradation des micropolluants sous l'effet d'un traitement au plasma froid ne peut être attribuée à un seul facteur. Plusieurs mécanismes, notamment les interactions avec les espèces réactives générées par le plasma, les caractéristiques physico-chimiques des micropolluants et les voies liées aux UV, peuvent intervenir simultanément.

Effet des paramètres opératoires (puissance, débit)

L'augmentation de la puissance améliore la cinétique de dégradation, traduisant la génération d'un plasma plus riche en espèces oxydantes (7). À l'inverse, un débit de gaz plus élevé (pour une puissance donnée) entraîne une baisse des constantes cinétiques. Selon certains auteurs, un débit plus élevé réduit le temps de séjour des espèces actives dans le réacteur, diminuant ainsi l'efficacité globale (8,9).

Une augmentation du débit tend à diminuer la quantité d'énergie fournie au flux de gaz, ce qui réduit la puissance dissipée dans le gaz et, par conséquent, la production d'espèces réactives. Ainsi, nous avons établi que la cinétique chimique est directement corrélable à la puissance fournie au flux gazeux qui peut être exprimée par le rapport Puissance/Débit de gaz (E_v). Ce paramètre reflète plus fidèlement l'efficacité globale du procédé et constitue un indicateur pertinent pour le dimensionnement et la mise à l'échelle du procédé. Cette E_v constitue donc un ordre de la réaction de dégradation des molécules dont la dégradation a été évaluée.

Conclusion et perspectives

Les expériences réalisées dans l'eau ultrapure ont mis en évidence le potentiel du plasma pour la décontamination de molécules organiques telles que l'atrazine, la carbamazépine, le diclofénac, le sulfaméthoxazole et le métoprolol. Le plasma froid, permet d'envisager le développement POA, avec une production de réactifs sans ajout de composés chimiques. Cependant des paramètres de dimensionnement sont encore nécessaires pour évaluer la faisabilité de la technologie dans le cadre du traitement des eaux dont la nature des espèces réactives (UV, H_2O_2 , RONS) et le flux énergétique (E_v) nécessaire à la réaction (impact du volume de réaction et de l'hydrodynamique). La poursuite des travaux portera également sur l'étude des mécanismes de dégradation et sur l'évaluation de l'efficacité du plasma pour la décontamination microbiologique. Le potentiel du plasma froid sera également étudié dans des matrices plus complexes, afin de confirmer son applicabilité dans des conditions réelles de traitement des eaux. La recherche des produits de dégradation et leur quantification constitueront des étapes essentielles pour évaluer les performances et les limites du procédé. Enfin, la définition d'un procédé de traitement et la démonstration de faisabilité à l'échelle pilote seront envisagées.

Références:

1. Tarigan M, Raji S, Al-Fatesh H, Czermak P, Ebrahimi M. The Occurrence of Micropollutants in the Aquatic Environment and Technologies for Their Removal. *Processes*. mars 2025;13(3):843. doi:10.3390/pr13030843
2. Nure JF, Nkambule TTI. The recent advances in adsorption and membrane separation and their hybrid technologies for micropollutants removal from wastewater. *J Ind Eng Chem*. 25 oct 2023;126:92-114. doi:10.1016/j.jiec.2023.06.034
3. Dagot C. Traitement des résidus de médicaments dans les ouvrages d'épuration des eaux. *Environ Risques Santé*. 2018;17(Hors-serie):47-58.
4. Li LP, Jin YC, Fang L, Zhang C. Direct photolysis of diclofenac under simulated sunlight: Transformation pathway and biological concerns. *Chemosphere*. 1 nov 2022;307:135775. doi:10.1016/j.chemosphere.2022.135775
5. Muñoz EC, Tseberlidis G, Husien AH, Binetti S, Gosetti F. Identification and ecotoxicity of the diclofenac transformation products formed by photolytic and photocatalytic processes. *Environ Sci Pollut Res*. 1 mai 2025;32(21):12700-12. doi:10.1007/s11356-025-36466-5
6. Nabintu Kajoka C, Brosillon S, Reibel C, Diop YK, Oliveira M, Rocher V, et al. Removal of pharmaceuticals through UV-C/Performic acid advanced oxidation process: Kinetics and identification of reactive species. *J Hazard Mater*. 5 sept 2025;495:139016. doi:10.1016/j.jhazmat.2025.139016
7. Zupanc M, Primc G, Dular M, Petkovšek M, Roškar R, Zaplotnik R, et al. Proof-of-concept for removing micropollutants through a combination of sub-atmospheric-pressure non-thermal plasma and hydrodynamic (super)cavitation. *Ultrason Sonochem*. 2024;111. Located at: Scopus. doi:10.1016/j.ultsonch.2024.107110
8. Tang S, Lu N, Li J, Wu Y. Design and application of an up-scaled dielectric barrier discharge plasma reactor for regeneration of phenol-saturated granular activated carbon. *Sep Purif Technol*. 19 juill 2012;95:73-9. doi:10.1016/j.seppur.2012.05.002
9. Tang S, Lu N, Li J, Wu Y. Removal of bisphenol A in water using an integrated granular activated carbon preconcentration and dielectric barrier discharge degradation treatment. *Thin Solid Films*. 30 oct 2012;The 3rd International Conference on Microelectronics and Plasma Technology (ICMAP) 2011521:257-60. doi:10.1016/j.tsf.2011.10.201

Optimisation du transfert de matière dans les réacteurs plasma non thermique à barrière diélectrique pour l'oxydation des polluants dissous

Lara Alomari^b, Nicolas Mougel^a, Stivanley Harenasoa^b, Elodie Fourré^a, T. Orriere^b, Eric Moreau^b, Benoit Teychené^{a*}

^a Institut de Chimie des Milieux et des Matériaux de Poitiers, UMR CNRS 7285, Université de Poitiers, ENSIP, 86022 Poitiers Cedex, France

^b Institut PPRIME, UPR CNRS 3346, Université de Poitiers, ISAE-ENSMA, 86962 Futuroscope, France

Auteur correspondant : benoit.teychene@univ-poitiers.fr

Mots-clés : Plasma non thermique, procédés d'oxydation, transfert de matière.

La présence de micropolluants récalcitrants dans l'environnement naturel constitue aujourd'hui une problématique majeure à l'échelle mondiale. Parmi les solutions émergentes, les technologies de plasma non thermique (NTP), et en particulier les décharges à barrière diélectrique (DBD) en contact avec la phase liquide, se distinguent comme des procédés d'oxydation avancée (POA) prometteurs. Ces décharges génèrent une grande variété d'espèces réactives de l'oxygène (ROS), sélectives et non sélectives, telles que l'ozone, le peroxyde d'hydrogène, l'oxygène atomique, les anions superoxydes et les radicaux hydroxyles, reconnues pour leur efficacité dans la décontamination de l'eau [1]. Cependant, l'un des principaux verrous technologiques de ces procédés réside dans le transfert de matière des espèces réactives formées dans la phase plasma vers les polluants dissous. Ce transfert est particulièrement limité lorsque le volume de liquide à traiter augmente, les espèces réactives ne pénétrant qu'une fine couche superficielle du liquide. Pour pallier cette contrainte, il est essentiel d'optimiser le rapport surface de contact plasma-liquide / volume de liquide, tout en assurant un renouvellement efficace de l'interface.

Des études menées par notre équipe en configuration simple (DBD pointe-liquide, fig.1a) ont mis en évidence une forte corrélation entre la production d'espèces chimiques et l'écoulement induit par le plasma dans la phase liquide [2]. L'hydrodynamique générée par le plasma joue un rôle clé dans le renouvellement de l'interface, en apportant des réactifs frais et en évacuant les produits formés. Des mesures par vélocimétrie par images de particules (PIV) ont révélé deux composantes principales de l'écoulement (Fig. 1b) : (i) un écoulement tangentiel à la surface du liquide, et (ii) un écoulement ascendant vertical le long de l'axe de la décharge. Ce mouvement est principalement attribué aux effets électrohydrodynamiques, induits par l'accumulation de charges positives à l'interface, conséquence de l'alternance positive dominante de la décharge. Cette configuration met également en évidence une structuration verticale marquée du liquide, révélant une non-homogénéité qui limite le transfert vers les zones profondes du volume traité. Ce constat souligne l'importance cruciale de l'optimisation du transfert gaz-liquide dans les procédés plasma NTP-DBD. **Nos travaux visent ainsi à améliorer l'efficacité énergétique des décharges plasma en caractérisant finement les phénomènes à l'interface plasma-liquide et en optimisant les surfaces d'échange.** Deux approches distinctes sont explorées.

1. Ajout de nanobulles (NBs) dans la phase liquide

Les nanobulles, de taille typique de 100 nm, présentent une vitesse de flottation extrêmement faible, ce qui permet d'augmenter significativement la quantité de gaz dissous dans le liquide. Nous avons introduit des nanobulles d'air ou d'oxygène dans la solution à traiter, puis exposé cette solution à une décharge plasma NTP-DBD. L'activité chimique a été évaluée par la dégradation du carmin indigo (CI) réactif à l'ozone.

Contre toute attente, les résultats ont montré une dégradation moindre du Cl en présence de nanobulles comparée à l'eau pure. Cette observation suggère que les nanobulles pourraient modifier la nature des espèces réactives transférées, favorisant potentiellement la formation de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), dont la cinétique de dégradation du Cl est plus lente que celle de l'ozone. Ce résultat remet en question la pertinence de l'ajout de nanobulles pour améliorer l'efficacité chimique dans cette configuration.

2. Plasma NTP-DBD sur film tombant membranaire (FFDBDm)

Face aux limites des réacteurs statiques, les réacteurs à film tombant apparaissent comme des configurations prometteuses pour un changement d'échelle. Nous avons développé un nouveau réacteur plasma à décharge à barrière diélectrique sur film tombant membranaire (FFDBDm), combinant filtration membranaire et POA en une seule étape (Fig. 1c). Ce réacteur coaxial utilise une membrane céramique tubulaire ($\sim 0,2 \mu m$) en mode frontal, formant un film tombant de moins de 1 mm sur la surface externe. La décharge DBD est générée dans l'air, à proximité immédiate du film. Les essais ont montré que le temps de séjour est un paramètre clé pour le transfert de matière : une augmentation du débit liquide entraîne une diminution linéaire des concentrations d'ozone et de H_2O_2 dans le perméat. En revanche, le débit de gaz n'a pas d'impact significatif sur ces concentrations. Les conditions électriques influencent fortement la production de H_2O_2 : un doublement de la tension double sa concentration, probablement en raison d'une dissipation énergétique accrue par effet Joule et d'une humidité favorisant la formation de radicaux hydroxyles. Concernant la dégradation des micropolluants, des taux d'abattement significatifs ont été obtenus même avec un temps de séjour court (3 minutes), atteignant jusqu'à 75 % pour la carbamazépine (CBZ) et la dééthylatrazine (DEA). L'ajout de ces micropolluants semble perturber l'équilibre de l'ozone dans le réacteur et accroître la production de H_2O_2 .

3. Défis et perspectives

Malgré ces résultats encourageants, des défis subsistent. La configuration actuelle, où la décharge se produit dans le gaz, limite les interactions aux espèces à longue durée de vie. De plus, des instabilités de streamers et des concentrations de décharges dans la partie supérieure des réacteurs sont observées. Cette communication présentera les pistes d'optimisation envisagées, visant à stabiliser la configuration et à favoriser un contact direct plasma-liquide en écoulement, afin de maximiser le transfert de matière et exploiter pleinement les espèces réactives à courte durée de vie.

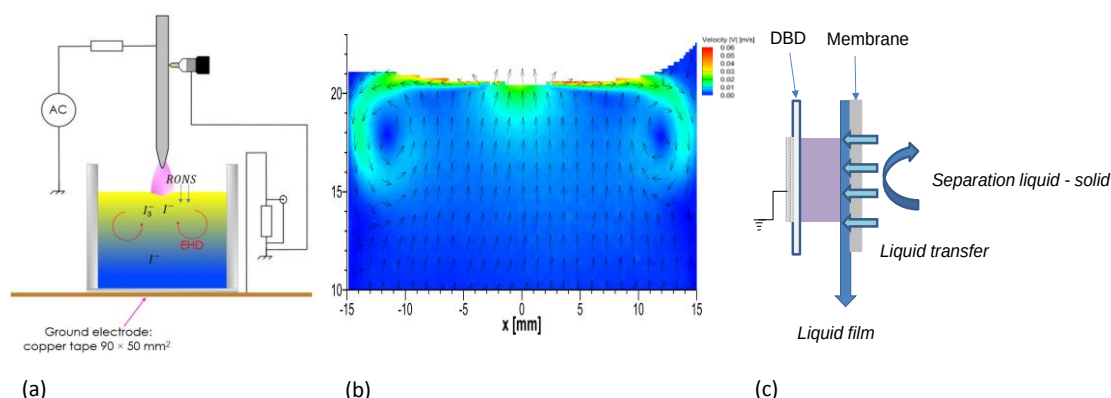


Figure 1 : (a) dispositif pointe-liquide. (b) résultats PIV sur cuve. (c) Réacteur FFDBDm

Références : [1] M. Mouele *et al.* *Environ Sci Pollut Res* 25, 9265–9282 (2018). [2] L. Alomari *et al.* (2024) ESCAMPIG XXVI, Czech Republic.



Session

Traitements biologiques



Challenge of Citrus Processing Wastewater Treatment with Granular Activated Sludge: Batch vs. Continuous Mode of operation

Farshid Pajoum Shariati ^a *, Geoffroy Lesage ^a, Marc Heran ^a *

^a *Université de Montpellier - Institut Européen des Membranes*

Auteur correspondant : geoffroy.lesage@umontpellier.fr

Mots-clés : Granular activated sludge, sequencing batch reactor, membrane bioreactor, citrus wastewater.

Abstract

Citrus processing generates large amounts of peel waste and wastewater, making effective treatment a high priority for environmental and resource management. This study evaluated granular activated sludge (GAS) in Sequencing Batch Reactor (GAS-SBR) and Membrane Bioreactor (GAS-MBR) systems for treating citrus wastewater. The GAS-SBR system achieved stable COD removal efficiencies of 94–97%, while the GAS-MBR initially exceeded 97% but declined due to granule degradation and filamentous bacterial overgrowth at higher organic loading rates. These results highlight the operational strengths of GAS-SBR in batch mode and the challenges of maintaining granule stability in continuous GAS-MBR operation. Overall, the study provides key insights for optimizing citrus wastewater treatment and emphasizes the need to prevent granule deterioration in continuous systems. This work was supported by funding from the Agence Nationale de la Recherche (ANR), PRIMA, under the project "Sustainable Wastewater Re-use with Innovative Purification and Sensing system for the agri-food supply chain" (PRIMA SWRIPS).

Introduction

Citrus processing generates vast amounts of wastewater rich in organic matter, suspended solids, and essential oils, which can severely impact aquatic ecosystems if untreated. Conventional treatment is challenged by variable flow, composition, and antimicrobial effects of essential oils, as well as nutrient imbalances. Common treatment methods include activated sludge, membrane bioreactors (MBRs), sequencing batch reactors (SBRs), lagoons, and membranes, but granular activated sludge (GAS) offers superior performance. This study evaluates GAS-SBR and GAS-MBR for citrus processing wastewater, comparing batch and continuous operations to identify optimal treatment strategies. The goal is to achieve high effluent quality, operational efficiency, and environmental sustainability while addressing the challenges of continuous granular sludge cultivation.

Figure 1 shows COD concentration versus time in the GAS-SBR system containing granular activated sludge during the adaptation phase. In the first phase, there was a constant concentration of COD in the effluent after 24 h of operation with acetate as synthetic wastewater (initial COD concentration was about 1500 mg·L⁻¹). The COD removal rate was about 94-96%. In the second phase, a decrease in COD removal efficiency was observed, which was due to both an increase in the initial COD concentration and changes in the COD composition. The initial COD concentration increased from 1500 to 2500 mg·L⁻¹, and the COD composition changed to 50% commercial citrus juice and 50% acetate. In the last phase, by using real citrus wastewater with an initial COD concentration of 2500 mg·L⁻¹, the removal efficiency reached a constant

* [Université de Montpellier - Institut Européen des Membranes, Tel : 33 \(0\)4.67.14.37.23, Geoffroy.lesage@umontpellier.fr](mailto:Geoffroy.lesage@umontpellier.fr)

value, and it was about 97% after 24 h. The results showed that aerobic granular activated sludge adapted very well to the citrus wastewater and showed good removal efficiency performance.

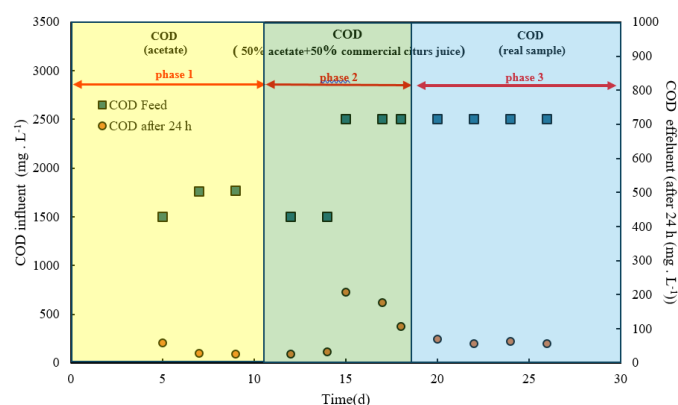


Figure 1 : COD concentration in influent and effluent versus time in GAS-SBR containing granular activated sludge

Figure 2 represents continuous COD removal efficiency versus time in an airlift MBR system with and without granular activated sludge. As the results show, in the period from 0 to 6 days, the COD removal efficiency was over 97% with an OLR of $2.2 \text{ kg COD} \cdot \text{d}^{-1} \cdot \text{m}^{-3}$. On the 6th day, with an increase in OLR from 2.2 to $3.6 \text{ kg COD} \cdot \text{d}^{-1} \cdot \text{m}^{-3}$, a decrease in COD removal efficiency was observed, which was due to the adaptation of the system to the high organic loading rate and the beginning of granule degradation. After that, an interesting phenomenon occurred in the system: 32 hours after changing the OLR, the aerobic granules broke, which increased the COD concentration in the supernatant and permeate. This breaking of granules could be due to the change in the operation mode from batch (GAS-SBR) to continuous (MBR).

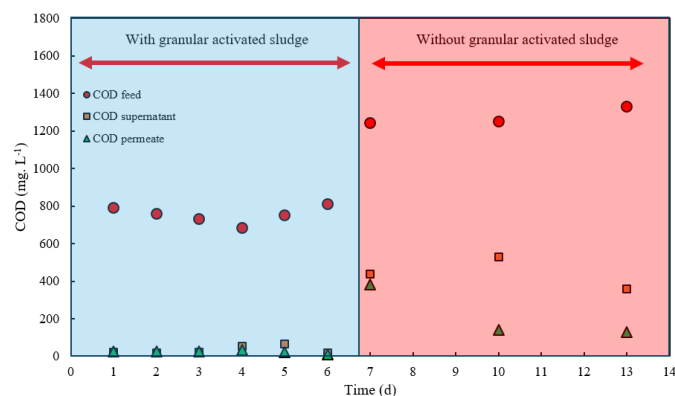


Figure 2 : COD removal efficiency versus time via a GAS-MBR.

Références :

- [1] Navarro, A.R., Lopez, Z.O., Maldonado, M.C. A, pilot plant for the treatment of lemon industry wastewater, Clean Technol. Environ. Policy 10 (2008) 371–375.
- [2] Zema, D.A., Serafina, A., Giuseppe, B., Vincenzo, T., Rossana...Depuration in aerated ponds of citrus processing wastewater with a high concentration of essential oils, Environ. Technol. 33 (2012) 1255–1260.

Capacités nitrifiantes des floccs et des granules dans les boues activées densifiées

Mathilde LEPAGE^{a,c,*}, Ahlem FILALI^b, Clément ROCHE^c, Farhang FOROUZANMEHR^c, Sylvie GILLOT^{a*}

^aINRAE, UR REVERSAAL, Villeurbanne, France (mathilde.lepage@inrae.fr)

^bUniversité Paris-Saclay, INRAE, UR PROSE, Antony, France

^cSUEZ International, Puteaux, France

Mots-clés : boues granulaires aérobies, floccs, nitrification, limitation de diffusion de l'oxygène.

1. Introduction

Les boues activées densifiées (DAS) sont constituées de floccs et de granules (AGS), d'une taille minimale de 200 µm pour ces derniers. Dans les systèmes continus, le développement de cette biomasse hybride est favorisé par la combinaison de facteurs biologiques et d'une sélection physique réalisée à l'aide d'hydrocyclones. La densification permet d'intensifier la capacité des boues activées conventionnelles à décantier et d'accroître donc la capacité de traitement des stations d'épuration. Toutefois, à mesure que la taille et la proportion des granules augmentent, la résistance à la diffusion de l'oxygène devient un facteur limitant du système, réduisant les bénéfices de la densification et pouvant entraîner un déficit en oxygène ou une consommation énergétique excessive [1]. La maîtrise de l'équilibre entre limitations de diffusion et décantabilité améliorée des boues constitue l'un des principaux enjeux de l'optimisation des DAS.

En système continu, la compétition entre floccs et granules est principalement déterminée par : (i) la résistance à la diffusion (DR) dans les granules, qui limite leur croissance, et (ii) la rétention sélective des granules par les hydrocyclones, qui augmente leur âge de boue (SRT) par rapport aux floccs. L'interaction entre ces facteurs, combinée aux conditions opérationnelles des stations, détermine si les bactéries à croissance lente – comme les nitrifiantes – colonisent majoritairement les floccs ou les granules.

Cette étude vise à mieux caractériser la nitrification dans les stations à boues activées équipées d'hydrocyclones. La répartition des activités des bactéries nitrifiantes (AOB pour Ammonia Oxidising Bacteria) et nitrifiantes (NOB pour Nitrite oxidising Bacteria) entre floccs et granules a été caractérisée par respirométrie, ainsi que les limitations de diffusion de l'oxygène au sein des granules. Ces résultats permettront de donner des pistes d'optimisation du fonctionnement de ce type d'installations.

2. Méthodologie

Des mesures respirométriques ont été réalisées sur les DAS et granules provenant de trois stations françaises. Les DAS ont été prélevées directement dans le bassin d'aération, tandis que les granules ont été récupérés à la sortie de l'hydrocyclone par tamisage à 200 µm. Les mesures ont été effectuées dans un respiromètre de 5 L, à 3 g MES/L et en excès d'oxygène dissous [2]. Les teneurs en MES, MVS et la granulométrie de la biomasse ont été mesurées. Les vitesses de nitrification des floccs ont été déduites de celles mesurées sur les DAS et les granules, en tenant compte de la fraction de granules dans le DAS.

Un modèle biocinétique a été développé sous Python afin de simuler la variation du taux de consommation d'oxygène (OUR) en fonction de la concentration en oxygène après ajout d'ammonium et arrêt de l'aération. La nitrification y est représentée comme une réaction en deux étapes : l'oxydation de l'ammonium en nitrite par les AOB, puis l'oxydation du nitrite en nitrate par les NOB. La croissance aérobie des bactéries hétérotrophes (OHO) sur les produits d'hydrolyse et la respiration endogène ont également

été intégrées au modèle. Les concentrations des biomasses, ainsi que la constante d'affinité pour l'oxygène des bactéries autotrophes nitrifiantes ($KO_{2,AUT}$), ont été estimées par calage.

3. Résultats

Les vitesses spécifiques de consommation d'ammonium sont similaires dans les flocs et dans les granules, indiquant une activité comparable des AOB dans les biomasses (Figure 1). En revanche, l'accumulation de nitrite (NO_2) n'est observée que dans les flocs, suggérant un enrichissement des NOB au sein des granules.

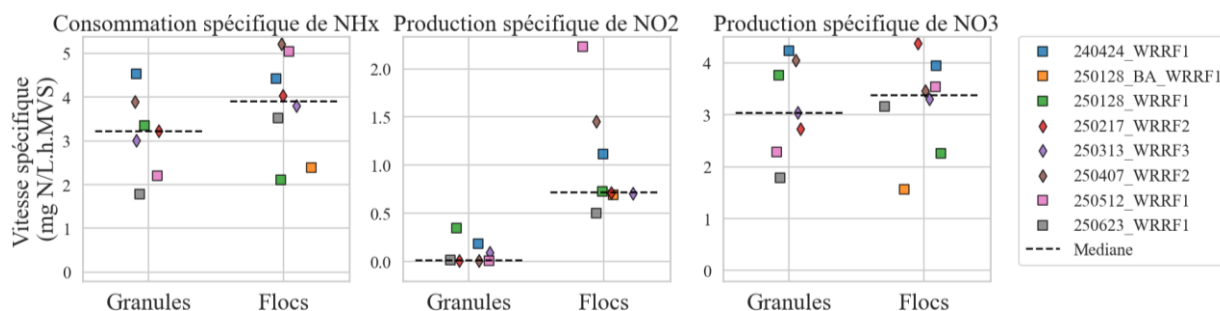


Figure 1 : Vitesses de nitrification et de nitratisation dans les flocs et les granules

La constante d'affinité pour l'oxygène des autotrophes ($KO_{2,AUT}$) des granules estimée par modélisation est systématiquement supérieure au $KO_{2,AUT}$ des DAS (AGS~14–23% en masse). Cette résistance à la diffusion de l'oxygène semble corrélée à la taille des agrégats biologiques (Figure 2). Bien que l'augmentation du SRT des granules confère un avantage compétitif aux nitrifiantes, les résultats montrent aussi que les granules spécifiques aux systèmes continus à fort taux de cisaillement (< 1mm) sont également sujets à une résistance à la diffusion de l'oxygène.

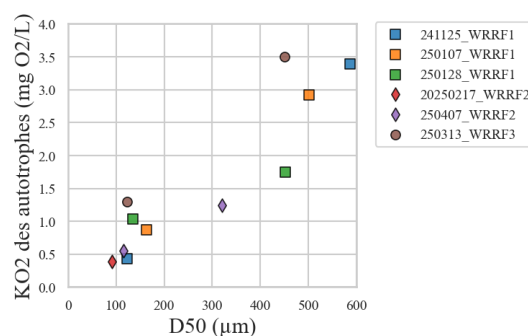


Figure 2 : $KO_{2,AUT}$ en fonction du D50 des particules mesuré par granulométrie

La combinaison de ces phénomènes explique la répartition équilibrée de l'activité des AOB entre flocs et granules, tandis que la croissance des NOB semble favorisée dans les granules, potentiellement en raison de leur vitesse de croissance plus lente et de la production locale de nitrite par les AOB.

4. Conclusion

Les mesures respirométriques réalisées sur des boues issues de procédés à boues activées densifiées à l'aide d'hydrocyclones ont montré une répartition similaire des bactéries nitrifiantes (AOB) entre les flocs et les granules ainsi qu'un enrichissement des granules en bactéries nitrifiantes (NOB). Une résistance à la diffusion de l'oxygène significative dans les granules est également observée, malgré leur relative faible taille (< 1 mm). Ces résultats seront consolidés dans la suite de l'étude en s'intéressant en particulier à l'impact de l'âge des boues et des concentrations en oxygène dissous sur le fonctionnement des DAS.

Références

- [1] K. Bauhs, M. Armenta, R. Maltos, B. Sturm, et P. Regmi, Making waves: Riding the densification wave from current understanding to advancement, Water Res., vol. 257, p. 121690
- [2] A. Souef, Bio-augmentation de l'activité nitrifiante des boues activées, thesis, Paris Est, 2009.

Modélisation d'un bioréacteur à membrane très grande échelle : approche globale vs approche cuve par cuve

Aboubacar Sidiki BANGOURA^{a*}, Kashif NADEEM^a, Claire ALBASI^a, Thi Hoa VU^a, Younes AJEDDIG^b, Sabrina GUERIN^b, Marion ALLIET^a

^a *Université de Toulouse, Laboratoire de Génie Chimique, CNRS, INPT, Toulouse, France*

^b *Service Public de l'Assainissement Francilien, SIAAP, Direction Innovation, Colombes, France*

Auteur correspondant : aboubacarsidiki.bangoura@toulouse-inp.fr

Mots-clés : Bàm très grande taille, modèle intégré, résistance en série, colmatage, traitement des données.

1. Introduction

Les bioréacteurs à membranes (Bàm) sont largement déployés pour le traitement des eaux usées à grande échelle en raison de la qualité constante et élevée des effluents produits [1]. À la station de traitement des eaux usées (STEU) de Seine Aval (SAV), environ 350 000 m³/jour d'eaux usées sont traités par ce procédé. Cependant, le colmatage des membranes demeure un enjeu opérationnel majeur, entraînant une hausse des coûts énergétiques et une complexification du pilotage. Pour pallier ce problème, les pratiques actuelles misent sur une aération intensive et des nettoyages réguliers. Néanmoins, ces actions restent empiriques et ne s'appuient pas sur un modèle prédictif fiable permettant d'anticiper et d'optimiser ces opérations. Les modèles intégrés [2], combinant les modèles de boues activées et résistance en série ont prouvé leur pertinence à petite échelle (< 100 000 m³.j⁻¹). En revanche, les interactions complexes entre les processus biologiques, la filtration et la consommation énergétique restaient encore mal décrites pour les Bàm de très grande taille (> 100 000 m³.j⁻¹). Une première approche pour relever ce défi à la STEU de SAV a consisté à élaborer un modèle intégré global (Fig. 1a). Ce travail a permis de valider l'approche et les modèles biologiques et énergétiques, mais la partie filtration n'a pas pu être validée, le colmatage étant trop peu marqué dans les données disponibles pendant la période de validation. Une seconde approche (Fig. 1b) propose d'appliquer ce même modèle de filtration à chacune des cuves séparément, visant à révéler les dynamiques locales et d'améliorer la compréhension et la prévision du colmatage à grande échelle. L'ensemble de ce travail est mené dans le cadre des programmes Mocopée & InnEauvation.

2. Méthodes

La liqueur mixte provenant des bassins biologiques alimente les cuves membranaires (Fig. 1b) avec une distribution de débits considérée égale. Les paramètres opérationnels et les caractéristiques de l'usine sont résumés dans les travaux [3]. Le modèle de filtration est basé sur le concept de résistance en série [4,5] et a été implémenté dans un environnement Matlab. Il décrit la dynamique de colmatage associée à la filtration, à la relaxation et au rétrolavage. Ce processus est synchronisé avec une aération intermittente. Le modèle tient compte de l'influence de la température, de la pression transmembranaire (PTM), des matières en suspension dans la liqueur mixte (MES) et des concentrations en substances polymériques extracellulaires (EPS). Deux approches de modélisation ont été comparées : une approche globale, basée sur le comportement moyen de 28 cuves membranaires, et une approche cuve par cuve, appliquée individuellement à chaque unité. Pour l'approche cuve par cuve, les valeurs des résistances intrinsèques des membranes, R_m , dépendent de la cuve simulée et doivent être réévaluer après chaque lavage. Une estimation systématique utilisant la résistance totale minimale observée sur une journée entière comme proxy pour R_m , remplace la valeur globale par défaut.

Les données du modèle de filtration ont été collectées toutes les 15 minutes, couvrant 92 jours pour l'approche globale et 30 jours pour l'approche cuve par cuve.

3. Résultats et Discussions

L'approche de modélisation globale a permis une simulation satisfaisante de la PTM moyenne par rapport aux valeurs mesurées. L'approche de modélisation cuve par cuve a permis des prédictions cohérentes de PTM pour les cuves individuelles (Fig. 1c). Le modèle global a capturé une relation linéaire stable entre la PTM et le Flux, impliquant un colmatage négligeable pendant la période de validation. L'approche cuve par cuve a quant à elle permis de révéler des comportements locaux distincts. La cuve 12, par exemple, présente une trajectoire non linéaire entre la PTM et le Flux, caractéristique d'un épisode actif de colmatage (Fig. 1d). Enfin, l'approche cuve par cuve a permis d'identifier les anomalies (dérive de capteurs, arrêts, surcharges) masquées par la moyenne globale. Cette capacité à détecter les singularités de fonctionnement et à qualifier les données à l'échelle locale a amené à développer des procédures de traitement de données automatisées, reproductibles et basées sur la connaissance du procédé afin d'assurer la cohérence des ensembles de données et permettre le calibrage optimisé du modèle.

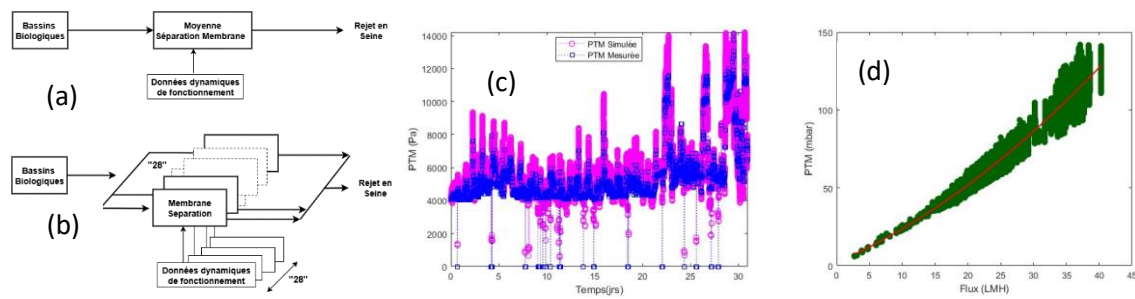


Fig. 1 : (a) Schéma de la Structure du l'approche globale. (b) Schéma de la structure du modèle cuve par cuve. (c) Profil de PTM mesuré et simulé pour la cuve n°12. (d) PTM en fonction du Flux pour la cuve n°12 pendant la période étudiée.

4. Conclusion

Cette étude montre la nécessité de l'approche cuve par cuve, en traitement des données et en modélisation, qui permet une lecture plus fine et réaliste de la filtration dans un BâM de très grande taille. Les développements à venir viseront à intégrer des phénomènes encore peu représentés dans la modélisation : l'ajout de coagulant, les lavages chimiques et le vieillissement des membranes. Ce qui pourra offrir des perspectives prometteuses pour optimiser les performances des BâM et réduire les coûts d'exploitation.

Références :

- [1] S. Judd et C. Judd, «Largest MBR plants worldwide», The MBR Site. Consulté le: 01/08/2025.
- [2] Mannina, G., M. Alliet, C. Brepols, et al. "Integrated Membrane Bioreactors Modelling: A Review on New Comprehensive Modelling Framework". *Bioresource Technology* 329 (2021)
- [3] C. Blin, M. Oliveira, C. Causserand, Y. Fayolle, et V. Rocher, « Validation d'un protocole de vieillissement accéléré de membranes fibres creuses à l'échelle semi-industrielle », *Techniques Sciences Méthodes*, 2023, 12, 179-198.
- [4] A. Zarragoitia-gonzalez, S. Schetrite, M. Alliet, U. Jaureguihaza, et C. Albasi, «Modelling of submerged membrane bioreactor: Conceptual study about link between activated sludge biokinetics, aeration and fouling process», *Journal of Membrane Science.*, 2008, 325(2), 612-624.
- [5] G. Mannina, G. Di Bella, et G. Viviani, «An integrated model for biological and physical process simulation in membrane bioreactors (MBRs)», *Journal of Membrane Science.*, 2011, 376(1-2), 56-69.

Amélioration de la production de méthane dans les AnMBR granulaires par stimulation électrochimique

Olga EL KIK^{a,b}, Marc HERAN^b, François LESTREMAU^a, Andrés SAUVETRE^a, François ZAVISKA^b, Geoffroy LESAGE^b

^aHydrosiences Montpellier, Univ Montpellier, IMT Mines Ales, IRD, CNRS, Ales, France

^bIEM, Univ Montpellier, CNRS, ENSCM, Montpellier, France

Auteur correspondant : geoffroy.lesage@umontpellier.fr

Mots-clés : réacteur bioélectrochimique granulaire, encrassement réversible, meilleure récupération du biogaz, opération à énergie positive, eaux usées faiblement chargées.

1. Introduction

Les bioréacteurs anaérobies à membrane (AnMBR) sont des procédés prometteurs pour le traitement des eaux usées municipales, combinant effluent de haute qualité et récupération de biogaz [1]. Leur déploiement reste toutefois limité par le colmatage, les performances réduites sur effluents faiblement chargés et le recours à un bouillonnement énergivore [2]. L'utilisation de boues granulaires améliore la rétention de biomasse [3], tandis que le couplage avec des systèmes bioélectrochimiques (BES) peut stimuler la méthanisation [4]. Cette étude évalue si la combinaison « granules + stimulation électrochimique douce » dans un AnMBR immergé, sans recirculation de biogaz, permet d'augmenter la valorisation du biogaz tout en maîtrisant le colmatage pour des eaux usées domestiques faiblement chargées.

