



Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)

Rosario Rodil





Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)

Monitorización referida a aguas:

- Los Estados miembros velarán por que las autoridades competentes o los organismos apropiados controlen **los vertidos de las depuradoras de aguas residuales urbanas** con el fin de verificar el cumplimiento de los requisitos de la **parte B del anexo I**, ...

Tabla 1

- Demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅)
- Demanda química de oxígeno (DQO)
- Carbono orgánico total
- Sólidos totales en suspensión

Tabla 2

- Fósforo total
- Nitrógeno total



Monitorización referida a aguas:

Tabla 3

Indicadores: Sustancias que pueden contaminar el agua incluso en bajas concentraciones

(a) Categoría 1 (sustancias que pueden tratarse muy fácilmente):

- (i) Amisulprida (nº CAS 71675-85-9)
- (ii) Carbamazepina (número CAS 298-46-4)
- (iii) Citalopram (nº CAS 59729-33-8)
- (iv) Claritromicina (Nº CAS 81103-11-9)
- (v) Diclofenaco (número CAS 15307-86-5)
- (vi) Hidroclorotiazida (nº CAS 58-93-5)
- (vii) Metoprolol (número CAS 37350-58-6)
- (viii) Venlafaxina (número CAS 93413-69-5)

(b) Categoría 2 (sustancias que pueden eliminarse fácilmente)

- (i) Benzotriazol (número CAS 95-14-7)
- (ii) Candesartán (número CAS 139481-59-7)
- (iii) Irbesartán (número CAS 138402-11-6)
- (iv) mezcla de 4-metilbenzotriazol (nº CAS 29878-31-7) y 5-metilbenzotriazol (nº CAS 136-85-6)

Porcentaje mínimo de eliminación media de 6 sustancias en relación con la carga del influente:
80 %



Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:

Las **muestras compuestas de 24 h** se recogerán **proporcionales al caudal** o al tiempo en un punto bien definido de la salida y, si es necesario, de la entrada de la depuradora de aguas residuales urbanas. No obstante, las muestras **proporcionales al tiempo** utilizadas para controlar los microcontaminantes serán **muestras de 48 horas**.

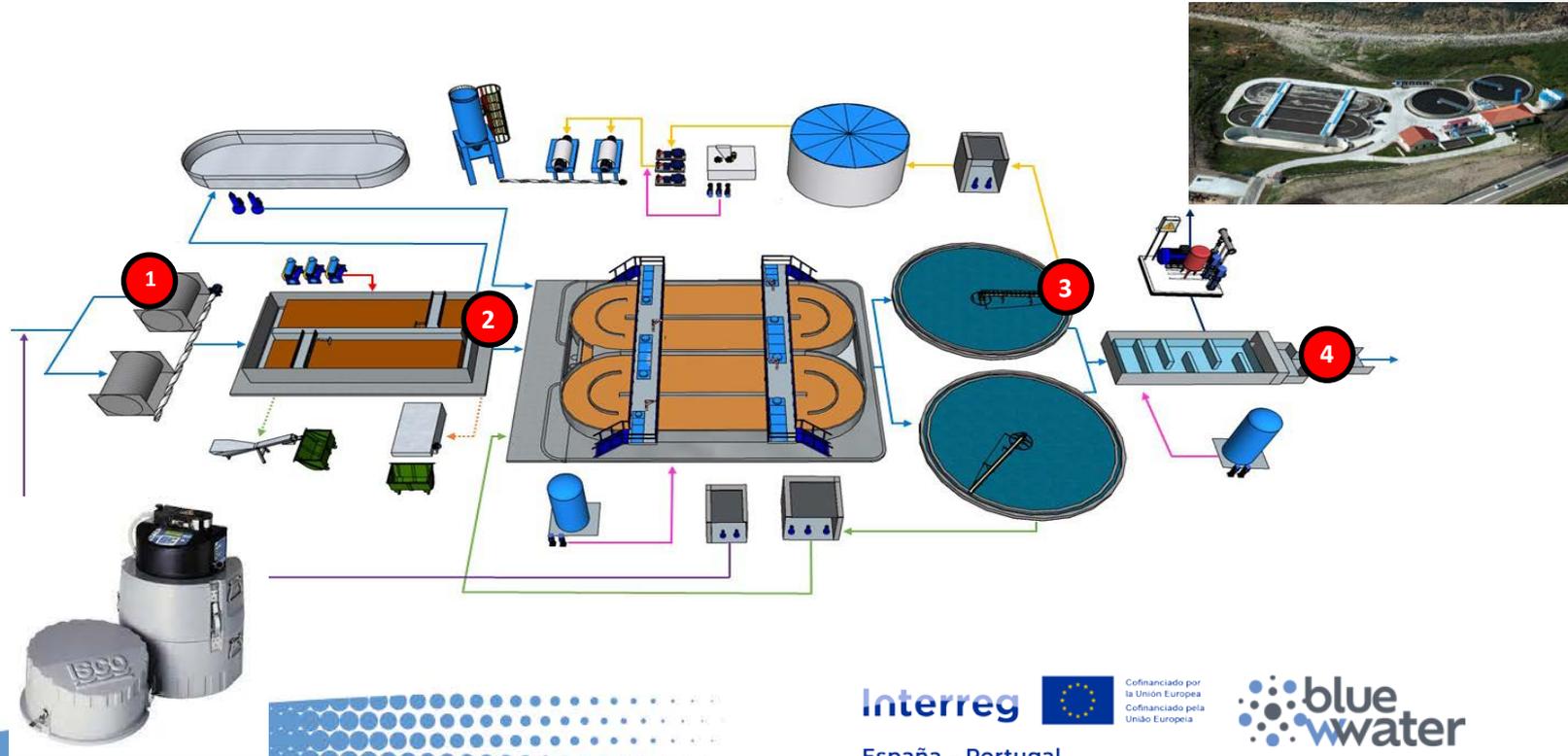
Las muestras se tomarán de forma que reflejen la contaminación durante el flujo en **tiempo seco**.



Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)



Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:



Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)



Objetivo dentro de BlueWWater:

- Desarrollar y seleccionar herramientas analíticas capaces de evaluar de manera eficiente y estandarizada los diferentes contaminantes emergentes, incluyendo los microplásticos, tanto en masas de agua superficial como en aguas residuales.
- Dar respuesta a las nuevas exigencias de la normativa sobre el tratamiento de aguas residuales urbanas.

Socios:



Cofinanciado por
la Unión Europea
Cofinanciado pela
União Europeia

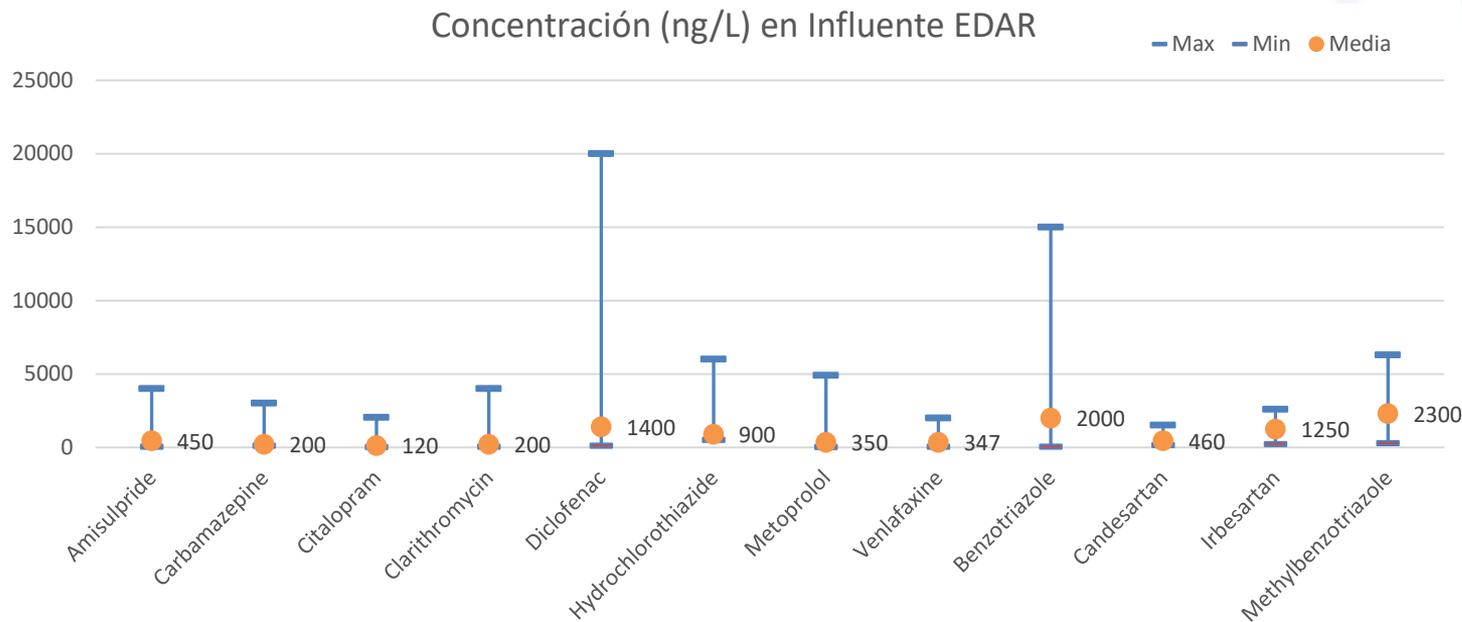
España – Portugal



Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)

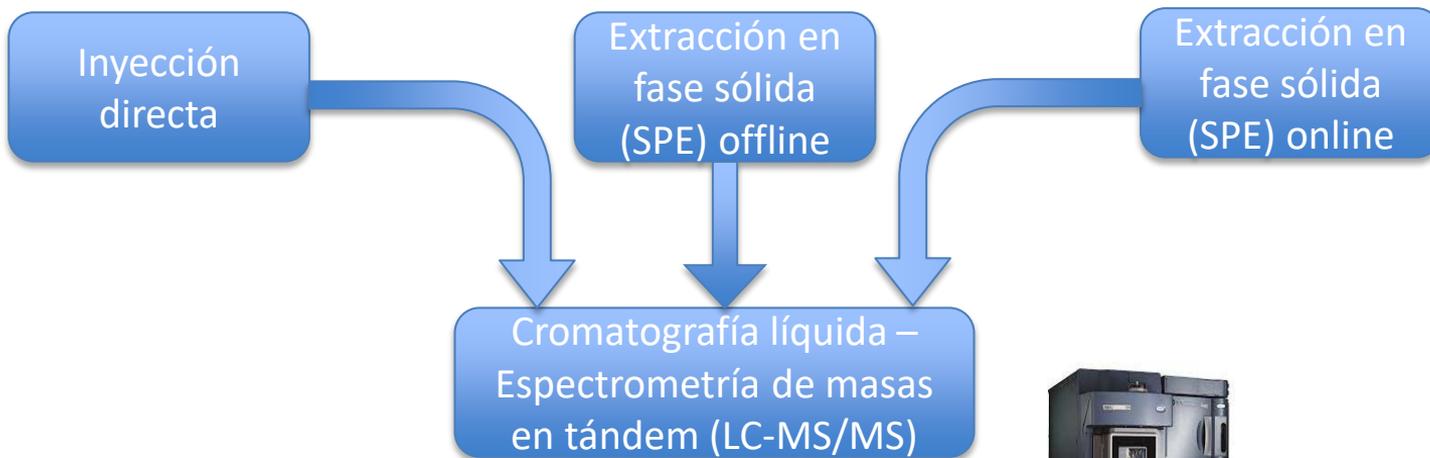


Concentración de los compuestos indicadores en agua residual:





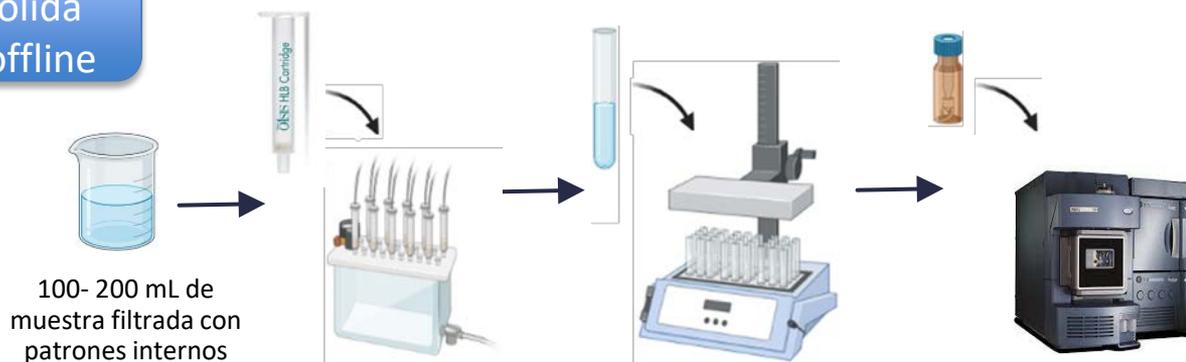
Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:





Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:

Extracción en fase sólida (SPE) offline



100- 200 mL de muestra filtrada con patrones internos

1. Acondicionamiento: MeOH + UPW
2. Carga de muestras
3. Lavado: UPW
4. Secado bajo corriente de N₂
5. Elución: 10 mL MeOH

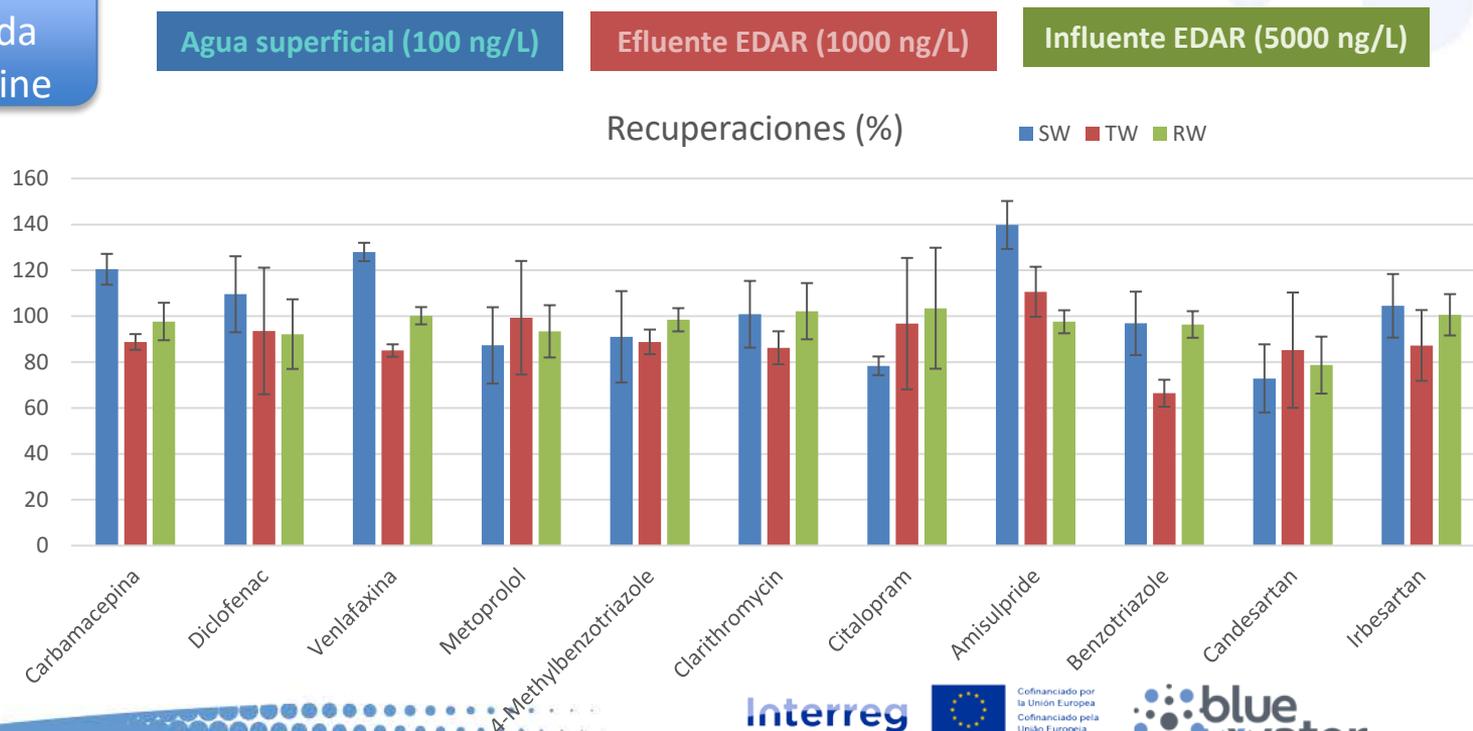
1. Evaporar a sequedad
2. Reconstituir con 100 – 500 µL MeOH

