



# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas

Rosario Rodil



# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas



## 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





## 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 (DBO<sub>5</sub>)
- 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)

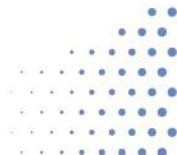
Porcentaje mínimo de eliminación media de 6 sustancias en relación con la carga del influente:  
80 %



## 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**.

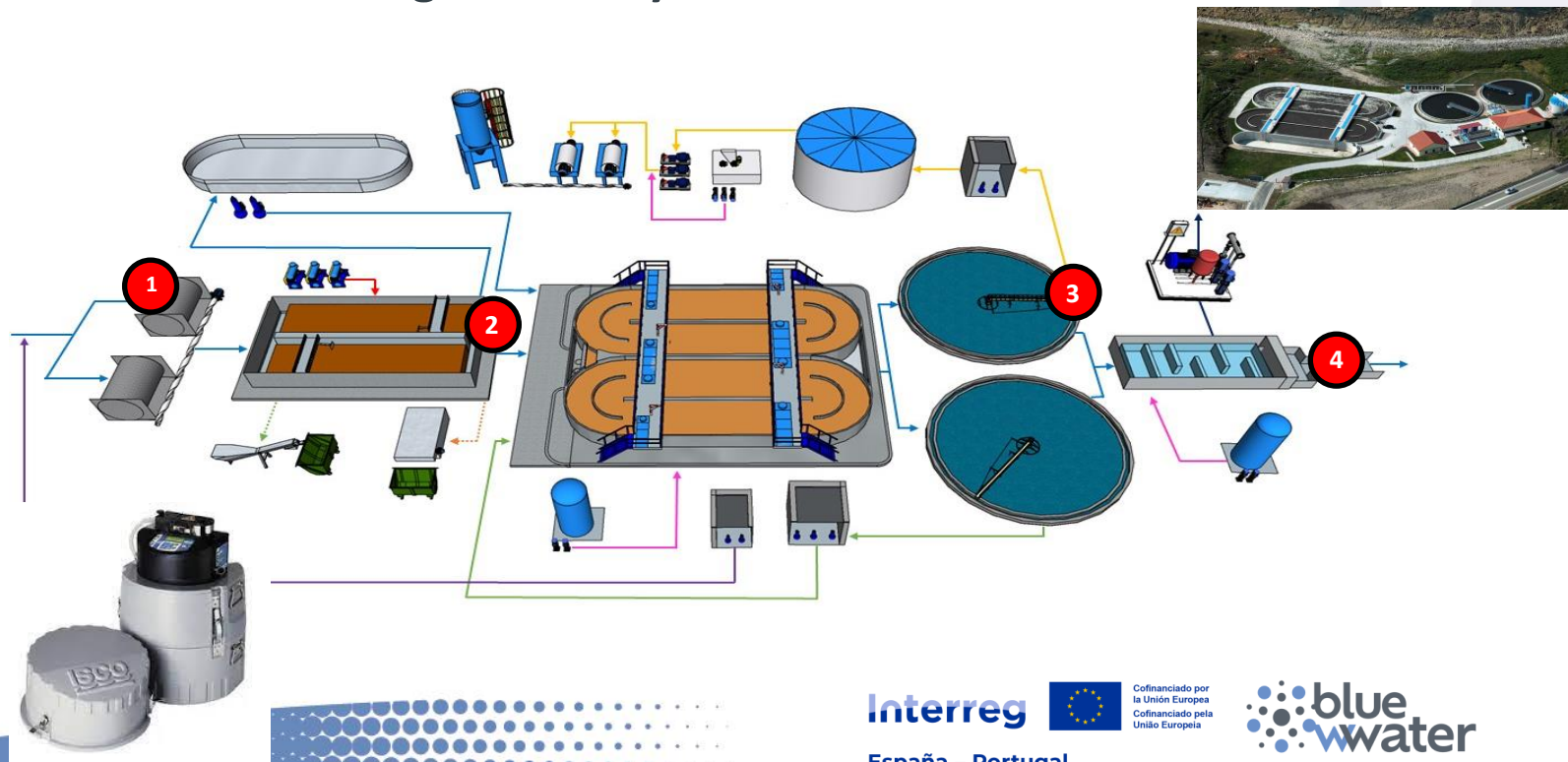
Las muestras se tomarán de forma que reflejen la contaminación durante el flujo en **tiempo seco**.



# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas



## Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:

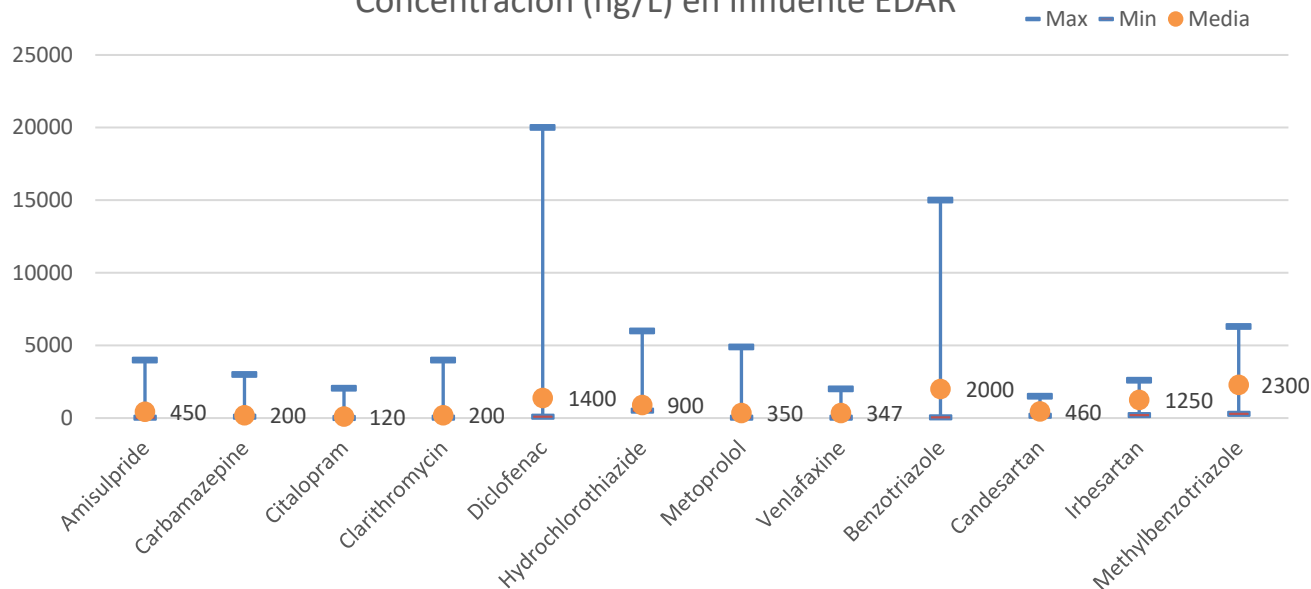


# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas



## Concentración de los compuestos indicadores en agua residual:

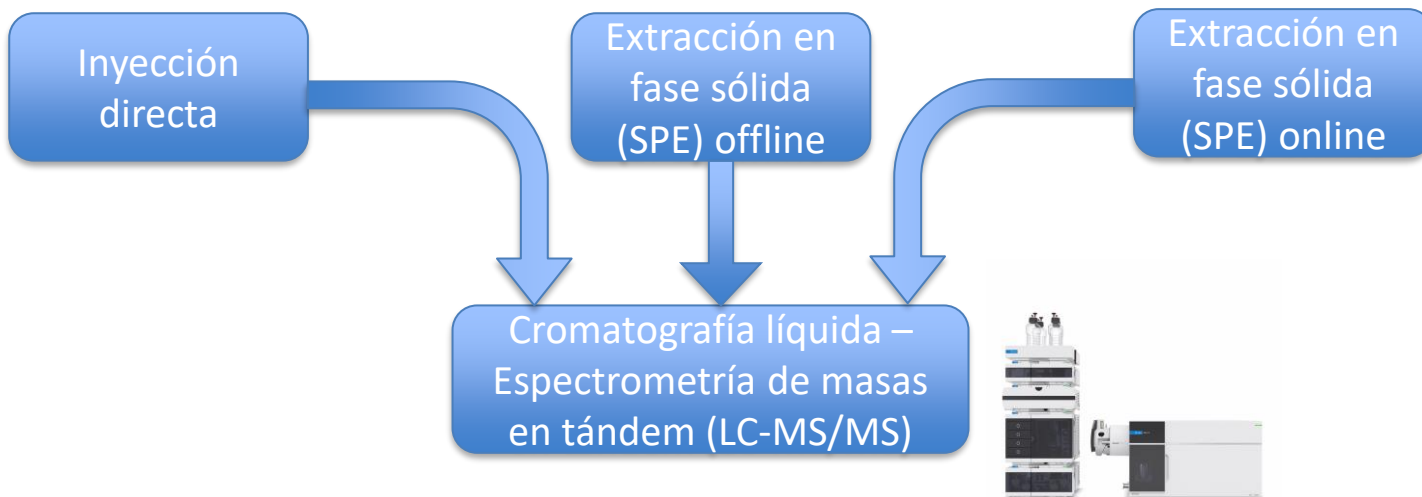
Concentración (ng/L) en Influyente EDAR



Requerimientos  
metodología analítica:  