2. Matériels et méthodes

Deux réacteurs granulaires anaérobies à membrane (GAnMBR) parallèles ont été exploités à température ambiante : un réacteur granulaire anaérobie à membrane de référence (GAnMBR) et un réacteur granulaire anaérobie à membrane assisté électriquement (eGAnMBR) polarisé à 0,7 V. Les deux systèmes intègrent un module d'ultrafiltration plat Kubota (0,4 µm ; 0,11 m²) fonctionnant à flux imposé, sans bouillonnement dédié. Quatre périodes d'exploitation successives ont combiné augmentation du flux et de la charge organique volumique et réduction du temps de séjour hydraulique. Les indicateurs suivis incluent l'abattement de la DCO, la production et la composition du biogaz, les bilans de DCO/méthane, les résistances de filtration et la fraction de colmatage réversible, ainsi que la taille et la fraction volatile des granules.

3. Résultats principaux

Les deux réacteurs atteignent un abattement de la matière organique > 95 % sur l'ensemble des conditions testées. L'eGAnMBR convertit en moyenne environ 10 % de DCO supplémentaire en méthane équivalent par rapport au GAnMBR, avec une fraction de méthane dans le biogaz plus élevée et plus stable et une part de méthane dissous plus faible, indiquant une moindre saturation de l'effluent en CH₄. La stimulation électrochimique favorise le maintien d'une fraction plus importante de gros granules et d'une teneur accrue en matières volatiles, cohérentes avec une biomasse plus active. Le colmatage reste dominé par un gâteau majoritairement réversible. Le bilan énergétique net demeure positif pour les deux configurations,

avec un léger avantage pour l'eGAnMBR. La Figure 1 synthétise ces indicateurs (abattement, rendement méthane, qualité du biogaz, propriétés des granules, colmatage réversible et bilan énergétique) sous forme de diagramme radar, montrant un bénéfice global du couplage bioélectrochimique.

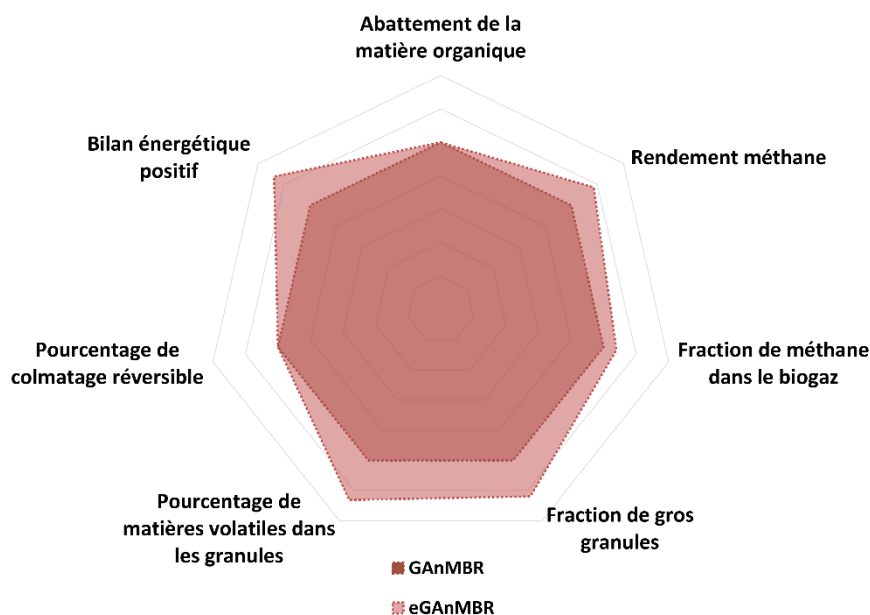


Figure 1 : Comparaison des performances globales du GAnMBR et de l'eGAnMBR sur les principaux indicateurs de traitement et de valorisation du biogaz.

4. Conclusion

Un AnMBR granulaire assisté électrochimiquement, opéré sans recirculation de biogaz, permet de traiter des eaux usées domestiques faiblement chargées à température ambiante tout en maintenant un bilan énergétique positif. La stimulation douce à 0,7 V renforce la valorisation du biogaz et la stabilité des granules, tout en conservant un colmatage majoritairement réversible. Les travaux futurs viseront à optimiser l'architecture réacteur-électrode et la stratégie de polarisation, et à intégrer ce procédé dans des filières complètes incluant des traitements dédiés aux micropolluants.

Références :

- [1] Á. Robles, J. Serralta, N. Martí, J. Ferrer, A. Seco, Anaerobic membrane bioreactors for resource recovery from municipal wastewater: a comprehensive review of recent advances, *Environ Sci (Camb)*, 2021, 7, 1944–1965
- [2] Y. Hu, X. Cai, Y. Xue, R. Du, J. Ji, R. Chen, D. Sano, Y.-Y. Li, Recent developments of anaerobic membrane bioreactors for municipal wastewater treatment and bioenergy recovery: Focusing on novel configurations and energy balance analysis, *J Clean Prod*, 2022, 356, 131856.
- [3] L. Sanchez, M. Carrier, J. Cartier, C. Charmette, M. Heran, J.-P. Steyer, G. Lesage, Enhanced organic degradation and biogas production of domestic wastewater at psychrophilic temperature through submerged granular anaerobic membrane bioreactor for energy-positive treatment, *Bioresour Technol*, 2022, 353, 127145.
- [4] O. El Kik, G. Lesage, F. Zaviska, A. Sauvêtre, M. Heran, F. Lestremay, Synergistic approach for enhanced wastewater treatment: Harnessing the potential of bioelectrochemical systems in integration with anaerobic membrane bioreactors, *J Environ Chem Eng*, 2024, 12, 113162.



Session

PFAS 2



Traitement des PFAS dans les eaux usées industrielles par procédés de réduction avancée et d'électro-oxydation

Baptiste MATHON^{1*}, Myriam KELLOU¹, Muhammad USMAN², Thibault PAULET¹, Claire-Lise FRANQUART¹, Hélène METIVIER⁵, Gerald THOUAND³, Khalil HANNA², Bruno CEDAT¹, Emmanuel MOUSSET³.

¹Treewater, Lyon, France

² Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes, Rennes, France

³GEPEA, La Roche sur Yon, France

⁴LRGP, Nancy, France

⁵ INSA Lyon, DEEP, Villeurbanne, France

Mots-clés : PFAS, TFA, Réduction avancée, électro-oxydation, effluent industriel, pilote

1. CONTEXTE

Les substances per- et polyfluoroalkyles (PFAS) sont des polluants persistants largement détectés dans les eaux usées urbaines et industrielles (15–1500 ng/L dans 70 % des stations étudiées ; Lenka et al., 2021). Leur stabilité, liée aux liaisons C–F, les rend réfractaires aux traitements conventionnels. Les technologies actuelles (charbon actif, procédés membranaires) permettent leur extraction mais non leur destruction, générant des déchets concentrés. En réponse, les réglementations européennes et françaises restreignent leur usage et imposent leur suivi dans les rejets. Des procédés destructifs émergents, tels que l'électro-oxydation avancée (EAOP) et la réduction UV/sulfite, ont montré des abattements quasi totaux en laboratoire (Fang et al., 2017 ; Liu et al., 2021), mais leur application à des effluents réels reste limitée par la complexité des matrices, la formation de sous-produits (ex. TFA) et la consommation énergétique.

2.OBJECTIFS

Cette étude vise à développer et évaluer des stratégies de traitement destructif des PFAS dans des effluents industriels complexes. Deux procédés ont été investigués : **Advanced Reduction Process (ARP)** basé sur la génération d'électrons hydratés (e^-_{aq}) via irradiation UV et réducteurs chimiques (sulfites). **Electrochemical Advanced Oxidation Process (EAOP)** pour la minéralisation des PFAS et de leurs sous-produits potentiels.

3.MÉTHODOLOGIE

Des eaux souterraines contaminées par des PFAS et des effluents industriels contenant du TFA ont été traités par deux procédés destructifs : la réduction avancée (ARP, UV/sulfites) et l'électro-oxydation (EAOP, réacteur ElectRotate). Les eaux souterraines (7 PFAS détectés, 87–536 ng/L) ont été traitées par ARP (20 mmol/L sulfites, 3 h) et par EAOP en batch (2 L, 1 h, anode BDD, cathode inox, 12,5 mA/cm², 1 mm, 15 rpm, Na₂SO₄ 560 mg/L). Les effluents industriels bruts et leur concentrat d'osmose inverse ont été traités par ARP (20 mmol/L sulfites, 12 h) et EAOP (12 h, 5 A, anode BDD, cathode inox, 1 mm, 4 pales à 15 rpm). Les performances ont été évaluées par HPLC-MS/MS sur 20 PFAS et le TFA.

4.RÉSULTATS

Les expériences ont démontré une élimination efficace des acides perfluorocarboxyliques (PFCAs) dans les eaux souterraines, avec des taux de réduction allant de 56 % à 81 % via ARP. En revanche, ARP a montré une efficacité limitée pour les acides perfluorosulfonés (PFSAs), avec des taux de suppression inférieurs à 40 %. L'EAOP a permis une dégradation complète des PFAS quantifiés, bien que la formation de sous-produits chlorés ait été observée, soulignant la nécessité d'optimiser les conditions opératoires pour minimiser ces composés indésirables. L'EAOP a montré une consommation énergétique modérée de 9 kWh/m³ après 1 heure de traitement, soit trois fois plus efficace qu'un système commercial EAOP (30 kWh/m³). Le procédé

ARP a présenté une consommation énergétique de 6 kWh/m³, confirmant la pertinence énergétique et économique de ces technologies pour le traitement des eaux souterraines contaminées par des PFAS.

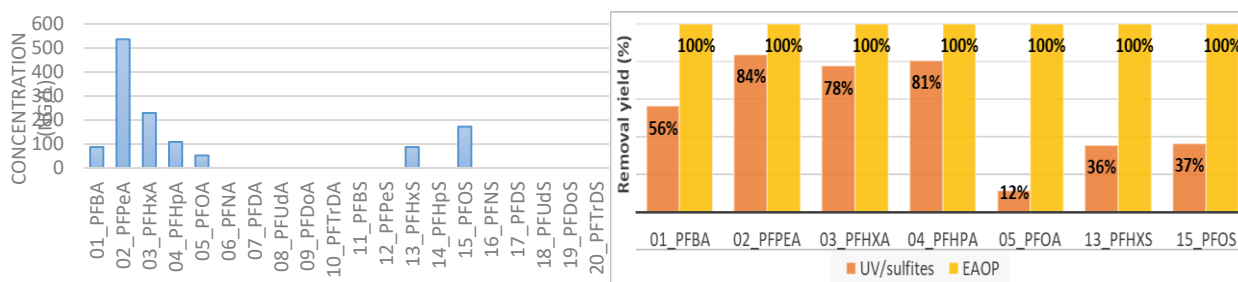


Figure 1 : Bilan des concentrations des 20 PFAS analysés dans les eaux souterraines (à gauche) et bilan des performances d'élimination des 7 PFAS quantifiés (à droite) par ARP (orange) et EAOP (jaune).

Les résultats présentés à la Figure 2 illustrent la cinétique d'élimination d'un PFAS à chaîne courte — l'acide trifluoroacétique (TFA) — lors du traitement EAOP de l'effluent industriel brut (vert) et du concentrat d'osmose inverse (bleu). Après 6 heures de traitement, les taux d'élimination ont dépassé 99 % pour le TFA dans les deux matrices. Ces résultats confirment l'efficacité de l'EAOP pour traiter des PFAS fortement persistants et oxydés comme le TFA, généralement résistants à la plupart des autres procédés. Nous avons également identifié la formation de perchlorates durant le traitement, atteignant des concentrations de l'ordre du g/L. Ces observations mettent en évidence la robustesse de l'EAOP pour le traitement d'effluents contaminés par des PFAS, y compris les flux concentrés, ainsi que l'importance de suivre les composés intermédiaires afin de garantir une minéralisation complète et de limiter la pollution secondaire. Nous testons actuellement une combinaison séquentielle d'oxydation avancée suivie du procédé ARP (UV/sulfites), qui a montré qu'elle augmente la défluoruration des PFAS (Liu et al., 2021) tout en limitant la formation de sous-produits chlorés.

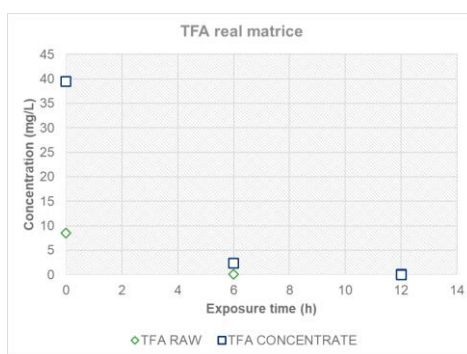


Figure 2 : Évolution des concentrations de TFA lors du traitement EAOP de l'effluent brut (vert) et du concentrat d'osmose inverse (bleu).

5.CONCLUSIONS

La réduction avancée est efficace sur les PFCAs en conditions contrôlées, mais son efficacité est limitée par les effets de matrice dans les effluents réels. L'EAOP constitue une option prometteuse pour le traitement destructif des concentrés et offre une voie viable pour des approches hybrides combinant séparation (ex. osmose inverse) et destruction (EAOP). Une unité pilote de 1 m³/h est prévue pour le traitement des effluents industriels réels contaminés par le TFA et d'autres PFAS. Les travaux futurs incluront le suivi de la libération de fluorures, la limitation et/ou la destruction des perchlorates générés lors du traitement, ainsi que l'optimisation des traitements combinés ARP/EAOP pour une application à grande échelle.

Couplage de l'oxydation anodique et du procédé électro-Fenton sur une membrane électro-réactive pour le traitement de micropolluants bioréfractaires: application aux perméats de bioréacteurs à membrane

Màxim GIBERT-VILAS^{a,b,*}, Geoffroy LESAGE^b, Jiaxin YANG^b, Jeanne LE BEUX-LE CORRE^b, Eddy PETIT^b, Marc HERAN^b, Marc CRETIN^b

^a*E2Lim (UR24133, Université de Limoges), Limoges, France.*

^b*Institut Européen des Membranes (IEM – UMR 5635, ENSCM, CNRS, Université de Montpellier), Montpellier, France*
Auteur correspondant : maxim.gibert-vilas@unilim.fr

Mots-clés : oxydation anodique, électro-Fenton, PFAS, perméat de BRM, membrane électro-réactive.

1. Introduction

Assurer un équilibre durable entre les activités humaines et la préservation des ressources, notamment hydriques, constitue un défi majeur pour les sociétés contemporaines. Le développement de technologies compactes, robustes et efficaces pour le traitement de l'eau est essentiel tant du point de vue environnemental qu'économique. L'élimination des micropolluants représente désormais un enjeu prioritaire en Europe, particulièrement depuis la mise à jour de la Directive (UE) 2024/3019 relative au traitement des eaux résiduaires urbaines, qui impose leur élimination complète dans certaines stations d'épuration d'ici 2045. Dans ce contexte, cette étude explore l'utilisation de membranes électro-réactives au sein d'un procédé électrochimique d'oxydation avancée. Cette approche permet le traitement efficace d'eaux usées contenant des micropolluants pharmaceutiques et chimiques bioréfractaires, incluant les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAS). La technologie proposée repose sur : (i) la mise en œuvre d'une oxydation de l'eau sur une anode céramique poreuse en oxyde de titane sous-stœchiométrique (TiOx), permettant la génération de radicaux hydroxyles physisorbés à la surface de l'anode (Eq. 1), espèce hautement réactive et peu sélective ($E^\circ = 2,8 \text{ V/ECS}$), conduisant à la dégradation et à la minéralisation des polluants organiques, et (ii) le procédé électro-Fenton, qui assure la production de radicaux hydroxyles en solution via la réaction de Fenton, tout en permettant la génération in situ de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et la régénération continue du catalyseur (Fe^{2+}) à la cathode en feutre de carbone.



2. Matériels et Méthodes

Notre approche se concentre sur la dégradation de micropolluants bioréfractaires au sein de la porosité d'une membrane conductrice en TiOx, intégrée dans un pilote de filtration de 2,5 L. Nous présentons ici nos résultats récents obtenus sur des matrices de complexité croissante, allant de solutions modèles jusqu'à des perméats de bioréacteur à membranes de STEP artificiellement dopés en Diuron, Carbamazépine et PFOA ($300 \mu\text{g L}^{-1}$). Ces travaux s'appuient sur notre expertise dans la mise en œuvre de supports membranaires poreux utilisés comme électrodes pour des procédés électrolytiques en écoulements convectifs [1–3]. Les performances du procédé sont évaluées en termes d'efficacité de dégradation des micropolluants, par l'analyse des sous-produits d'oxydation du PFOA et par des mesures d'écotoxicité, en fonction de paramètres clés tels que le flux de perméat, la densité de courant appliquée et le type de procédé électrochimique d'oxydation avancée mis en œuvre : oxydation anodique seule ou couplée au procédé cathodique électro-Fenton.

3. Résultats et Discussion

Un seul passage à travers la membrane permet la dégradation totale de la Carbamazépine et du Diuron mais une dégradation partielle du PFOA dans le cas de l'oxydation anodique seule. Toutefois, le couplage des processus anodique et cathodique, dans des conditions opératoires optimisées et en mode recirculation, permet d'atteindre des taux d'abattement du PFOA pouvant atteindre 93 % pour l'ensemble des matrices étudiées (Figure 1). Ces résultats mettent en évidence des phénomènes de compétition importants, notamment liés à la présence de matière organique, qui influencent fortement les cinétiques de dégradation du PFOA. La disponibilité des radicaux hydroxyles ($\cdot\text{OH}$), tant en surface qu'en solution, constitue un facteur déterminant pour la dégradation et la minéralisation de ce type de composés. Enfin, l'analyse des sous-produits de dégradation montre une tendance vers la minéralisation quasi complète du PFOA, la majeure partie du fluor étant retrouvée sous forme d'ions F^- en fin de traitement. Des mesures d'écotoxicité complémentaires indiquent peu de variation de toxicité au cours du traitement.

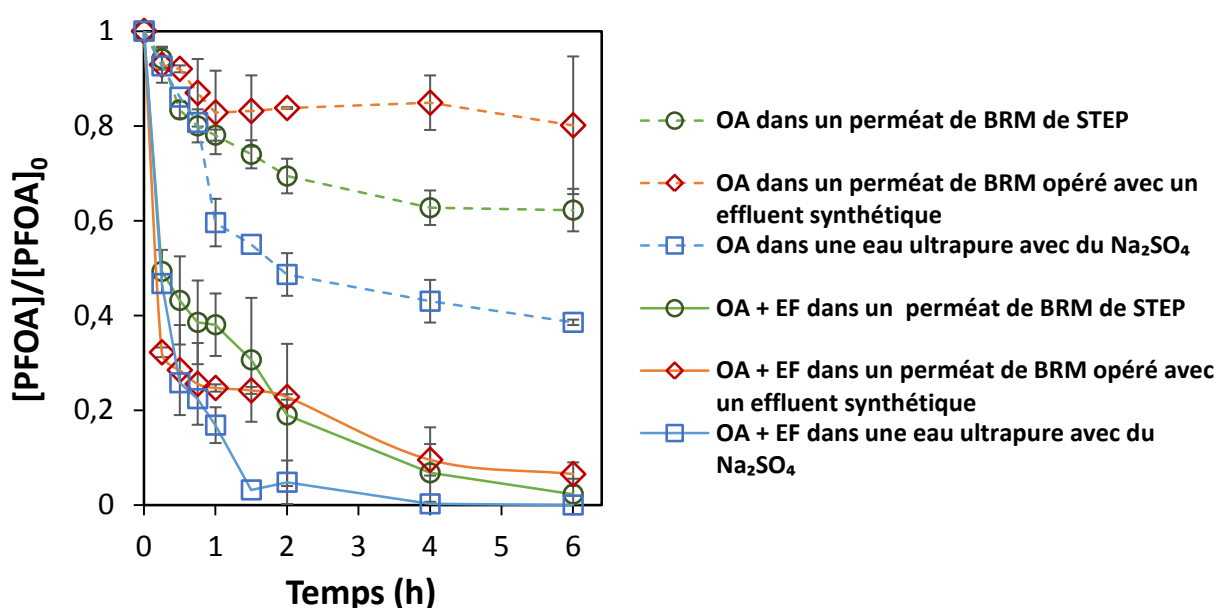


Figure 1 : Oxydation du PFOA dans différentes matrices par oxydation anodique seule ou couplée au procédé électro-Fenton.

Références:

- [1] C. Trellu, C. Coetsier, J.-C. Rouch, R. Esmilaire, M. Rivallin, M. Cretin, C. Causserand, Mineralization of organic pollutants by anodic oxidation using reactive electrochemical membrane synthesized from carbothermal reduction of TiO_2 , *Water Res.*, (2018), 131, 310–319.
- [2] O. Ganzenko, P. Sistat, C. Trellu, V. Bonniol, M. Rivallin, M. Cretin, Reactive electrochemical membrane for the elimination of carbamazepine in secondary effluent from wastewater treatment plant, *Chem. Eng. J.*, (2021), 419, 129467.
- [3] C. Gomri, D. Krzyzanowski, M. Rivallin, F. Zaviska, E. Petit, M. Semsarilar, M. Cretin, Electrochemical advanced oxidation of PFOA by Ti_4O_7 reactive electrochemical membrane anode, *J. Environ. Chem. Eng.*, (2024), 12, 113495.

Performances de la nanofiltration fibres creuses (HFNF) pour l'élimination des PFAS dans les filières de traitement des eaux potables

Théo PARIS^a, Philip McCleaf^b, Vera FRANKE^b, Lutz AHRENS^c, Benoît TEYCHENE^a

^a *Institut de Chimie des Milieux et des Matériaux de Poitiers (IC2MP-UMR : 7285), Poitiers, France*

^b *Uppsala Water and Waste Ltd., P.O. Box 1444, SE-751 44 Uppsala, Sweden*

^c *Swedish University of Agricultural Sciences, Uppsala, Sweden*

Auteur correspondant : theo.paris@univ-poitiers.fr

Mots-clés : PFAS, nanofiltration fibres creuses, eau potable, traitement des concentrats.

1. Introduction

Les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAS) représentent aujourd'hui un enjeu majeur de santé publique en raison de leur grande persistance dans l'environnement et de leurs effets potentiellement nocifs pour la santé humaine, tels que des troubles endocriniens ou certains cancers [1]. Leurs propriétés chimiques intrinsèques rendent leur élimination difficile par les procédés conventionnels de traitement des eaux. Dans ce contexte, les procédés membranaires de nanofiltration (NF) apparaissent comme une solution prometteuse pour réduire la concentration en PFAS dans les eaux destinées à la consommation. En particulier, la nanofiltration à fibres creuses (HFNF) suscite un intérêt croissant. En effet, celle-ci combine une excellente efficacité d'élimination des micropolluants organiques grâce à un seuil de coupure faible (MWCO : 200 à 1000 g.mol⁻¹) tout en apportant des coûts opératoires réduits par rapport à d'autres technologies membranaires telles que l'osmose inverse basse pression (OIBP) [2]. De plus, ces membranes présentent une bonne résistance à l'encrassement et peuvent être nettoyées régulièrement limitant la nécessité de prétraitements lourds et favorisant leur utilisation dans des eaux chargées en matière en suspension [3]. De ce fait, cette technologie membranaire présente un intérêt pour le traitement direct de concentrats issus de technologie membranaire comme l'OIBP ou la NF dense, souvent riches en PFAS et difficile à valoriser. **L'objectif de ce travail est donc de caractériser la capacité de rétention de la HFNF selon le type de PFAS dans différentes matrices naturelles et d'examiner son potentiel dans une filière de traitement des concentrats générés par une membrane de NF90.**

2. Matériels et méthodes

Les essais de nanofiltration ont été réalisés sur deux types de matrices prélevées par le syndicat des eaux d'Uppsala (Uppsala Vatten, Suède) : une eau souterraine brute (ES ; COT = 2,7 mg.L⁻¹ ; conductivité = 726 µS.cm⁻¹) et un concentrat issu d'une membrane NF90 de la même filière d'eau souterraine (CNF90 ; COT = 6,6 mg.L⁻¹ ; conductivité = 1692 µS.cm⁻¹).

Les expérimentations en HFNF ont été conduites sur un pilote MExplorer™ équipé d'une membrane dNF80 (NX Filtration®, 50 cm², MWCO = 800 Da) exploitée à une vitesse tangentielle de 0,5 m.s⁻¹ et sous une pression transmembranaire (PTM) constante de 5 bars pour l'ensemble des matrices. Avant chaque série d'essais, une phase de stabilisation de 48 h a été réalisée afin de stabiliser les phénomènes d'adsorption des PFAS sur la membrane. Trois taux de conversion (Y) ont ensuite été étudiés pour évaluer la rétention des PFAS en fonction de la qualité de la matrice. Travaillant sur des échantillons naturels non dopés, la quantification des PFAS, de l'ordre du ng/L, a nécessité des étapes préalables de préconcentration par extraction en phase solide (SPE) et d'évaporation sous azote avant analyse par LC-MS/MS (Sciex – Excision LC

+ *Triple Quad™ 3500*) En plus de la concentration en PFAS dans les échantillons, les paramètres classiques tels que le flux de perméat, la conductivité, la teneur en ions et le COT ont pu être suivis.

3. Résultats et Perspectives

Quel que soit le type de matrice étudiée, la rétention des PFAS par la membrane HFNF suit une tendance croissante avec la longueur de la chaîne perfluorée avec des capacités d'élimination variant de 20 à 60 % pour l'*EdS* et de 50 à 95 % pour l'*ES* (Figure 1a&b). Néanmoins lors de la filtration du *CNF90*, une diminution générale des taux de rétention a été observée pour l'ensemble des PFAS. Par exemple, la rétention diminue respectivement à 52% et 24% pour le PFOS et le PFBS. De plus une augmentation de la conductivité dans l'alimentation a été constatée pour les matrices naturelles, alors qu'elle est restée constante lors de la filtration du *CNF90*, suggérant une modification des mécanismes de transport ionique à travers la membrane. Cette hypothèse a été confortée par l'analyse de la rétention ionique, où des changements de rétentions importantes ont été observés lors du passage à la filtration du *CNF90*. Ces observations suggèrent ainsi un affaiblissement de l'effet Donnan et une augmentation apparente de la taille des pores, ce qui pourrait devenir une explication plausible à la baisse de la rétention des PFAS dans cette matrice concentrée. Un bilan matière réalisé sur la base du schéma conceptuel (Figure 1c), montre que l'intégration de la HFNF permet la production d'un perméat conforme aux exigences réglementaires françaises en matière de PFAS ($\Sigma 20[\text{PFAS}] < 100 \text{ ng/L}$), mais ne respecte cependant pas la réglementation suédoise ($\Sigma 4[\text{PFAS}] < 4 \text{ ng/L}$). Des investigations complémentaires sont également nécessaires afin d'évaluer le comportement de la HFNF en fonction de la salinité, et d'approfondir davantage l'impact de la précipitation saline sur les mécanismes de rétention.

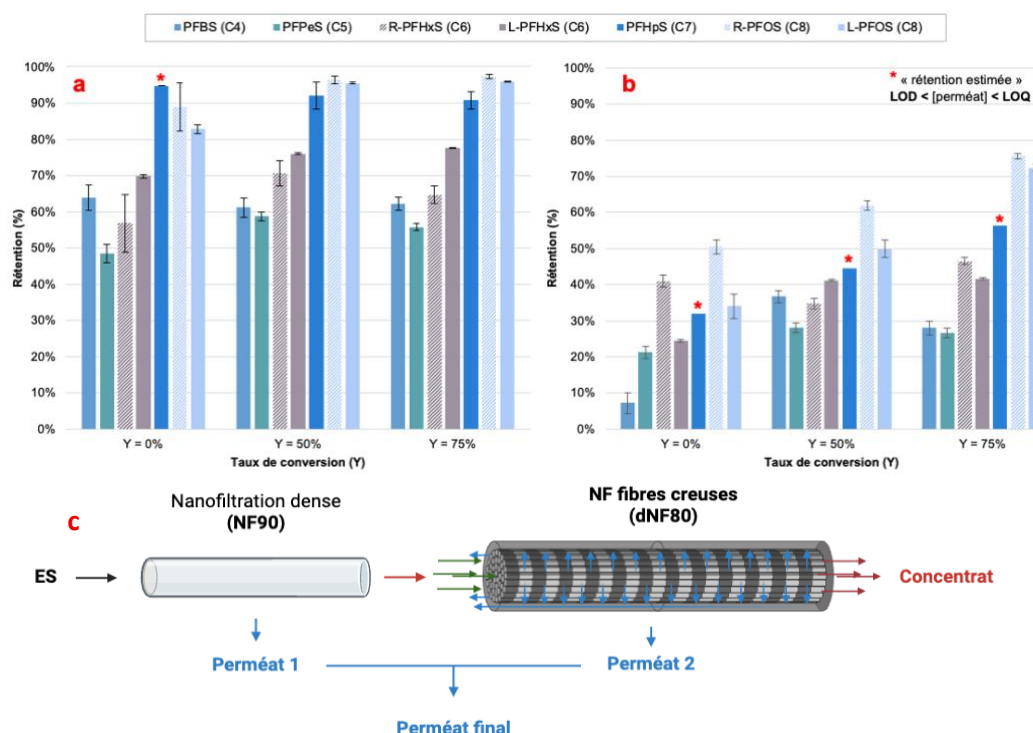


Figure 1 : Rétention des PFAS selon le taux de conversion Y pour l'*ES* (a) et le *CNF90* (b) ; schéma conceptuel de la filière de traitement d'eau souterraine couplant la NF90 et l'HFNF (c)

Références :

- [1] Nzeribe, et al. 2019. Critical Reviews in Environmental Science and Technology, 49 (10): 866–915, <https://doi.org/10.1080/10643389.2018.1542916>
- [2] Dagher, et al. (2023). J. Sep. and Purif. Tech., 330: 125323. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.125323>.
- [3] Chang, H. et al. (2017) J. Memb. Sci. 540, 362-380., <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2017.06.077>



Session

Pollution et diversité microbiennes



Antibiotic resistance dynamics: a data mining approach to identify Keystone bacteria

Marina ANDREU-PAZOS^a, Christophe DAGOT^a, Thibault STALDER^a

^aUMR Inserm 1092 RESINFIT – Université de Limoges, Limoges, France
marina.andreu_pazos@unilim.fr

Keywords : Antibiotic Resistance, Data Mining, One Health, Plasmid.

1. Introduction

Antibiotic resistance (AR) is a pressing global health concern impacting both humans and animals. The environment plays a central role in its emergence, selection and dissemination, highlighting the need for a One Health strategy to fight AMR. However, the trajectories driving AR to move between these compartments are still unclear, which challenge the development of effective monitoring and control approaches [1].

Bacteria are able to transfer AR genes through different horizontal gene transfer mechanisms, one of which involves plasmids. Plasmids are bacterial extrachromosomal DNA that can carry one or multiple AR genes. The role of plasmids in the transfer and global spread of many AR genes is well established. In a previous study [2], it was found that some bacteria carry more AR genes and plasmids than others within the same bacterial community. Based on this information, later confirmed by others [3], we hypothesized that certain bacteria disproportionately spread these genes passing through human, animal and environmental boundaries. We will call these bacteria Keystone strains, based on the analogy to “Keystone species” used by Paine in 1969 [4].

2. Material and methods

To identify keystone strains, we mined the databases IMG/PR and PLSDDB, compiling 72.306 and 698.690 plasmid sequences respectively. Specifically, three datasets were analyzed: two sets (i.e., IMG/PR Isolate & PLSDDB) based on genomic sequences obtained from isolates, and one set (i.e., IMG/PR meta) based on metagenome sequencing data. Plasmid sequences were recovered from samples of human, animal and different environments, including hospital drains and wastewater, wastewater treatment plants and rivers. Data were curated to retain plasmid sequence for which host and origin of sample was available. Finally, we built a tripartite network using these data, where nodes represent plasmids grouped by similarity, bacteria grouped at the genus level, and sample origin (human, animal, environment) (see Figure 1).

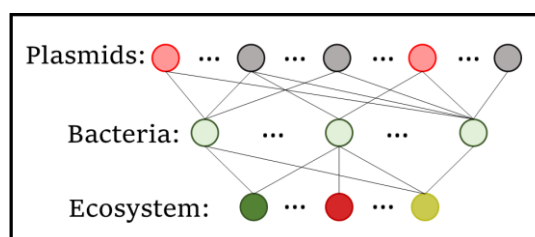


Figure 1 : Image depicting the tri-partite network.

3. Results

The tri-partite network showed that certain bacterial genera disproportionally carried plasmids and that some of those genera were found in humans, animals, and the environment. Analysis of the network revealed that 126 bacterial genera known to carry resistance plasmids were found in the three One Health compartments, among which 9 were common to the three datasets (Figure 2).

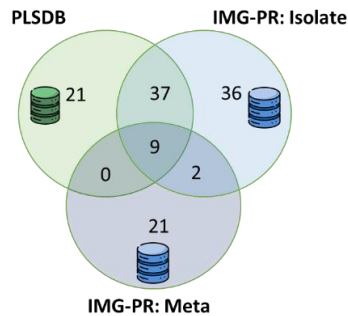


Figure 2: Venn Diagram of bacteria found in the three compartments, present between datasets.

These included six genera known to encompass ESKAPEE pathogens: *Staphylococcus* spp., *Klebsiella pneumoniae* spp., *Acinetobacter* spp., *Pseudomonas* spp., *Enterobacter* spp., and *Escherichia* spp. *Enterococcus* spp., although absent from this list, was detected in the three ecosystems in two of the three datasets. In the metagenomic dataset, which provided a broader sampling representation across all studied ecosystems, several of these genera were relatively well connected across compartments (e.g., *Klebsiella* spp., *Acinetobacter* spp., *Pseudomonas* spp., and *Enterobacter* spp.).

These results suggest that **keystone strains** are close relatives of major clinically relevant bacteria, capable of persisting or surviving across multiple ecosystems.

Further analysis will aim to confirm whether the identified bacterial genera indeed act as keystone taxa by testing whether their removal significantly disrupts the network structure, particularly regarding **antimicrobial resistance (AR) gene** exchange between ecosystems.