- Columna SPE Offline: Zorbax Eclipse plus-C18 1,8 micron 3.0x 50 mm (Agilent)
- Fases móviles: UPW y MeOH 1mM acetato amónico
- Flujo 0,3 mL/min

Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)



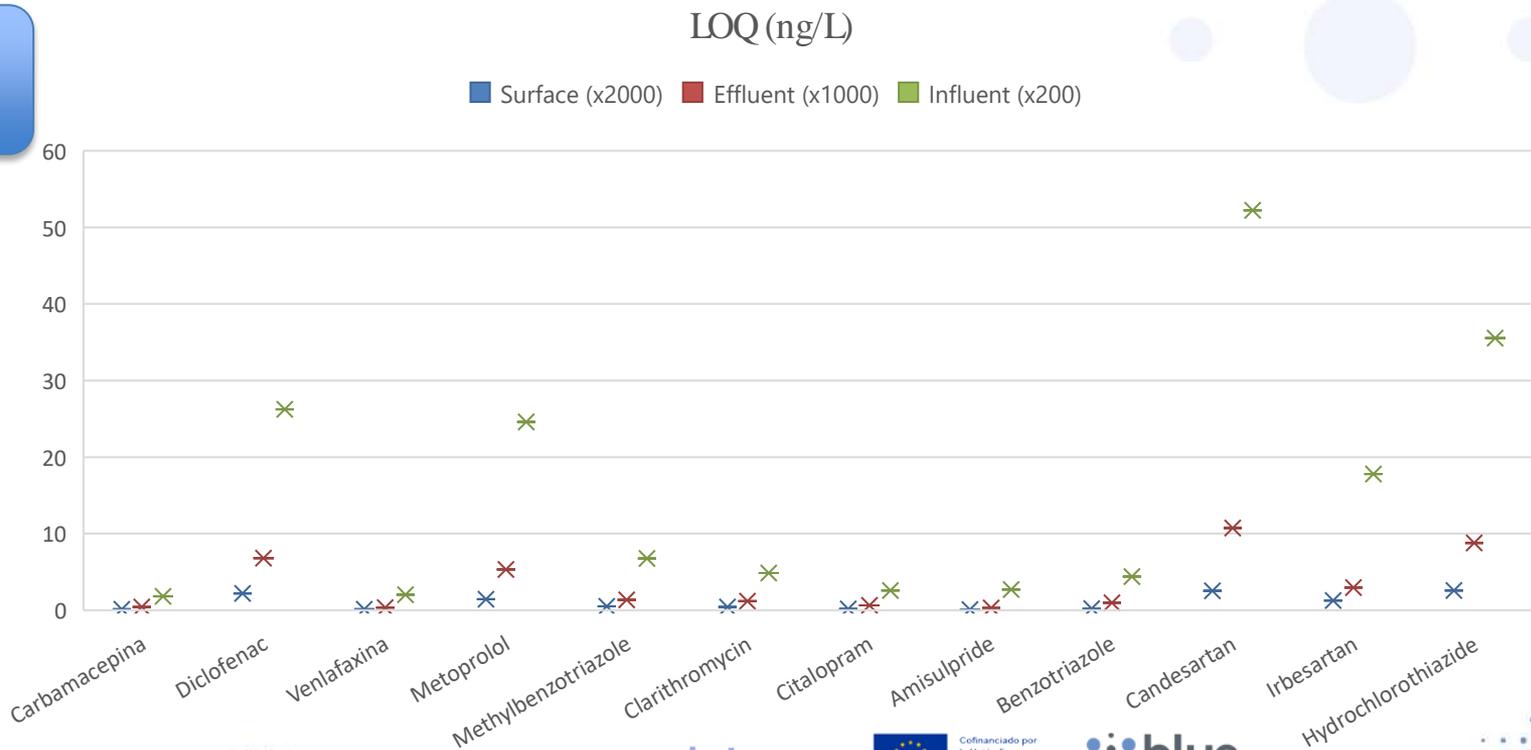
Extracción en fase sólida (SPE) offline



Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)



Extracción en fase sólida (SPE) offline



Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)

