

**A l'attention de :**

**EAU ET FEU  
(Reims)**

***BIODEGRADABILITE FACILE :  
ESSAI DE DISPARITION DU  
CARBONE ORGANIQUE DISSOUS  
SUIVANT LA LIGNE DIRECTRICE OCDE 301 A.***

***ECHANTILLON :  
« FOAM MASTER 3F 3/3 SP »***

**Rapport d'analyses n° 18FYBA747 du 11/07/18**

## SOMMAIRE

|             |  |           |
|-------------|--|-----------|
| <b>I.</b>   | <b>PRESENTATION DE L'ECHANTILLON .....</b>   | <b>5</b>  |
| <b>II.</b>  | <b>ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE.....</b>   | <b>5</b>  |
| <b>III.</b> | <b>EVALUATION EN MILIEU AQUEUX, DE LA BIODEGRADABILITE AEROBIE DES<br/>COMPOSES ORGANIQUES – METHODE PAR ANALYSE DU CARBONE ORGANIQUE DISSOUS –<br/>(OCDE 301 A) .....</b> | <b>6</b>  |
| III.1       | PRINCIPE .....   | 6         |
| III.2       | DEFINITIONS .....  | 6         |
| III.3       | MILIEU MINERAL .....   | 7         |
| III.4       | PREPARATION DE L'INOCULUM BACTERIEN .....  | 8         |
| III.5       | PREPARATION DES MELANGES D'ESSAI.....  | 8         |
| <b>IV.</b>  | <b>RESULTATS.....</b>  | <b>8</b>  |
| IV.1        | PH .....   | 8         |
| IV.2        | TABLEAUX RECAPITULATIFS DES RESULTATS .....  | 9         |
| IV.3        | COURBES DE DEGRADATION DU COD.....   | 10        |
| IV.4        | VALIDITE DE L'ESSAI .....  | 10        |
| <b>V.</b>   | <b>CONCLUSION.....</b>   | <b>11</b> |

## RESUME

### Echantillon : FOAM MASTER 3F 3/3 SP.

Teneur en carbone organique dissous (COD): 14,0 %.

### Essai réalisé :

- Biodégradabilité facile : essai de disparition du COD, OCDE 301 A – Juillet 1992.

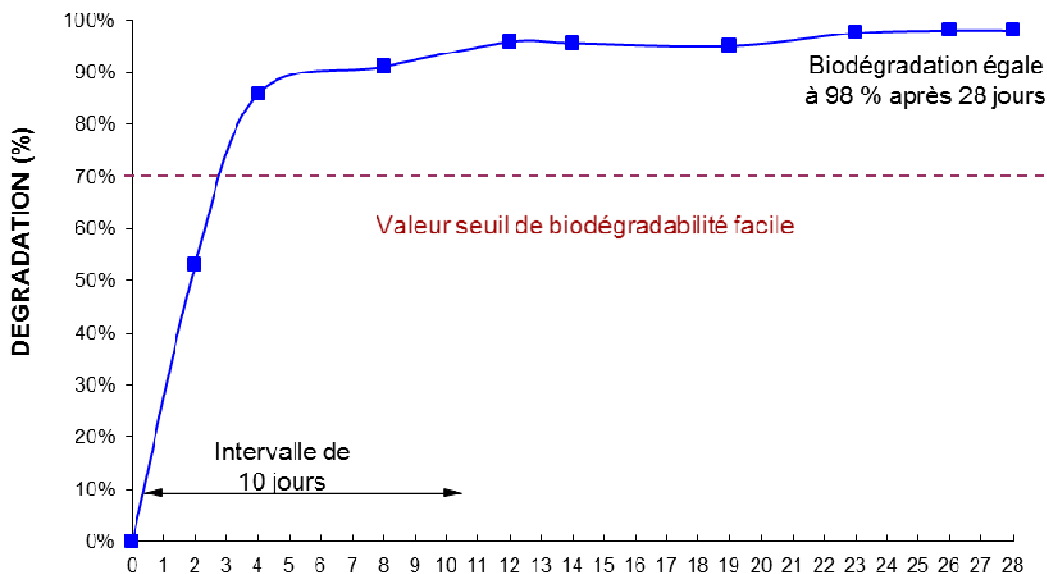
### Résultats :

Concentration initiale de produit d'essai dans le milieu : 107,1 mg/L.

Concentration initiale en carbone organique de produit d'essai dans le milieu : 15,0 mg/L.

Volume dans les flacons d'essai : 1000 mL.

Le produit d'essai «FOAM MASTER 3F 3/3 SP » est considéré comme facilement biodégradable avec une biodégradation de 98 % après 28 jours de test.



NB : la mention « facilement biodégradable » est applicable aux substances pures.

## SUMMARY

**Sample: FOAM MASTER 3F 3/3 SP.**

Dissolved organic carbon (DOC) concentration: 14.0%.

**Assay performed:**

➤ Ready Biodegradability: DOC die-away test, OECD 301 A – July 1992.