Bibliography:

- [1] K. W. K. Tang, B. C. Millar, J. E. Moore, *Antimicrobial Resistance (AMR)*, *Br J Biomed Sci*, 2023, 80, 11387.
- [2] T. Stalder, M. O. Press, S. Sullivan, I. Liachko, E. M. Top, *Linking the resistome and plasmidome to the microbiome*, *The ISME Journal*, 2019, 13(10), 2437-2446.
- [3] C. Zhu, et al., *Global diversity and distribution of antibiotic resistance genes in human wastewater treatment systems*, *Nat Commun*, 2025, 16(1), 4006.
- [4] R. T. Paine, *A Note on Trophic Complexity and Community Stability*, *The American Naturalist*, 1969, 103(929), 91-93

Dynamique des pathogènes de l'entrée à la sortie des stations d'épuration (STEP) : analyse de l'efficacité des traitements avancés

Birsu GUZEL^{a*}, Julien LE ROUX^a, Sabrina GUERIN^b, Amar NAJI^b, Rania KRIMOU^b, Régis MOILLERON^a, My Dung JUSSSELME^a

^a*LEESU, Université Paris-Est Créteil, École nationale des ponts et chaussées, Créteil, France.*

^b*Syndicat Interdépartemental pour l'Assainissement de l'Agglomération Parisienne (SIAAP), Direction Innovation, Colombes, France*

** Auteur correspondant : birsu.guzel@u-pec.fr*

Mots-clés : traitement avancé, pathogène, bactériophage, virus, métagénomique, effluent

Garantir la qualité des eaux usées avant leur rejet dans les milieux aquatiques constitue un enjeu majeur de santé publique. Les traitements avancés de désinfection (ex. photolyse UV ou acide performique) sont de plus en plus utilisés et le seront probablement davantage encore avec l'évolution des activités récréatives (ex. baignade en rivière) et de la réglementation (ex. DERU2). Actuellement, dans la littérature, la majorité des études évaluant l'efficacité des traitements sur les communautés microbiennes est basée sur les bactéries indicatrices fécales (BIF). Or, ces indicateurs ne reflètent pas toujours la présence réelle de pathogènes et ne permettent pas une évaluation fiable des risques sanitaires. Les virus, en particulier, demeurent largement sous-étudiés par rapport aux bactéries, malgré leur importance dans le contexte épidémiologique. Par ailleurs, la résistance antimicrobienne (AMR) est devenue l'une des principales problématiques de santé publique du XXI^e siècle. Sans mesures de contrôle efficaces, elle pourrait rendre de nombreux pathogènes bactériens plus mortels à l'avenir qu'ils ne le sont aujourd'hui. Parmi eux, les pathogènes multirésistants regroupés sous l'acronyme ESKAPE (*Enterococcus faecium*, *Staphylococcus aureus*, *Klebsiella pneumoniae*, *Acinetobacter baumannii*, *Pseudomonas aeruginosa* et *Enterobacter spp.*) sont considérés comme une menace majeure, et classés parmi les pathogènes prioritaires critiques par l'OMS. Les bactériophages jouent également un rôle clé dans le transfert horizontal de gènes, pouvant contribuer à la dissémination de l'antibiorésistance. L'objectif de cette étude est d'évaluer l'efficacité des traitements utilisés au sein des stations d'épuration (STEP), en particulier les traitements avancés tels que les UV et l'acide performique (PFA), sur les bactéries pathogènes, notamment les ESKAPE, ainsi que sur les bactériophages. Nous avons adopté une approche méthodologique combinant des expérimentations en laboratoire et des analyses en conditions réelles au sein des stations d'épuration du Syndicat Interdépartemental pour l'Assainissement de l'Agglomération Parisienne (SIAAP). Les stations étudiées incluent l'usine Seine Centre (biofiltration), Seine Aval (bioréacteur à membrane), Marne Aval (UV) et Seine Valenton (PFA). L'analyse des pathogènes est réalisée par séquençage métagénomique shotgun, et les données obtenues sont traitées à l'aide d'un workflow bioinformatique en développement, comprenant une première étape rapide basée sur les k-mers et une approche plus approfondie incluant l'assemblage et des méthodes d'apprentissage automatique. Nos résultats préliminaires issus des expériences en laboratoire montrent que les phyla bactériens dominants dans les rejets sont *Pseudomonadota*, *Actinomycetota* et *Bacteroidota*. Du côté viral, une présence marquée du phylum *Uroviricota* a été observée par rapport aux autres groupes viraux. Nous observons également que le traitement à l'acide performique (PFA) semble influencer la composition de la communauté microbienne présente dans le rejet. Une analyse approfondie des bactéries, y compris des pathogènes multirésistants, ainsi que des virus sera réalisée dans les prochaines étapes de l'étude.

De la STEP au lac : caractériser la diversité microbienne par ADN environnemental pour étudier le fonctionnement épuratoire et l'impact potentiel du rejet sur les communautés lacustres

Valentin VASSELON^{a*}, Eric PLANCHAMP^b, Eloïse DUVAL^c, Flavie COUTURIER-PETRASSON^a, Stéphan JACQUET^d, Alexandre RICHARD^a

^a*SCIMABIO Interface, Thonon-les-Bains, France*

^b*SAUR, Thonon-les-Bains, France*

^c*FISH-PASS, Laillé, France*

^d*Université Savoie Mont-Blanc, INRAE CARTELE, Thonon-les-Bains, France*

Auteur correspondant : valentin.vasselon@scimabio-interface.fr

Mots-clés : STEP, ADN environnemental, Métabarcoding, Communauté bactérienne, Fonctionnalité.

1. Résumé

Les approches basées sur l'ADN environnemental (ADNe) se sont largement développées au cours de la dernière décennie comme outils non invasifs pour l'évaluation de la biodiversité dans les écosystèmes aquatiques. Elles sont aussi déployées dans des systèmes complexes comme les stations d'épuration des eaux usées (STEP) pour répondre à des suivis réglementaires (e.g. recherche de bactéries pathogènes) ou pour évaluer l'impact des rejets traités sur les milieux récepteurs comme les lacs ou les rivières [1]. Avec les avancées méthodologiques récentes et l'évolution des connaissances, les données génétiques permettent à la fois de caractériser les communautés microbiennes ainsi que leur fonctionnalité vis-à-vis de processus d'épuration clés au sein des étapes de traitement de la STEP comme la dégradation de la matière organique et des nutriments (azote, phosphore) [2].

C'est dans ce contexte qu'une étude scientifique a été menée sur un système de STEP autour de deux objectifs : (i) évaluer l'effet potentiel des communautés bactériennes du rejet sur les communautés naturelles du lac, via un suivi spatial autour de l'émissaire et un suivi temporel saisonnier ; (ii) caractériser les communautés bactériennes et groupes fonctionnels associés impliqués dans le processus d'épuration, en comparant les différentes étapes et files de traitement au fil des saisons.

Le dispositif expérimental spatial et temporel déployé a permis de collecter 186 échantillons répartis entre la STEP (boues, eaux usées), le rejet (eau) et le milieu aquatique récepteur (eau, sédiments). Les inventaires de diversité bactérienne ont été obtenus par séquençage métabarcoding ciblant la région 16S V3-V4, puis convertis en assemblages fonctionnels (e.g. réduction des nitrites, accumulation de polyphosphates) grâce à la base de référence internationale Midas 5 [2].

Les résultats révèlent une forte variabilité saisonnière des communautés bactériennes liée aux conditions météorologiques dans le lac ainsi que dans les systèmes de la STEP. Aucun effet des communautés bactériennes issues du rejet de la STEP sur celles du Lac n'a pu être identifié. Sur les différentes étapes du processus d'épuration, des communautés bactériennes différentes ont été observées entre les eaux usées en entrée de STEP, le dégazeur, les boues activées, le clarificateur et le rejet au lac. L'analyse fonctionnelle a permis de mettre en avant une forte proportion de la communauté bactérienne impliqués dans la dégradation de l'Azote, mais très peu dans celle du phosphore. Ces résultats sont cohérents avec les observations des gestionnaires de la STEP et leur ont permis de se projeter sur l'utilisation pour caractériser

l'impact écologique potentiel de son activité mais aussi d'avoir un outil d'évaluation de ses pratiques de gestions.

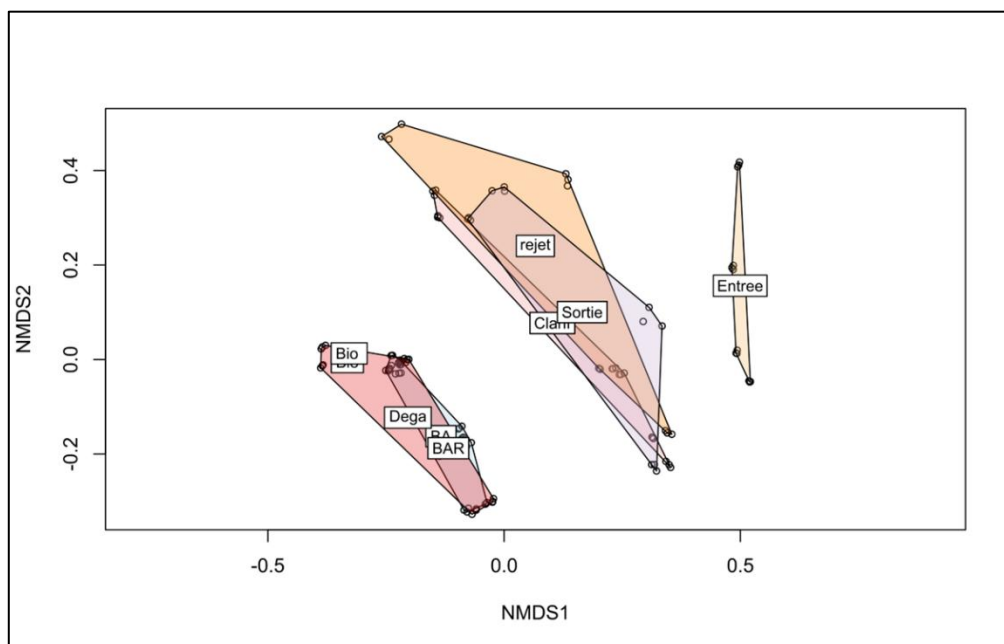


Figure 1 : NMDS réalisée à partir de l'indice de dissimilarité Bray-Curtis calculé via les inventaires génétiques bactériens pour évaluer les différences d'assemblages bactériens entre composantes de la STEP.

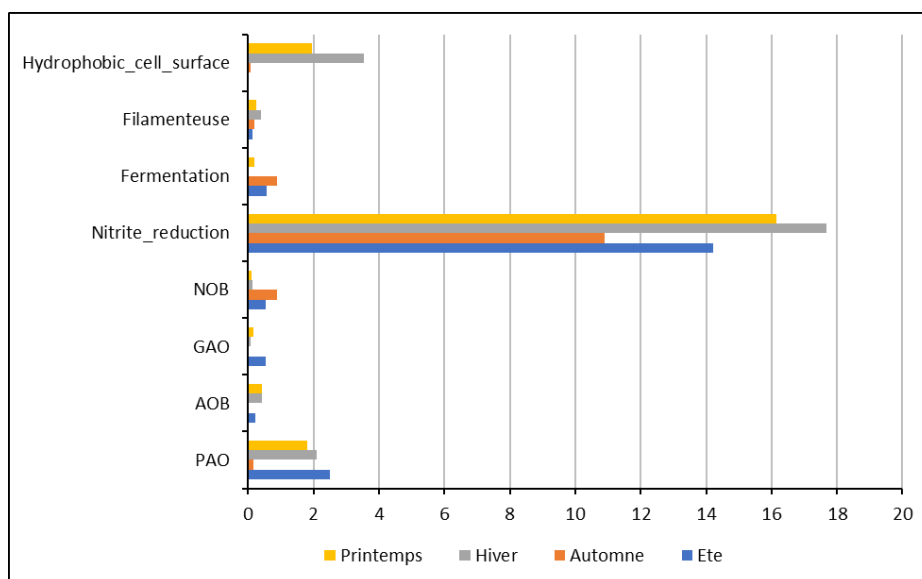


Figure 2 : Proportion des assemblages bactériens identifiés comme aillant une fonction d'intérêt pour la STEP dans les boues activées (Midas 5). Le suivi a été réalisé à différente période de l'année.

Références :

- [1] R. Ríos-Castro, A. Ramilo, S. Pascual, E. Abollo, Early Metabarcoding Detection of Eukaryotic Putative Pathogens Nearby Wastewater Effluents of Ría de Vigo (NW Spain), 2025, Diversity, 17(10), 671.
- [2] M. K. D. Dueholm, K. S. Andersen, ... P. H. Nielsen, MiDAS 5: Global diversity of bacteria and archaea in anaerobic digesters, 2024, Nature Communications, 15(1), 5361.



Session

Récupération de nutriments



Wastewater resources recovery using microalgae: Long-term dynamics and fate of nitrogen and phosphorus in an outdoor raceway pond

Toan K. NGUYEN^{a*}, German D. MARTINEZ CARVAJAL^a, Anh L. PHAM^b, Julien LAURENT^a

^a*Icube, UMR 7357, ENGEE/CNRS/Université de Strasbourg, 67000 Strasbourg, France*

^b*University of Science and Technology of Hanoi, Hanoi, Vietnam*

Corresponding author : khanh-toan.nguyen@etu.unistra.fr

Key words: High-rate algal ponds, nitrification, photosynthesis, assimilation, precipitation, CO₂ addition.

1. Introduction

High-rate algal pond (HRAP) are cost-effective set ups for large-scale wastewater treatment based on phototrophic consortium for wastewater treatment on a large scale. However, such a system is highly dependent on weather conditions. Another important aspect of wastewater treatment using microalgae-bacteria is the removal of nutrients such as nitrogen and phosphorus. Nitrogen can undergo many processes during wastewater treatment in a HRAP, i.e., assimilation into biomass [1], nitrification [2], ammonia volatilization [1], Phosphorus can undergo assimilation into biomass and precipitation at high pH [1]. The ratio between N and P in influent is also important and can significantly impact performance [3]. While the existence of these processes is known, their competition between each other and interactions with operational parameters are not well-understood. To promote nutrient recovery, some removal pathways could be preferable, i.e., biomass assimilation instead of volatilization.

Therefore, the aim of this project is to develop a better understanding of the nutrient dynamic in HRAP for wastewater treatment, particularly for long-term operation under temperate climate conditions. Winter period with low temperature and limited solar radiation is identified as an important operational challenge. A pilot scale HRAP has been set up inside a greenhouse located on the site of a wastewater treatment plant in the South of Strasbourg, France. The pilot will be operated with municipal wastewater for one year to investigate the performance under temperate climate. During operation, operational parameters will be modified to evaluate the response of the pilot HRAP.

2. Material and methods

The pilot-scale HRAP is a single-loop raceway pond with two channels joined by curved ends, each containing a deflector. The highest operational water level was 25 cm corresponding to a volume of 180 L. There is a vertical sump for CO₂ injection in one of the channels. Mixing is maintained with a 6-blade paddlewheel driven by a DC motor. The pilot outlet is connected to a 20L settling tank.

Tracer tests were conducted with different operational parameters to evaluate the hydrodynamics of the pilot. Peclet number and horizontal flow velocity were determined. Subsequently, CO₂ addition tests by bubbling with a diffuser were carried out under similar operating conditions to understand the effects of hydrodynamics on CO₂ mass transfer rate. Volumetric mass transfer coefficient k_La was determined.

The pilot HRAP was initially fed with only preliminary treated municipal wastewater without any additional source of microalgae in early September 2025. Then, during the inoculation period (32 days), the pilot HRAP was operated under batch mode with an HRT of 12 to 14 days and fed once weekly with only preliminary treated wastewater. Analysis of suspended solids and chemical properties of the pilot liquid

(COD, nitrogen, phosphorus) was carried out twice per week. pH, dissolved oxygen and temperature of the liquid were monitored with online sensors.

3. Results and discussion

The tracer test showed that flow velocity increased linearly with paddlewheel rotational speed and slightly decreased with higher water level. Peclet number did not vary significantly with paddle wheel speed and decreased significantly at higher water level. Overall dispersion was higher at higher water depth. This result demonstrates the effects of design and operational parameters on hydrodynamics of the system. During the CO₂ gas-liquid mass transfer rate test, it was observed that higher CO₂ injection rate improved k_La . In general, k_La decreased with increasing paddle wheel speed. However, at the lower water level assessed (15 cm), using high CO₂ flow rate, k_La increased significantly with higher RPM. At higher RPM, there is more gas exchange with the atmosphere, therefore, it's possible that the net gas transfer into the pilot decreases leading to lower apparent k_La .

During the first 4 weeks of operation, the biomass concentration in the reactor (evaluated through Total Suspended Solids, TSS) reached a peak value of 0.3 g/L. This was lower compared to another study [1] achieving 1g/L TSS in 10 days using similar method but under more favorable weather conditions (during summertime and no inlet dilution due to less precipitation). During this batch period, the biomass grown in the reactor displayed poor settleability and low removal of total COD (maximum removal of 38%). However, outlet dissolved COD was low compared to inlet (average of 64.6 vs 98.25 mg/L O₂). Consistent low ammonium concentration in the pilot compared to inlet (average of 9 vs 36.3 mg/L NH₄-N) was observed. Additionally, nitrite and nitrate were not detected, indicating that most nitrogen was removed by assimilation or ammonium volatilization. The high pH value (peaks ranging from 9 to 11) observed during the day indicated that volatilization was dominant. After 32 days of batch period, the reactor TSS decreased to 0.17 g/L, which was due to a change in weather conditions, shifting to colder and cloudy weather leading to lower photosynthetic activity.

4. Conclusions and perspectives

The initial testing of the HRAP pilot demonstrated that operational parameters can significantly affect hydrodynamic properties, which can affect mixing in the pilot. CO₂ transfer rate test showed that volumetric mass transfer can be affected significantly by changing operational parameters, a better understanding of these effects will help optimize CO₂ addition. Finally, the viability of natural development of microalgae in a HRAP without additional biomass source was verified during the inoculation period. The first 4 weeks of operation showed promising results in terms of treatment efficiency and already highlighted the impact of weather conditions on the dynamic of the phototrophic consortium. In conclusion, understanding the nutrient dynamic of wastewater treatment in HRAP under temperate climate conditions can help guide reactor design as well as optimize operational parameters.

Références:

- [1] Kim, B.-H. *et al.* Nutrient Removal and Biofuel Production in High Rate Algal Pond Using Real Municipal Wastewater. *Journal of Microbiology and Biotechnology* 24, 2014, 1123–1132.
- [2] Couto, E., Calijuri, M. L., Assemany, P. & Cecon, P. R. Evaluation of high rate ponds operational and design strategies for algal biomass production and domestic wastewater treatment, *Science of The Total Environment* 791, 2021, 148362.
- [3] Wágner, D. S. *et al.* Optimal influent N-to-P ratio for stable microalgal cultivation in water treatment and nutrient recovery. *Chemosphere* 262, 2021, 127939.

Phosphorus recovery and speciation in hydrothermal treatment of sewage sludge

Antonello TANGREDI*, Cristian BARCA, Jean-Henry FERRASSE, Olivier BOUTIN

Aix-Marseille Univ, CNRS, Centrale Med, M2P2 UMR 7340, Marseille, France

Auteur correspondant : antonello.tangredi@univ-amu.fr

Mots-clés: sewage sludge; phosphorus recovery; hydrothermal treatment; process severity.

1. Introduction

Sewage sludge (SS) digestate contains substantial amounts of nitrogen (N), phosphorus (P), and potassium (K), essential macronutrients for agriculture. Current P fertilizer production relies on mining apatite rocks [1], whose global reserves are depleting, making P recovery from SS digestate critical. Hydrothermal (HT) processes—carbonization, liquefaction, and gasification—convert wet biomass efficiently into hydrochar, biofuels, syngas, and other by-products, avoiding pre-drying and lowering energy costs. Although HT nutrient recovery has been studied, P pathways remain poorly understood, especially at HT liquefaction temperatures [2]. In this study, HT liquefaction is applied to SS digestate to assess P recovery and speciation, focusing on the solid pellet as a potential fertilizer. By-products are characterized using process severity and their environmental compatibility is evaluated according to current EU legislation.

2. Materials and methods

The SS digestate was obtained from a large domestic wastewater plant in southern France (175,000 PE). HT experiments were conducted by placing 110 g of digestate in a 0.2 L batch reactor, operated at 250–350 °C for 5–45 min. After treatment, products were centrifuged (4000 rpm, 20 min) to separate the solid pellet from process water. Digestate and pellet were analyzed for total P and metals (ICP-AES/MS on aqua regia extracts, EN 13346:2008). Sequential STM extraction [3] quantified organic P (OP), apatite inorganic P (AIP, Ca-bound), and non-apatite inorganic P (NAIP, Al/Fe-bound and readily available phosphates). Leachate and process water were filtered (0.45 µm) and analyzed for soluble P concentration. A full factorial design (3 temperatures × 3 times = 9 experiments) allowed to evaluate the effects of temperature and time on by-products and P speciation. All experiments were performed in duplicate. The HT severity factor $f(T, t)$ [4] (equation 1) quantified the combined effects of temperature (K) and time (s).

$$f(T, t) = 50 t^{0.2} \exp(-3500/T) \quad (1)$$

3. Results and discussion

Increasing temperature enhances P retention in solids (Figure 1A), while the effect of treatment time is temperature-dependent: at 250 °C, longer durations slightly increase P in water, whereas at 300–350 °C they reduce it. Figure 1B shows that AIP dominates in the solid pellet, unlike the feed where NAIP prevails. AIP increases and NAIP decreases, especially between 300 and 350 °C, likely due to PO_4^{3-} precipitation with Ca^{2+} and NAIP dissolution/reprecipitation as stable oxides. No significant OP fraction is detected in the pellets (feed: 13% OP). These results support the mechanistic model [2], involving three main reactions during HT of sewage sludge: (1) Mineralization of OP into PO_4^{3-} , increasing soluble P in process water; (2) Dissolution or desorption of inorganic P, further increasing soluble P; (3) (Re)precipitation of PO_4^{3-} as metal phosphates, governed by cation availability (Ca^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Mg^{2+}).

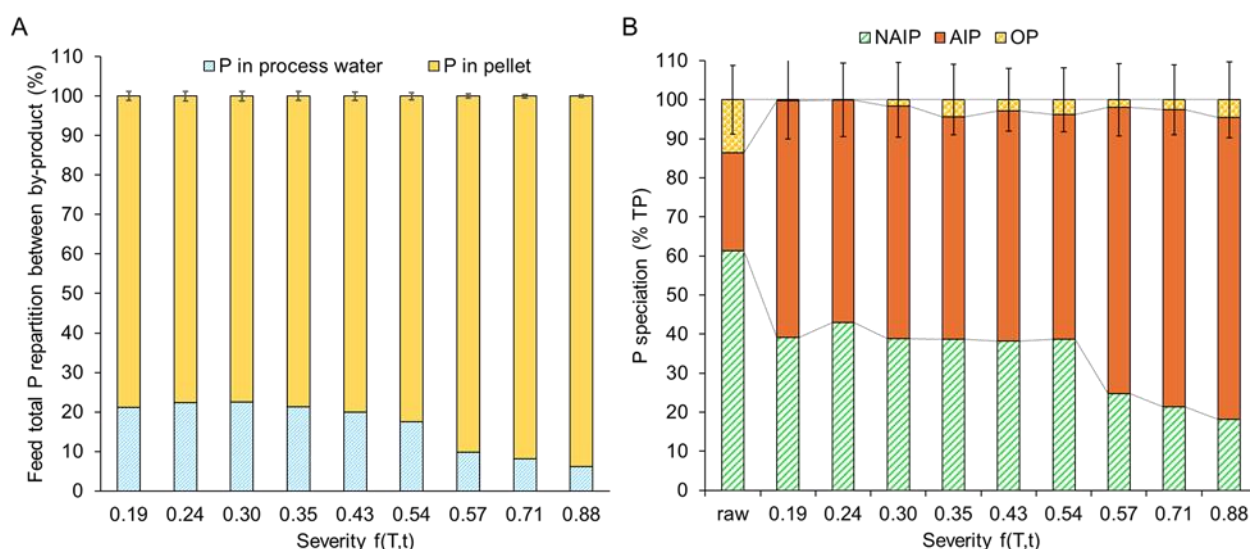


Figure 1 : (A) P distribution in HT by-products as a function of severity (equation 1). (B) Total P speciation in the solid pellet, showing relative fractions of NAIP, AIP, and OP as a function of severity (equation 1). Error bars represent the combined propagated uncertainty and standard deviation ($n = 3$).

All dried HT pellets contain over 18% macro- and secondary nutrients (N, P, K, Ca, Mg, S). Heavy metal contents comply with EU Fertilizer Regulation 2019/1009, except Cu (900–1050 mg/kg vs. 600 mg/kg). Further assessment of biuret, perchlorate, Cr(VI), and PAHs is required to confirm fertilizer suitability.

4. Conclusions

P content in HT pellets increases with process severity, with AIP as the dominant form, unlike the feed digestate where NAIP prevails. This suggests phosphate re-precipitation from OP mineralization and Fe/Al-P dissolution, forming stable Ca-P compounds. Complete P precipitation was not achieved: even under severe conditions, 6% of feed P remained in solution. A Ca/P ratio of 0.7 enabled 70% P precipitation as AIP, while a ratio of 1 would be required for full conversion, highlighting the importance of metal stoichiometry in P speciation during HT. HT pellets meet EU fertilizer guidelines for nutrient content and heavy metals, except Cu. Further evaluation of environmental compatibility is required to confirm fertilizer suitability.

Acknowledgements

This work has been supported by the French National Research Agency, France (ANR) for the Project D2LIFE under the reference number ANR-21-CE43-0013-01.

References

- [1] Y. Zhu, Y. Zhai, S. Li, X. Liu, B. Wang, X. Liu, Y. Fan, H. Shi, C. Li, Y. Zhu, Thermal treatment of sewage sludge: A comparative review of the conversion principle, recovery methods and bioavailability-predicting of phosphorus, *Chemosphere*, 2022, 291, 133053.
- [2] A. Tangredi, C. Barca, J.-H. Ferrasse, O. Boutin, Effect of process parameters on phosphorus conversion pathways during hydrothermal treatment of sewage sludge: A review, *Chemical Engineering Journal*, 2023, 463, 142342.
- [3] V. Ruban, J.F. López-Sánchez, P. Pardo, G. Rauret, H. Muntau, Ph. Quevauviller, Harmonized protocol and certified reference material for the determination of extractable contents of phosphorus in freshwater sediments – A synthesis of recent works, *Fresenius J. Anal. Chem.*, 2001, 370, 224–228.
- [4] H.P. Ruyter, Coalification model, *Fuel*, 1982, 61, 1182–1187.

Étude de l'adsorption de l'ammonium sur zéolites et résines pour la récupération de l'azote des eaux usées

Solène GALINIER^{a,b}, Antonin AZAÏS^b, Mathieu SPERANDIO^b, Florent CHAZARENC^a

^aUR REVERSAAL, INRAE, Villeurbanne, France

^bTBI, INSA, Toulouse, France

Mots-clés : Ammonium, Adsorption, Pré-concentration, Valorisation, Eaux usées.

1. Introduction

La présence d'azote dans les eaux usées constitue un enjeu majeur pour le traitement des effluents, en raison de son impact sur les écosystèmes aquatiques et du coût élevé des procédés de dépollution comme la nitrification-dénitrification. Parallèlement, la mutation progressive des stations d'épuration en stations de valorisation des ressources incite à repenser le traitement de l'azote en cherchant à l'extraire et à le valoriser possiblement sous forme d'engrais [1,2]. La récupération et la valorisation de l'azote se concentrent souvent sur la filière boue (stripping). Pour gagner en circularité, le réel défi réside en la gestion de la charge ammoniacale au sein de la file eau (jusqu'à 80 % de la charge entrante) avec des concentrations plus faibles ($< 100 \text{ mgN-NH}_4\text{.L}^{-1}$). La sorption semble être le meilleur compromis, avec un rendement de récupération de l'azote de 30 à 90 %, mais qui nécessite une étape de post-traitement et l'utilisation de produits chimiques pour la régénération [3]. Cette étude s'inscrit dans le cadre d'une thèse visant à développer un procédé de sorption régénérable et durable de l'ammonium à partir des eaux usées à l'aide de matériaux comme des zéolites ou des résines. L'objectif est de comparer leurs performances, comprendre les mécanismes, évaluer les cinétiques et capacités de rétention, et identifier les limites et conditions optimales d'utilisation.

2. Matériel et méthode

Des expériences en conditions statiques (batch) ont permis d'évaluer la capacité de sorption maximale et la cinétique d'échange de l'ammonium sur deux matériaux : une zéolite naturelle de type Clinoptilolite, étudiée sous deux granulométries (1 - 2,5 mm et 2,5 - 5 mm) avec ou sans lavage à l'eau ultra pure, et à différents dosages ($0,5$ à 20 g.L^{-1}), et une résine échangeuse de cations forts (SAC) Amberlite HPR1100 Na^+ , de 0,5 mm de diamètre. Les cinétiques ont été décrites par les modèles du pseudo-premier ordre, du pseudo-second ordre et d'Elovich et les isothermes ont été ajustés aux modèles de Langmuir et de Freundlich. Les essais ont été réalisés avec des solutions synthétiques de (NH_4Cl) , à des concentrations de 23 à $388 \text{ mgN-NH}_4\text{.L}^{-1}$, encadrant celle des effluents primaires ($\approx 40 \text{ mgN-NH}_4\text{.L}^{-1}$), à $\text{pH } 7 \pm 0,5$ et une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

3. Résultats et discussion

Le dosage du matériau a montré un effet sur la cinétique de sorption de l'ammonium. Les résultats expérimentaux s'ajustent au modèle cinétique de pseudo-second ordre, avec des constantes de vitesse allant de $0,0003$ à $0,12 \text{ g.mg}^{-1}.\text{min}^{-1}$ quand la dose d'adsorbant augmente de $0,5$ à 20 g.L^{-1} . Pour une application à échelle réelle, nous cherchons une adsorption rapide avec un temps de contact court, tout en minimisant les coûts en matériaux. Une dose de 10 g.L^{-1} , cohérente avec la littérature [4] s'est révélée la plus adaptée. La granulométrie influence aussi la cinétique : les particules les plus fines ont des vitesses d'échange plus élevées, attribuées à une meilleure accessibilité des sites actifs et à une diffusion plus rapide des ions NH_4^+ . Cependant, la capacité d'adsorption maximale reste similaire ($22,5$ à $23,6 \text{ mg.g}^{-1}$), ce qui montre que les mécanismes de sorption sont prédominants. Le lavage de la zéolite améliore aussi ses performances,

probablement en éliminant les impuretés et les ions naturellement présents (Ca^{2+} , Na^+ , K^+), favorisant ainsi un échange plus efficace avec l'ammonium. À faibles concentrations, nous observons une cinétique plus lente qu'avec la zéolite non lavée, et l'effet inverse apparaît à fortes concentrations, probablement car l'ammonium s'adsorbe d'abord sur les impuretés, tandis qu'à fortes concentrations les sites actifs sont plus disponibles. La capacité de sorption maximale augmente également, passant de 23,6 à 42,7 mg.g^{-1} . Enfin, la résine SAC présente une capacité supérieure à celle des zéolites (48,6 mg.g^{-1}), en accord avec les tendances rapportées dans la littérature [5], et une cinétique d'adsorption plus rapide (Figure 1), la moitié de la capacité d'équilibre étant atteinte en seulement 0,16 min pour la résine contre 1,99 à 74,9 min pour les zéolites.

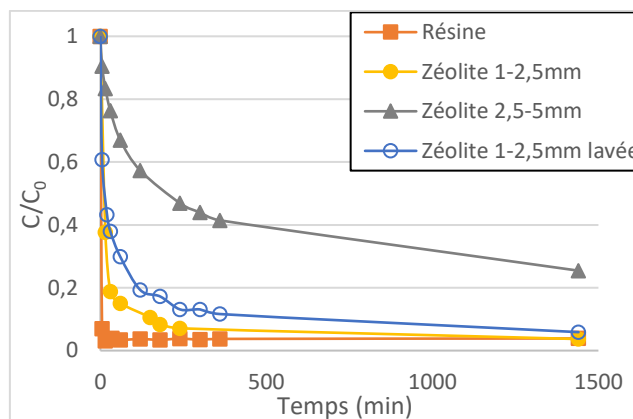


Figure 1 : Cinétique de sorption pour différents matériaux ($C_0 \approx 40 \text{ mgN-NH}_4\text{.L}^{-1}$, $C_{\text{matériaux}} = 10 \text{ g.L}^{-1}$).

4. Conclusion et perspectives

Cette étude préliminaire met en évidence l'influence de différents paramètres comme la granulométrie, le lavage et le dosage du matériau sur la capacité de sorption de l'ammonium. La comparaison avec une résine SAC met en avant la rapidité d'échange et la capacité de sorption plus élevée de cette dernière, mais son coût plus élevé rend la zéolite particulièrement intéressante pour une application à grande échelle. Dans les mois à venir, des travaux porteront sur l'influence de la compétition ionique, de la dureté de l'eau, la régénérabilité après plusieurs cycles d'échanges et sur l'analyse du cycle de vie du procédé afin de comparer l'impact environnemental selon le matériau choisi (zéolite, résine) ainsi qu'en comparaison à d'autres filières de traitement de l'ammonium. Ces futurs travaux permettront d'affiner la compréhension des mécanismes d'échange ionique et d'évaluer la pertinence environnementale et économique du procédé proposé.

Références :

- [1] H. Cruz, Y.Y. Law, J.S. Guest, K. Rabaey, D. Batstone, B. Laycock, W. Verstraete, I. Pikaar, Mainstream Ammonium Recovery to Advance Sustainable Urban Wastewater Management, *Science & Technology*, 2019, 53(19), 11066-11079.
- [2] A. Beckinghausen, M. Odlare, E. Thorin, S. Schwede, From removal to recovery: An evaluation of nitrogen recovery techniques from wastewater, *Applied Energy*, 2020, 263.
- [3] A. Azaïs, F. Chazarenc, Mainstream Nitrogen Recovery in Large WRRF: A Multi-Criteria Analysis of Available Technologies. In ICWRR 2024-International Conference on Wider-Uptake of Water Resource Recovery from Wastewater Treatment, 2024.
- [4] S.M. Muscarella, V. A. Laudicina, B. Cano, L. Badalucco, P. Conte, G. Mannina, Recovering ammonium by treated and untreated zeolitic mixtures: A comprehensive experimental and modelling study, *Microporous and Mesoporous Materials*, 2023, 349, 112434.
- [5] X. Zhang, Y. Liu, Circular economy-driven ammonium recovery from municipal wastewater: State of the art, challenges and solutions forward, *Bioresource technology*, 2021, 334, 125231.



Session

Réutilisation des eaux



REUT'O'SUD project: Evaluation of the potential of Water Reuse in the Region SUD-PACA : technical, regulatory, and social aspects, sharing of best practices

Nicolas ROCHE^{a,b,d*}, Pauline LOMBARD--CREISSON^{b,e}, Armand ROTEREAU^b, Barbara HOWES^c, Pacôme DEWAELE^c, Johan CHEREL^c

^a Aix-Marseille Univ, CNRS, IRD, INRAE, Coll France, CEREGE, 13545 Aix en Provence cedex 4, France

^b Aix-Marseille Univ, CNRS, FR ECCOREV, BP 80, 13545 Aix en Provence cedex 4, France

^c Société du Canal de Provence, Le Tholonet - CS 70064 - 13182 Aix-en-Provence cedex 5, France

^d International Water Research Institute (IWRI), UM6P, Ben Guerir, Morocco

^e Aix-Marseille Univ, CISAM, 80 bd des Dames, 13002 Marseille, France

*Auteur correspondant : nicolas.roche@univ-amu.fr

Key words : reuse, potentials, territorial approach, Living Labs

1. Introduction

In the SUD-PACA region, water is an essential but fragile resource [1]. Recovering wastewater treatment plant discharges is one solution to reduce pressure on water resources and aquatic environments. Given the effects of climate change and the region's economic and demographic growth, this is a key issue for the regional territory, particularly in the scarcity areas. However, despite potentially representing a significant opportunity, less than 1% of treated wastewater is reused in France. The REUT'O'SUD project, however, holds immense potential to change this, as other countries have already harnessed this potential.

Given this situation, with the support of the SUD-PACA Region as part of its "OR BLEU" plan (2023) [2], the Société du Canal de Provence (SCP) and Aix-Marseille University (AMU: FR ECCOREV and CISAM+) have partnered to implement the REUT'O'SUD project. This initiative aims to address these issues by launching a regional dynamic around the reuse of treated wastewater. Through a territorial and deeply collaborative approach, the project aims to study and support the development of water reuse in the Southern Region. The goal is to assist reuse stakeholders in the region (project leaders, solution providers, potential users, funders, etc.) in drafting a roadmap to overcome current obstacles, particularly those related to social acceptability [3], project financing, regulatory and administrative hurdles, and technological innovation.

Based on an analysis of the legal, legislative, regulatory, and normative framework and a review of reuse practices, the REUT'O'SUD project focuses on four key areas:

- Conducting an assessment and estimating the reuse potential of the region's more than 1,000 wastewater treatment plants,
- Building a database of the region's resources, uses, and projects,
- Configuring and implementing interdisciplinary Living Labs based on reuse objectives (agricultural, urban, recreational), involving all current and future project stakeholders to support and assist project leaders,
- Identifying funding opportunities and access conditions.

In this work, we present the methodology developed to evaluate and estimate the potential of water reuse in the regions for different uses: (i) agricultural irrigation, (ii) irrigation of golf courses, and (iii) urban uses.

2. Evaluation and characterisation of the treated wastewater resource

Treated wastewater refers to effluent from urban WWTPs in the region, based on data from the Water Agency RMC (2021), considering only plants with a capacity above 200 population equivalents (eq.inh). The analysis covers the number, capacity, location, treatment type, age, effluent volume and quality, and the status of receiving environments.

There are 705 active WWTPs above this threshold, ranging from 200 to 1.86 million eq.inh. The largest is Géolide in Marseille with about 70 Mm³ per year of treated water. 74% have a capacity under 5,000

eq.inh, and 5% exceed 50,000. Most are located along the Rhône and the Durance, along the coast, and in the Aix-Marseille area.

Together, they treat around 390 million m³ per year, with the ten largest facilities (all coastal) accounting for 50% of this volume. Seasonal variation is high—more in summer in coastal areas, and in winter in mountain regions.