 $LOQ < 1/3$  del 80%  
influyente =  
6% conc. Influyente  
 $LOQ < 10$  ng/L



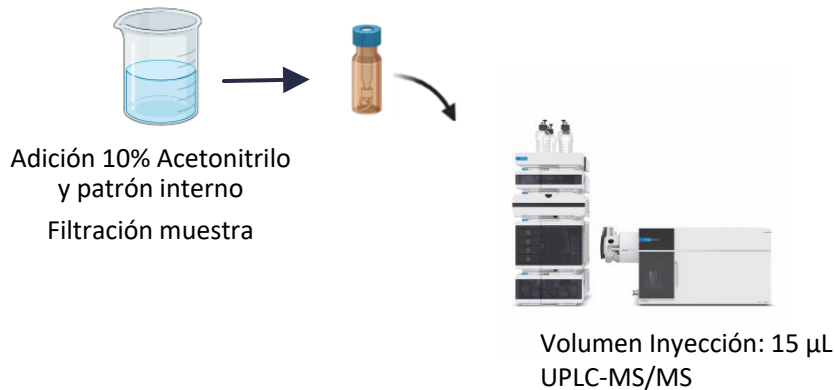
## Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:





## Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:

Inyección  
directa



# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas

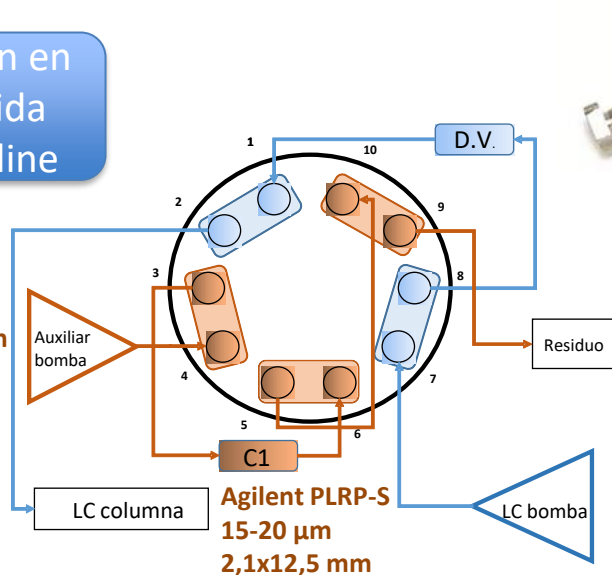


## Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:

Extracción en  
fase sólida  
(SPE) online

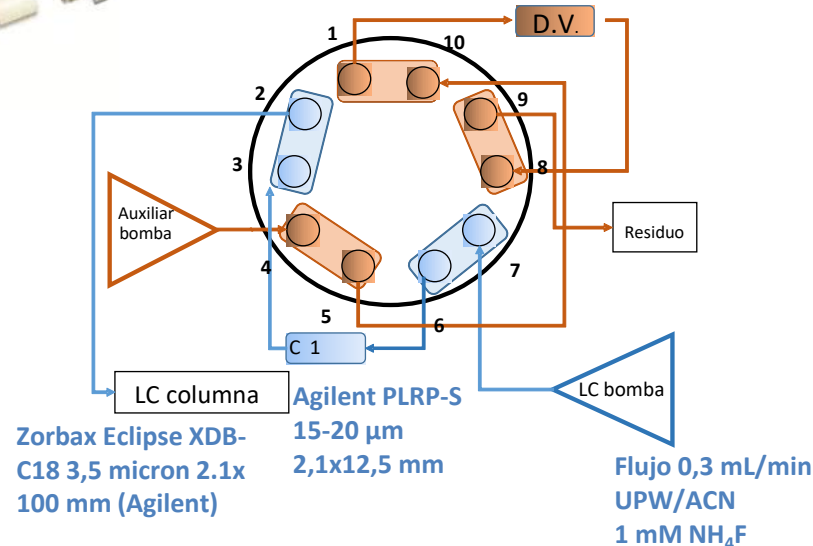
Flujo 1,5 mL/min  
UPW

0,5 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

Interreg



Cofinanciado por  
la Unión Europea  
Cofinanciado pela  
União Europeia

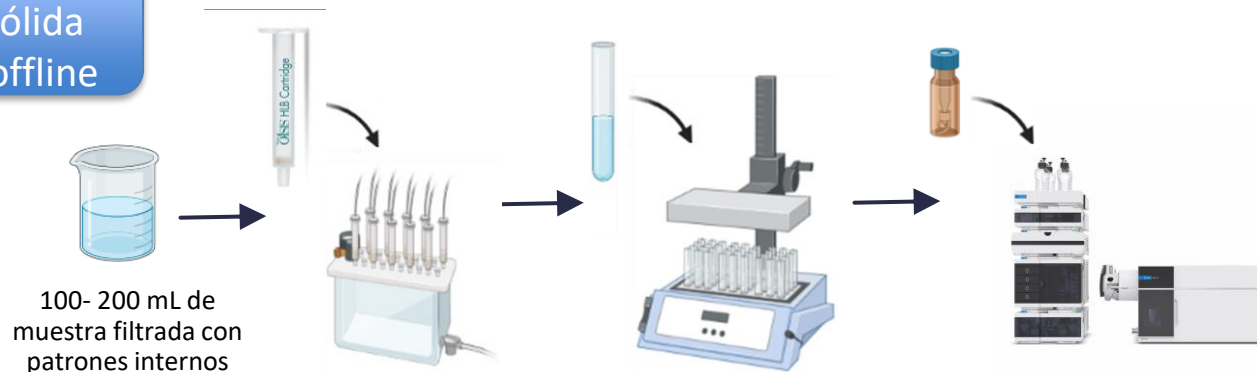
España – Portugal





## 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  $N_2$
5. Elución: 10 mL MeOH

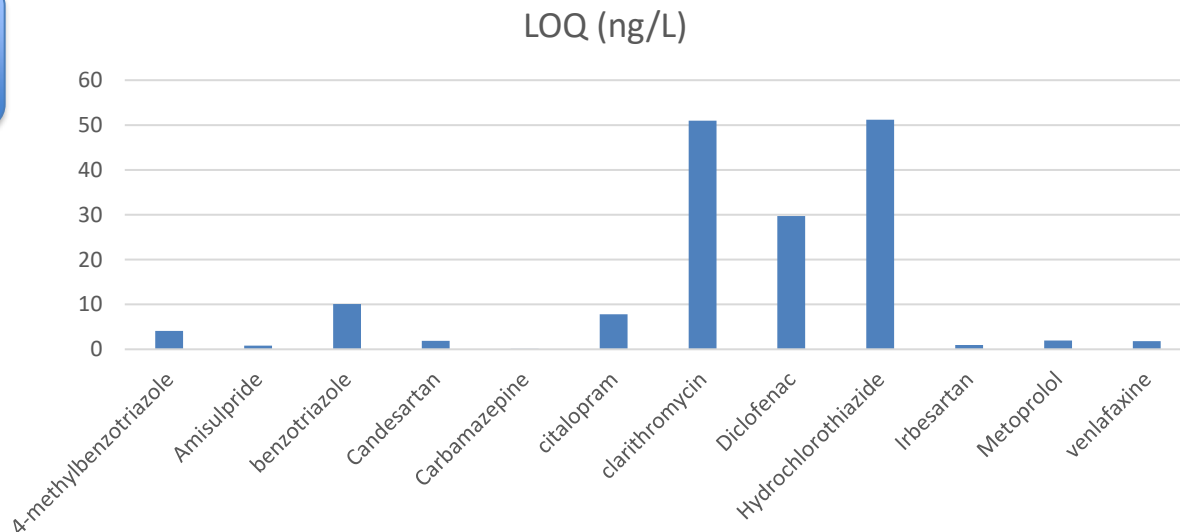
1. Evaporar a sequedad
2. Reconstituir con 100 – 500  $\mu$ L MeOH