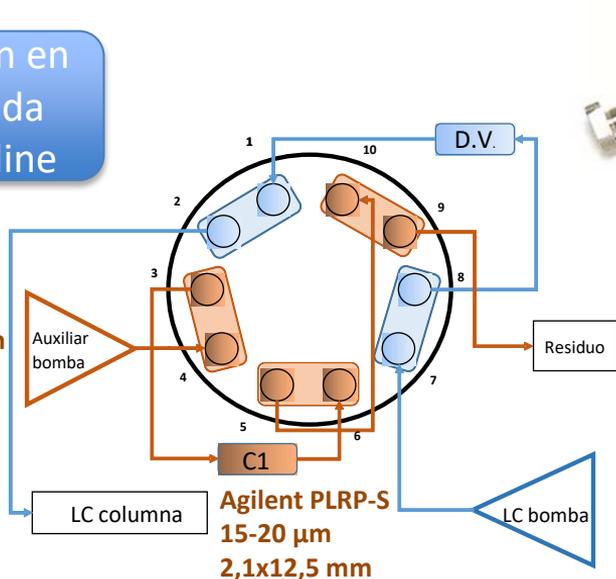


Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:

Extracción en fase sólida (SPE) online

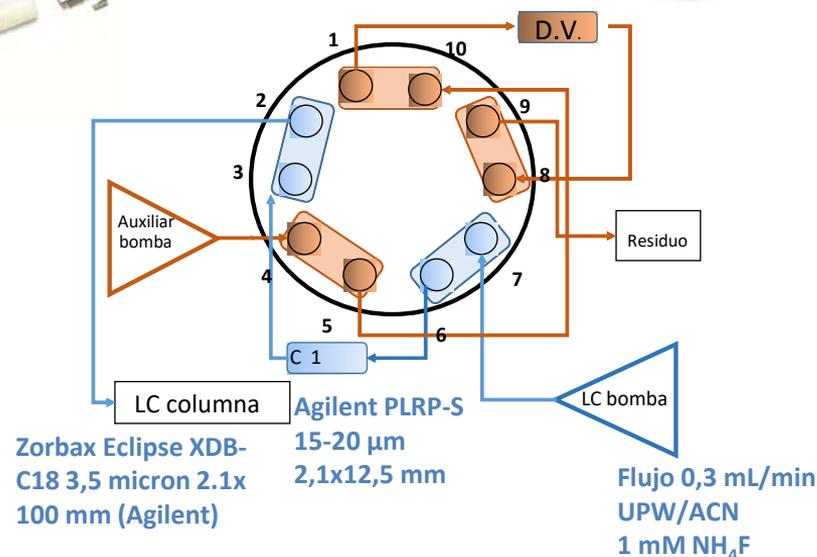
Flujo 1,5 mL/min UPW

1,5 mL de muestra filtrada con patrones internos



Posición válvula 1

Carga de muestra en cartucho



Posición válvula 2

Compuestos eluidos por la fase móvil y transferidos a la columna analítica

Zorbax Eclipse XDB-C18 3,5 micron 2.1x 100 mm (Agilent)

Agilent PLRP-S 15-20 µm 2,1x12,5 mm

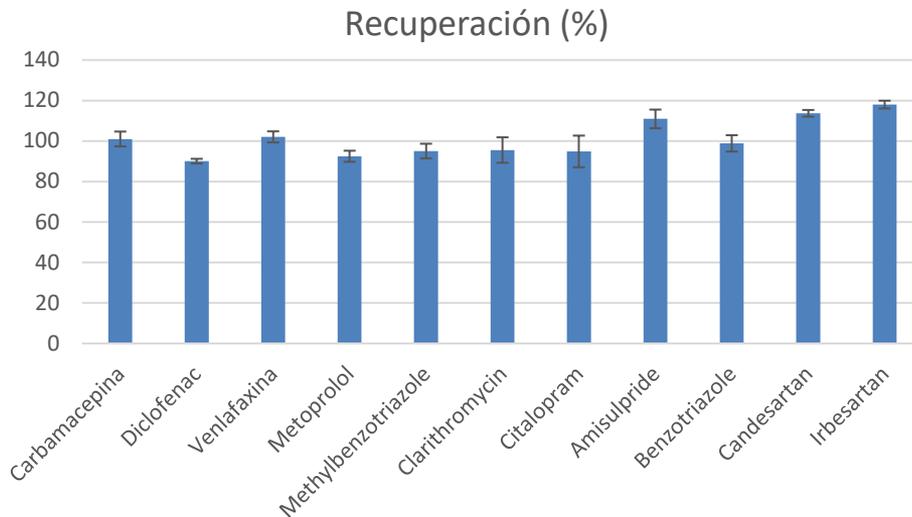
Flujo 0,3 mL/min UPW/ACN 1 mM NH₄F

Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)