Half of the WWTPs were built before 2000, and 75% before 2010. On average, 16 new plants have opened each year since 2000. With an average age of 27 years, many could be renewed in future reuse projects. Biological treatment is used in 98% of WWTPs, with 28% also using nitrification-denitrification. In continental areas, 64% of treated volumes are discharged into water bodies with "good" status, and 11% into critical systems.

3. Evaluation of the potential of REUSE

To assess the reuse potential, we identified uses near WWTPs and evaluated how reuse could meet local water demands. Scenarios included agricultural, golf course, and urban reuse. We considered discharge areas (continental or marine), water stress zones, and existing irrigation infrastructure. This is a global assessment and cannot replace the need for specific local studies for future projects.

For agriculture and golf irrigation, we used parameters such as water needs (May–August), crop types, and proximity to WWTPs. About 225,000 ha of agricultural land lie near a WWTP, with an estimated annual irrigation need of 406 Mm³. WWTPs could supply 39 Mm³—about 10% of total needs. However, agriculture is unevenly distributed, mainly in the western region, suggesting reuse could reduce pressure on resources in targeted areas, especially during peak tourism.

There are 65 golf courses in the region, but only three currently use reclaimed water. Their total irrigation need is around 11.6 Mm³/year. Our analysis identified 39 courses that could be supplied by reuse, representing 4.3 Mm³/year (or 37% of current needs). Most of these are inland, reducing competition with coastal urban uses.

For urban reuse, two main applications are identified: street cleaning and irrigation of green spaces. While the latter is under assessment, 11,000 ha were identified for street cleaning, requiring 4.2 Mm³/year—entirely coverable by existing WWTPs. Pilot projects have started in Cannes, Mandelieu-la-Napoule, and Antibes. Further studies on green space irrigation will likely increase this potential.

A dedicated WEBSITE (<https://reut-o-sud.eccorev.fr/>) with interactive maps, databases and the REUT_O_SUD documents has been setup, in open access, to promote knowledge sharing and support for REUSE actors in the regional territory.

4. Conclusions

The first phase of the REUT'O' SUD project demonstrated significant potential to reuse treated wastewater for agricultural, urban, and leisure uses, especially during dry summer periods, in line with current needs. The global analysis needs to be confirmed and refined at the local level. A specific, detailed analysis that takes into account all technical and socio-economic parameters and involves all shareholders and stakeholders is needed.

To identify and face all the technical and sociological obstacles to future projects in a holistic and shared approach, a living-lab configuration is proposed and set up according to the type of reuse envisaged: (i) agricultural, (ii) urban and (iii) leisure. These living labs will be based on current projects and concrete pilot case studies to validate the methodologies developed and then successfully transpose them to other sites and projects.

Références :

- [1] Les ressources en eau et le changement climatique en Provence-Alpes-Côte d'Azur, Les cahiers du GREC-PACA édités par l'Association pour l'innovation et la recherche au service du climat (AIR), juillet 2017
- [2] Le Plan Or Bleu : La région trouve des solutions lorsque l'eau se fait rare (mai 2023), <http://www.maregionsud.fr/actualites>
- [3] T Harmand, F Bouin, B Howes, J Harmand et N Roche, La législation française sur la valorisation des eaux usées peut-elle favoriser l'innovation vers une gestion circulaire de l'eau ? Innovations, 2025, pages 199 à XXVII, De Boeck Supérieur edit.

Analyse de sous-produits de désinfection dans un sol et de la laitue après irrigation avec des eaux usées traitées et désinfectées

Mathieu DUMAS^{a*}, Jean-Luc BOUDENNE^a, Bruno COULOMB^a

^a Aix Marseille Univ, CNRS, Laboratoire de Chimie de l'Environnement, 13003 Marseille, France

Auteur correspondant : mathieu.dumas@etu.univ-amu.fr

Mots-clés : REUT ; Sous-produits de désinfection ; Chloration ; Laitue ; Sol

1. Introduction

La pression croissante sur la ressource en eau conduit les différents acteurs à se tourner vers des pratiques plus durables pour sauvegarder cette ressource. Parmi les solutions proposées, la réutilisation des eaux usées traitées est déjà couramment employée à l'échelle internationale mais son utilisation reste très disparate en fonction du contexte et des enjeux locaux [1]. Selon la qualité des eaux et le type de culture, une désinfection après traitement en station d'épuration peut être exigée pour réduire les risques liés à la présence de microorganismes. Il est aujourd'hui admis que la désinfection d'une eau (chlore, acide peracétique, acide performique) contenant de la matière organique naturelle ou d'origine anthropique conduit à la formation in situ de sous-produits de désinfection (SPD) [2,3,4]. Dans le cas des eaux usées traitées, la charge en matière organique est supérieure à celle d'une eau destinée à la consommation humaine, leur désinfection conduit donc à une production accrue de SPD. Parmi les familles retrouvées, les composés halogénés sont connus pour leur potentiel toxique [5]. Ce travail de recherche vise ainsi à contribuer à quantifier l'impact de la formation des SPD dans le cadre d'une réutilisation des eaux usées traitées et post-désinfectées pour un usage agricole. Un des objectifs consiste à identifier et quantifier les sous-produits de désinfection formés dans l'eau, mais également leur devenir dans l'environnement (sols et cultures) après irrigation et d'étudier leur potentiel formation in-situ. Cette présentation se focalisera sur le développement analytique nécessaire à l'étude de 8 familles de SPD dans deux matrices solides complexes que sont le sol et la laitue et sur les résultats obtenus lors des cultures en milieu contrôlé réalisées début et fin 2025.

2. Résultats et discussions

2.1. Méthodes analytiques

4 méthodes d'extraction solide-liquide-liquide couplées à une analyse par GC-ECD ont été développées pour l'analyse de 8 familles de SPD halogénés dans un sol reconstitué et de la laitue. Ces méthodes incluent une étape de purification en mode pass-through sur cartouches Envi-Carb (laitue) ou Florisil (sol), qui, à notre connaissance, est absente de la littérature pour ces analytes. Les rendements d'extractions sont compris entre 55-114% dans le sol et 68-117% dans la laitue. Les LOD sont très satisfaisantes, elles sont comprises entre 0.13 et 11.70 ng/g de sol sec avec une médiane à 0.53 ng/g, et entre 0.15 et 9.00 ng/g de laitue fraîche avec une médiane à 0.39 ng/g. Les LOD sont en moyenne 10 fois inférieures à celles recensées dans la littérature dans de la laitue [6]. Les rendements ont aussi été déterminés sur un sol provenant du Lycée agricole de Valable situé dans le sud de la France. Ils sont similaires à ceux obtenus sur le sol reconstitué à l'exception des HNM où les récupérations ne dépassent pas 10%, indiquant une dégradation très rapide où la formation d'interaction avec la matrice. L'efficacité de la purification est appréciée en observant des chromatogrammes GC/MS en mode full scan où les échantillons sont estérifiés post-purification. La diminution du TIC est d'environ 97% pour les extraits de sol purifiés sur Florisil et de 55% pour des extraits de laitue purifiés sur EnviCarb par rapport aux extraits non purifiés. Les effets de matrices, calculés sur la

pende de la droite de calibration en GC-ECD, passent de 31% à 9% (moyenne/valeur absolue) pour les extraits de sol et de 39% à 14% pour les extraits de laitue.

2.2. Expérimentations végétales

La première culture réalisée en début d'année 2025 a mis en évidence le transfert de l'acide trichloracétique (TCAA) du sol vers les parties aériennes de la laitue. Ce composé est absent des témoins irrigués avec de l'eau du robinet et de l'eau usée traitée sans désinfection supplémentaire au chlore, il est retrouvé jusqu'à 10 µg/kg de laitue fraîche. Du DCAA a aussi été détecté dans le sol et les parties aérienne de la plante mais le transfert est moins important. Des traces de chloroforme, d'haloacetamides et de dichloropropanone ont aussi été détectées mais sans différences significatives avec les témoins. Les analyses sur les SPD formés dans l'eau avant arrosage indiquaient pourtant que les quantités apportées pendant l'ensemble de l'expérience étaient suffisantes pour dépasser les LOD pour de nombreux analytes. La perte d'une part importante des SPD recherchés a donc été mise en évidence. Parmi les pistes envisagées ; la dégradation/biodégradation, la volatilisation ou encore la séquestration par les racines. A ce stade, des essais préliminaires ont montré que 5 familles n'étaient pas récupérées dans le sol après seulement 24H de temps de contact. Des tests sur sable ont montré que la volatilisation ne pouvait pas expliquer l'ensemble des pertes. De plus, une dégradation abiotique des HAN par hydrolyse a été constatée sur le sol utilisé et les HAA sont déjà connus pour se biodégrader dans les sols forestiers [7]. Dans de la laitue mixée, les SPD sont beaucoup plus stables et sont conservés avec des pertes maximum de 20% pendant au moins 72H à l'exception des HNM où 3 produits de dégradation sont suspectés. Une deuxième culture est en cours où des plants sont irrigués avec de l'eau dopée en SPD pour atteindre des concentrations plus élevées.

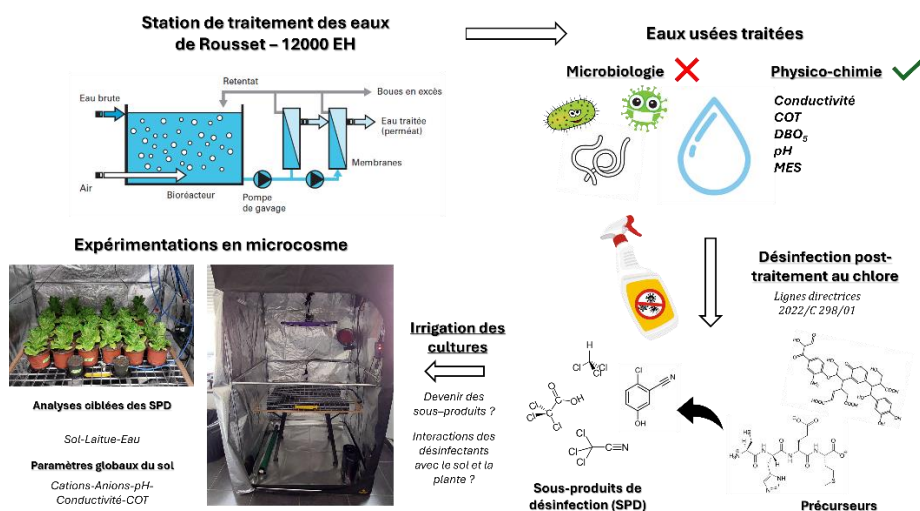


Figure 1 : Expérimentation végétale en chambre de culture contrôlée

Références :

- [1] Pistocchi, A., Aloe, A. et al. EUR 28980 EN, Publications Office of the European Union, Luxembourg, 2018, ISBN 978-92-7977210-8
- [2] J.L. Liu, X.Y. Li, *Chemosphere*, 81 (2010) 1075-1083.
- [3] J. Wang, J. Xu, J. Kim, C.H. Huang, *Environmental Science & Technology*, 57 (2023) 18898-18908.
- [4] W. Mitch, S. Richardson, X. Zhang, M. Gonslor, *Nature Water*, 1 (2023) 336-3
- [5] E. Wagner, M. Plewa, *Journal of Environmental Sciences*, 58 (2017) 64-76
- [6] W.N. Lee, C.H. Huang, G. Zhu, *Food Chemistry*, 291 (2019) 30-37
- [7] M.R. Heal, C.A. Dickey et al. *Chemosphere*, 79 (2010) 401-407

Prétraitement de rejets urbains dans le but d'optimiser la purification des eaux lors de la recharge artificielle des nappes phréatiques

Hongyu WANG^a, Jean-Philippe CROUE^{a*}, Hélène BUDZINSKI^b, Karyn LE MENACH^b, Marie HUBERT^c, Carlos AFONSO^c

^a IC2MP, Université de Poitiers, France,

^b EPOC, Université de Bordeaux, France

^c Institut CARMeN UMR 6064, Université de Rouen, France

Auteur correspondant : jean.philippe.croue@univ-poitiers.fr

Mots-clés : Recharge artificielle des nappes (MAR), Eau Usée Traitée (EUT), Matière Organique Dissoute (MOD), Micropolluants

1. Introduction

Les eaux souterraines constituent la plus grande réserve d'eau douce accessible, mais elles sont de plus en plus menacées par un pompage excessif, leur contamination et la baisse de leur recharge naturelle sous l'effet du changement climatique [1]. La recharge artificielle des aquifères (MAR) est une stratégie qui présente un intérêt grandissant pour restaurer la quantité d'eaux souterraines disponible [2]. Dans cette perspective l'utilisation des eaux usées traitées (EUT) comme source de recharge gagne en importance dans un contexte de pénurie d'eau croissante [3]. Cependant, la matière organique dissoute (MOD) dérivée des eaux usées, généralement plus réactive et biologiquement labile que la MOD naturelle [4], ainsi que les contaminants émergents tels que les produits pharmaceutiques et les produits de soins personnels [5], peuvent affecter les processus biogéochimiques souterrains et la qualité des eaux souterraines. L'élimination des polluants émergents lors de la recharge artificielle de nappe (ou MAR pour Managed Aquifer Recharge) repose sur l'adsorption, la biodégradation et les conditions redox, avec des efficacités variant selon les propriétés des composés [6]. Par conséquent, la mise en place du prétraitement des rejets urbains en amont des opérations de réinfiltration est de plus en plus reconnue comme une approche prometteuse pour optimiser les performances des systèmes de recharge et garantir une qualité d'eau satisfaisante (e.g. teneur en MOD, en micropolluants) pour rejoindre les eaux souterraines.

2. Matériels et méthodes

Cinq colonnes de sable verticales (1 mètre de haut, avec 90 cm de sable) ont été utilisées pour évaluer l'efficacité du système MAR pour épurer les EUT par la station d'épuration municipale de Poitiers. Un débit de 80 mL/h de percolation lente a été appliqué à l'effluent secondaire prétraité, et des points d'échantillonnage à différentes profondeurs ont permis de contrôler la qualité de l'eau le long de la colonne de sable. Quatre prétraitements ont été appliqués avant la filtration sur sable : (1) coagulation-floculation suivie d'une filtration sur membrane céramique SiC de 0,25 µm, (2) nanofiltration à fibres creuses (NX Filtration®, dNF80), (3) ozonation (0,4 mg O₃ par mg de COD), et (4) filtration sur membrane céramique SiC de 0,25 µm suivie d'une ozonation à la même dose d'O₃ que durant le traitement (3). Toutes les technologies de prétraitement ont été appliquées sur les EUT filtrées à 10 µm utilisées pour alimenter la cinquième colonne (référence).

À chaque point d'échantillonnage, les principaux paramètres physico-chimiques, notamment le COD, l'UVA₂₅₄, la SUVA, l'oxygène dissous, l'azote total, la conductivité et le pH, ont été analysés régulièrement. La

MOD a été caractérisée par la spectroscopie de fluorescence et l'analyse PARAFAC subséquente, et une analyse moléculaire à l'entrée et à la sortie de chaque colonne de sable a été réalisée par FT-ICR-MS (18,0 T). De plus, 29 micropolluants, dont des composés pharmaceutiques, ont été analysés par LC/MS-MS pour évaluer leur comportement selon les prétraitements et les profondeurs des colonnes de sable.

3. Résultats

Les prétraitements ont significativement modifié la composition de la MOD. Le SUVA a diminué de manière constante après le prétraitement, et l'ozonation s'est avérée efficace pour réduire la concentration de nombreux contaminants pharmaceutiques. La nanofiltration à fibres creuses s'est avérée être le prétraitement le plus efficace, éliminant 85 % du COD et diminuant significativement la teneur de plusieurs contaminants ciblés. La fluorescence et la FT-ICR-MS ont révélé des différences de composition modérées dans la MOD, avec des modifications de la composition humique et biologique, ainsi que des changements de caractéristiques moléculaires. Après infiltration, les systèmes MAR ont encore réduit la teneur en COD et l'UVA₂₅₄, bien que la SUVA ait légèrement augmenté, indiquant un enrichissement relatif en structures aromatiques ou une élimination préférentielle des substances non humiques. L'élimination des contaminants pharmaceutiques au niveau de la colonne de sable alimentée par l'eau filtrée sur membrane de porosité 10 µm uniquement était limitée, bien qu'une atténuation de plusieurs composés tels que l'aténolol et le citalopram ait été observée. Le prétraitement par l'ozone s'est avéré particulièrement efficace pour éliminer un large éventail de micropolluants au sein de la colonne de sable. Enfin, la nanofiltration a produit une eau de qualité élevée, et certains contaminants non éliminés par ce traitement ont été partiellement dégradés au cours de l'infiltration dans le sable, indiquant que des transformations supplémentaires peuvent se produire lors du transfert.

Références :

- [1] C. Dalin, M. Taniguchi, et T. R. Green, « Unsustainable groundwater use for global food production and related international trade », *Global Sustainability*, vol. 2, p. e12, juill. 2019, doi: 10.1017/sus.2019.7.
- [2] P. Dillon *et al.*, « Managed aquifer recharge: rediscovering nature as a leading edge technology », *Water Science and Technology*, vol. 62, no 10, p. 2338-2345, nov. 2010, doi: 10.2166/wst.2010.444.
- [3] E. R. Jones, M. T. H. van Vliet, M. Qadir, et M. F. P. Bierkens, « Country-level and gridded estimates of wastewater production, collection, treatment and reuse », *Earth Syst Sci Data*, vol. 13, no 2, p. 237-254, févr. 2021, doi: 10.5194/essd-13-237-2021.
- [4] I. Saadi, M. Borisover, R. Armon, et Y. Laor, « Monitoring of effluent DOM biodegradation using fluorescence, UV and DOC measurements », *Chemosphere*, vol. 63, no 3, p. 530-539, avr. 2006, doi: 10.1016/j.chemosphere.2005.07.075.
- [5] C. Bertelkamp *et al.*, « Sorption and biodegradation of organic micropollutants during river bank filtration: A laboratory column study », *Water Res*, vol. 52, p. 231-241, avr. 2014, doi: 10.1016/j.watres.2013.10.068.
- [6] S. Mishra, P. Kumar, et I. Mehrotra, « Fate of 15 wastewater originated organic micropollutants in a sand column », *Sustain Water Resour Manag*, vol. 7, no 4, p. 54, août 2021, doi: 10.1007/s40899-021-00535-7.

Evaluation et optimisation d'un procédé hybride d'ozonation/nanofiltration pour la réutilisation des eaux usées urbaines dans le cadre d'une potabilisation indirecte.

K.M. Gbemenou^{a*}, A. Outalha^b, B. Teychené^b, P. Loulergue^a, N. Cimetiere^a, F. Fourcade^a, A. Szymczyk^a, P.-F. Biard^a

^a*Univ Rennes, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes, CNRS, ISCR – UMR 6226, F-35000 Rennes, France.*

^b*IC2MP, UMR CNRS 7285, Université de Poitiers, ENSIP, 86022 Poitiers Cedex, France*

Auteur correspondant : kpdonou-meschac.gbemenou@univ-rennes.fr

Mots-clés : ozonation, nanofiltration, procédé hybride monophasique, micropolluant organique.

La raréfaction des ressources en eau douce, accentuée par la croissance démographique, le changement climatique et les pressions anthropiques (activités agricoles, industrielles et domestiques), impose de nouvelles stratégies de gestion durable de l'eau. La réutilisation des eaux usées traitées constitue une solution prometteuse pour soutenir la ressource disponible, notamment par la potabilisation indirecte. Cette approche exige la production d'une eau de très haute qualité, exempte d'agents pathogènes et de micropolluants organiques.

Dans ce cadre, ce sujet de recherche s'intéresse au développement d'un procédé hybride combinant l'ozonation et la nanofiltration, en alternative aux procédés d'osmose inverse basse pression, afin de réduire les impacts énergétiques et environnementaux. D'une part, l'ozonation, procédé mature largement étudié dans la littérature, est reconnue pour son efficacité dans la dégradation des composés organiques. Cependant, il peut conduire à la formation de sous-produits de dégradation généralement plus hydrophiles et biodégradables que les molécules mères. D'autre part, la nanofiltration est efficace pour la rétention des composés organiques à l'état de trace, qu'elle concentre dans un rétentat rejeté dans l'environnement. En outre, le colmatage des membranes induit une augmentation de la pression transmembranaire au cours du temps et la nécessité d'opérer des nettoyages en place. La combinaison de ces deux procédés permettrait de réduire le colmatage des membranes, tout en concentrant les sous-produits d'oxydation dans le rétentat [1]. Ce procédé hybride s'impose donc comme une solide alternative à l'osmose inverse basse pression en affinage des eaux usées. L'objectif de cette étude est ainsi d'évaluer le couplage de l'ozonation et de la nanofiltration, par une configuration innovante monophasique [2]. Ces travaux sont menés dans le cadre de l'unité d'affinage Jourdain, opérée par Vendée Eau, qui constitue le premier démonstrateur de potabilisation indirecte en Europe. La configuration monophasique permet d'éviter l'injection de bulles de gaz enrichies en ozone dans la cellule de NF, permettant de considérer l'utilisation de membranes polymères, matures en traitement de l'eau, mais peu compatibles à l'ozone. Un défi scientifique majeur à relever est donc l'optimisation des conditions opératoires pour décomposer très rapidement l'ozone et éviter sa diffusion jusqu'à la surface membranaire (Fig. 1).

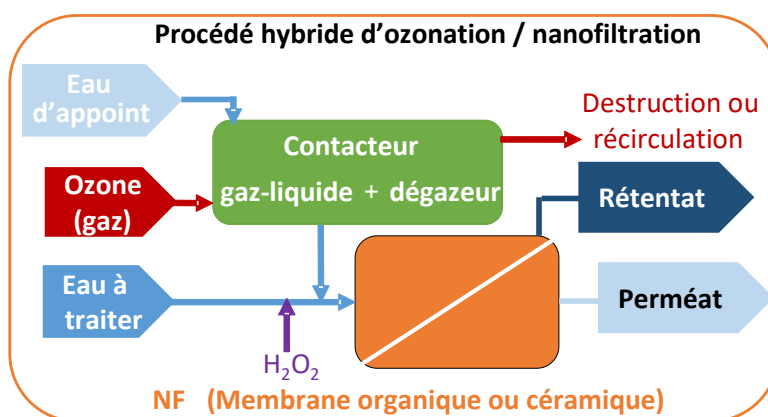


Figure 1 : schéma de principe du couplage ozonation / nanofiltration en configuration monophasique.

Les premiers essais de filtration réalisés sur une eau synthétique contenant 100 ppb de déséthylatrazine (DEA) ont montré un taux de rétention de l'ordre de 25-30% pour la membrane en polyamide NF270, contre 70-80% pour la NF90. Ces résultats s'expliquent par la nature de la NF90, présentant un seuil de coupure plus faible et capable de retenir les molécules de taille plus petite par exclusion stérique. De fait, les cations et anions sont également mieux retenus sur la NF90.

En parallèle, la dose d'ozone à appliquer sur l'effluent de l'unité d'affinage Jourdain a été optimisée et est inférieure à 1 g d'ozone par g de carbone organique dissous. Lors des essais sur le système hybride, à la fois l'abatement de micropolluants modèles, la rétention des ions et la formation des sous-produits sont quantifiés. Les résultats mettent en évidence une synergie entre la rétention et l'oxydation des micropolluants. L'optimisation de la dose d'ozone, couplée à un dopage de l'eau à traiter avec un léger résiduel d' H_2O_2 de quelques ppm, permet d'assurer une consommation complète et très rapide de l'ozone afin d'éviter sa diffusion jusqu'à la surface de la membrane. Par ailleurs, une diminution du colmatage est observée avec le procédé couplé par rapport à la nanofiltration seule. Ce phénomène s'explique par la dégradation rapide des cycles aromatiques de la matière organique par l'étape d'ozonation, qui sont en général responsable d'un colmatage réversible de surface en nanofiltration. Cette dégradation des fonctions aromatiques de la matière organique est étayée par le suivi de la fluorescence 3D et de l'absorbance spécifique à 254 nm. Par conséquent, ces résultats préliminaires démontrent le potentiel du procédé hybride développé pour l'affinage des eaux usées, dans le contexte de la potabilisation indirecte.

Références :

- [1] C. Mansas, J. Mendret, S. Brosillon, et A. Ayrat, « Coupling catalytic ozonation and membrane separation: A review », *Sep. Purif. Technol.*, vol. 236, p. 116221, avr. 2020, doi: 10.1016/j.seppur.2019.116221.
- [2] S. Ouali *et al.*, « Water treatment intensification using a monophasic hybrid process coupling nanofiltration and ozone/hydrogen peroxide advanced oxidation », *Chem. Eng. J.*, vol. 437, p. 135263, juin 2022, doi: 10.1016/j.cej.2022.135263.



Session

Micropolluants 2



Elimination du pantoprazole par procédés d'oxydation avancée dans un effluent de dialyse

Adrien TANTI^a, Pascal WONG-WAH-CHUNG^a, Stéphanie ROSSIGNOL^a, Stéphane BURTEY^b

^aAix-Marseille Univ LCE, Marseille, France

^bC2VN Centre de néphrologie et transplantation rénale hôpital de la conception AP-HM (AMU - INSERM 1263 - INRAE 1260), Marseille, France

Auteur correspondant : *adrien.tanti@univ-amu.fr

Mots-clés : Procédés d'oxydation avancée (POA), Dialysat, Pantoprazole, REUT.

1. Introduction

1.1 Contexte

La réutilisation d'eaux usées traitées est une approche essentielle dans la préservation de la ressource en eau et nécessite des traitements adaptés et sans impact pour l'environnement. Parmi l'ensemble des potentielles sources d'eau usée réutilisable, peu d'études se sont encore intéressées à l'eau issue d'hémodialyse aussi appelée dialysat. L'hémodialyse est un des traitements médicaux mis en place pour traiter les patients au stade 5 de la maladie rénale chronique. En France, cela concernait 53 044 patients en 2023 [1]. Ce rejet d'eau usée est estimé à environ 120 à 200 L de dialysat pour une séance d'hémodialyse [2]. Cela représente entre 20 et 35 m³.an⁻¹ par patient, soit environ 1 et 1,8 millions de m³.an⁻¹ à l'échelle française et près de 265 millions de m³.an⁻¹ à l'échelle mondiale [3]. Ce rejet constitue donc une source d'eau importante dans le cadre d'une politique de réutilisation des eaux usées traitées. Cet effluent hospitalier est rejeté directement dans les réseaux des eaux usées domestiques et il ne bénéficie pas d'une valorisation [4].

Au cours d'une séance d'hémodialyse, le dialysat va se charger en solutés toxiques pour le patient. Il en résulte un effluent composé de sels dissous, de glucose, de toxines urémiques comme l'urée et de produits pharmaceutiques et de leurs métabolites. En moyenne un hémodialysé chronique prend 9 médicaments différents. Aucune recherche n'a porté directement sur le contenu chimique exhaustif du dialysat mais une étude a montré le transfert in vitro de deux antibiotiques du sang vers le dialysat [5] ainsi qu'une autre étude la présence du pantoprazole, un inhibiteur de la pompe à proton, dont 2,1% de la dose initiale a été retrouvée dans le dialysat [6]. Cela justifie la nécessité de mettre en œuvre de traitements adaptés avant de réutiliser ces eaux.

1.2 Objectifs de l'étude

L'objectif de cette étude est d'évaluer l'impact des constituants du dialysat sur la dégradation du pantoprazole afin d'évaluer la faisabilité des procédés d'oxydation avancée (UV/H₂O₂ et UV/S₂O₈) pour traiter ces effluents. Les aspects cinétiques et mécanistiques ont été étudiés en montrant d'une part l'efficacité de ces traitements sur le pantoprazole dans le dialysat et en identifiant d'autre part les produits de transformation par LC-MS-QTOF. Les dégradations du pantoprazole ont été réalisées sous irradiation simulée (lampe Xénon 300 W) pendant 90 minutes dans différentes conditions expérimentales : tout d'abord dans de l'eau ultrapure, puis en présence des constituants majeurs du dialysat introduits un à un, puis dans un dialysat reconstitué, et enfin dans un réel échantillon de dialysat. Les produits de transformation ont été déterminés dans l'eau ultrapure et dans le dialysat reconstitué.

2. Principaux résultats

2.1 Aspects cinétiques

La dégradation du pantoprazole est issue de deux phénomènes, la photodégradation directe (seulement par les UV) et la photodégradation indirecte (induite par la dégradation des oxydants par les UV générant des espèces radicalaires). Les traitements par UV/H₂O₂ et UV/S₂O₈ se sont montrés respectivement 1,2 et 4 fois plus efficaces que celui en UV dans l'eau ultrapure. Ces résultats ont été expliqués par la détermination des constantes de réaction entre le pantoprazole et les radicaux sulfates ainsi que celle entre le pantoprazole et les radicaux hydroxyles. Les réactions parasites se produisant dans le milieu et les concentrations stationnaires des espèces radicalaires ont également été prises en compte. Par la suite, l'impact des constituants du dialysat a été étudié. Les deux traitements, UV/H₂O₂, et UV/S₂O₈, ont montré respectivement un abattement du pantoprazole plus faible dans le dialysat, 44 ± 5 et 47 ± 7 %, que dans l'eau ultrapure 64,4 ± 6 et 93,7 ± 5 %. Cela a mis en évidence le rôle inhibiteur du dialysat via des réactions de piégeage de radicaux mais aussi de conversion en espèces radicalaires moins oxydantes par des anions comme notamment les radicaux chlorures et les radicaux carbonates en présence d'ions chlorures et carbonates. En tenant compte de l'ensemble de ces paramètres, les deux traitements ont, dans ces conditions, des efficacités similaires et prometteuses pour envisager leur utilisation.

2.2 Aspects mécanistiques

En parallèle, les sous-produits de dégradation du pantoprazole ont été identifiés dans l'eau ultrapure et dans le dialysat par LC-MS-QTOF. Les échantillons dans le dialysat ont subi une étape de purification par SPE sur des cartouches Strata X. Ces résultats ont mis en évidence différents chemins réactionnels ainsi que l'impact des constituants du dialysat sur la nature des sous-produits générés. Les principaux processus sont des hydroxylations, oxydations de l'atome de soufre et ruptures de liaisons, notamment la perte du groupement diméthoxy-pyridyle. Un sous-produit formé dans le dialysat reconstitué uniquement a particulièrement attiré l'attention par la substitution des atomes de fluor par un groupement amide, caractéristique de l'urée. Cela a permis de justifier l'intérêt d'une telle étude afin de tenir compte d'une part de l'efficacité d'élimination mais aussi des mécanismes de transformation spécifiques au traitement et au milieu.

Références :

- [1] Réseau Epidémiologie, Information, Néphrologie, « Le rapport annuel REIN 2023 - Agence de la biomédecine ». Consulté le: 7 octobre 2025. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.agence-biomedecine.fr/fr/observatoire-de-la-maladie-renale-chronique/le-rapport-annuel-rein-2023>
- [2] A. Abarkan, « Dialyse verte : comment recycler le rejet de la boucle d'osmose inverse du circuit de préparation de l'eau ultrapure pour les séances d'hémodialyse ? », Thèse de doctorat, Compiègne, 2021. Consulté le: 24 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.fr/2021COMP2668>
- [3] M. Ben Hmida, T. Mechichi, G. B. Piccoli, et M. Ksibi, « Water implications in dialysis therapy, threats and opportunities to reduce water consumption: a call for the planet », *Kidney Int.*, vol. 104, n° 1, p. 46-52, juill. 2023, doi: 10.1016/j.kint.2023.04.008.
- [4] C. K. Machado *et al.*, « Potential environmental toxicity from hemodialysis effluent », *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, vol. 102, p. 42-47, avr. 2014, doi: 10.1016/j.ecoenv.2014.01.009.
- [5] S. M. Jang, K. E. Cardone, T. D. Nolin, D. L. Mason, et D. W. Grabe, « Determination of vancomycin and gentamicin clearance in an in vitro, closed loop dialysis system », *BMC Nephrol.*, vol. 15, n° 1, p. 204, déc. 2014, doi: 10.1186/1471-2369-15-204.
- [6] V. Kliem, « Pharmacokinetics of pantoprazole in patients with end-stage renal failure », *Nephrol. Dial. Transplant.*, vol. 13, n° 5, p. 1189-1193, mai 1998, doi: 10.1093/ndt/13.5.1189.

Gestion des sous-produits dans un procédé hybride associant nanofiltration et ozonation catalytique : formation, suivi cinétique et rétention.

Eliott JACQUEMIN, Julie MENDRET, Eddy PETIT, Loubna ATFANE, Martin DROBEK, Stéphan BROSILLON*

Institut Européen des Membranes (IEM), Université Montpellier, CNRS, ENSCM, Montpellier, France.

Auteur correspondant : jacquemin.eliott@gmail.com

Mots-clés : Nanofiltration, Ozonation, Sous-produits, Micropolluant, Hybride.

1. Introduction

1.1 Contexte

L'élimination des micropolluants dans l'eau devient une préoccupation mondiale. Ces molécules persistent en sortie de station de traitement des eaux usées. De nouveaux procédés de traitement doivent donc être développés pour éliminer ces substances persistantes. Parmi les traitements avancés, l'ozonation est aujourd'hui l'un des procédés d'oxydation les plus déployés pour la dégradation des micropolluants. Toutefois, elle présente deux limites majeures : (i) la dégradation souvent incomplète des composés les plus résistants, et (ii) surtout, la formation d'une large gamme de sous-produits d'ozonation (transformation products, TP), dont certains peuvent présenter une toxicité résiduelle ou une plus grande mobilité dans l'environnement [1]. Parallèlement, la nanofiltration (NF) céramique s'impose comme une technologie séparative robuste permettant des rejets gouvernés à la fois par l'exclusion stérique et les interactions électrostatiques [2]. Toutefois, utilisée seule, la NF génère un rétentat concentré en polluants limitant l'efficacité globale du procédé.

Dans ce contexte, des membranes céramiques ont été fonctionnalisées au cours de cette étude par une couche catalytique de maghémite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), afin de démontrer la faisabilité d'un procédé hybride associant ozonation catalytique et nanofiltration : l'ozonation assure la dégradation des antibiotiques tandis que la NF permet de retenir une partie des TP, limitant leur transfert vers le perméat et évitant leur rejet direct dans l'environnement. L'objectif de ce travail est donc de comprendre les mécanismes d'élimination dans la gestion des flux de perméats et de rétentat puis d'analyser en détail les TP : leur détection, leur suivi cinétique et leur rétention au sein du procédé hybride.

1.2 Méthode

Dans le cadre de ce travail, trois antibiotiques de forte occurrence (métronidazole (MNZ), sulfaméthoxazole (SMX) et amoxicilline (AMX)) ont été sélectionnés afin d'évaluer simultanément leur dégradation, leur rétention membranaire, ainsi que la formation et le devenir de leurs produits de transformation. Les TP générés ont été analysés par spectrométrie de masse haute résolution (HRMS). L'identification était basée sur l'exact mass, la distribution isotopique et l'analyse des fragments MS^2 . Une sélection de TP caractéristiques pour chaque antibiotique a ensuite été suivie cinétiquement pour déterminer leurs vitesses d'apparition et de dégradation, et leur rétention par la NF au sein du procédé hybride.

2. Résultats

La NF assure une rétention gouvernée principalement par les interactions électrostatiques et l'exclusion stérique, tandis que l'ozonation catalytique, activée par la couche de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, favorise la production de

radicaux hydroxyles et accélère les cinétiques d'oxydation, en particulier pour les composés les plus réfractaires. En hybridation, une synergie nette est observée : la membrane limite le passage des polluants vers le perméat, tandis que l'oxydation catalytique permet leur dégradation directement dans le rétentat.

Les résultats mettent en évidence la formation de nombreux TP's lors de la dégradation du SMX et du MNZ, tandis qu'aucun TP n'a été détecté pour l'AMX dans les conditions étudiées. Outre les TP's déjà rapportés dans la littérature, plusieurs composés inédits ont été identifiés, soulignant l'efficacité de la stratégie HRMS employée pour explorer en profondeur les mécanismes réactionnels sous ozonation catalytique. Les analyses cinétiques montrant des profils transitoires, avec une dégradation accélérée en présence de catalyseur, traduisent l'implication des radicaux hydroxyles. Les contributions entre voie directe par O_3 et radicalaires sont mises en évidence. La rétention des TP's (Figure 1) dépend fortement de leurs propriétés : les espèces anioniques et polaires, notamment issues du SMX, sont fortement retenues (>90 %) par interactions électrostatiques, polaires et liaisons hydrogène, tandis que les TP's du MNZ, plus petits et moins chargés, présentent des rétentions plus faibles (<30 % pour certains).