Volumen Inyección: 1  $\mu$ L  
UPLC-MS/MS



## Métodos de seguimiento y evaluación de los resultados:

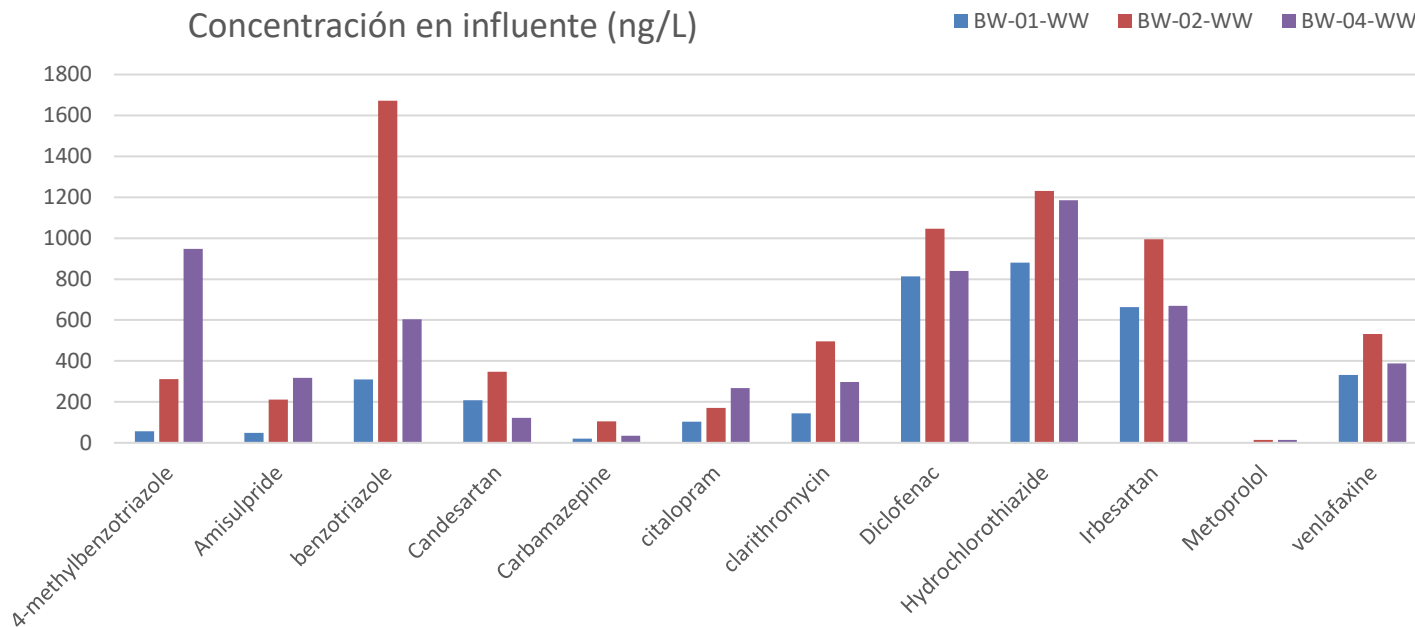
Inyección  
directa



# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas



## Análisis de muestras:



# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas



## Análisis de muestras:

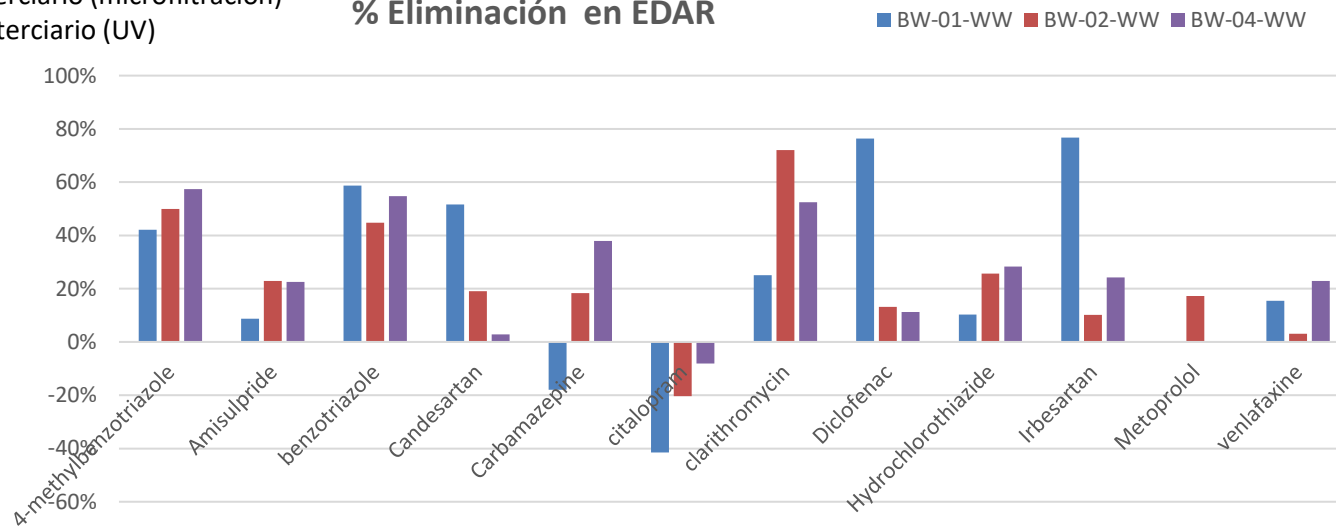
Tratamientos EDAR

01: Primario y secundario

02: Primario, secundario y terciario (microfiltración)

03: Primario y secundario y terciario (UV)

% Eliminación en EDAR



# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas



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

Laboratorios: 12

Nº Muestras: 3

Matrices: agua superficial, Influyente y efluente EDAR

Envío de muestras: T2 – T3 – 2025

Análisis: T3-T4 – 2025