Extracción en fase sólida (SPE) online

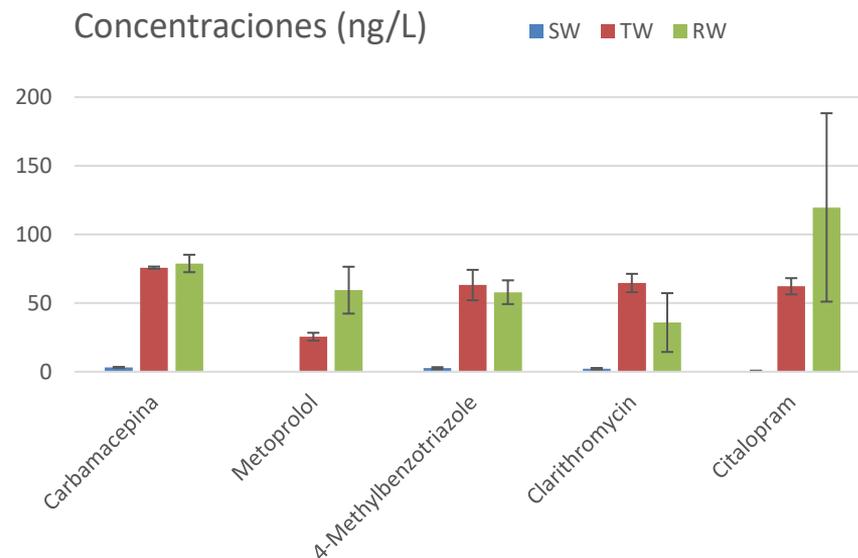
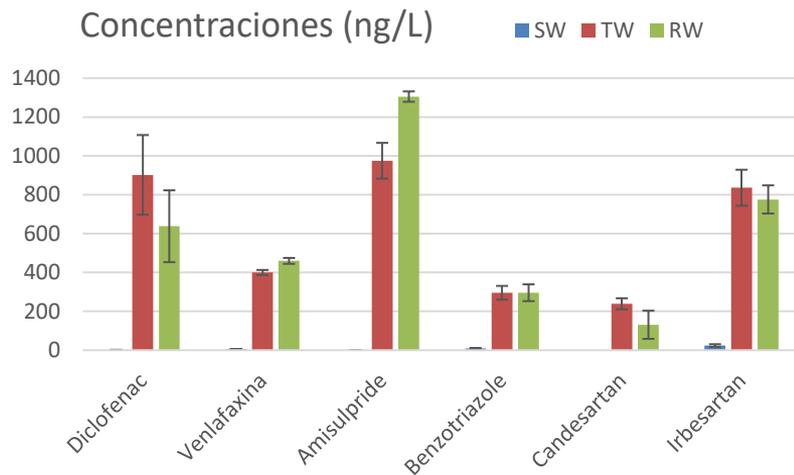
Influyente EDAR (5000 ng/L)



Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)



Análisis de muestras:



Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)



Acción 1.3. Ejercicio interlaboratorios para la validación de metodología analítica para la determinación de compuestos indicadores en aguas residuales

Laboratorios: 12 mínimo

Muestras: 4 máximo

Matrices: agua superficial, agua EDAR

Envío de muestras: T2 – 2025

Análisis: T3-T4 – 2025

Tratamiento de datos: T1 – 2026

Compuestos

Amisulprid

Carbamazepina

Citalopram

Claritromicina

Diclofenaco

Hidroclorotiazida

Metoprolol

Venlafaxina

Benzotriazol

Candesartán

Irbesartán

Mezcla de 4-metilbenzotriazol y

5-metil-benzotriazol



Monitorización referida a aguas:

- Para todas las aglomeraciones de 10 000 he o más, los Estados miembros velarán por que las autoridades competentes o los organismos apropiados controlen, en las entradas y salidas de las depuradoras de aguas residuales urbanas, la concentración y las cargas en las aguas residuales urbanas de los siguientes elementos:
 - (a) contaminantes que pueden encontrarse en las aguas residuales urbanas enumerados en:
 - Anexos VIII y X de la Directiva 2000/60/CE, anexo I de la Directiva 2008/105/CE, anexo I de la Directiva 2006/118/CE y parte B del anexo II de la Directiva 2006/118/CE;
 - el anexo de la Decisión 2455/2001/CE del Parlamento Europeo y del Consejo
 - Anexo II del Reglamento (CE) nº 166/2006
 - Anexos I y II de la Directiva 86/278/CEE
 - (b) los parámetros enumerados en la parte B del anexo III de la Directiva (UE) 2020/2184
 - (c) los parámetros enumerados en el anexo I de la Directiva 2006/7/CE cuando se produzcan vertidos directos a las aguas de baño
 - (d) la presencia de microplásticos

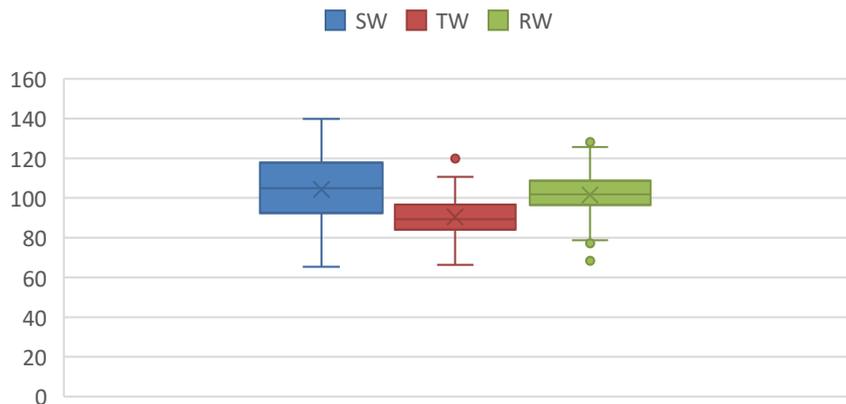
Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)



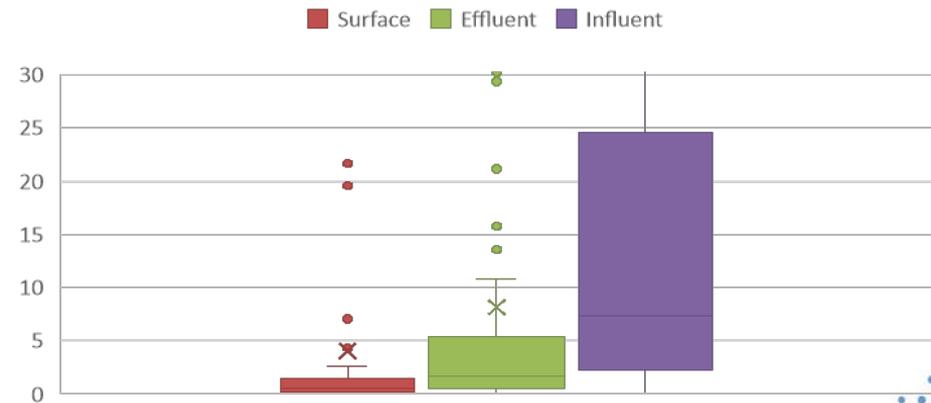
- Otros contaminantes emergentes:
 - (a) Compuestos de la 3ª y 4ª lista de observación
 - (b) Compuestos de la directiva de aguas superficiales y de la propuesta de modificación

50 compuestos recuperaciones
70-130%

Recuperaciones (%)



LOQs (ng/L)





CONCLUSIONES

- La DARU representa un importante reto analítico
- Metodología validada tanto mediante SPE online como offline para los compuestos indicadores de la DARU
- Baja eliminación los compuestos indicadores en la EDAR muestreada
- Metodología adecuada para la determinación de otros contaminantes emergentes recogidos en diferentes regulaciones

TRABAJO ACTUAL Y FUTURO

- Muestreo en diferentes EDARs para evaluar la eliminación de los compuestos indicadores y evaluación de nuevos tratamientos
- Organización de un ejercicio interlaboratorios para los compuestos indicadores en aguas residuales



Desarrollos metodológicos para la determinación de los compuestos indicadores de la Directiva Aguas Residuales Urbanas (DARU)

Rosario Rodil