Ainsi, la NF joue un rôle déterminant dans le contrôle des sous-produits en limitant leur transfert vers le perméat, tandis que l'ozonation catalytique réduit leur persistance dans le rétentat. Les tests de toxicité confirment l'absence d'accumulation durable de composés plus toxiques.

3. Conclusion

L'un des apports majeurs de ce travail est la démonstration que la nanofiltration joue un rôle déterminant dans le contrôle des sous-produits d'ozonation. Malgré leur faible masse molaire, une grande partie des TP's primaires formés lors des dégradations est efficacement retenue par la membrane, grâce à un ensemble d'interactions (électrostatiques, hydrogène et polaires) qui renforcent le rejet au-delà des seuls critères de taille. Cette barrière membranaire limite ainsi leur transfert vers le perméat et prévient la diffusion directe de produits potentiellement réactifs ou toxiques. Le couplage avec l'ozonation catalytique complète ce rôle en réduisant in situ la persistance des TP's dans le rétentat. Ce contrôle membranaire, associé à l'oxydation approfondie dans le rétentat, ouvre une voie prometteuse pour limiter l'impact environnemental des concentrats et concevoir des procédés plus sûrs.

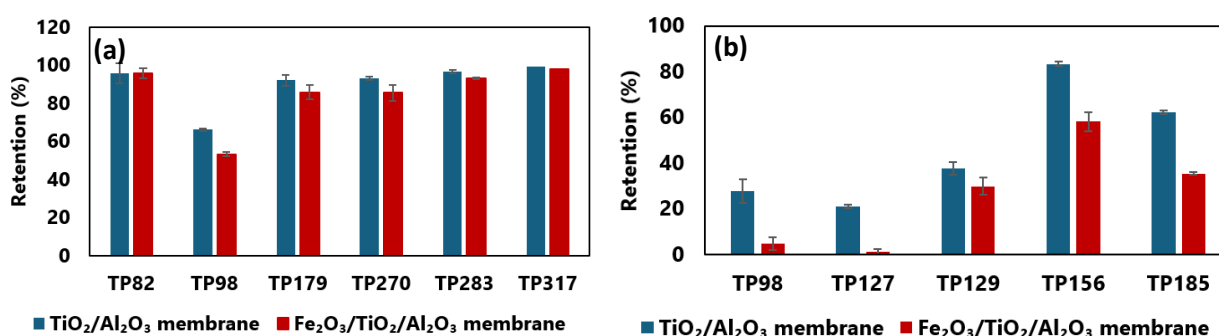


Figure 1 : Rétention des TP's du (a) SMX et du (b) MNZ lors d'une hybridation ozonation catalytique-NF avec les membranes TiO₂/α-Al₂O₃ and γ-Fe₂O₃/TiO₂/α-Al₂O₃. (O_3 débit : 40 L.h⁻¹ ; $[O_3]_{gaz}$: 25 g.Nm⁻¹ ; volume de solution: 5 L; pH: 7; T = 21 ± 0.5 °C, Pression transmembranaire = 10 bar).

Références :

- [1] S. Li, T. Zhu, W. Ji, Z. Wu, T. Ren, S. Zhang and Y. Wei, Chemical Engineering Journal, 2024, 501, 157689.
- [2] Q. Zhang, W. Jing, Y. Fan and N. Xu, Journal of Membrane Science, 2008, 318, 100–106.

Integrating Adsorption with Coagulation/Flocculation to Optimize the Removal of Micropollutants – Challenging the Treatment at Pilot-scale

Sereyvathana SOK^{a,b}, Reasmey TAN^b, Davin SANG^b,
Sylvain GIRAUDET^a, Nicolas CIMETIERE^a, Dominique WOLBERT^{a*}

^aUniversité de Rennes, ENSCR, CNRS UMR 6226, CIP, Rennes, France

^bResearch and Innovation Center, Institute of Technology of Cambodia, Phnom Penh, Cambodia

Auteur correspondant : Dominique. Wolbert@ensc-rennes.fr

Key-words: micropollutants, adsorption, drinking water treatment, pulsed fluidized bed

1. Context et objectives

Water quality is one of the crucial issues facing our civilization today. The importance of surface water contamination increases with the growth of industry. As scientific understanding and awareness of organic micropollutants (OMPs) continue to evolve, there is a growing emphasis on implementing effective water treatment strategies to address these emerging challenges [1,2]. At the Eau du Bassin Rennais plant, a combined treatment process consisting of adding coagulant (FeCl_3) and powdered activated carbon in order to capture organic micropollutants has been set up (PulsazurTM). Following thorough examinations of the adsorption phenomena, a partial desorption phenomenon that might interfered with the effectiveness of the OMP removal was identified [3]. Bench-scale research and theoretical work have yielded a wealth of knowledge regarding NOM-influenced OMP removal. However, these findings have seldom been extended to a larger scale.

In this study, a pilot unit representing the PulsazurTM system was used (Figure 1) to remove micropollutants by using powder activated carbon (BP170B) as an adsorbent and FeCl_3 as a coagulant. Different types of waters (ground water and pre-treated water) and parameters such as DOC, Turbidity, pH, UV254 and OMP were studied. The waters were spiked with 15 OMPs (pesticides, pharmaceuticals and some relevant residues). Three types of tests were investigated including pollutant peak, concentration profile according to column's height, and interruption of chemicals flow.

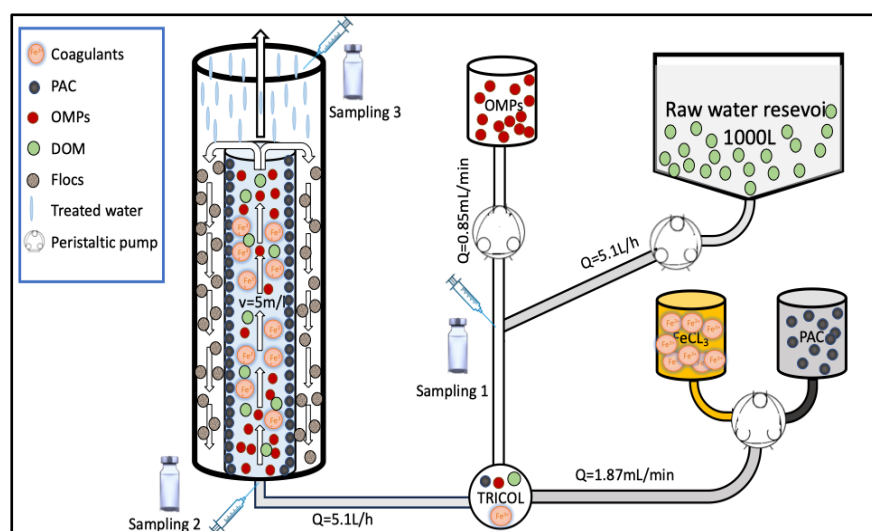


Figure 1: Pilot unit representing the PulsazurTM system

2. Results and discussion

The pilot system showed an excellent adaptability by providing stable performances under varying operating conditions and water sources. Strong OMP and NOM removal, > 99% and > 70% were also achieved, respectively with stable effluent quality under both steady and dynamic conditions. On the other hand, reduced and variable removal of hydrophilic compounds like Metazachlor ESA and OA, Metolachlor ESA and OA highlighted the system's limitations and the need for complementary treatment strategies for polar substances (Figure 2.a). After performing the column's height test, the results showed that strong reduction was achieved at the early stage of the process (after the mixing), which could support design optimization. Additionally, the system also illustrated strong resilience and sustained removal efficiencies (>90%), under simulated peak pollution test (Figure 2.b). The water quality at the outlet remained unchanged for 1 hour after the peak pollution started, in the real scenario we could increase the PAC dose, in order to prevent efficiency loss of system. Unfortunately, the desorption was also observed in the pilot system after peak pollution and it needed at least 15 hours to get back to usual effective state. With the last test of interruption of FeCl₃ and PAC addition, the system still provided the high removal for at least 5 hours after stopping chemical flows (PAC and FeCl₃), breakthrough after 20 hours and partial PAC saturation after 44 hours, which confirming that aged PAC still removes OMPs temporarily but performance will decay over time. Overall, the results from the jar tests provided greatly useful information for the pilot's system and its resilience to various operating challenges.

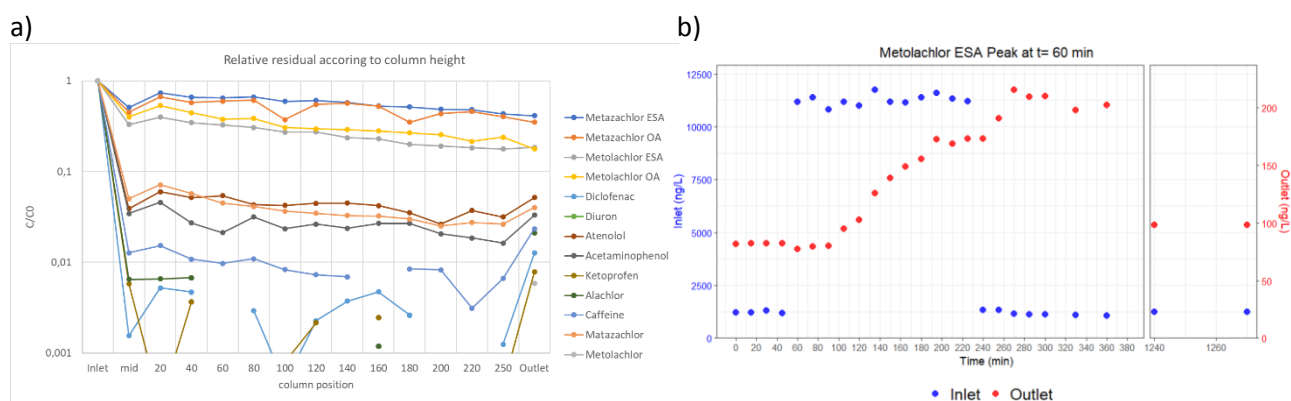


Figure 2: a) example of relative residual concentrations according to column heights, b) example of response of the pilot unit regarding a 2-hour lasting Metolachlor ESA peak in real pre-treated water

References:

- [1] Choi, S., Son, H., Kim, Y. M., Lee, Y., Abatement efficiencies of organic matter and micropollutants during combined coagulation and powdered activated carbon processes as an alternative primary wastewater treatment option, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2022, 10, 3, 107619.
- [2] Nowotny, N., Epp, B., Von Sonntag, C., & Fahlenkamp, H., Quantification and modeling of the elimination behavior of ecologically problematic wastewater micropollutants by adsorption on powdered and granulated activated carbon. *Environmental Science & Technology*, 2007, 41(6), 2050–2055.
- [3] Sang, D., Cimetiere, N., Giraudet, S., Tan, R., Wolbert, D. and Le Cloirec, P., Adsorption-desorption of organic micropollutants by powdered activated carbon and coagulant in drinking water treatment. *Journal of Water Process Engineering*, 2022, 49, p.103190.

Suivi de résidus médicamenteux dans la rivière de la Marque (Lille)

Manon DALLA COSTA^{a*}, David DUMOULIN^a, Marie LENSKI^{bc}, Anne GARAT^{bde}, Gabriel BILLON^a

^a*Univ. Lille, CNRS, UMR 8516 – LASIRE, F-59000 Lille, France.*

^b*Univ. Lille, CHU Lille, Institut Pasteur de Lille, ULR 4483-IMPacts de l'Environnement Chimique sur la Santé (IMPECS), F-59000 Lille, France*

^c*CHU Lille, Unité Fonctionnelle de Toxicologie, F-59037 Lille, France*

^d*Univ. Lille, UFR3S, département de pharmacie, service de toxicologie et de santé publique, 59000 Lille, France*

^e*Centre Antipoison des Hauts de France, 59000 Lille, France*

Auteur correspondant : manon.dalla-costa.etu@univ-lille.fr

Mots-clés : Résidus médicamenteux, gadolinium, STEU, eaux usées, rivière

1. Les médicaments : polluants des eaux de surface en France

1.1 Les médicaments organiques

Plus de 3 000 principes actifs sont actuellement disponibles sur le marché français pour la prise en charge des pathologies humaines. Ces résidus médicamenteux (RM) contaminent le milieu naturel, notamment les rivières, *via* les rejets industriels, hospitaliers et domestiques [1]. En effet, le traitement de ces composés par les stations d'épuration des eaux usées (STEU) reste parfois partiel [2], entraînant des concentrations dans les eaux de surface de l'ordre du ng·L⁻¹ au µg·L⁻¹ [3]. Dans cette étude, 16 RM correspondant à 4 classes ATC (Système de classification anatomique, thérapeutique et chimique) et 3 métabolites ont été suivis.

1.2 Les agents de contraste à base de Gadolinium (ACBG)

Les agents de contraste à base de gadolinium (ACBG) sont des complexes organométalliques composés d'un ion Gd³⁺ et d'un ligand, qui peuvent être structurés en complexes linéaires ou macrocycliques. En France, six ACBG sont commercialisés, avec des ventes qui atteignent plus de 2,5 millions de boîtes en 2023. Ces composés sont difficilement dégradés lors des étapes de traitement conventionnelles des STEU et finissent par être rejetés dans les eaux de surface en France et dans le monde [4]. L'étude présentée ici repose sur le suivi d'une rivière (La Marque), située dans la région Hauts-de-France et fortement impactée par des rejets de stations d'épuration.

2. Méthodes analytiques

2.1 Analyses des résidus médicamenteux organiques

Les 19 résidus médicamenteux (incluant 3 métabolites) ont été analysés par UPLC-MS/MS suivant une méthode développée et validée au laboratoire de toxicologie du CHU de Lille. La préparation des échantillons inclut une préconcentration par SPE (solid phase extraction).

2.2 Spéciation des ACBG

Pour l'analyse spécifique des six ACBG utilisés en France, un couplage HPLC-ICP-MS a été développé au LASIRE [5]. Cette méthode repose sur une chromatographie par échange d'ions associée à un spectromètre de masse à plasma inductif et permet d'atteindre des seuils de détection suffisamment bas pour l'analyse

directe des échantillons sans nécessiter de préconcentration. Cette méthode se distingue également par la faible quantité de solvants organiques nécessaire par comparaison aux autres méthodes décrites dans la littérature.

3. Sites d'études

3.1 La Marque

La Marque est une rivière du bassin Artois-Picardie longue de 32 km. Elle prend sa source au pied du Mont Pévèle et se jette dans la Deûle à Marquette-lez-Lille. Alimentée par plus de 22 affluents, dont les principaux sont le Zécart et la Petite Marque, cette rivière connaît d'importantes variations de débit au cours de l'année entre les périodes de basses eaux (juillet à octobre) et de hautes eaux (novembre à mars/avril). Actuellement, la Marque est classée en mauvais état physico-chimique et chimique, statut très probablement lié à la présence de huit STEU et de nombreux déversoirs d'orage qui jalonnent son linéaire.

3.2 Les STEU de Villeneuve d'Ascq et de Marquette-lez-Lille

Les STEU de Villeneuve d'Ascq et de Marquette-lez-Lille ont fait l'objet d'une attention particulière en raison de leur proximité avec le laboratoire, la facilité d'obtention d'échantillons moyennés et leurs capacités nominales élevées (151 000 EH pour Villeneuve d'Ascq et plus de 555 000 EH pour Marquette-lez-Lille).

3.3 Campagnes de prélèvements

4 campagnes de prélèvement ont été menées sur la période allant de novembre 2024 à novembre 2025 afin d'étudier la variabilité saisonnière en périodes de basses eaux et de hautes eaux sur l'ensemble du linéaire de la Marque Rivière. Les paramètres physicochimiques généraux (pH, température, conductivité, COT, NT...), les anions, l'ammonium ainsi qu'un large panel d'éléments traces métalliques ont été analysés en compléments des analyses dédiées aux résidus médicamenteux et à la spéciation des ACBG.

L'ensemble des données collectées montrent clairement l'impact des stations d'épuration des eaux usées dans cette rivière. Cette présentation vous montrera les premiers résultats obtenus au travers quelques exemples de composés et d'éléments chimiques avec un focus particulier sur les produits de contraste à base de gadolinium.

Références :

- [1] V. Lecomte, J. Artigas, C. Bonnineau, E. Brelot, C. Dagot, D. Hocquet, J. Labanowski, C. Miège, L. Mondamert, F. Martin-Laurent, S. Pesce, Contamination des milieux aquatiques par les résidus de médicaments : exposition, risques écotoxicologiques, antibiorésistance et leviers d'actions, Environnement, Risques & Santé, 2023, 22, 359-375.
- [2] C.F. Couto, L.C. Lange, M.C.S. Amaral, Occurrence, fate and removal of pharmaceutically active compounds (PhACs) in water and wastewater treatment plants – A review, Journal of Water Process Engineering, 2019, 32.
- [3] Y. Adomat, T. Grischek, Occurrence, fate and potential risks of pharmaceuticals and personal care product (PPCPs) in Elbe river water during water treatment in Dresden, Germany, Environmental Challenges, 2024, 15.
- [4] R. Brünjes, T. Hofmann, Anthropogenic gadolinium in freshwater and drinking water systems, Water Research, 2020, 182.
- [5] M. Dalla Costa, D. Dumoulin, M. Lenski, A. Garat, G. Billon, Development of a HIC-IC-MS method for the quantification and speciation of gadolinium-based contrast media in surface waters, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2025, 12.



Session Posters



Application du procédé Electro-Fenton comme technologie alternative avancée pour le traitement des effluents industriels

Asmaa WAKRIM^{a*}, J. JAMAL-EDDINE^b, M. AZZI^a

^a*Laboratoire Interfaces, Matériaux et Environnement, Faculté des sciences ain chock, Casablanca, Maroc*

^b*Laboratoire Synthèse Organique, Extraction et Valorisation, Faculté des sciences ain chock, Casablanca, Maroc*

Auteur correspondant : asmaawakrim18@gmail.com

Mots-clés : Electro-Fenton, Oxydation avancée (POA), Traitement des effluents industriels, Colorants azoïques, Minéralisation

1. Introduction

Les colorants alimentaires azoïques présents dans les effluents industriels représentent une pollution persistante en raison de leur stabilité chimique et de leur faible biodégradabilité. Les procédés d'oxydation avancée (POA) constituent des alternatives pertinentes aux traitements conventionnels, grâce à la génération d'espèces réactives telles que les radicaux hydroxyles ($\bullet\text{OH}$) capables de minéraliser ces composés [1,2]. Dans ce cadre, le procédé électro-Fenton, bien que maîtrisé depuis plusieurs années, demeure une technologie avancée et alternative par rapport aux filières classiques, notamment pour la dégradation des molécules réfractaires [3].

Cette étude examine l'application du procédé électro-Fenton au traitement d'un effluent industriel contenant d'un colorant azoïque. Des essais sur effluent synthétique ont permis d'appréhender les mécanismes de dégradation et d'optimiser les paramètres opératoires clés (densité de courant, concentration en Fe^{2+} , nature des électrodes, temps d'électrolyse).

L'application aux rejets industriels réels confirme l'efficacité du procédé pour la décoloration et la minéralisation du polluant. L'identification des intermédiaires de dégradation met en évidence une succession de ruptures des liaisons azoïques et aromatiques, illustrant la pertinence du procédé pour un traitement durable des rejets fortement chargés en colorants.

Références :

- [1] M. Oturan, J. M. Oturan, Electro-Fenton Process: A Powerful Advanced Oxidation Technique for the Treatment of Wastewaters Containing Aromatic Pollutants, *Chemical Reviews*, 2012, 112, 5772–5801.
- [2] P. Poyatos, S. Poch, J. M. Ribes, Advanced Oxidation Processes for the Treatment of Dye-Containing Effluents: A Review, *Environmental Science and Pollution Research*, 2020, 27, 10724–10747.
- [3] G. Brillas, Electro-Fenton and Related Electrochemical Processes, *Journal of Hazardous Materials*, 2021, 411, 125173.

Emerging organic contaminants degradation by a new filterless domestic purification system.

Ian VEDEAU^a, Stéphanie LEBARILLIER^a, Ndeye DIENG^a, Maëlys DIJOUX^a, Anne-Marie FARNET DA SILVA^b,
Pascal WONG WAH CHUNG^a

^a Aix-Marseille Univ, CNRS, LCE, Marseille, France

^b Aix Marseille Univ, Avignon Univ, CNRS, IRD, IMBE, Marseille, France

Auteur correspondant : ian.vedeau@etu.univ-amu.fr

Mots-clés : LED/UV A chlorine, Domestic purification system, Tap water, Emerging organic contaminants

1. Abstract

1.1 Context

Many emerging organic contaminants (EOCs) are found in water compartments, including drinking water resources [1]. The occurrence of pharmaceuticals, pesticides, PFAS, hormones, surfactants, and transformation products in tap and drinking water has been assessed at trace level of 1 ng to 10 µg.L⁻¹ [1]. Although these contaminants do not seem to represent individually a health hazard at this level [2], the impact of a long-term exposition to several EOCs is still uncertain [3]. To overcome this public health issue, new domestic water purification systems (DWPS) have been developed. LaVie is an original DWPS, developed by Solable society, based on an advanced oxidation process (AOP), combining the residual free chlorine (FC) present in tap water and a LED-UV A irradiation source. LaVieSUN setup is a non-electric version of LaVie system, using solar irradiation. Studies focusing on the degradation capacity of LED-UV A / FC or sunlight / FC AOP in drinking or tap water matrices are still very scarce, even though they represent an important research opportunity for assessing the purification capacities of emerging and domestic AOP systems and better understanding their potential applications.

1.2 Content of the presentation

EOC degradation of LaVie and LaVieSUN systems in tap water has been investigated through a general kinetical study. Atrazine, carbamazepine, clofibric acid, N,N-Diethyl-meta-toluamide, desethyl atrazine, 17- α -ethynylestradiol, metolachlor, PFOA and PFBA have been selected for their recurring presence in tap water resources [1]. The degradation of these 9 EOCs has been followed at representative concentrations (400 ng.L⁻¹) in the presence of different amounts of free chlorine (0 to 3 mg.L⁻¹) to be representative of world tap water content. Degradation rates revealed to be in the range 0 to 99%, depending on the EOC, free chlorine concentration, irradiation source, and exposure time. For each EOC, Microtox essays and transformation products identifications have been realized to gain knowledge on their mechanistic degradation pathways and estimate the tap water toxicity evolution through the treatment.

Références :

- [1] R. Tröger et al., 'What's in the water? – Target and suspect screening of contaminants of emerging concern in raw water and drinking water from Europe and Asia', *Water Res.*, vol. 198, p. 117099, Jun. 2021
- [2] K. A. Baken, R. M. A. Sjerps, M. Schriks, and A. P. van Wezel, 'Toxicological risk assessment and prioritization of drinking water relevant contaminants of emerging concern', *Environ. Int.*, vol. 118, pp. 293–303, Sep. 2018

[3] J. Y. M. Tang, S. McCarty, E. Glenn, P. A. Neale, M. St. J. Warne, and B. I. Escher, 'Mixture effects of organic micropollutants present in water: Towards the development of effect-based water quality trigger values for baseline toxicity', *Water Res.*, vol. 47, no. 10, pp. 3300–3314, Jun. 2013

Etude de l'efficacité des biofloculants appliqués au conditionnement des boues

Vania RAKOTONDRA^a, Christelle NABINTU KAJOKA^a, Magali CASELLAS^a, Michel BAUDU^a

^aEau Environnement Limoges – Institut Matériaux Procédés Environnement Ouvrages, Université de Limoges, France

Auteur correspondant : magali.casellas@unilim.fr

Mots-clés : coagulation, floculation, sédimentation, cinétique, procédé de déshydratation

Les stations d'épuration de traitement des eaux usées génèrent de grands volumes de boues avec une teneur élevée en eau (>97%) [1]. Le conditionnement par coagulation/floculation avant des procédés mécaniques, comme l'utilisation des filtres presses, permet une déshydratation efficace des boues [1]. Les coagulants métalliques, tels que le chlorure ferrique et le sulfate d'aluminium, ainsi que les floculants synthétiques (polyacrylamides) sont reconnus comme très efficaces. Mais, malheureusement, le coût de production de ces floculants est élevé et ils présentent des risques toxicologiques pour la santé humaine et l'environnement [2]. L'utilisation de polymères naturels issus des ressources végétales, animales ou microorganiques constitue une alternative prometteuse aux agents chimiques classiques [2,3]. En plus d'être biodégradables et renouvelables, l'emploi de ces polymères naturels contribue à une gestion et à une valorisation plus économiques des boues résiduelles.

Notre recherche vise à évaluer le potentiel de ressources végétales dans le conditionnement des boues, avec une étude des conditions opératoires optimisées pour une application à grande échelle et à approfondir les mécanismes régissant leur performance. Les expérimentations sont menées sur une boue synthétique minérale, la kaolinite (5 g/L et pH 7). Les essais de coagulation/floculation ont été réalisés par Jar-test où les effets de dose et de pH sont étudiés. L'évaluation de l'efficacité des biofloculants repose sur la mesure de l'abattement de la turbidité mais également sur le suivi de la cinétique de sédimentation via un Turbiscan Lab (Formulation). Les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus avec le coagulant de référence, le chlorure ferrique.

Les premiers résultats ont mis en évidence l'effet potentiel floculant d'une biomasse issue des déchets agricoles pour le conditionnement de boues. Comparée aux suspensions de kaolinite brute, dont l'abattement n'atteint que 28% après une décantation de 30 min, la biomasse a permis de réduire la turbidité jusqu'à 61% et 72% pour des doses de 50 et 500 mg/L, respectivement. Ces performances demeurent inférieures à celles obtenues avec le chlorure ferrique (98% et 96% pour des doses de 50 et 500 mg/L, respectivement), et les conditions opératoires avec la biomasse restent encore à optimiser. Le suivi de la cinétique de sédimentation a montré que l'ajout de 50 et 500 mg/L de biomasse a amélioré la sédimentation, avec des vitesses maximales de 0,03 et 0,06 m/h, respectivement. La comparaison avec les vitesses obtenues à l'aide du chlorure ferrique, qui sont de 0,23 et 0,12 m/h pour les mêmes doses, confirme la nécessité de poursuivre les travaux afin de déterminer les conditions optimales pour la biomasse étudiée. D'autres biomasses végétales seront étudiées dans les prochains jours et leurs résultats seront présentés lors de la conférence ainsi que les tests de filtrabilité des boues.

Références :

- [1] H. Michał, M. Ochowiak, A. Krupińska, S. Włodarczak, M. Matuszak, A Review of Flocculants as an Efficient Method for Increasing the Efficiency of Municipal Sludge Dewatering: Mechanisms, Performances, Influencing Factors and Perspectives, *Science of The Total Environment* 820 (mai 2022): 153328
- [2] H. Mansour, Yosra, B. Othmani, F. Ben Rebah, W. Mnif, M. Saoudi, M. Khadhraoui, Could Plant-Based Flocculants Substitute the Conventional Synthetic Chemicals in the Sludge Dewatering Process?, *Water* 15, no 14 (2023): 2602
- [3] M. Mnif, F. Ben Rebah, Bioflocculants as Alternative to Synthetic Polymers to Enhance Wastewater Sludge Dewaterability: A Review, *Energies* 16, n° 8 (2023): 3392

Microbiological risks associated with the storage of treated wastewater for reuse

Emma BOUSQUET^{a*}, Ludovic PILLOUX^a, Jalloul BOUJILA^a

^a *Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INP, UT, Toulouse, France*

Auteur correspondant : emma.bousquet@utoulouse.fr

Key words: Reuse water, storage, biofilm, pharmaceutical pollution, amoeba resisting bacteria

1. Context

In the context of global warming, water resources are a major concern, with a demand exceeding available resources during periods of drought. To address this issue, one of the various strategies is to reuse treated wastewater as an alternative to drinking water for irrigation, cleaning and sanitation purposes. Several wastewater treatment processes can produce a water that meets regulatory requirements but remains rich in organic compounds, microorganisms (viruses, bacteria and protists), and chemicals. Moreover, as the water needs are rarely correlated with the production, a storage is almost mandatory. This step offers favourable conditions for microbial regrowth as well as emergence of antimicrobial resistance due the presence of antibiotics [1].

In this context, the aim of the present research project is to characterise the microbiological risks associated with the storage of treated wastewater. At first, our focus is on the isolation and the characterisation of microbes in wastewater, with a particular interest in biofilms formation. Indeed, biofilms can be a major reservoir of antibiotic-resistant bacteria and resistance genes, and could be a significant issue in the context of reuse storage [2]. A second focus is on amoebae and amoeba-resisting bacteria (ARB). Amoebae are known to graze on biofilms and to contribute to the fate of antibiotic resistance genes in water [3,4]. They can also be a reservoir for the replication of amoeba resisting bacteria, most then being pathogenic for human. The characterisation of antibiotic resistance is consolidated by chemical analysis of pollutant, especially pharmaceutical pollution, in this stored water.

2. Results

To identify the microbial community in this water, a storage kinetic study was conducted on processed water from the reuse platform and on wastewater. Several indicators were monitored, including relative bacterial abundance, biofilm formation, amoeba isolation and PCR identification. The initial results revealed a different regrowth dynamic in the filtered water from the reuse process compared to the non-filtered wastewater. On the other hand, amoebas were isolated from each sample, demonstrating their ubiquity in reuse water. At the same time, chemical analyses were conducted to quantify antibiotic pollution in the reuse water and to identify non-antimicrobial pharmaceuticals products that could still impact the microbial community. Antimicrobial quantification using the high-resolution LC-HRMS technique showed concentrations consistent with those reported in the literature [5], with variation depending on the stage of the process.

3. Perspectives

Based on the initial results obtained in both the microbiological and chemical analyses, the next step is to develop biofilm models using the identified microorganisms. These models will then be used to characterise the impact of antimicrobial pollution at known concentrations on the biofilm formation. Similarly, co-culture experiments will be conducted to identify pairs of amoebae and bacteria forming biofilms that could increase

antimicrobial resistance in these conditions. Finally, testing these models in real-life storage conditions of waters at different temperature will give us insight into the risk associated with storage conditions in the context of the global warming. Altogether, this interdisciplinary project which combines analytical chemistry and microbiology aims to provide data to improve understanding and management of the risks associated with the reuse of treated wastewater, to be able to support regulatory changes in its uses [6] to eventually guarantee access to safe water for users.

References:

- [1] C. Zhang, J. Lu, *Legionella*: A Promising Supplementary Indicator of Microbial Drinking Water Quality in Municipal Engineered Water Systems, FIES, 2021, 9:684319.
- [2] JL. Balcazar, J. Subirats, CM. Borrego, The role of biofilms as environmental reservoirs of antibiotic resistance, *Frontiers in Microbiology*, 2015.
- [3] L. Ma, F. Liu, M. Zhou et al., Amoeba contribute to the diversity and fate of antibiotic resistance genes in drinking water system, *Environment International*, 2025, 204:109867.
- [4] G. Del Olmo, N. Malinowski, GJ. Puzon et al., Biofilm and related amoebas in an UK chlorinated drinking water system, *Water*, 2021, 13(21):3069.
- [5] Q. Dinh, E. Moreau-Guigon, P. Labadie et al., Fate of antibiotics from hospital and domestic sources in a sewage network, *Science of the Total Environment*, 2017, 575:758-66.
- [6] Anses n°2022-SA-0238, Avis de l'Anses relatif au projet d'arrêté relatif aux conditions de production et d'utilisation des eaux usées traitées [issues du traitement d'épuration des eaux résiduaires urbaines] pour l'irrigation de cultures ou d'espaces verts, 2023.

Elimination photocatalytique des micropolluants dans un milieu aqueux :

2-phénoxyéthanol et les phtalates de potassium

Zineb BOUTAMINE^{1,2*}, Lokmane ABDELOUAHED³, HABELHAMES Yasser¹, BELOUNAS Souhaib¹

¹ Département de Génie des Procédés, Ecole Nationale Polytechnique de Constantine, Constantine, Algeria,

² Laboratoire de Génie des Procédés pour le Développement Durable et les Produits de Santé.

³ INSA Rouen Normandie, Université Rouen Normandie, UNIROUEN, Laboratoire de Sécurité des Procédés Chimiques LSPC EA-4704, 76000 Rouen, France

* Adresse e-mail : zaineb.boutamine@enp-constantine.dz

Résumé

Malgré les progrès significatifs réalisés dans les technologies de traitement et de purification de l'eau, certaines substances demeurent particulièrement résistantes aux procédés classiques. C'est le cas notamment des pesticides, des colorants, des perturbateurs endocriniens ainsi que de divers résidus d'origine industrielle ou agricole. Le terme *perturbateur endocrinien* désigne un ensemble de composés chimiques largement utilisés dans de nombreux secteurs, notamment ceux des cosmétiques et des produits pharmaceutiques. Leur présence dans les milieux aquatiques suscite de sérieuses préoccupations environnementales, en raison de leurs effets potentiellement nocifs sur le système hormonal des organismes vivants [1, 2]. Face à ces enjeux, les procédés d'oxydation avancée (POA), tels que la photocatalyse, apparaissent comme une alternative prometteuse aux méthodes conventionnelles pour la dégradation et l'élimination de ces polluants persistants [3, 4]. La Figure 1 représente le dispositif expérimental de la photocatalyse.

Polluants et étude expérimentale : Le 2-Phénoxyéthanol (PhE), et les phtalates de potassium deux molécules modèles choisies lors de cette étude sont qualifiées de perturbateur endocrinien. L'Environmental Protection Agency des États-Unis [5] a classé le PhE parmi les composés perturbateurs endocriniens (PhE). En Europe, la présence de phtalates est réglementée, tout comme celles d'autres substances, par le règlement REACH (n° 1907/2006/CE). Ce dernier encadre leur utilisation en limitant ou interdisant certains phtalates dans les produits fabriqués, importés ou distribués sur le territoire européen. L'élimination PhE ainsi que celle du KHP ont été réalisées dans un réacteur par l'activation photocatalytique du ZnO par irradiation UV 254 nm. L'effet des paramètres opératoires tels que la concentration initiale, le pH et la détermination des ROS sont examinés.

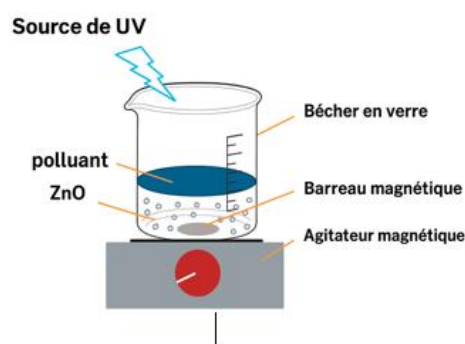


Figure 1 : Dispositif expérimental de la photocatalyse

Résultats et discussion : Les expériences ont été menées dans un réacteur de 250 mL avec un rapport ($r = 1$) soit une masse du catalyseur égale à 250 mg, une température de 25 °C et un pH naturel, sous irradiation UV de 254 nm par une lampe immergée. L'ensemble du système a été maintenu sous une agitation à 300 rpm pendant 60 min de traitement. Le suivi de la dégradation a été effectué par chromatographie liquide à haute performance (HPLC), tandis que l'abattement de la charge organique a été suivi par la mesure du Carbone Organique Total (COT).

Les résultats expérimentaux mettent en évidence la performance du système ZnO/UV dans l'élimination du conservateur PhE présent dans l'eau, avec une efficacité de 94 % obtenue pour une concentration initiale de 5 mg/L, un rapport masse/liquide de 1 et un pH naturel de 6,5. De même, un rendement d'élimination de 95,4 % a été enregistré pour le KHP, dans des conditions similaires (concentration initiale de 5 mg/L, pH naturel = 6, et rapport $r = 250 \text{ mg} / 250 \text{ mL} = 1$). Cependant, lors du traitement photocatalytique, l'efficacité d'élimination du PhE s'est révélée supérieure à celle du KHP, avec des rendements respectifs de 54,01 % et 23,6 %. Ces résultats sont illustrés dans la Figure 2.