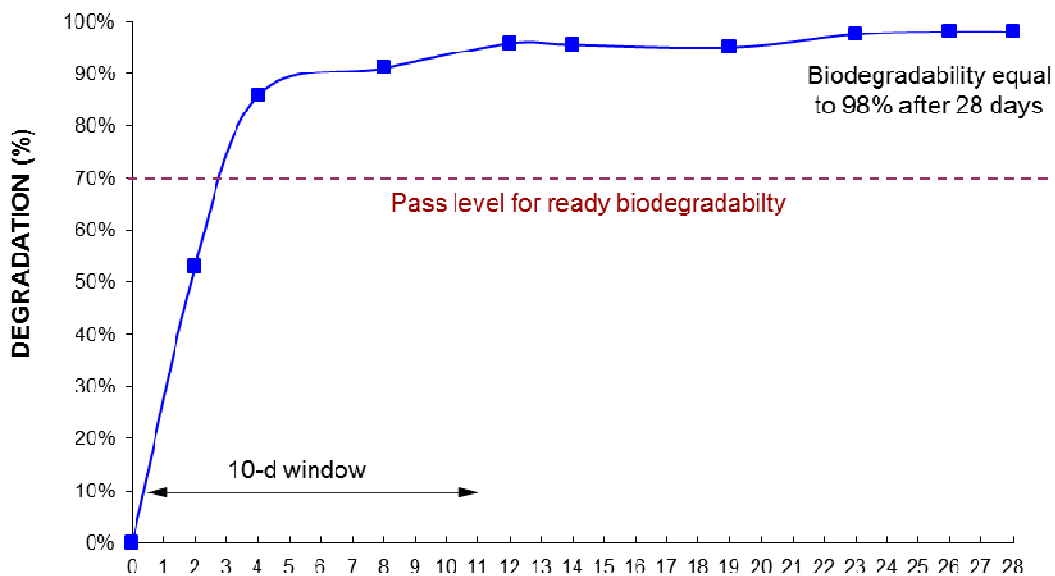
**Results:**

Test product initial concentration in medium: 107.1 mg/L.

Test product initial concentration expressed as carbon in medium: 15.0 mg C/L.

Volume in test flasks: 1000 mL.

The test product «FOAM MASTER 3F 3/3 SP» is readily biodegradable (98% after 28 days).



NB: the mention "Readily biodegradable" is applicable on pure substances.

## I. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Référence commande : commande n° OA 43791.

Référence devis EUROFINS Expertises Environnementales : ZAQ220180081-01.

Référence échantillon client : FOAM MASTER 3F 3/3 SP.

N° de lot : non communiqué.

Date de réception : 29/05/18.

Date de péremption : non communiquée.

Conditions de conservation : température ambiante.

Référence EUROFINS Expertises Environnementales : 18G005853-001.

Teneur en carbone organique dissous (COD) d'une solution à 100 mg/L : 14,0 mg/L.

L'essai de biodégradabilité de l'échantillon a été réalisé à une concentration théorique de 15,0 mg/L de carbone organique dissous (COD) soit 107,1 mg/L d'échantillon.

Le présent rapport ne concerne que les objets soumis à l'essai.

## II. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE

Dosage du carbone organique suivant la norme NF EN 1484 de septembre 1997 « Lignes directrices pour le dosage du carbone organique total et carbone organique dissous – Méthode par oxydation au persulfate à chaud ».

### III. EVALUATION EN MILIEU AQUEUX, DE LA BIODEGRADABILITE AEROBIE DES COMPOSES ORGANIQUES – METHODE PAR ANALYSE DU CARBONE ORGANIQUE DISSOUS – (OCDE 301 A)

#### III.1 Principe

Ensemencement bactérien : provenant d'un échantillon de boue activée d'une station de traitement biologique urbaine (concentration en matières en suspension dans le mélange final à tester inférieure ou égale à 30 mg/L).

L'essai est conduit en incluant les préparations suivantes :

- le composé d'essai à une concentration de 10 mg/L de COD (2 flacons),
- un essai témoin de l'ensemencement (blanc) (2 flacons),
- un essai contenant une substance de référence ayant un taux de biodégradabilité supérieure à 90 % (acétate de sodium à 15 mg/L de COD),
- un essai contrôle de l'inhibition contenant le composé d'essai et la substance de référence aux concentrations testées.

Les différents essais sont maintenus sous agitation-aération à 22+/- 2°C.

Le COD est mesuré en début et en fin d'essai (généralement 28 jours), avec des mesures complémentaires à 2 jours, 5 jours, 8 jours, 12 jours, 14 jours, 19 jours, 23 jours et 26 jours.

#### III.2 Définitions

Phase de latence : période qui sépare le moment de l'ensemencement de celui où le pourcentage de dégradation a atteint environ 10 %.

Phase de dégradation : période qui commence à la fin de la phase de latence et se termine généralement au moment où 80-90 % du taux maximal théorique de dégradation est atteint.

Intervalle de 10 jours : 10 jours qui suivent immédiatement le moment où le taux de biodégradation atteint 10 %.

Facilement biodégradable : un produit est considéré comme facilement biodégradable si le taux de biodégradation a atteint au moins 70 % dans l'intervalle de 10 jours qui doit être compris dans les 28 (premiers) jours de test.