Tratamiento de datos: T1 – 2026

## Compuestos

Amisulprid

Carbamazepina

Citalopram

Claritromicina

Diclofenaco

Hidroclorotiazida

Metoprolol

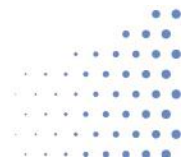
Venlafaxina

Benzotriazol

Candesartán

Irbesartán

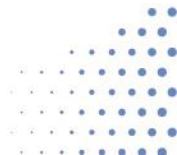
Mezcla de 4-metilbenzotriazol y  
5-metil-benzotriazol





## Monitorización referida a aguas:

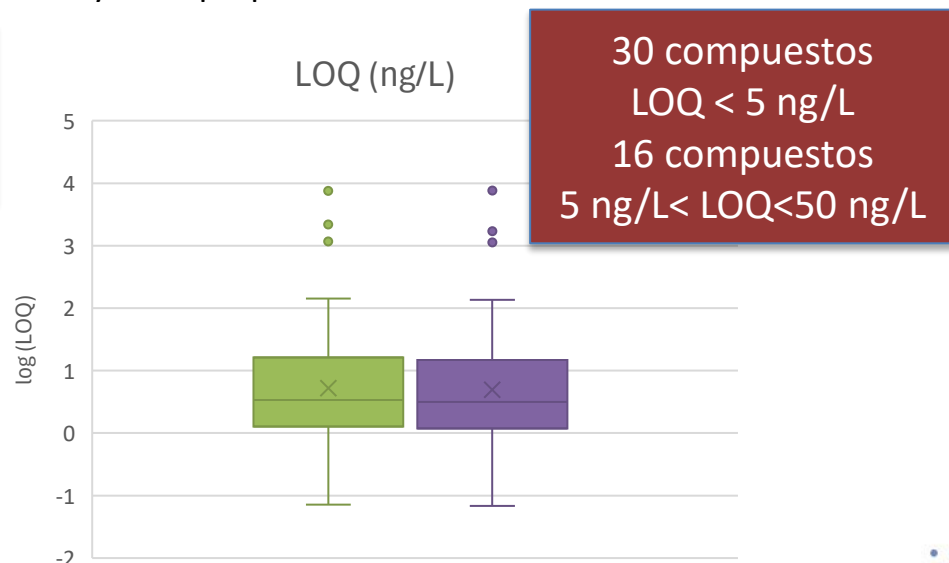
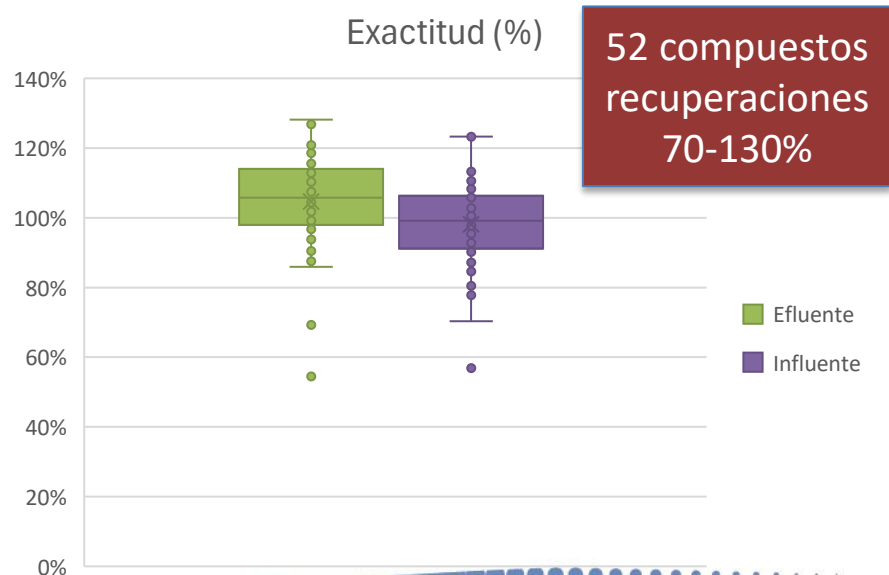
- Para todas las aglomeraciones de 10 000 he o más, los Estados miembros velarán por que las autoridades competentes o los organismos apropiados controlen, en las entradas y salidas de las depuradoras de aguas residuales urbanas, la concentración y las cargas en las aguas residuales urbanas de los siguientes 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