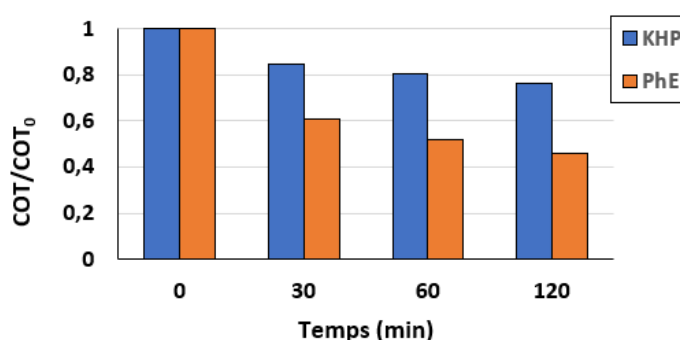


Figure 2 : Abattement de la charge organique lors de la dégradation photocatalytique du PhE et le KHP
(Conditions : $\text{pH}_{\text{naturel}} = 6.4$, $T = 26 \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$, $m_{\text{ZnO}} = 250 \text{ mg}$, $C_0 = 5 \text{ mg.L}^{-1}$, $V_a = 300 \text{ tr/min}$)

Mots-clés : Procédés d'oxydation avancés, perturbateurs endocriniens, photocatalyse hétérogène

Bibliographie :

- [1] Critical assessment of advanced oxidation processes and bio-electrochemical integrated systems for removing emerging contaminants from wastewater, Bashir Y., Raj R., Ghangrekar M. M., Nema A. K., Das S. (2023). *RSC Sustainability*, 1, 1912-1931. DOI: 10.1039/D3SU00112A
- [2] Recent Advances in Endocrine Disrupting Compounds Degradation through Metal Oxide-Based Nanomaterials, Latosińska J., Grdulska A. (2025). *Catalysts*, 12(3), 289. DOI: 10.3390/catal12030289
- [3] Integrated and Hybrid Processes for the Treatment of Actual Wastewaters Containing Micropollutants: A Review on Recent Advances, (2024). *Processes*, 12(2), 339. DOI: 10.3390/pr12020339.
- [4] Advanced oxidation process-mediated removal of pharmaceuticals from water: a review of recent advances, (2025). *Environmental Science and Pollution Research*, 32, 14316-14350. DOI: 10.1007/s11356-025-36547-5.
- [5] U.S. Environmental Protection Agency Slide, 2025, <https://comptox.epa.gov/dashboard/chemical/details/DTXSID9021976>

Analyse et surveillance des PFAS par méthodes d'extraction en phase solide (SPE) et d'échantillonnage passif

Michel AROTCARENA, Louna Moles, Sami BAYOUDH, Corentin GERMAIN, Juliette GOULEY, Kaynoush NARAGHI

AffiniseP, Le Houlme, France

Auteur correspondant : michel.arotcarena@affiniseP.com

Mots-clés : PFAS ; Disque SPE ; Préparation d'échantillon ; Echantillonneur passif ; LC - MS/MS

1. Contexte

Les composés perfluorés (PFAS) sont une famille de molécules constituées de chaînes fluorocarbonées de longueur variable et d'un groupe fonctionnel tel qu'un acide carboxylique ou sulfonique. Ils sont largement utilisés depuis les années 1950 dans de nombreux produits, tels que les mousses anti-incendie, les revêtements antiadhésifs et hydrophobes, ainsi que les agents tensioactifs. Leur composition les rend particulièrement résistants à la dégradation, ce qui favorise leur accumulation dans les organismes vivants et dans l'environnement. Les composés perfluorés font l'objet d'une attention croissante ces dernières années en raison de leurs effets potentiellement nocifs sur la santé humaine.

L'analyse des PFAS dans certaines matrices reste complexe et nécessite une préparation minutieuse des échantillons afin de préserver l'intégrité des dispositifs analytiques et d'atteindre des limites de quantification (LOQ) plus basses.

Cette étude présente trois solutions clés en main dédiées à la surveillance et la détermination des PFAS dans l'environnement : préparation d'échantillons pour l'extraction en phase solide (SPE) à l'aide de cartouches et de disques SPE ainsi qu'une approche innovante d'échantillonnage passif des PFAS.

2. Préparation d'échantillons utilisant les cartouches AttractSPE® :

L'extraction en phase solide (SPE) à base de polymères s'est révélée efficace pour l'analyse des PFAS, notamment pour leur capacité de concentration, purification et quantification dans les denrées alimentaires.

Dans cette étude, une liste de 30 PFAS historiques et émergents a été analysée dans la truite saumonée et dans l'eau potable (eau du robinet) en utilisant la SPE pour concentrer et purifier les échantillons. Des échantillons de 2 g de truite saumonée ont été enrichis avec 29 PFAS à des concentrations de 0,2 à 1 µg/kg puis extraits par solvant. Les solutions d'extraction ont ensuite été purifiées à l'aide d'une SPE à double couche constituée d'une phase polymérique et de Graphitized Carbon Black (GCB). L'ajout d'une couche de GCB permet un nettoyage plus efficace pour les matrices les plus complexes.

Pour l'eau du robinet, des cartouches SPE polymériques ont été utilisées pour traiter des échantillons de 500 mL, enrichis à des concentrations de 0,004 à 0,4 µg/kg en PFAS. Les analyses ont été réalisées par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS), avec une colonne à retardement destinée à éliminer les PFAS provenant du solvant et des tubulures de la LC.

Dans la truite saumonée, d'excellents rendements ont été obtenus avec des valeurs supérieures à 93% et une répétabilité moyenne (RSD) de 7%.

Dans l'eau du robinet, d'excellents rendements ont été obtenus avec des valeurs supérieures à 92% (à l'exception du MeFOSA, 66%) et une répétabilité moyenne (RSD) de 5%

3. Préparation d'échantillons utilisant AttractSPE® disk WAX:

Les disques AttractSPE® sont des membranes SPE minces, denses, souples et uniformes, garantissant une réduction du temps d'extraction de grands volumes d'échantillons grâce à un débit rapide et sans aucun effet de chemin préférentiel. Ils possèdent une grande surface d'échange, permettant des meilleures interactions avec les analytes et offrant ainsi d'excellents taux de récupération. Plusieurs formats et compositions chimiques sont disponibles afin de s'adapter au mieux à chaque application, notamment la concentration de large volume d'échantillonnage.

Cette étude décrit une méthode efficace de SPE pour la préparation d'échantillon et l'analyse des traces de 28 PFAS dans de grands volumes d'eau du robinet et eau de rivière. Les rendements obtenus sont supérieurs à 88% avec une répétabilité moyenne (RSD) de 5%, concluant ainsi sur d'excellentes performances offertes par la méthode décrite.

Les disques SPE ont ainsi permis l'enrichissement et la concentration d'un large volume d'échantillon pour une durée de préparation inférieure à 20 min.

4. L'échantillonnage passif pour la surveillance des PFAS in situ : POCIS PFAS

Les PFAS étant des composés omniprésents, leur surveillance in-situ dans l'environnement est également nécessaire. Les échantillonneurs passifs ont démontré leur efficacité concernant l'accumulation des contaminants dans l'environnement : permettant de détecter des rejets ponctuels et ainsi d'obtenir une concentration moyennée dans l'eau sans qu'aucune énergie, entretien ou contrôle ne soit nécessaire. Les POCIS PFAS sont composés d'un sorbant sous forme de poudre emprisonnée entre des membranes de diffusion, elles-mêmes retenues entre deux disques en acier inoxydable

Dans cette étude, des POCIS PFAS ont été utilisés afin de collecter 13 composés perfluorés dans l'eau de rivière sur une durée de 7 jours. Les taux d'échantillonnage (Rs), permettant de remonter à la concentration moyennée dans l'eau, ont été mesurées entre 0,086 et 0,223 L/jour avec une bonne linéarité sur les 7 jours.

3. Conclusions :

Ce poster présente un ensemble d'outils de surveillance et de détermination d'une large gamme de PFAS dans l'environnement notamment le biote grâce à l'utilisation de POCIS PFAS ou de kits sous format cartouche ou disque SPE.

Du niveau d'eau aux flux : séparation des composantes du bilan d'une retenue par modèle intégré

Bastien BOIVIN^{a*}, Ronan GUILLOSSOU^b, Jean-Yves GAUBERT^c, Luc AQUILINA^a, Jean-Raynald DE DREUZY^a

^a *Observatoire des Sciences de l'Environnement de Rennes OSERen - Université de Rennes-CNRS, France*

^b *Collectivité Eau du Bassin Rennais (collectivité territoriale), Rennes, France*

^c *SPL Eau du Bassin Rennais (Société Publique Locale), Rennes, France*

Auteur correspondant : bastien.boivin@univ-rennes.fr

Mots-clés : retenue, bilan hydrologique, modèle intégré, infiltration sous barrage, eau potable

1. Contexte et problématique

Les changements globaux bouleversent la gestion des ressources en eau potable en modifiant les dynamiques hydrologiques. Ce défi concerne particulièrement Eau du Bassin Rennais (EBR), qui alimente plus de 500 000 habitants à partir de 16 ressources dont la majorité sont des prélèvements de surface. Face aux sécheresses récurrentes, anticiper les tensions sur la ressource nécessite une compréhension fine des processus hydrogéologiques de ces retenues, passant par l'établissement rigoureux de leur bilan volumique. Cet établissement reste difficile. Traditionnellement, un terme résiduel non identifié compense les écarts et amalgame des processus physiquement distincts dans les barrages (infiltrations sous l'ouvrage, évaporation, échanges nappe-retenu) [1]. Cette agrégation masque l'évolution temporelle de flux essentiels et limite les analyses opérationnelles.

La chronique du niveau d'eau $h(t)$, acquise en continu sur de longues périodes, contient l'empreinte de l'ensemble de ces processus. Notre objectif est d'exploiter pleinement ce signal pour déconvoluer et quantifier séparément chaque composante du bilan, révélant ainsi les flux cachés dans ce résidu.

2. Méthodes et résultats

Nous développons un modèle intégré résolvant le bilan hydrique par modélisation inverse physiquement contrainte. L'approche est testée sur le barrage de la Chèze (Ille-et-Vilaine), retenue stratégique de plus de 13 Mm³ drainant un bassin versant de 29 km² en contexte de socle cristallin. L'équation $\frac{dV}{dt} = \sum q_A(t) + \sum q_N(t)$ est résolue à partir du signal observé $h(t)$ et de l'abaque bathymétrique, qui relie le volume stocké $V(h)$ et la surface libre $S(h)$ à la hauteur d'eau. Les flux anthropiques $\sum q_A(t)$ (prélèvements, lâchers, ...) étant mesurés, les flux naturels $\sum q_N(t)$ sont identifiés par inversion (Figure 1).

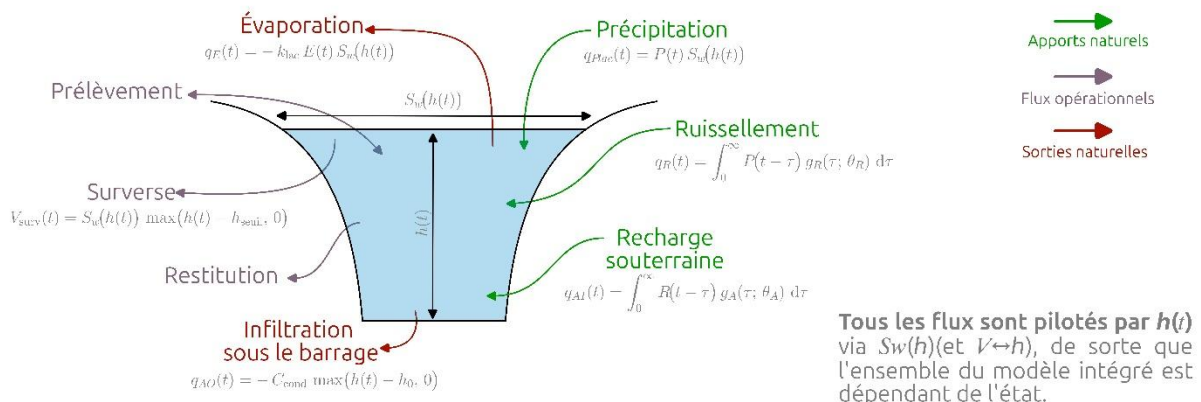


Figure 1 : Schéma conceptuel du modèle intégré et formulations physiques des flux.

Ces flux naturels regroupent les échanges atmosphériques (précipitation directe, évaporation), le ruissellement, les échanges nappe-retenue et le drainage sous l'ouvrage. Chaque composante est paramétrée à partir des forçages climatiques issus de réanalyses météorologiques (SIM2 de Météo-France, ERA5-Land du ECMWF) selon une formulation physique dédiée, contrainte par $h(t)$. L'estimation des paramètres du modèle s'appuie sur une calibration bayésienne, par échantillonnage MCMC (Markov Chain Monte Carlo), qui quantifie simultanément les valeurs optimales et leurs incertitudes [2].

Afin de valider cette approche, un modèle physique distribué (MODFLOW-NWT) est calibré indépendamment sur le même site et sert de référence pour les ordres de grandeur [3]. La confrontation porte notamment sur l'estimation des infiltrations sous le barrage, flux rarement quantifié en dehors d'un terme résiduel alors qu'il constitue une perte de volume utile non contrôlée par le gestionnaire.

Sur le site pilote, l'inversion restitue avec cohérence les dynamiques temporelles des différentes composantes. La comparaison avec le modèle distribué confirme la cohérence des ordres de grandeur. Les pertes par infiltration sous l'ouvrage, relativement stables au cours de l'année dans ce cas d'étude, atteignent jusqu'à 28 % de la capacité nominale ($> 3 \text{ Mm}^3/\text{an}$), révélant un enjeu majeur pour l'optimisation de la ressource.

3. Implications opérationnelles et perspectives

Ces résultats ouvrent des perspectives importantes pour la gestion opérationnelle. La méthode se distingue par sa légèreté d'implémentation comparativement aux modèles distribués. Elle transforme un résidu global en composantes physiquement interprétables, sans nécessiter l'acquisition de données supplémentaires. Seules les chroniques de niveau $h(t)$, les abaques bathymétriques et les flux opératoires sont requises.

Cette simplicité autorise un déploiement multi-sites rapide, facilitant le criblage systématique des ouvrages et l'ajustement des règles de gestion saisonnière en fonction des spécificités de chaque retenue.

À plus long terme, les développements en cours visent à consolider le modèle, à l'étendre à l'ensemble des sites gérés par EBR et à l'intégrer dans un système d'aide à la décision multi-ressources. L'objectif final est de pérenniser et d'adapter la gestion coordonnée des prélèvements d'eau potable à l'échelle du réseau complet, en anticipant les impacts du changement climatique sur les dynamiques saisonnières et en les traduisant en stratégies d'exploitation pour les gestionnaires.

Au-delà de la validation scientifique, cette approche contribue à la construction d'un cadre unifié de modélisation intégrée des ressources en eau, reliant observation, simulation et décision à l'échelle territoriale.

Références :

- [1] Song, J., Her, Y., & Kang, M., 2022. *Estimating reservoir inflow and outflow from water level observations using expert knowledge: Dealing with an ill-posed water balance equation in reservoir management*. *Water Resources Research*, 58(4). DOI: [10.1029/2020WR028183](https://doi.org/10.1029/2020WR028183).
- [2] Vrugt, J. A., Ter Braak, C. J. F., Diks, C. G. H., & Schoups, G., 2013. *Hydrologic data assimilation using particle Markov chain Monte Carlo simulation: Theory, concepts and applications*. *Advances in Water Resources*, 51, 457–478. DOI: [10.1016/j.advwatres.2012.04.002](https://doi.org/10.1016/j.advwatres.2012.04.002).
- [3] Doherty, J., & Welter, D., 2010. *A short exploration of structural noise*. *Water Resources Research*, 46, W05525. DOI: [10.1029/2009WR008377](https://doi.org/10.1029/2009WR008377).

Etude des produits de transformation des contaminants émergents dans les eaux usées et le milieu naturel

Marie-Hélène DÉVIER*, Solenne REVERBEL, Karyn LE MENACH, Emmanuel GENESTE, Patrick MAZELLIER, Hélène BUDZINSKI

Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, EPOC, UMR 5805, F-33600 Pessac, France

Auteur correspondant : marie-helene.devier@u-bordeaux.fr

Mots-clés : substances pharmaceutiques, produits de transformation, traitement des eaux, spectrométrie de masse haute résolution, traceurs.

1. Introduction

Les effluents de stations de traitement des eaux usées (STEU) sont des sources importantes avérées des micropolluants organiques (MP) vers le milieu aquatique en lien avec la consommation des produits manufacturés. Bien que l'on sache que les MP subissent des transformations dans les STEU [1] et après leur rejet dans les compartiments aquatiques [2], très peu d'études ont été consacrées aux produits de transformation (PT) [3]. Ainsi, il semble essentiel d'aborder la question des PT afin d'en élucider l'occurrence, la formation et le devenir tout au long du système de collecte des eaux usées jusqu'à leur entrée potentielle dans le milieu aquatique via les effluents des STEU. Dans ce contexte, cette étude vise à (i) évaluer la persistance/dégradation de MP sélectionnés et la formation de leurs potentiels PT dans les eaux de 8 STEU (ii) identifier les PT générés par spectrométrie de masse haute-résolution (HRMS), (iii) suivre leur présence dans le milieu récepteur pour évaluer leur pertinence environnementale.

2. Matériels et méthodes

Huit STEU localisées en France ont été sélectionnées afin de représenter les divers types de procédés d'épuration en traitement secondaire (et tertiaire si présent). Le suivi dans le milieu naturel a été réalisé dans la Jalle de Blanquefort (nord-ouest de la métropole bordelaise, affluent de la Garonne), en amont et aval des effluents d'une STEU. Pour ce suivi (MP et PT), 18 MP ont été sélectionnés selon différents critères, ainsi que 354 de leurs PT potentiels, issus de la littérature ou générés *in silico* [4]. Après filtration, les eaux ont été extraites par extraction sur phase solide (SPE) respectivement sur cartouche [®]HLB ou sur disque [®]HLB pour les effluents de STEU et pour les eaux du milieu naturel (facteurs de concentration 1000 et 10000). Les échantillons ont été analysés par chromatographie en phase liquide couplée à l'HRMS (LC-MS/QTOF ESI+) selon 3 modes d'acquisition : (i) en fullscan MS, (ii) en fragmentation MS/MS donnée-dépendante (DDA ; NTS) et (iii) en fragmentation MS/MS en mode suspect (DDA ; SS). Les données acquises ont été traitées avec la suite logiciels Agilent MassHunter Qualitative, Mass Profiler et Mass Profiler Professional (MPP). L'identification des PT a été réalisée par recherche de correspondance dans des bases de données et bibliothèques spectrales (BD&L) (Agilent, MassBank et internes au laboratoire), et un niveau de confiance d'identification a été attribué à chaque PT [5] (1 étant le plus haut niveau). MetFrag [6] et parfois CFM-ID [7] ont été utilisés afin d'attribuer une ou plusieurs structures candidates aux entités fragmentées ne disposant d'aucune correspondance dans les BD&L. L'effort d'élucidation structurale des PT dans les STEU a été tout d'abord concentré sur les PT « pertinents » d'un point de vue environnemental (persistants ou générés en STEU et présents dans les effluents) à l'aide du traitement statistique (*hierarchical clustering* et *heat map*) sous MPP.

3. Résultats et discussion

De façon générale, la présence de 14 MP et de 142 PT associés a été détectée dans les eaux de STEU. 20 PT ont été identifiés (niveaux 1 et 2a), comme la carbamazépine 10,11 époxyde ou l'o-desméthylvenlafaxine (ODV). 88 ont des données de fragmentation (niveau 3) qui pourraient permettre leur identification mais dont il n'existe pas de référence dans les bibliothèques utilisées. La trentaine de composés restants (niveaux 4/5)

a été éliminée. Trois comportements différents de MP et de leurs PT ont été observés dans les eaux de STEU : (i) élimination après épuration, (ii) formation lors du traitement des eaux usées, (iii) persistance le long du circuit d'épuration. Jusqu'à 29 PT potentiels se sont avérés être formés lors de l'épuration des eaux usées. La formation de PT spécifiques à un type de traitement a également été observée dans ce travail, comme l'acide aténolique (PT de l'aténolol) pour les traitements biologiques. D'autres se sont avérés persistants, en plus de la carbamazépine, comme la venlafaxine et l'oxazépam. Parmi les 24 PT persistants, on retrouve la carbamazépine 10,11 époxyde, l' ODV, 2 autres de leurs PT la CAR_213 et la VEN_291a, etc, de potentiels traceurs de contamination de STEU. A noter que les PT détectés sont majoritairement des PT déjà connus (et suivis pour certains d'entre eux). Ces travaux ont également permis de classer différents procédés d'épuration biologiques et tertiaires en fonction de leur capacité à générer et éliminer des MP et PT. Notamment le traitement par ozone, qui permet d'éliminer MP et PT, mais qui est aussi le procédé tertiaire qui génère le plus de PT. Après avoir étudié l'occurrence de MP et de leurs PT dans les eaux de STEU, ces derniers ont été recherchés dans les eaux de surface afin de déterminer s'ils sont susceptibles d'être rejetés dans le milieu récepteur via les eaux traitées et s'ils peuvent y être retrouvés avec une certaine persistance. A l'issue de ces travaux, les informations acquises concernant l'occurrence, le comportement et l'identification des molécules détectées en amont et en aval du rejet ont été utilisées pour déterminer des traceurs pertinents de la contamination chimique de la rivière par la STEU. Deux contaminants organiques, la MDMA et la benzoylegonine, en raison de leur rejet dans le milieu récepteur peuvent donc être définis comme des traceurs de la contamination des eaux par cette STEU. 5 PTs potentiels (norcitalopram, CIT_340d, VEN_245a-3, TP-DIA-70, NODDV), eux-aussi rejetés dans la rivière sont proposés comme traceurs de cette contamination chimique.

Références :

- [1] S. Merel, S. Lege, J. E. Yanez Heras, C. Zwiener. Environ. Sci. Technol., 2017, 51, 1, 410–417.
- [2] M. Yassine, L. Fuster, M.-H. Dévier, E. Geneste, P. Pardon, A. Grelard, E. Dufourc, M. Al Iskandarani, S. Aït-Aïssa, J. Garric, H. Budzinski, P. Mazellier, A. Trivella. Chemosphere, 2018, 193, 329-336.
- [3] A. Bletsou, J. Jeon, J. Hollender, E. Archontaki, N. S. Thomaidis. TrAC, 2015, 66, 32–44.
- [4] Jeon, J., Stravs M, EAWAG. Microsoft Excel® macro for *in-silico* prediction of transformation products.
- [5] E. L. Schymanski, Jeon, Junho., Gulde, Rebekka., Fenner, Kathrin., Ruff, Matthias., Singer, H.P., Hollender, J. Environmental Science & Technology, 2014, 48 (4), 2097-2098.
- [6] C. Ruttkies, Schymanski, E. L., Wolf, S., Hollender, J., & Neumann, S. Journal of Cheminformatics, 2016, 8(1), 1–16.
- [7] F. Wang, Allen D, Tian S, Oler E, Gautam V, Greiner R, Metz TO, and Wishart DS. Nucleic Acids Research, 2022, 50 (W1), W165-W174.

Remerciements : Cette recherche a été menée dans le cadre du projet TRANSPRO, financé par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) (ANR-18-CE04-0006), et du projet ETRAC financé par la Région Nouvelle-Aquitaine, ainsi que dans le projet MARSURE (ANR-23-W4AP-0002). La plateforme PLATINE (Plateforme de Chimie Analytique Environnementale Organique) de l'UMR 5805 EPOC a fourni les équipements analytiques dédiés à ces projets. Les auteurs souhaitent également remercier la Région Nouvelle-Aquitaine, par l'intermédiaire du CPER (PITCH – POA – SIREAUCCO).

Fractionnement et caractérisation de la matière organique des eaux de surface et des effluents secondaires : fractionnement par cascade de membrane.

Baya SMAIL^a, Théo PARIS^a, Elisabeth MACE^b, Pierre François BIARD^c, Benoit Teychené^{a*}

^a IC2MP, UMR CNRS 7285, Université de Poitiers, ENSIP, 86022 Poitiers Cedex, France

^b Vendée Eau, 57 Rue Paul Emile Victor, 85000 La Roche-sur-Yon

^c ENSCR, UMR CNRS 6226, Université de Rennes, 11 avenue de Beaulieu - CS 50837, Rennes, France

Auteur correspondant : benoit.teychene@univ-poitiers.fr

Mots-clés : Fractionnement, Matières organiques, diafiltration NF, Cascade membranaire, REUT.

1. Contexte

Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet ANR Oxymore, qui vise à développer un procédé de réutilisation des eaux usées reposant sur le couplage d'un procédé d'oxydation avancée (POA) et d'une filtration par nanofiltration [1]. La matière organique dissoute (MOD) est reconnue comme un mélange extrêmement complexe et hétérogène, représentant un défi majeur dans le traitement de l'eau en raison de son implication dans la formation de sous-produits de désinfection, le colmatage des membranes, ainsi que ses interactions avec les micropolluants [2]. L'efficacité de ces procédés dépend fortement du type et de la quantité de matière organique présente dans les eaux à traiter.

L'objectif des travaux présentés ici est de proposer une méthode de fractionnement et d'extraction de la MOD à partir de différentes eaux, en mettant particulièrement l'accent sur l'obtention d'une quantité significative de matière organique extraite.

2. Matériels et méthodes

2.1 Fractionnement par une cascade membranaire

La stratégie de séparation et de concentration combine l'osmose inverse (OI), l'ultrafiltration (UF) et la nanofiltration (NF). Comme illustré sur la figure 1a, l'eau brute est d'abord préfiltrée (5 µm), puis traitée par une résine échangeuse d'ions cationique (REI⁺) afin d'éliminer les ions divalents (Ca²⁺, Mg²⁺) et de prévenir la précipitation des sels lors de la concentration par osmose inverse basse pression (OIBP).

Le concentrat issu de l'OIBP est ensuite soumis à une diafiltration (diaNF) utilisant des membranes HFNF — la dNF40 pour les eaux de surface et la dNF80 pour les eaux usées — dans le but de réduire la charge ionique résiduelle. Dans le cas des eaux usées, une étape d'ultrafiltration (dUF010) est réalisée en amont de la diafiltration afin d'extraire la fraction de biopolymères.

Les matrices étudiées comprenaient des eaux de surface (rivière Le Clain) et des effluents secondaires (Vendée Eau). Les extraits finaux de matière organique dissoute (MOD) ont été lyophilisés afin de faciliter leur stockage en vue de futurs tests.

2.2 Caractérisation

La caractérisation multi-technique de la matière organique dissoute (MOD) a inclus la mesure du carbone organique total (COT), l'absorbance UV à 254 nm, la spectroscopie de fluorescence, ainsi que la chromatographie d'exclusion stérique haute performance (HPSEC) couplée à des détecteurs multiples (UV/Visible, fluorescence), permettant une analyse fine des différentes fractions organiques.

Par ailleurs, les bilans de matière ont été facilités par l'ajout d'un détecteur de carbone sur la chaîne HPLC, permettant d'obtenir les profils LC-OCD des différents fluides. Enfin, les poudres lyophilisées issues des concentrats ont été caractérisées par analyses thermiques différentielles et thermogravimétriques (ATD/ATG).

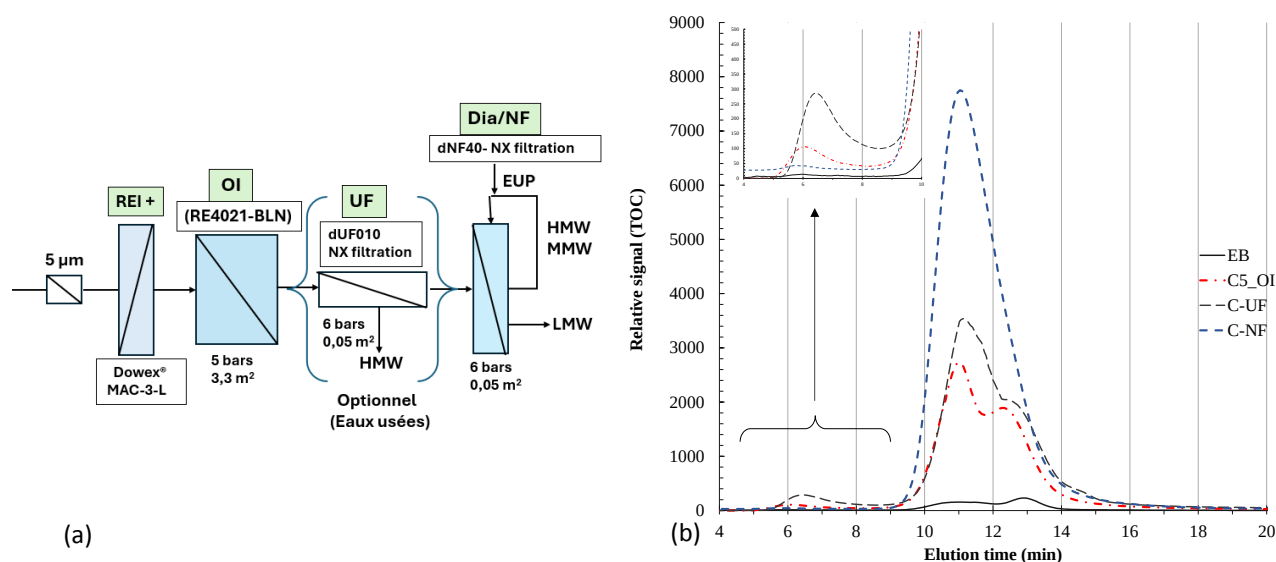


Figure 1 : (a) Schéma de principe de fractionnement par membranes. (b) Suivi HPLC-OCD du processus de concentration/fractionnement réalisé sur un effluent secondaire.

3. Résultats

Les procédés d'OIBP et de diaNF ont permis une concentration significative de la matière organique aromatique. L'analyse HPSEC (détection UV à 254 nm) a montré que les concentrats finaux étaient riches en substances humiques aromatiques de poids moléculaire moyen (500–1500 Da). Les profils LC-OCD ont révélé un facteur de concentration de 51 sur le signal de carbone organique total (TOC) pour les petites molécules (Fig. 1b - comparaison du signal EB et C_NF)). Par ailleurs, le concentrat issu de l'ultrafiltration (C_UF) présente une concentration en biopolymères 26 fois plus élevée que celle de l'effluent brute (EB) (Fig. 1b, encadré).

Les analyses thermiques différentielles et thermogravimétriques (ATD/ATG) des poudres lyophilisées ont mis en évidence une teneur pouvant atteindre 80 % de matière inorganique, soulignant l'accumulation des sels. La diafiltration par nanofiltration permet une élimination efficace des ions monovalents (Na^+ , Cl^-). Toutefois, conformément au principe d'exclusion de Donnan, la rétention partielle des sulfates (SO_4^{2-}) et du calcium entraîne une concentration élevée en sodium dans les extraits.

4. Conclusion

Ce travail met en évidence la complexité des interactions entre la matière organique dissoute (MOD) et les ions inorganiques au cours des étapes de diafiltration par nanofiltration (diaNF). Les membranes HFNF apparaissent comme une approche prometteuse pour la concentration ciblée de la MOD aromatique.

Les résultats soulignent l'importance d'une caractérisation approfondie des matrices étudiées afin d'optimiser les procédures d'extraction, notamment en tenant compte de la forte concentration en espèces inorganiques telles que les sulfates, observée lors de la lyophilisation des concentrats. Dans cette perspective, l'ajout d'une étape préalable d'élimination des sulfates avant la diaNF est envisagé, dans le but d'améliorer la pureté des extraits obtenus.

Références :

- [1] <https://jourdain.vendee-eau.fr/actualites/innovation-lancement-du-projet-oxymore/>
- [2] Karlien Dejaeger (UGent thesis), (2024), Disinfection by-product formation during drinking water chlorination : identifying organic matter precursors and associated hazards.

Fungal Reactors for Treatment of Emerging Organic Contaminants (EOCs): Pellet and Immobilized configurations

Rosario BALDESSARELLI*, Emmanuel BERTRAND, Isabelle GUARENTE-SEYSSIECQ, Cristian BARCA

Aix-Marseille Univ., CNRS, Centrale Med., M2P2 UMR 7340, Marseille, France

Corresponding author : Rosario.Baldessarelli@univ-amu.fr

Keywords : Fungal Reactors; wastewater treatment; Emerging Organic Contaminants; pellet and immobilized configurations; operating parameters.

1. Introduction

The issue of emerging organic pollutants (EOPs) has gained global attention over the past decades and is now considered a major environmental concern. They are a broad class of compounds, including dyes, pesticides, and pharmaceuticals (PhACs) at concentrations ranging from nano- to micro-grams per litre (ng/L - µg/L) [1]. Conventional wastewater treatment plants (WWTPs) most of the time are ineffective to reduce EOPs ranging from 0% to above 90% [1]. In the frame of an European PRIMA research project (FUNZYBio), this work aims to contribute to the development of fungal bioreactor as a promising alternative technology for the treatment of livestock wastewater contaminated with EOPs. First, an extensive literature review was conducted to assess the state of the art on fungal reactors for wastewater treatment. In parallel, preliminary experiments on fungal pellet production have been initiated as a first step toward scaling up the technology.

2. Material and methods

A systematic review of the scientific literature published between 2010 and 2025 was conducted to analyse the applications of bioreactors for wastewater treatment containing EOPs, with reference to pharmaceuticals, pesticides, and dyes (71 scientific articles met the criteria). The reactors analysed were classified into two main categories: (i) pellet reactors, in which the fungi grow in the form of spherical aggregates, and (ii) immobilised biomass reactors, in which the fungi are anchored to a support. Attention then shifted to the contaminant removal mechanisms, which can be attributed to (i) extracellular and intracellular enzymes and (ii) sorption processes, including both adsorption (surface adhesion) and absorption (penetration into the biological matrix) phenomena. In parallel, the first experimental activity focused on the formation of fungal pellets of *Trametes Versicolor* (identified as one of the most promising fungi for the degradation of various classes of EOPs) was conducted. The mycelial suspension was transferred to liquid malt extract medium and incubated (25 °C, 135 rpm, 5–6 days) to promote pellet formation [2].

3. Results and discussion

Literature analysis shows that contaminant removal in fungal bioreactors arises from a complex interplay between biological and operational factors. The fungal species and its compatibility with the contaminant's physicochemical nature are key, while operational conditions such as temperature, pH, stirring speed, and hydraulic retention time (HRT) strongly influence metabolism, enzyme activity, and overall removal performance. Immobilised biomass reactors are particularly effective for dye and pesticide removal, as the fixed support enhances enzyme–pollutant interactions and prevents washout, whereas

pellet-based systems are preferred for pharmaceutical degradation due to their higher stability and ease of biomass control. These trends are illustrated in Figure 1, showing how fungal biomass concentration (g/L DW) and hydraulic retention time (day) affect removal efficiency (%) across different pharmaceutical classes in batch reactors.

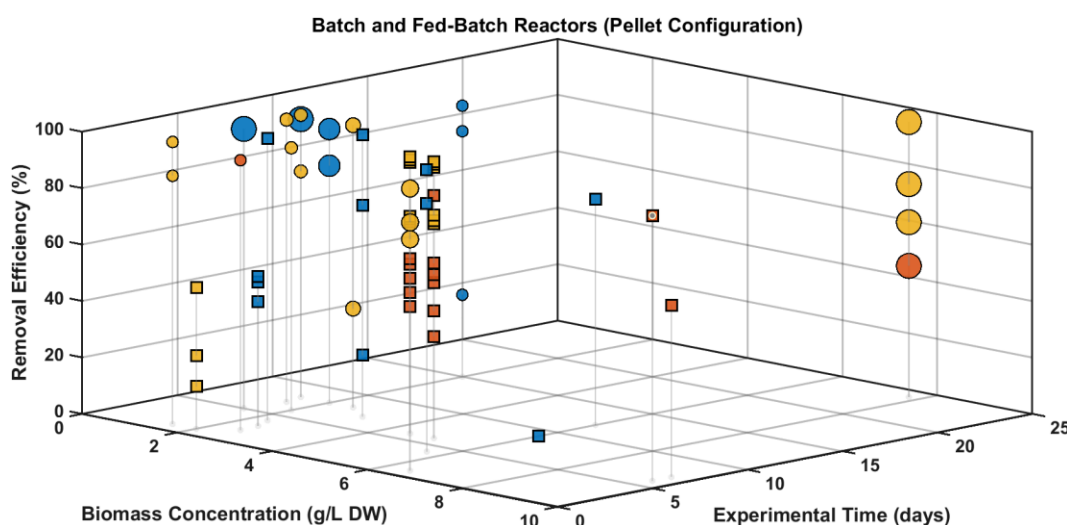


Figure 1: Influence of fungal biomass and time on the removal efficiency of pharmaceutical families. Colours indicate antibiotics (blue), antiepileptics (orange), and NSAIDs (yellow). Squares denote batch reactors, circles fed-batch reactors, with circle size proportional to substrate concentration (g/L/day).

4. Conclusion

The literature review underscores the promising capacity of fungal bioreactors to remove emerging organic pollutants (EOPs), yet their transition to large-scale applications remains constrained by limited process standardisation and the lack of robust kinetic models. To address these gaps, the next research phase will focus on the kinetic characterisation of *T. Versicolor* under batch conditions, to determine the key operational parameters controlling substrate consumption. Subsequently, the system will be tested using synthetic wastewaters spiked with representative EOPs to evaluate its degradation performance under controlled but realistic conditions. Finally, a 2 L fungal pellet reactor will be developed to assess system stability, and reproducibility, providing the foundation for future pilot-scale implementation.

Acknowledgement

The authors thank the French Ministry of Research for the PhD grant support. This research was also supported by the FUNZYBIO project ('Fungal and enzymatic biotransformation of antibiotics: safe reuse of livestock residues for agriculture'; ANR-23-P012-0002), which is part of the European Union-sponsored PRIMA Program.

References

- [1] P.R. Rout, T.C. Zhang, P. Bhunia, R.Y. Surampalli, Treatment technologies for emerging contaminants in wastewater treatment plants: A review, *Science of The Total Environment* 753 (2021) 141990. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.141990>.
- [2] P. Blázquez, N. Casas, X. Font, X. Gabarrell, M. Sarrà, G. Caminal, T. Vicent, Mechanism of textile metal dye biotransformation by *Trametes versicolor*, *Water Research* 38 (2004) 2166–2172. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2004.01.019>.

Modélisation de la dégradation photocatalytique du phénol par apprentissage automatique : comparaison SVR, KNN et Random Forest

Dounia-Zed Souitah^{a,*}, Zineb Boutamine^b, Alain Ledoux^a, Fatima Zahra Azar^c, Ouafa Belkacem, Lamiae Vernieres^a, Lokmane Abdelouahed^a

^a INSA Rouen Normandie, Univ Rouen Normandie, Normandie Univ, LSPC UR 4704, Rouen F-76000, France

^b Laboratoire de Génie des Procédés pour le Développement Durable et les Produits de Santé (LGPDDPS), Département Génie des Procédés, Ecole Nationale Polytechnique de Constantine, Algeria

^c Sustainable Materials Research Center, University of Mohammed VI Polytechnic, Benguerir 43150, Morocco

^d Laboratory of Biomaterials and Transport Phenomena (LBMT), Yahia Fares University, Medea, Algeria

Adresse mail : dounia-zed.souitah@insa-rouen.fr

Mots-clés : eaux usées, photocatalyse, modélisation, intelligence artificielle.

1. Introduction : Les secteurs pétrochimiques et du raffinage, gros consommateurs d'eau, rejettent des effluents chargés en hydrocarbures, composés aromatiques et solvants difficilement biodégradables. Ces rejets polluent les milieux aquatiques, dégradent la qualité de l'eau et favorisent l'eutrophisation, aggravant la pression sur des ressources hydriques limitées [1]. Ce travail porte sur la modélisation de la photocatalyse par TiO₂ du phénol. Faute de données suffisantes, les ANN se sont révélées inadaptées. Trois modèles mieux adaptés aux petits jeux de données ont donc été étudiés : SVR, KNN et Random Forest.

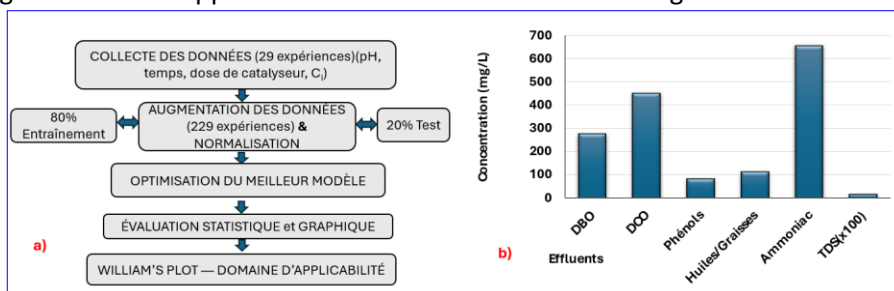
2. Méthodes et techniques d'optimisation :

2.1 Polluants : Les effluents étudiés présentent une forte charge organique (DBO 150–400 mg/L ; DCO 300–600 mg/L, pouvant atteindre 5300 mg/L). Ils contiennent des hydrocarbures dont les BTEX, ainsi que des phénols (≈70–90 mg/L). Les huiles et graisses varient généralement entre 20–200 mg/L, avec des pics jusqu'à 5000 mg/L. On y trouve aussi des nutriments comme l'ammoniac (≈655 mg/L) et de fortes concentrations en sels dissous (TDS 1200–1500 mg/L, pouvant dépasser 120 g/L), notamment Na⁺ et Cl⁻[1].

2.2 Photocatalyse : La photocatalyse hétérogène, principalement à base de dioxyde de titane (TiO₂), constitue une technologie d'oxydation avancée prometteuse pour la dégradation des polluants organiques. Parmi les photocatalyseurs étudiés, le TiO₂ reste la référence, mais les composites TiO₂/ZnO/rGO et g-C₃N₄ améliorent la photocatalyse en élargissant l'absorption lumineuse au visible et en favorisant la séparation des charges grâce aux interfaces semi-conductrices et à la conductivité du rGO, limitant ainsi la recombinaison électron-trou [2].

2.3 Présentation des modèles IA : Les modèles classiques (Langmuir–Hinshelwood) décrivent bien les milieux simples mais deviennent inadaptés aux effluents pétrochimiques, dont l'hétérogénéité induit une forte non-linéarité difficile à représenter [3]. Les méthodes d'IA gèrent ces non-linéarités, exploitent des données partielles et fournissent des prédictions rapides et fiables [4]. La SVR offre une haute précision sur petits ensembles, à condition d'un noyau bien choisi [4]. Les forêts aléatoires se distinguent par leur robustesse, leur rapidité et l'identification des variables clés, avec des R² > 0,95. Le KNN, simple et adapté aux petits jeux, reste sensible au bruit et au choix de k [3]. Les réseaux neuronaux et les modèles hybrides (GA, PSO) complètent les approches pour la modélisation photocatalytique. D'autres approches, comme les réseaux de neurones artificiels (ANN) et les modèles hybrides associés à des algorithmes d'optimisation (GA, PSO), sont également employées pour la modélisation photocatalytique. L'algorithme développé dans ce travail est montré dans la figure 1-a.

Figure 1 : a) Algorithme suivi pour la modélisation, **b)** Concentration des effluents dans les eaux usées issues de l'industrie pétrochimiques [1].



3.1 Résultats :

3.1 Distributions des polluants : Après la caractérisation des effluents, les résultats obtenus sont présentés dans la figure 1-b. Ces résultats montrent que les effluents pétrochimiques et de raffinage présentent une forte charge organique (DCO, DBO₅) et des teneurs élevées en ammoniac, ainsi qu'en phénols et huiles, confirmant la présence de polluants récalcitrants.

3.2 Modélisation de la photocatalyse : Pour modéliser la dégradation du phénol par photocatalyse, une comparaison a été réalisée entre trois modèles d'apprentissage supervisé. Les performances obtenues des trois modèles SVR, RF et KNN sont présentées dans le tableau 1. À partir de ces résultats, le modèle SVR a été retenu en raison de sa capacité à traiter efficacement les données tout en offrant une bonne précision prédictive.

Tableau 1 : Performances des trois modèles testés.

	R^2	RMSE	MAE	MSE
SVR	Train=0.997	Train=1.344	Train=1.076	Train=1.769
	Test=0.996	Test=1.793	Test=1.268	Test=3.389
	All data= 0.997	All data= 1.448	All data=1.116	All data= 2.104
KNN	Train=0.99962	Train=0.44754	Train=0.07174	Train=0.20029
	Test=0.98426	Test=3.28457	Test=2.14646	Test=10.78842
	All data= 0.995	All data=1.525	All data=0.488	All data=0.232
Random forest	Train=0.997	Train=1.387	Train=0.881	Train=1.923
	Test=0.985	Test=3.379	Test=2.315	Test=11.420
	All data=0.994	All data=1.972	All data=1.178	All data=3.888

. Après l'utilisation de l'algorithme présenté dans la Figure 1-a, les résultats obtenus comprenant la régression entre les valeurs prédites et réelles ainsi que le William's plot permettant d'évaluer le domaine d'applicabilité du modèle, sont illustrés dans les Figures 2-a et 2-b.

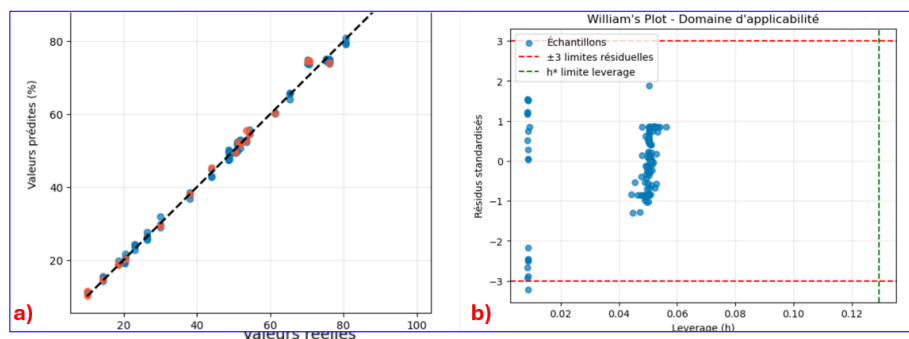


Figure 2 : a)SVR Régression, b): William's Plot – Domaine d'applicabilité.

Les résultats montrent que le modèle SVR présente une excellente capacité prédictive : les valeurs prédites sont fortement corrélées aux valeurs réelles, comme l'illustre la Figure 2-a où les points s'alignent correctement sur la droite du fit parfait. La Figure 2-b, via le William's plot, confirme la validité du modèle en évaluant son domaine d'applicabilité :

l'ensemble des échantillons se situe à l'intérieur des limites des résidus (± 3) et en dessous du seuil critique de leverage, ce qui indique l'absence de valeurs aberrantes et démontre que les prédictions du modèle restent fiables pour l'ensemble des données considérées. Ce comportement valide la robustesse du modèle et son aptitude à effectuer des prédictions cohérentes dans son domaine expérimental.

4. Conclusion : Ce travail visait à développer un outil prédictif fondé sur des modèles d'apprentissage automatique. La méthodologie appliquée comprenant la normalisation des données, l'identification des variables clés, l'entraînement des modèles et l'évaluation de leurs performances.

Références

- [1] Lawan M. S., Kumar R., Rashid J., and Barakat M. A. E.-F., "Recent Advancements in the Treatment of Petroleum Refinery Wastewater," *Water (Basel)*, vol. 15, no. 20, 2023.
- [2] Guangmin Ren *et al.*, "Recent Advances of Photocatalytic Application in Water Treatment: A Review," *Nanomaterials*, vol. 11, no. 7, p. 1804, 2021.
- [3] O. Belkacem *et al.*, "Prediction of barite scale formation and inhibition in hydrocarbon reservoirs using AI modeling: Focus on different optimization algorithms," *Results in Engineering*, vol. 26, 2025.
- [4] A. ; I. M. A. ; H. M. T. ; M. A. Rehman, "Artificial Intelligence-Guided Supervised Learning Models for Photocatalysis in Wastewater Treatment," *AI*, vol. 6, no. 10, p. 258, 2025.

Ultrasound-Assisted Adsorption Technology for the Remediation of Cationic Dyes from Aqueous Solutions Using a Natural Biosorbent

Houria Ghodbane

Laboratoire M2P2 UMR7340-CNRS, Marseille, France

Ecole Centrale Marseille, 38, rue Frédéric Joliot-Curie, 13451 Marseille, France

The utilization of green technology for the recovery of renewable components has garnered significant attention. Ultrasound irradiation is considered to be a popular technique to accelerate any chemical process owing to the occurrence of acoustic cavitations. When pressure waves propagate through liquid, it yields to formation, growth, and collapse of micro size bubbles which enhance the mass transfer of adsorbate onto solid adsorbent surface in any adsorption system. Moreover, in adsorption process ultrasound irradiation can enhance the mass transfer by breaching the affinity between adsorbate and adsorbent through convection pathway [1, 2]. As a result, ultrasound assisted adsorption process can lead to occurrence of faster equilibrium of adsorption process reducing the contact time effectively as compared to other conventional adsorption processes.

In the present work, the *Haloxylon salicornicum* (HS) are proposed as a novel low-cost non-conventional biosorbent for the removal of crystal violet (CV) from aqueous phases in the absence and presence of ultrasonic irradiation and by combining simultaneously ultrasound and mechanical agitation. The HS was characterized by FTIR, SEM and XRD. Batch process was used for biosorption kinetic and equilibrium studies. The effects of diverse parameters such as initial dye concentration, biosorbent dose, and solution pH on CV adsorption by HS were investigated. The obtained results indicate that both the rate and amount of CV adsorption were enhanced in the presence of ultrasound. Dye biosorption under ultrasound assistance was improved with the increase of initial dye concentration and with decreasing the biosorbent dose. Basic pH conditions are more propitious for the adsorption of CV. The simultaneous combination of ultrasound and agitation leads to an intensification of adsorption.

Keywords: Ultrasound, pollution, adsorption, dye, Wastewater.

1.Introduction

Synthetic dyes, extensively used in textile, leather, and paper industries, represent a major class of water pollutants due to their chemical stability, high visibility, and potential toxicity to aquatic life and humans [3]. Conventional wastewater treatment methods such as coagulation, oxidation, and biological degradation are often inadequate for complete dye removal because of dyes complex aromatic structures and resistance to biodegradation [4].

Among emerging techniques, adsorption has gained prominence as an efficient and economical approach for dye removal, offering simplicity, high selectivity, and reusability [5]. However, adsorption efficiency is highly dependent on the physicochemical characteristics of the adsorbent surface. Recent studies have highlighted ultrasound-assisted adsorption as an innovative hybrid process that enhances mass transfer and surface activation through acoustic cavitation [6]. Cavitation, generated by ultrasonic waves in a liquid medium, produces microbubbles that collapse violently, generating localized hot spots and microjets [7]. These phenomena accelerate adsorbate diffusion and modify the adsorbent structure, improving porosity and surface reactivity [8,9]. Unlike conventional activation methods, ultrasonic treatment is a green and energy-efficient technology that enhances adsorption performance without the use of chemical reagents [10].

In this study, *Haloxylon salicornicum*, an abundant agricultural residue, is valorized as a biosorbent for the removal of crystal violet (CV), a model cationic dye, from aqueous media in the absence and presence of ultrasonic irradiation and by combining simultaneously ultrasound and mechanical agitation. The HS was characterized by FTIR, SEM and XRD. The influence of operational parameters adsorbent dose, initial dye concentration, and pH solution is investigated to elucidate the synergistic effects of ultrasound on adsorption

mechanisms. This work contributes to advancing eco-friendly and ultrasound-enhanced adsorption systems for sustainable wastewater remediation.

2. Results and discussion

2.1. Influence of Adsorbate Concentration and Contact Time

The results illustrated in Figure 1 demonstrate that the efficiency of dye removal is highly dependent on the initial dye concentration. A higher initial concentration of crystal violet (CV) notably enhances the adsorption capacity of HS, particularly under ultrasonic irradiation. As the initial CV concentration increases from 2 to 20 mg/L, a substantial rise in adsorption capacity is observed after 180 minutes of treatment. Specifically, the amount adsorbed increases from 3.872 to 34.962 mg/g using the conventional method, from 3.897 to 36.592 mg/g under ultrasound alone, and from 3.962 to 39.403 mg/g when ultrasound is coupled with mechanical agitation. These findings clearly indicate that ultrasonic irradiation, when combined with mechanical stirring, significantly improves the adsorption performance compared to the traditional process, regardless of the dye's initial concentration.

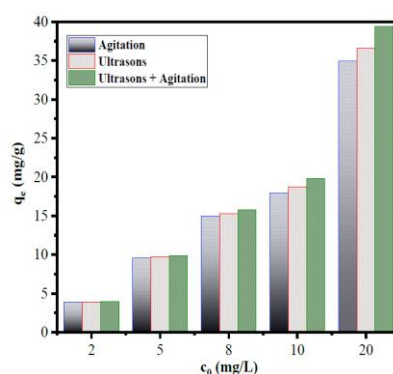


Figure 1: Effect of Initial Dye Concentration on the Adsorption of Crystal Violet by *Haloxylon salicornicum* with and without Ultrasound.

Reference

- [1] R. Zare-Dorabei, S.M. Ferdowsi, A. Barzin, A., Tadjarodi Highly efficient simultaneous ultrasonic-assisted adsorption of Pb (II), Cd (II), Ni (II) and Cu (II) ions from aqueous solutions by graphene oxide modified with 2, 2'-dipyridylamine: central composite design optimization. *Ultrason. Sonochem.*, 32 (2016), pp. 265-276.
- [2] E. Sharifpour, H.Z. Khafri, M. Ghaedi, A. Asfaram, R. Jannesar., Isotherms and kinetic study of ultrasound-assisted adsorption of malachite green and Pb²⁺ ions from aqueous samples by copper sulfide nanorods loaded on activated carbon: experimental design optimization. *Ultrason. Sonochem.*, 40 (2018), pp. 37-382
- [3] Ali, H. (2010). *Biodegradation of synthetic dyes—A review*. *Water, Air, & Soil Pollution*, 213(1–4), 251–273.
- [4] Gupta, V. K., & Suhas. (2009). *Application of low-cost adsorbents for dye removal—A review*. *Journal of Environmental Management*, 90(8), 2313–2342.
- [5] Rafatullah, M., Sulaiman, O., Hashim, R., & Ahmad, A. (2010). *Adsorption of dyes and heavy metal ions by agricultural solid wastes: A review*. *Chemical Engineering Journal*, 172(2–3), 603–623.
- [6] Sharma, R., et al. (2019). *Ultrasound-assisted adsorption for dye removal: Mechanisms and recent developments*. *Journal of Cleaner Production*, 231, 1169–1184.
- [7] Suslick, K. S. (1990). *Sonochemistry*. *Science*, 247(4949), 1439–1445.
- [8] Dindarloo, S. A., et al. (2020). *Ultrasound-assisted adsorption for wastewater treatment: A comprehensive review*. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(2), 103677.
- [9] Dong, S., Li, Y., Zhu, K., Wang, C., & Zhai, S. (2025). *Advances in structure designing and function tailoring strategy toward alginate-based hydrogels for efficient water remediation: A review*. *International Journal of Biological Macromolecules*.
- [10] Wu, J., et al. (2022). *Recent advances in ultrasonic technologies for water purification: Mechanisms and hybrid systems*. *Ultrasonics Sonochemistry*, 84, 105978.

Conception de bioadsorbants microalgaux supportés sur membrane pour l'élimination des polluants éternels

Rabeb JALLALI^{a,b}, Nicolas GODIN^a, Jean-François LAHITTE^a, Clémence COETSIER^a, Jihen ELLEUCH^c, Slim ABDELKAFI^c, Imen FENDRI^b, Christel CAUSSERAND^{a*}

^a *Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INPT, Toulouse, France*

^b *Laboratoire de biotechnologie végétale appliquée à l'amélioration des cultures, Faculté des Sciences, Université de Sfax, Tunisie*

^c *Laboratoire d'Ingénierie Enzymatique et de Microbiologie, Equipe Biotechnologie des Algues. Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, Université de Sfax, Tunisie*

Auteur correspondant : christel.causserand-alexandrovitch@utoulouse.fr

Mots-clés : eaux usées, PFAs, microalgues, filtration, adsorption, système intégré

1. Introduction

La demande mondiale en eau de consommation est en forte croissance sous l'effet de l'urbanisation, de l'industrialisation et de l'augmentation démographique. Cette intensification des usages entraîne une production accrue d'eaux usées contenant divers polluants, dont les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAs). Ces composés, dits « polluants éternels » sont extrêmement persistants dans l'environnement en raison de leur stabilité chimique et s'accumulent dans les sols, les eaux et la chaîne alimentaire.

L'élimination des PFAs des eaux usées et effluents représente donc un enjeu majeur pour une gestion durable et équitable de l'eau [1]. Les procédés conventionnels de traitement des eaux (décantation, filtration sur lit, traitements biologiques) s'avèrent peu efficaces pour éliminer ces micropolluants. D'autres méthodes de traitement comme les procédés d'oxydation avancée conduisent à la formation d'intermédiaires de dégradation toxiques [2]. Ainsi, les traitements physiques deviennent une solution plus attractive, comme l'adsorption sur charbon actif. Cependant cette méthode présente des limites en termes de sélectivité d'adsorption vis à vis des PFAs et de régénération du matériau adsorbant (désorption). De plus le charbon actif est issu de carbone fossile alors que d'autres adsorbants plus durables voient le jour. Une alternative pour repousser ces limites est le couplage de procédés d'adsorption et de filtration membranaire. Ainsi, nous proposons dans le cadre du présent projet, de développer des membranes de filtration fonctionnalisées à l'aide de nouveaux matériaux adsorbants, des polymères biosourcés capables de piéger de façon ciblée les micropolluants. Des travaux antérieurs ont démontré l'aptitude des PFAs à s'adsorber sur différents matériaux notamment des biopolymères, principalement par des mécanismes d'interactions électrostatiques et hydrophobes [3-4].

Compte tenu de leur abondance, de leur non-toxicité et du grand nombre de groupes fonctionnels au sein de leur structure, les biomolécules de micro/macroalgues, dont les polysaccharides tels que la cellulose, l'agar et l'alginate ou encore les protéines telles que les phycocyanines et les phycoérythrine, sont de bons candidats pour adsorber divers micropolluants des eaux usées. Pour un couplage adsorption/filtration, ces composés seront immobilisés sur le matériau membranaire, ce qui nécessitera i) la conception de réseaux tridimensionnels sous forme d'hydrogel les rendant insolubles dans l'eau et ii) le choix de conditions opératoires et de leur optimisation permettant leur fixation (dépôt ou greffage) à la surface des membranes.

2. Résultats

Pour atteindre les objectifs du projet, les composés extraits d'algues doivent être piégés dans un hydrogel formulé à partir d'un mélange extraits/alginate/réticulant dont la composition a dû être optimisée. Un premier travail a porté sur la sélection des exopolysaccharides (EPS) les plus adaptés à la formation de l'hydrogel. L'étude de la réticulation de l'hydrogel pour diverses formulations a été menée en béccher sous forme de billes. Les critères retenus concernaient le rendement de production en EPS de la souche, la capacité des EPS à former des billes homogènes et stables. Deux EPS ont été écartés : ceux de *Navicula Z*, dont la texture rigide ne permettait pas la formation de billes solides, et ceux de *Chlamydomonas*, en raison d'un rendement trop faible. En revanche, les EPS issus de *Rhodomonas*, *Porphyridium sordidum*, *Chlorococcum dorsiventrale* et de la cyanobactérie B5 ont montré une bonne compatibilité avec la formation d'un réseau d'alginate, permettant d'obtenir des billes homogènes, transparentes et stables. Des essais préliminaires réalisés avec *Chlorococcum dorsiventrale* ont permis d'obtenir un film d'hydrogel stable, confirmant le potentiel de cette souche pour la mise au point de matériaux fonctionnels.

Dans un second temps l'hydrogel a été déposé sur des membranes de microfiltration et les performances de la membrane ainsi fonctionnalisée ont été étudiées, tout d'abord en termes de flux de perméation. Plusieurs alginates avec des poids moléculaires et des rapports résidus mannuronate (M) / guluronate (G) ont été testés afin de contrôler la résistance au transfert de l'hydrogel et d'obtenir un matériau membranaire fonctionnalisé dont la perméabilité globale était compatible avec la filtration d'eaux usées et les cinétiques d'adsorption.

L'étape suivante a consisté en la filtration d'une solution modèle contenant un contaminant afin d'évaluer la capacité d'élimination du système hydrogel/membrane. Pour cela ont été choisis le PFBA (acide perfluorobutanoïque C4) et le PFPeA (acide perfluoropentanoïque C5). Dans un deuxième temps la solution sera complexifiée (mélange de PFAs de longueurs de chaîne différentes, matrice chargée en matière organique...)

3. Conclusion

Le développement, dans le présent projet, d'un procédé de traitement couplant adsorption et filtration présente un double avantage, i) l'immobilisation de la phase adsorbante réduit les coûts de renouvellement de l'adsorbant ou ceux associés à la séparation de l'adsorbant de la phase aqueuse post-traitement et offre une plus grande surface d'adsorption, ii) la mise en œuvre en filtration augmente le transfert par convection des micropolluants et leur contact avec la phase adsorbante ce qui devrait améliorer le taux de récupération par rapport à une simple adsorption passive. Les premiers résultats à ce jour démontrent les potentialités de ce système qui doit encore être validé sur des matrices réelles complexes.

Références :

- [1] Stoiber, T.; Evans, S.; Temkin, A. M.; Andrews, D. Q.; Naidenko, O. V., PFAs in drinking water: an emergent water quality threat. *Water Solutions* 2020, 1 (40), e49.
- [2] Ahmed, M. B.; Alam, M. M.; Zhou, J. L.; Xu, B.; Johir, M. A. H.; Karmakar, A. K.; Rahman, M. S.; Hossen, J.; Hasan, A. T. M. K.; Moni, M. A., Advanced treatment technologies efficacies and mechanism of per- and polyfluoroalkyl substances removal from water. *Process Saf. Environ. Prot.* 2020, 136, 1–14.
- [3] Ilango, A. K.; Jiang, T.; Zhang, W.; Feldblyum, J. I.; Efstathiadis, H.; Liang, Y., Surface-modified biopolymers for removing mixtures of per- and polyfluoroalkyl substances from water: Screening and removal mechanisms. *Environmental Pollution* 2023, 331, 121865.
- [4] Collivignarelli, M.C.; Bellazzi, S.; Caccamo, F.M.; Calatroni, S.; Milanese, C.; Baldi, M.; Abbà, A.; Sorlini, S.; Bertanza, G. Removal of Per- and Polyfluoroalkyl Substances by Adsorption on Innovative Adsorbent Materials. *Sustainability* 2023, 15, 13056. <https://doi.org/10.3390/su151713056>

Conception de bioadsorbants microalgaux supportés sur membrane pour l'élimination des polluants éternels

Rabeb JALLALI^{a,b}, Nicolas GODIN^a, Jean-François LAHITTE^a, Clémence COETSIER^a, Jihen ELLEUCH^c, Slim ABDELKAFI^c, Imen FENDRI^b, Christel CAUSSERAND^{a*}

^a *Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INPT, Toulouse, France*

^b *Laboratoire de biotechnologie végétale appliquée à l'amélioration des cultures, Faculté des Sciences, Université de Sfax, Tunisie*

^c *Laboratoire d'Ingénierie Enzymatique et de Microbiologie, Equipe Biotechnologie des Algues. Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, Université de Sfax, Tunisie*

Auteur correspondant : christel.causserand-alexandrovitch@utoulouse.fr

Mots-clés : eaux usées, PFAs, microalgues, filtration, adsorption, système intégré

1. Introduction

La demande mondiale en eau de consommation est en forte croissance sous l'effet de l'urbanisation, de l'industrialisation et de l'augmentation démographique. Cette intensification des usages entraîne une production accrue d'eaux usées contenant divers polluants, dont les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAs). Ces composés, dits « polluants éternels » sont extrêmement persistants dans l'environnement en raison de leur stabilité chimique et s'accumulent dans les sols, les eaux et la chaîne alimentaire.

L'élimination des PFAs des eaux usées et effluents représente donc un enjeu majeur pour une gestion durable et équitable de l'eau [1]. Les procédés conventionnels de traitement des eaux (décantation, filtration sur lit, traitements biologiques) s'avèrent peu efficaces pour éliminer ces micropolluants. D'autres méthodes de traitement comme les procédés d'oxydation avancée conduisent à la formation d'intermédiaires de dégradation toxiques [2]. Ainsi, les traitements physiques deviennent une solution plus attractive, comme l'adsorption sur charbon actif. Cependant cette méthode présente des limites en termes de sélectivité d'adsorption vis à vis des PFAs et de régénération du matériau adsorbant (désorption). De plus le charbon actif est issu de carbone fossile alors que d'autres adsorbants plus durables voient le jour. Une alternative pour repousser ces limites est le couplage de procédés d'adsorption et de filtration membranaire. Ainsi, nous proposons dans le cadre du présent projet, de développer des membranes de filtration fonctionnalisées à l'aide de nouveaux matériaux adsorbants, des polymères biosourcés capables de piéger de façon ciblée les micropolluants. Des travaux antérieurs ont démontré l'aptitude des PFAs à s'adsorber sur différents matériaux notamment des biopolymères, principalement par des mécanismes d'interactions électrostatiques et hydrophobes [3-4].

Compte tenu de leur abondance, de leur non-toxicité et du grand nombre de groupes fonctionnels au sein de leur structure, les biomolécules de micro/macroalgues, dont les polysaccharides tels que la cellulose, l'agar et l'alginate ou encore les protéines telles que les phycocyanines et les phycoérythrine, sont de bons candidats pour adsorber divers micropolluants des eaux usées. Pour un couplage adsorption/filtration, ces composés seront immobilisés sur le matériau membranaire, ce qui nécessitera i) la conception de réseaux tridimensionnels sous forme d'hydrogel les rendant insolubles dans l'eau et ii) le choix de conditions opératoires et de leur optimisation permettant leur fixation (dépôt ou greffage) à la surface des membranes.

2. Résultats

Pour atteindre les objectifs du projet, les composés extraits d'algues doivent être piégés dans un hydrogel formulé à partir d'un mélange extraits/alginate/réticulant dont la composition a dû être optimisée. Un premier travail a porté sur la sélection des exopolysaccharides (EPS) les plus adaptés à la formation de l'hydrogel. L'étude de la réticulation de l'hydrogel pour diverses formulations a été menée en bécher sous forme de billes. Les critères retenus concernaient le rendement de production en EPS de la souche, la capacité des EPS à former des billes homogènes et stables. Deux EPS ont été écartés : ceux de *Navicula Z*, dont la texture rigide ne permettait pas la formation de billes solides, et ceux de *Chlamydomonas*, en raison d'un rendement trop faible. En revanche, les EPS issus de *Rhodomonas*, *Porphyridium sordidum*, *Chlorococcum dorsiventrals* et de la cyanobactérie B5 ont montré une bonne compatibilité avec la formation d'un réseau d'alginate, permettant d'obtenir des billes homogènes, transparentes et stables. Des essais préliminaires réalisés avec *Chlorococcum dorsiventrals* ont permis d'obtenir un film d'hydrogel stable, confirmant le potentiel de cette souche pour la mise au point de matériaux fonctionnels.

Dans un second temps l'hydrogel a été déposé sur des membranes de microfiltration et les performances de la membrane ainsi fonctionnalisée ont été étudiées, tout d'abord en termes de flux de perméation. Plusieurs alginates avec des poids moléculaires et des rapports résidus mannuronate (M) / guluronate (G) ont été testés afin de contrôler la résistance au transfert de l'hydrogel et d'obtenir un matériau membranaire fonctionnalisé dont la perméabilité globale était compatible avec la filtration d'eaux usées et les cinétiques d'adsorption.

L'étape suivante a consisté en la filtration d'une solution modèle contenant un contaminant afin d'évaluer la capacité d'élimination du système hydrogel/membrane. Pour cela ont été choisis le PFBA (acide perfluorobutanoïque C4) et le PFPeA (acide perfluoropentanoïque C5). Dans un deuxième temps la solution sera complexifiée (mélange de PFAs de longueurs de chaîne différentes, matrice chargée en matière organique...)

3. Conclusion

Le développement, dans le présent projet, d'un procédé de traitement couplant adsorption et filtration présente un double avantage, i) l'immobilisation de la phase adsorbante réduit les coûts de renouvellement de l'adsorbant ou ceux associés à la séparation de l'adsorbant de la phase aqueuse post-traitement et offre une plus grande surface d'adsorption, ii) la mise en œuvre en filtration augmente le transfert par convection des micropolluants et leur contact avec la phase adsorbante ce qui devrait améliorer le taux de récupération par rapport à une simple adsorption passive. Les premiers résultats à ce jour démontrent les potentialités de ce système qui doit encore être validé sur des matrices réelles complexes.

Références :

- [1] Stoiber, T.; Evans, S.; Temkin, A. M.; Andrews, D. Q.; Naidenko, O. V., PFAs in drinking water: an emergent water quality threat. *Water Solutions* 2020, 1 (40), e49.
- [2] Ahmed, M. B.; Alam, M. M.; Zhou, J. L.; Xu, B.; Johir, M. A. H.; Karmakar, A. K.; Rahman, M. S.; Hossen, J.; Hasan, A. T. M. K.; Moni, M. A., Advanced treatment technologies efficacies and mechanism of per- and polyfluoroalkyl substances removal from water. *Process Saf. Environ. Prot.* 2020, 136, 1–14.
- [3] Ilango, A. K.; Jiang, T.; Zhang, W.; Feldblyum, J. I.; Efstathiadis, H.; Liang, Y., Surface-modified biopolymers for removing mixtures of per- and polyfluoroalkyl substances from water: Screening and removal mechanisms. *Environmental Pollution* 2023, 331, 121865.
- [4] Collivignarelli, M.C.; Bellazzi, S.; Caccamo, F.M.; Calatroni, S.; Milanese, C.; Baldi, M.; Abbà, A.; Sorlini, S.; Bertanza, G. Removal of Per- and Polyfluoroalkyl Substances by Adsorption on Innovative Adsorbent Materials. *Sustainability* 2023, 15, 13056. <https://doi.org/10.3390/su151713056>

P. Candido¹, C. Szantai¹, A. Martin¹, G. Couturier¹, L. Moulin¹

¹ Eau de Paris, Direction de la Recherche, du Développement et de la Qualité de l'Eau, 33 avenue Jean Jaurès, 94200, Ivry-sur-Seine, patrick.candido@eaudeparis.fr ; +33 6 80 07 02 18

MOTS-CLES : Eau, réglementation, chromatographie, pesticides, métabolites, chlorothalonil, chloration

1- CONTEXTE

Un intérêt particulier a été porté aux métabolites du Chlorothalonil dans les eaux destinées à la consommation humaine à la suite des campagnes de mesures réalisées en Suisse en 2018 et 2019. Celles-ci ont montré la présence de métabolites du chlorothalonil dans l'eau à des teneurs et des occurrences significatives.

La commission européenne a mentionné une liste de 8 métabolites du chlorothalonil en préoccupation essentielle (R417888, SYN507900, R419492, R471811, SYN548008, M7, SYN548580, SYN548581). Dans un premier temps, en raison des données toxicologiques manquantes et de la toxicité du composé parent, l'ANSES a classé le métabolite R471811 comme pertinent pour les EDCH (N°2021-SA-0020-b, janvier 2022). Après études complémentaires et à l'issue de l'évaluation de l'ensemble des étapes de la méthodologie (Anses, 2019), le métabolite du chlorothalonil R471811 a été reclassé comme non pertinent pour les EDCH par l'ANSES (N°2023-SA-0041-a et 2023-SA-0142-a, avril 2024).

2- ETUDE ET RESULTATS

Ainsi, dans le cadre de l'évaluation et de la connaissance de nos ressources en eau, une méthode spécifique pour la recherche et la quantification de 10 métabolites du chlorothalonil a été développée en chromatographie ionique couplée à la spectrométrie de masse en tandem (CI-MS²). Les résultats obtenus ont montré des difficultés de détection et de quantification du métabolite du chlorothalonil R471811 dans les eaux chlorées. Il a été choisi par de nombreux laboratoires de neutraliser le chlore à l'aide de thiosulfate de sodium. De récents travaux sur la chloration des amides [U. Gunten., 2023], repris dans le dernier avis de l'ANSES, suggèrent que le R471811 pourrait réagir avec le chlore libre pour former des produits de dégradations de type chloramides (*figure 1*). L'ajout de thiosulfate de sodium dans l'échantillon permettrait une réduction vers la forme amide du R471811. Cette étude vise à éclaircir la présence du R471811 dans les eaux distribuées chlorées et mieux comprendre l'action du thiosulfate de sodium.