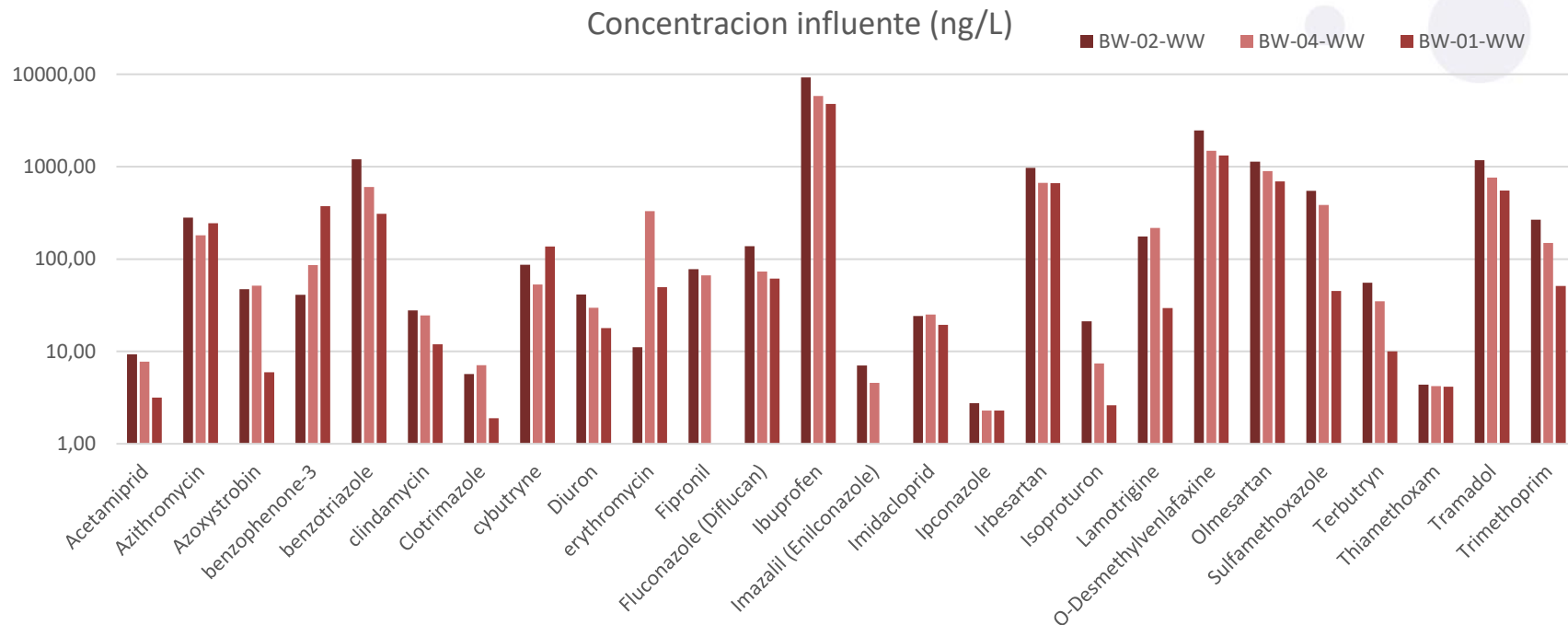
# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas



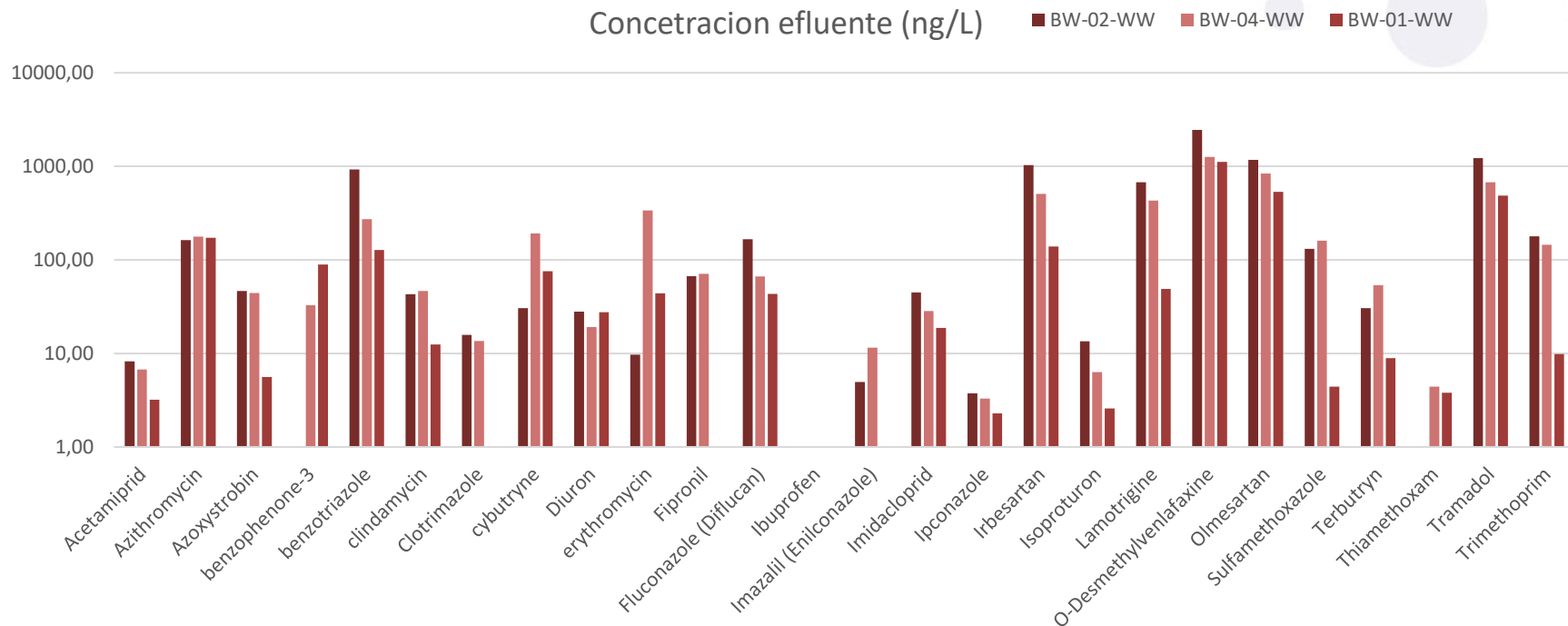
- Otros contaminantes emergentes:
  - (a) Compuestos de la 3ª y 4ª lista de observación
  - (b) Compuestos de la directiva de aguas superficiales y de la propuesta de modificación



# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas



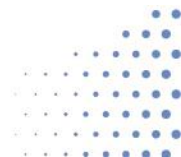
# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas





## CONCLUSIONES

- La DARU representa un importante reto analítico
- Metodología analítica de determinación: HPLC-MS/MS
- Diversas opciones analíticas de preparación de muestra: inyección directa, SPE online, SPE offline
- Baja eliminación los compuestos indicadores en las EDAR muestreadas
- Metodología adecuada para la determinación de otros contaminantes emergentes recogidos en diferentes regulaciones





# Determinación y monitorización de contaminantes emergentes en aguas residuales urbanas

Rosario Rodil



**CSIC**  
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS



**Interreg**



Cofinanciado por  
la Unión Europea  
Cofinanciado pela  
União Europeia

España – Portugal