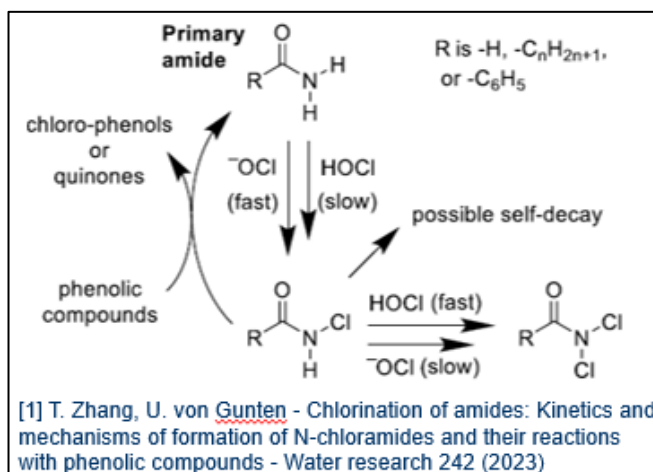


Figure 1 : Schéma réactionnel de transformation des amides par le chlore.

Plusieurs essais en laboratoire avec des réacteurs fermés ont été menés pour évaluer l'impact de différents paramètres comme la température, le pH, la teneur en chlore libre et le type d'eau utilisée. Pour chaque combinaison de paramètres testée, une cinétique de 48 heures à 10 jours a été réalisée avec des prélèvements réguliers. Pour chaque prélèvement, un doublon d'échantillons avec et sans ajout de thiosulfate de sodium a été analysé en CI-MS2 pour déterminer les concentrations en R471811 soit 250 analyses réalisées. Une étude complémentaire doit être menée afin d'identifier les formes chlorées du R471811 formées.

Ces travaux ont mis en évidence une dégradation rapide du R471811 en présence de chlore selon une équation du pseudo premier ordre presque complète en quelques heures (2 à 6 heures). La réaction de dégradation est favorisée par l'augmentation du pH (forme ClO^- plus réactive), de la température et de la concentration en chlore libre. La concentration en R471811 dans les échantillons stabilisés au thiosulfate de sodium diminue également mais avec une cinétique beaucoup plus lente. Ce constat laisse supposer que plusieurs réactions de dégradation du R471811 sont à l'œuvre vers des formes chloramides (d'abord vers N-Cl-R471811 puis vers N-Clx-R471811). Les réactions rapides semblent réversibles avec l'ajout de thiosulfate. Cette réversibilité est observable après un temps de contact court avec le chlore. Lors de temps de contact plus longs, des réactions plus lentes et non réversibles entrent en jeu. Le résultat de l'analyse du R471811 dans des eaux chlorées puis déchlorées au thiosulfate correspondrait en réalité à la somme de la concentration en R471811 restante et de ces formes chlorées (N-Clx-R471811) pour lesquelles la réaction de chloration est réversible.

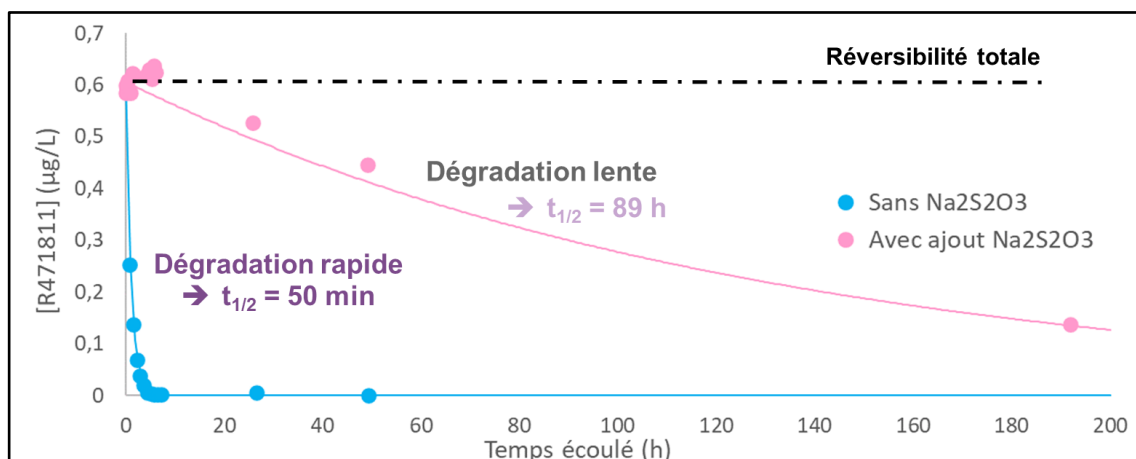


Figure 2 : Cinétique et réversibilité de dégradation du R471811 sous l'effet du chlore

Des essais exploratoires en spectrométrie de masse haute résolution (UPLC_QToF) ont été menés afin d'identifier ces sous-produits réactionnels. Les différentes formes chlorées possibles du métabolite R471811 ont ainsi été recherchées après différents temps de réaction, en présence et en absence de neutralisation au thiosulfate de sodium. La forme dichlorée Cl₂-R471811 ainsi que la forme radicalaire (perte chlore) ont pu être identifiées et des cinétiques réactionnelles établies (figure 3). Certains sous-produits de dégradation demeurent encore inconnus mais des travaux complémentaires doivent être menés afin de les identifier.

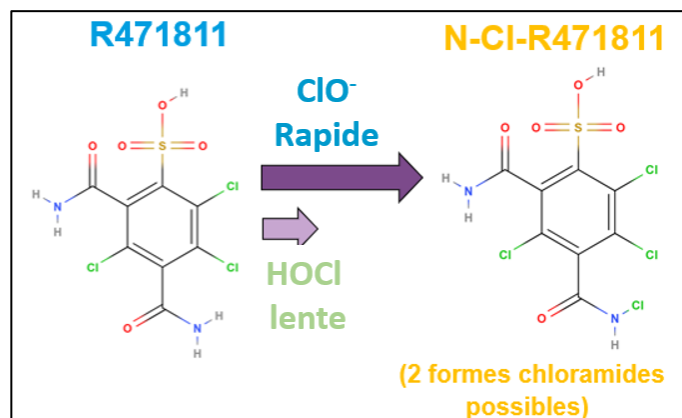


Figure 3 : Formation possible de chloramides par contact du chlore avec le R471811

3- CONCLUSIONS

En conclusion, l'analyse des métabolites de chlorothalonil, notamment dans les échantillons d'eaux destinées à la consommation humaine dans des eaux chlorées demande une attention particulière. En effet, en présence de chlore libre les concentrations en R471811 sont très fortement impactées. Pour des temps de contact courts entre le chlore et les métabolites (2 à 6h), la stabilisation des échantillons par neutralisation au thiosulfate permet une réaction de retour à une forme native du R471811, la mesure représente alors la somme de plusieurs formes de molécules (N-Cl-R471811 et/ou N-Clx-R471811) présentes dans l'échantillon. Pour des temps de contact plus longs, des réactions secondaires non réversibles entrent en jeu et les teneurs en R471811 sont alors impactées.

Dissémination de l'antibiorésistance dans une zone de rejet végétalisée

Florian GIUDICI^a, Marie-Noëlle PONS^b, Aïcha HAMIEH^a, Nouceiba ADOUANI^b, Xavier BELLANGER^{a*}

^aLCPME UMR7564, Université de Lorraine – CNRS, Nancy, France

^bLRGP UMR7274, Université de Lorraine – CNRS, Nancy, France

Auteur correspondant : xavier.bellanger@univ-lorraine.fr

Mots-clés : Antibiorésistance, Zone de Rejet Végétalisée, Gènes de Résistance aux Antibiotiques, Éléments Génétiques Mobiles, Faune sauvage

1. Introduction

Les Zones de Rejet Végétalisées (ZRV) sont des zones humides de plus en plus utilisées par les agglomérations dans le cadre du traitement des eaux usées. Celles-ci ont pour objectif premier d'améliorer la qualité physico-chimique des effluents issus d'une Station de Traitement des Eaux Usées (STEU) avant leur rejet dans l'environnement récepteur final. Toutefois, d'un point de vue microbiologique, l'impact des ZRV reste peu étudié et documenté. En effet, le devenir des gènes de résistance aux antibiotiques (GRA), des éléments génétiques mobiles qui les portent (EGM) et des bactéries multirésistantes au sein de ces structures reste inconnu.

Le projet AZHUREV a permis la construction de la ZRV du Grand Reims, constituée de 3 bassins de 2 hectares chacun et plantés de différents végétaux. Cette dernière reçoit une partie des effluents de la STEU de l'agglomération avant leur rejet dans une rivière, La Vesle. Ce système a démontré son efficacité d'un point de vue physico-chimie [1].

Le projet présenté ici, ayant débuté en automne 2023, a pour but d'étudier le devenir de l'antibiorésistance dans les communautés microbiennes de l'eau au sein de cette ZRV, tout en assurant le suivi des paramètres physico-chimiques. Étudier une dissémination de l'antibiorésistance vers la faune locale qui a élu domicile sur cette ZRV est également un des objectifs de ce projet. Ces animaux sont en effet exposés aux rejets d'eaux d'origine anthropique et par conséquent, potentiellement contaminables par ces derniers.

2. Méthodes

De l'eau est collectée mensuellement à différents points stratégiques du système STEU-ZRV (entrée et sortie de la STEU et ZRV, Figure 1) afin d'en extraire l'ADN et d'étudier l'abondance de certains GRA et EGM par PCR quantitative (qPCR). Ces marqueurs sont choisis pour leur représentativité du niveau d'antibiorésistance global (GRA : *aacA4*, *aadA*, *aadB* ; EGM : intégrons de classe 1 (gène *int11*), plasmides de type IncF et IncP1 participant à la dissémination des GRA) [2,3]. Les valeurs obtenues sont normalisées à la biomasse bactérienne (abondance en *ADNr 16S*) et aux intégrons de classe 1 (abondance en gène *int11*) pour les GRA.

Suivre l'évolution des communautés microbiennes par séquençage au fil de l'eau et des saisons permet également de mieux appréhender l'évolution des communautés bactériennes au fil de leur passage dans la ZRV.

Des fèces d'animaux sauvages résidents sont collectés et analysés en parallèle des échantillons d'eau. Les fèces issues de cygnes sont comparées à ceux récoltés par un partenaire de l'OFB au Lac du Der (réserve naturelle faiblement impactée par les activités anthropiques), qui constituent un témoin.

3. Résultats

Si les paramètres physico-chimiques de l'eau évoluent globalement de manière attendue lors du passage de l'eau dans la ZRV (e.g. baisse de la concentration des composés azotés), ceux liés à l'antibiorésistance ont des comportements bien différents. Par ailleurs, les analyses par séquençage révèlent un changement des communautés bactériennes au fil du passage de l'eau dans le système STEU-ZRV.

Du côté des fèces, des différences sont notables entre les échantillons de la ZRV et celles du Lac du Der. L'abondance en intégrons de classe 1 est plus élevée dans les fèces de Reims alors que celles en plasmides IncF et IncP1 sont plus faibles comparées à celles issues du Lac du Der. Concernant les GRA, il n'y a pas de différence significative en normalisant par bactéries (/ADNr 16S). Toutefois, ces abondances sont plus élevées dans les fèces issues du Lac du Der en normalisant au nombre d'intégron de classe 1. Ces intégrons sont donc moins porteurs de ces GRA dans les fèces de Reims.

4. Conclusions

De manière générale, il n'y a pas de variation des abondances entre l'entrée des bassins et leur sortie, témoignant d'un impact quasi-nul d'un point de vue abattement des marqueurs d'antibiorésistance. Ces résultats couplés au séquençage suggèrent une coalescence des communautés et/ou des transferts horizontaux de gènes. Par ailleurs, un effet saisonnier peut être constaté sur l'efficacité du traitement de l'eau sur le plan physico-chimique et microbiologique. Quant aux animaux, les différences constatées témoignent d'une exposition et d'une imprégnation des animaux (ici les cygnes) par les rejets anthropiques, modifiant la composition génétique de leur microbiote. Afin d'étendre le suivi de l'antibiorésistance et de comprendre son futur dans la ZRV, des analyses par qPCR à haut débit (permettant



de cibler un panel plus large de marqueurs) sont en cours.

Figure 1 : Site d'échantillonnage

Références :

- [1] Maurice, N.; Pochet, C.; Adouani, N.; Pons, M.-N. Role of Seasons in the Fate of Dissolved Organic Carbon and Nutrients in a Large-Scale Surface Flow Constructed Wetland. *Water* 2022, *14*, 1474.
- [2] Sekizuka, T., Itokawa, K., Tanaka, R., Hashino, M., Yatsu, K., & Kuroda, M. (2022). Metagenomic Analysis of Urban Wastewater Treatment Plant Effluents in Tokyo. *Infection and drug resistance*, *15*, 4763–4777.
- [3] Aubertheau, E., Stalder, T., Mondamert, L., Ploy, M. C., Dagot, C., & Labanowski, J. (2017). Impact of wastewater treatment plant discharge on the contamination of river biofilms by pharmaceuticals and antibiotic resistance. *The Science of the total environment*, *579*, 1387–1398.

Évaluation de la qualité des eaux de la ville de Bangui, République centrafricaine : cas des éléments traces métalliques, des paramètres physico-chimiques et microbiologiques

Janice Sandrine ALAFEI NAMA^{a,*}, Oscar ALLAH DIN^b, Sopheak NET^c

^aUniv, Lille, France

^bUniv, Bangui, République Centrafricaine

^cUniv, Lille, France

Auteur correspondant : Janice Sandrine ALAFEI (alafeina1@yahoo.fr)

Mots-clés : éléments traces métalliques, paramètres physico-chimiques et microbiologiques, évaluation des risques, qualité des eaux

Résumé

À Bangui, les principales sources d'eau utilisées proviennent de la rivière Oubangui, des nappes phréatiques exploitées par des forages, de la collecte des eaux de pluie, des puits traditionnels ainsi que des sources naturelles. Le pays étant faiblement industrialisé, la pollution de l'eau demeure principalement d'origine bactériologique et organique [1]. Toutefois, en raison d'un système de collecte, de gestion et de traitement des eaux insuffisamment optimisé, la pollution issue des activités urbaines (combustion, effluents d'eaux usées domestiques et hospitalières) et des activités agricoles environnantes représente une source majeure de contamination des eaux de surface et souterraines.

Cette étude s'inscrit dans les objectifs de ma thèse de doctorat, qui vise à caractériser la qualité globale des eaux de surface, des eaux souterraines, des sédiments ainsi que des effluents urbains et hospitaliers à Bangui. Cette caractérisation a pour finalité d'évaluer par la suite la faisabilité de procédés de traitement adaptés. La présente étude porte spécifiquement sur l'évaluation de la qualité des différents types d'eaux de la ville de Bangui, en République centrafricaine. Trois catégories de paramètres seront analysées : les paramètres physico-chimiques, les paramètres microbiologiques et les éléments traces métalliques (ETM).

Les résultats indiquent que l'ensemble des concentrations mesurées pour les éléments traces métalliques (Cr, Mn, Ni, Cu, Pb) demeure inférieur aux valeurs guides recommandées par l'Organisation mondiale de la Santé pour l'eau potable. Aucun dépassement réglementaire n'a été observé. Comparativement aux normes de l'OMS [2], les concentrations en cobalt, nickel, cuivre, plomb et chrome demeurent inférieures aux valeurs limites recommandées. En revanche, Les eaux souterraines montrent des concentrations élevées en manganèse (177,10 µg/L), mais inférieures au seuil OMS (400µg/L).

La forte variabilité observée pour le manganèse en eaux souterraines (écart-type élevé) traduit probablement une hétérogénéité lithologique ou des variations locales des conditions physico-chimiques(pH).

Tableau 1 : Concentration moyenne des métaux dans les eaux

Paramètres	Cr(µg/L)		Mn(µg/L)		Co(µg/L)		Ni(µg/L)		Cu(µg/L)		Pb(µg/L)	
	Moy	ET	Moy	ET	Moy	ET	Moy	ET	Moy	ET	Moy	ET
Eau de surface	0,5749	0,30	20,23	24,40	1,08	1,46	1,56	1,56	1,56	1,14	0,32	0,21
Eaux souterraine	0,42	0,40	177,10	127,90	9,50	10,55	7,09	5,60	3,69	2,66	1,06	1,02
Eaux usées	0,80	0,30	59,97	25,89	0,45	0,22	1,27	0,48	1,42	0,54	0,42	0,08
Normes OMS(2017)	50		400		-		20		200		10	

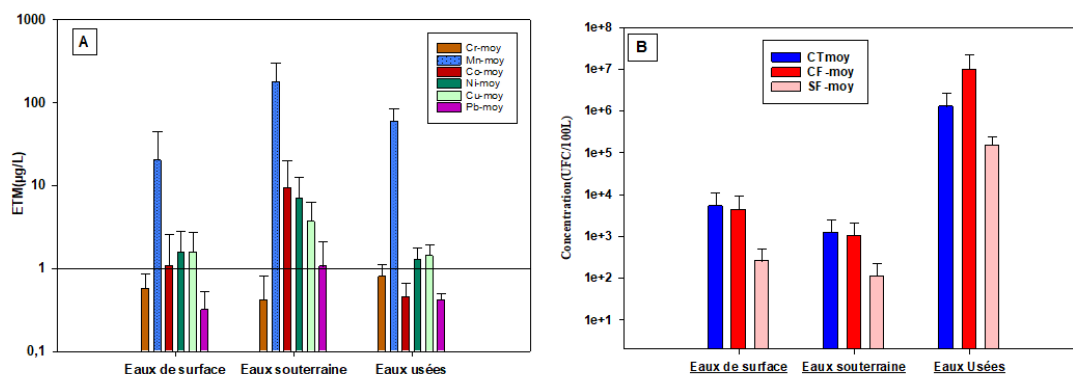


Figure 1 : Concentrations moyenne et écart types des métaux dans les eaux (A) et concentrations et écart-types des teneurs en bactériologies dans les eaux(B).

Les résultats montrent que les eaux de surface à Bangui présentent une pollution bactérienne généralisée, d'origine fécale, nécessitant un suivi ainsi qu'un traitement avant leur rejet dans les récepteurs soumis à certains usages. D'autre part, les eaux souterraines, utilisées à Bangui à hauteur de 60 % via des puits, sont contaminées par les coliformes totaux, et 98 % des puits présentent une contamination par les coliformes fécaux. Ces eaux sont donc impropres à la consommation sans traitement préalable et présentent des risques sanitaires importants pour les populations exposées. Dans le cas des eaux usées, les résultats confirment que ses eaux étudiées sont fortement contaminées par les bactéries indicatrices de pollution fécale (Figure 1B).

Concernant les résultats physico-chimiques, les rivières de Bangui présentent des altérations importantes de la qualité de l'eau, caractérisées par un pH élevé, ainsi que des températures et une turbidité supérieure aux normes, et une conductivité élevée liée aux rejets urbains et industriels. Malgré cela, la plupart des sites restent bien oxygénés. Ces conditions traduisent toutefois un impact notable des activités anthropiques sur l'équilibre écologique et sur le risque sanitaire.

Les teneurs en chlorures, nitrates et sulfates dans les eaux de surface demeurent globalement faibles, avec quelques concentrations plus élevées révélant une influence humaine locale. L'ensemble des valeurs reste largement inférieur aux limites recommandées par l'OMS pour l'eau potable, indiquant que la qualité de l'eau demeure globalement bonne, malgré l'existence de sources ponctuelles de pollution. Les eaux souterraines présentent une forte variabilité de qualité : les chlorures et sulfates restent globalement faibles et conformes aux normes OMS, tandis que certains puits présentent des nitrates proches de la limite. La contamination par les nitrites est généralisée et dépasse largement la norme OMS, indiquant une pollution organique importante et un risque sanitaire élevé. Ces résultats soulignent la nécessité d'une surveillance renforcée et de mesures de protection des nappes. Les effluents étudiés présentent des profils distincts : les rejets hôteliers et domestiques génère une forte charge azotée (nitrates et nitrites), et le centre d'hémodialyse affiche une salinité très élevée (chlorures et sulfates). Ces caractéristiques spécifiques indiquent des risques d'eutrophisation et de salinisation selon le type d'effluent. Une gestion différenciée et des traitements adaptés sont donc nécessaires pour protéger les milieux récepteurs.

D'autres travaux, tels que l'étude de la contamination par les micropolluants organiques émergents et persistants, sont en cours afin d'obtenir une vision plus globale de la qualité des eaux à Bangui.

Références :

- [1] Éric. FOTO, Olga. BITEMAN, Sustainable surface water quality monitoring in Bangui (Central African Republic), European Journal of Biotechnology and Bioscience, 2017, volume 5, page No.42-47
- [2] OMS, lignes directrices pour la qualité de l'eau, 2017, 4^e édition.

Optimisation du procédé UV/sulfite pour la dégradation et la défluorination des PFAS : influence des conditions opératoires et élucidation mécanistique par DFT

Nour El Houda Slama^{a,b,*}, Wolfgang Gernjak^{c,d}, Nick Duinslaeger^c, Ghazza Masmoudi^b, Hatem Dhaouadi^b and Lokmane Abdelouahed^d

^aINSA Rouen Normandie, Univ Caen Normandie, ENSICAEN, CNRS, Institut CARMeN UMR 6064, Saint-Etienne-du-Rouvray F76800, France.

^bUniversité de Monastir, Faculté des Sciences de Monastir, Laboratoire de Chimie de l'Environnement et Procédés Propres, LR21ES04, 5019, Monastir, Tunisie.

^cInstitut Catalan de Recherche sur l'Eau, Gérone 17003, Espagne.

^dINSA Rouen Normandie, Normandie Univ, Laboratoire de Sécurité des Procédés Chimiques, UNIROUEN, LSPCEA-4704, 76000 Rouen, France.

Auteur correspondant : nour_el_houda.slama@insa-rouen.fr

Mots-clés : PFAS, UV/sulfite, réduction avancée, électrons aqueux, DFT

1. Introduction

Les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAS), telles que le PFOA et le PFOS, sont reconnues comme des polluants éternels en raison de leur grande stabilité chimique et de leur persistance environnementale. Face à l'interdiction progressive des PFAS en France depuis le 1er janvier 2026, imposée par la loi 2025-188 et son décret d'application 2025-1376, leur élimination efficace constitue un enjeu majeur. Dans ce contexte, cette étude évalue le procédé UV/sulfite, capable de générer des électrons hydratés (e_{aq}^-) caractérisés par un fort pouvoir réducteur ($E^\circ = -2,9$ V), jouent un rôle essentiel dans l'initiation des attaques nucléophiles capables de rompre les liaisons C-F, afin de dégrader et défluorer le PFOA et le PFOS [1]. Des expériences réalisées à 254 nm à l'aide d'une lampe basse pression, en variant le pH (8 à 12), la concentration en sulfite (1 à 10 mM) et la composition de la matrice aqueuse, et la présence éventuelle de matrices complexes (SRNOM), ainsi que de piègeurs de radicaux (t-BuOH, EDTA).

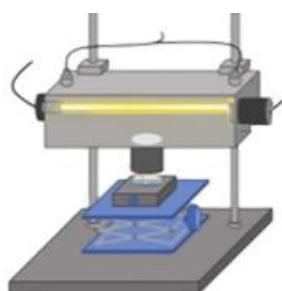


Figure 1 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour les essais UV/sulfite ($\lambda = 254$ nm).

La dégradation des PFAS a été quantifiée par UPLC-MS/MS, et la libération de fluorures par chromatographie ionique. Les résultats ont montré que si la dégradation des PFAS demeure systématiquement > 95 %, la défluorination dépend fortement des conditions opératoires. Le pH 11 constitue l'optimum, avec des défluorinations atteignant 46 % pour le PFOA et 30 % pour le PFOS en 2 h, puis 65 % et 45 % respectivement après 24 h. L'augmentation du sulfite renforce également la libération de fluorure, atteignant 54,4 % pour le PFOA et 43,3 % pour le PFOS à 10 mM après 6 h. À l'inverse, la présence de piègeurs radicalaires comme t-BuOH ou EDTA réduit fortement la défluorination (jusqu'à 0 % avec EDTA pour le PFOA) malgré une dégradation toujours complète, confirmant le rôle déterminant des réactions secondaires radicalaires dans la rupture des liaisons C-F.

Les mécanismes de réactivité ont été investigués par DFT (B97-D3/def2-SVP et M06-2X/def2-TZVP), avec analyse des fonctions de Fukui et cartes MEP pour identifier les sites réactifs.

Les calculs DFT complètent ces résultats en identifiant les sites réactifs initiaux : décarboxylation pour le PFOA et désulfonylation pour le PFOS, en accord avec les différences de réactivité observées expérimentalement. L'ensemble de ces résultats confirme le potentiel du procédé UV/sulfite pour le traitement avancé des eaux contaminées par les PFAS et fournit des pistes concrètes pour l'optimisation en matrices réelles.

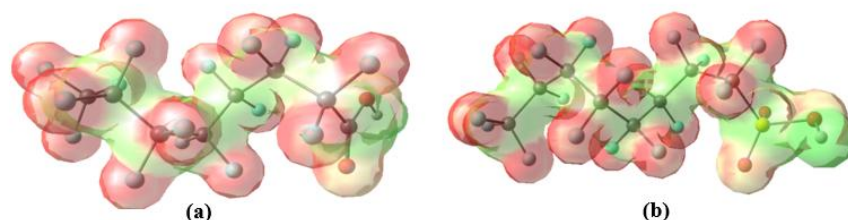


Figure 2 : Cartes du potentiel électrostatique moléculaire (MEP) calculées pour (a) PFOA et (b) PFOS (M06-2X/def2-TZVP), montrant les régions les plus susceptibles d'interagir avec les électrons hydratés.

Références :

- [1] Z. Liu, Z. Chen, J. Gao et al., « Accelerated Degradation of Perfluorosulfonates and Perfluorocarboxylates by UV/Sulfite + Iodide: Reaction Mechanisms and System Efficiencies », *Environ. Sci. Technol.*, vol. 56, n° 6, p. 3699- 3709, mars 2022, doi: 10.1021/acs.est.1c07608.

Physicochemical characterization and dye removal efficiency of a brushite–banana peel hybrid biocomposite

Sawsen ABED^a, Wahiba LEMLIKCHI^b, Lokmane ABDELOUAHED^{c*}

^a INSA Rouen Normandie, Saint-Étienne-du-Rouvray, France,
Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Tizi-Ouzou, Algérie.

^b Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumédiène, Alger, Algérie,
Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Tizi-Ouzou, Algérie.

^c INSA Rouen Normandie, Saint-Étienne-du-Rouvray, France.

Auteur correspondant : sawsen.abed@insa-rouen.fr / sawsene_35@yahoo.com

Mots-clés : Brushite, Biocomposite, Adsorption, Wastewater, Physicochemical characterization.

1. Introduction

The contamination of industrial wastewater by organic pollutants is a major environmental concern. In this study, a hybrid biocomposite based on hydroxyapatite and biomass was synthesized to enhance contaminant adsorption in aqueous solutions. The synthesis promoted the in-situ formation of brushite ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) within the lignocellulosic matrix, creating a reactive organo-mineral interface with multiple active sites for adsorption [1,2].

The biocomposite was characterized using X-ray diffraction (XRD), Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy coupled with EDX (SEM-EDX), thermogravimetric and differential analysis (TG-DTA), and BET surface area measurements, confirming the presence of functional groups ($-\text{OH}$, $-\text{COOH}$, HPO_4^{2-}) and a porous morphology favorable for pollutant binding [3,4].

Adsorption tests demonstrated that the hybrid biocomposite exhibited a higher removal efficiency compared to hydroxyapatite or biomass alone. This enhancement is attributed to the synergistic interaction between the mineral phase and biomass functional groups, promoting surface complexation, hydrogen bonding, and electrostatic interactions, which collectively improve adsorption performance [5,6].

These results indicate that the brushite–biomass biocomposite is an effective, sustainable, and low-cost adsorbent, suitable for the sustainable management of water resources. Future work will focus on detailed adsorption kinetics, isotherm modeling, material stability, and regeneration studies, as well as testing real industrial effluents to assess its practical applicability [7,8].

References :

- [1] A. Johnson, M. Lee, P. Kumar, *Recent advances in hybrid adsorbents for wastewater treatment*, J. Clean. Water Technol., 2021, 15, 45-59.
- [2] B. Martinez, C. Silva, *Organo-mineral interfaces in adsorbent materials*, Environ. Mater. Sci., 2022, 8, 123-138.
- [3] Y. Zhao, H. Kim, *Physicochemical characterization of biomass-derived biocomposites*, Mater. Today Environ., 2023, 18, 220-235.
- [4] L. Ahmed, R. Singh, *Structural and surface analysis of hybrid composites for adsorption*, Adv. Adsorption Sci., 2024, 22, 65-88.
- [5] D. Oliveira, F. Castro, *Synergistic adsorption mechanisms in biocomposite materials*, J. Hazard. Adsorbents, 2021, 33, 112-130.
- [6] S. Gupta, V. Roy, *Biomass-based adsorbents for sustainable water purification*, Sustain. Water Res.,

2025, 27, 77-95.

[7] J. Hernandez, K. Patel, *Emerging adsorbents for industrial wastewater*, Water Res. Innov., 2022, 11, 301-319.

[8] M. Dubois, T. Nakashima, *Assessment of biocomposite performance with real effluents*, J. Environ. Eng. Sci., 2026, 42, 201-218.

Peut-on estimer la complétude d'un inventaire national de rejets des polluants industriels ?

Marie-Lou HUBENER^{a*}, Marc DUMONT^b, André ESTEVEZ-TORRES^{a*}

^aLASIRE, CNRS, Université de Lille, Villeneuve d'Ascq, France

^bTVES, Université de Lille, Villeneuve d'Ascq, France

Auteurs correspondants : marie-lou.hubener@univ-lille.fr et andre.estevez-torres@univ-lille.fr

Mots-clés : Empreinte chimique, Pollution industrielle, Évaluation d'impact environnemental

1. Introduction

À l'échelle européenne, un suivi de des pollutions industrielles existe, notamment depuis la ratification de l'Europe au protocole de Kiev en 2003^[1], et la création d'un registre européen public des rejets et transferts de polluants (E-PRTR). Ainsi, tous les établissements européens répondant aux exigences de ce registre se doivent de déclarer leurs émissions annuelles des polluants suivis dans l'air, l'eau et le sol. A l'échelle française, il existe un registre similaire, l'IREP, qui a été créé en 2008^[2] pour répondre aux exigences du protocole de Kiev.

Notre objectif à long terme est d'estimer la capacité des statistiques publiques sur les sources de pollution à rendre compte des pressions environnementales sur un territoire donné. Ici, on évalue la complétude des statistiques publiques des seuls rejets ponctuels, et on tente d'établir un récapitulatif historique de la pollution industrielle en France des années 2000 à nos jours, avec un focus particulier sur la pollution de l'eau.

2. Méthodologie

Différentes études menées à l'échelle européenne utilisent la base de données de l'E-PRTR pour différents objectifs : déterminer l'empreinte chimique d'un pays^[3,4], faire un état des lieux des pollutions industrielles en Europe et déterminer quels sont les industries les plus polluantes^[5]. En France, la même base de données a été utilisée pour réaliser une étude d'impacts sur les polluants industriels retrouvés en sortie de STEU^[6]. Pour estimer à quel point l'E-PRTR rend compte d'une majorité des pressions industrielles sur l'environnement, nous effectuons une étude statistique comparative entre les bases de données IREP et E-PRTR pour la France métropolitaine. Les sources de pollution sont étudiées par type d'activité industrielle et par famille de polluant et ce pour les trois milieux de rejet disponibles : l'eau, l'air et le sol.

3. Résultats

La base de données IREP semble plus complète : plus de polluants sont suivis (Figure 1), les seuils de rejets sont plus restrictifs à l'échelle française qu'à l'échelle européenne et de ce fait plus d'établissements déclarent leurs émissions. De plus, depuis 2021, les établissements qui rejettent un polluant listé dans l'arrêté du 31 janvier 2008^[2] sans dépasser le seuil se doivent de dire qu'ils le rejettent, ce qui rend les données IREP d'autant plus intéressantes à partir de cette année.

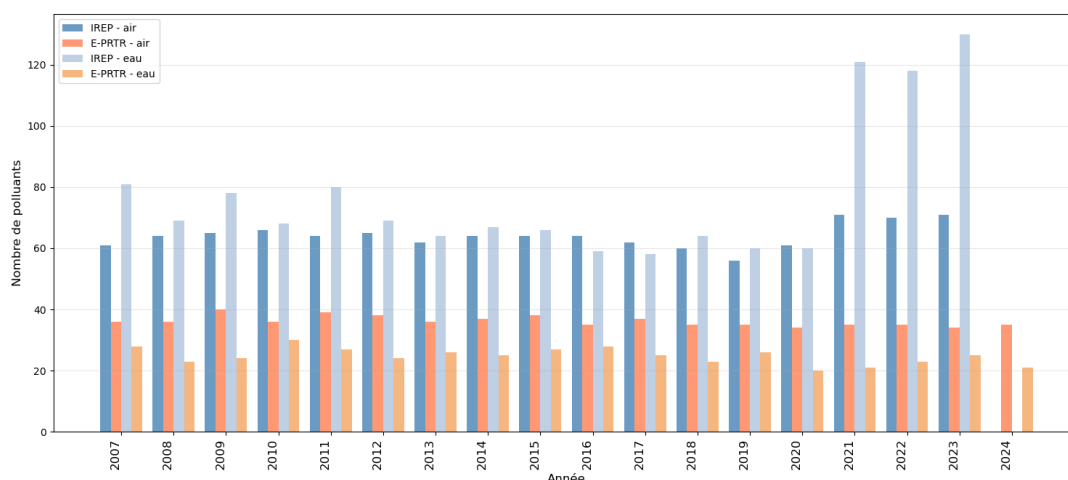


Figure 1 : Comparaison du nombre de polluants dans l'air et dans l'eau : IREP VS E-PRTR

Une première étude des rejets des métaux dans l'eau montre aussi un plus grand intérêt à utiliser la base de données IREP (Figure 3). Les rejets recensés par l'IREP sont 100 à 1 000 fois plus importants que ceux recensés par l'E-PRTR.

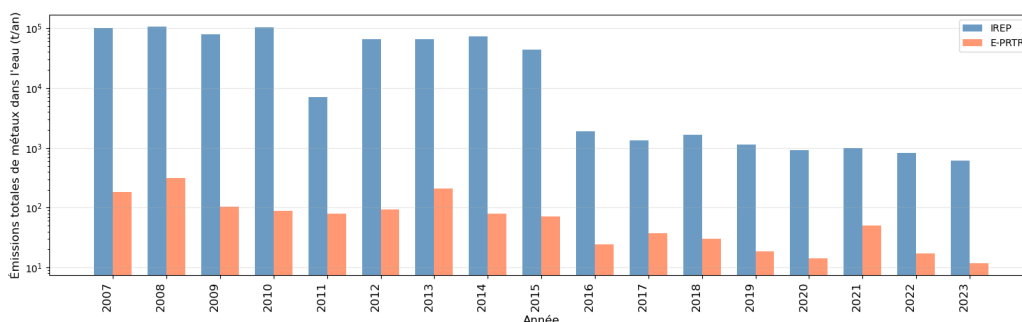


Figure 2 : Comparaison des rejets de métaux dans l'eau recensés par l'IREP et par l'E-PRTR

4. Conclusion

Les résultats obtenus permettent de conclure sur une meilleure pertinence de la base de données IREP concernant les rejets industriels en France spécifiquement. La base E-PRTR permet une normalisation des données au niveau européen, et est ainsi appropriée pour une étude à l'échelle de l'Europe, mais pour une étude française ou plus locale, la base de données IREP permet une étude plus complète.

Références :

- [1] Nations Unies, Protocole on pollutant release and transfer registers, 2003
- [2] Le ministre d'Etat, ministre de l'écologie, du développement et de l'aménagement durables, Arrêté du 31 janvier 2008 relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions et de transferts de polluants et des déchets, 2008
- [3] L. Sörme, V. Palm, G. Finnveden, Using E-PRTR data on point sources emissions to air and water - First steps towards a national chemical footprint, Environmental Impact Assessment Review, 2016, vol. 56
- [4] A. Leclerc, S. Sala, M. Secchi, A. Laurent, Building national emission inventories of toxic pollutants in Europe, Environmental international, 2019, vol. 130
- [5] S. Erhart, K. Erhart, Environmental ranking of European industrial facilities by toxicity and global warming potentials, Nature, 2023, vol 13
- [6] Q. Aemig, A. Hélias, D. Patureau, Impact assessment of a large panel of organic and inorganic micro pollutants released by wastewater treatment plants at the scale of France, Water Research, 2021, vol. 188