Facilement biodégradable sans respect de l'intervalle de 10 jours : un produit est considéré facilement biodégradable sans respect de l'intervalle de 10 jours si le taux de biodégradation a atteint au moins 70 % dans les 28 (premiers) jours de test sans atteindre ce seuil dans l'intervalle de 10 jours.

### III.3 Milieu minéral

Chaque solution est préparée dans de l'eau ultra-pure.

#### **Composition des solutions mères :**

##### Solution mère A :

- Dihydrogénophosphate de potassium,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  : 8,50 g
- Hydrogénophosphate de potassium,  $\text{K}_2\text{HPO}_4$  : 21,75 g
- Hydrogénophosphate de sodium dihydraté,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$  : 33,40 g
- Chlorure d'ammonium,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  : 0,50 g

qsp 1 litre ; pH égal à 7,4.

##### Solution mère B :

- Chlorure de calcium anhydre,  $\text{CaCl}_2$  : 27,50 g
- ou chlorure de calcium dihydraté,  $\text{CaCl}_2, 2\text{H}_2\text{O}$  : 36,40 g
- qsp 1 litre.

##### Solution mère C :

- Sulfate de magnésium heptahydraté,  $\text{MgSO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$  : 22,50 g
- qsp 1 litre.

##### Solution mère D (à préparer extemporanément) :

- Chlorure de fer III hexahydraté,  $\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$  : 0,25 g
- qsp 1 litre.

#### **Préparation du milieu minéral :**

Mélanger 10 mL de la solution A avec 800 mL d'eau ultra-pure, ajouter ensuite 1 mL des solutions B, C et D et compléter le volume à 1 litre.

### III.4 Préparation de l'inoculum bactérien

Origine : boues activées provenant de la station d'épuration de Maxéville (France) traitant principalement des eaux usées domestiques (98 %).

Date de prélèvement : 05 juin 2018.

Le jour du prélèvement : lavage de la boue par trois centrifugations successives (1100 g pendant 10 minutes) après remise en suspension du culot dans le milieu minéral et filtration sur tamis inox de porosité égale à 100 µm.

Après traitement, réaliser une mesure de matières en suspension.

La concentration en matières sèches dans les flacons d'essai contenant de l'inoculum doit être inférieure ou égale à 30 mg/L.

Concentration en matières en suspension des boues activées après prétraitement : 5,0 g/L.

Volume ajouté dans les flacons d'essai pour obtenir concentration en matières en suspension inférieure ou égale à 30 mg/L dans le mélange final : 6,0 mL.

Dénombrement de la flore aérobique revivifiable à 22°C dans le mélange milieu d'essai + inoculum :  $3,9 \cdot 10^7$  UFC/L (valeur théorique d'après la ligne directrice OCDE 301 : concentration comprise entre  $10^7$  et  $10^8$  cellules/L).

### III.5 Préparation des mélanges d'essai

La quantité de produit est ajoutée directement dans les flacons d'essai contenant le milieu minéral.

Après ajout d'environ 900 mL de milieu minéral, le pH est mesuré dans les flacons du lot d'essai échantillon puis ajusté à 7,4 +/-0,2 si nécessaire avec de l'HCl (1N) ou NaOH (1N).

Le cas échéant, le pH du flacon « contrôle de toxicité du produit » est également ajusté.

L'inoculum est ensuite ajouté dans les flacons et le volume ajusté à 1 litre.

## IV. RESULTATS

### IV.1 pH

pH du milieu minéral utilisé : 7,6 à 22,5 °C.

pH du flacon d'essai « FOAM MASTER 3F 3/3 SP – 1 » avant ajout de l'inoculum : 7,6 à 22,4°C.

Ajustement du pH : non.

## IV.2 Tableaux récapitulatifs des résultats

Date de début d'essai : 06 juin 2018.

### Suivi du COD en mg/L

| Temps en jours                         | 0    | 2    | 4   | 8   | 12  | 14  | 19  | 23  | 26  | 28  |
|--|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| FOAM MASTER 3F 3/3 SP-1                | 22.0 | 10.0 | 4.8 | 3.1 | 2.1 | 2.3 | 2.7 | 2.1 | 2.0 | 1.8 |
| FOAM MASTER 3F 3/3 SP-2                | 22.0 | 12.0 | 4.8 | 3.1 | 1.9 | 2.2 | 2.6 | 2.1 | 1.9 | 1.8 |
| <i>Moyenne - FOAM MASTER 3F 3/3 SP</i> | 22.0 | 11.0 | 4.8 | 3.1 | 2.0 | 2.3 | 2.7 | 2.1 | 2.0 | 1.8 |
| <i>Ecart entre les valeurs</i>         | 0%   | -18% | 0%  | 0%  | 10% | 4%  | 4%  | 0%  | 5%  | 0%  |
| Substance de référence                 | 19.0 | 2.6  | 2.2 | 1.7 | 1.4 | 1.6 | 1.9 | 1.4 | 1.6 | 1.5 |
| Essai inhibition                       | 36.0 | 14.0 | 7.0 | 3.4 | 2.3 | 2.3 | 2.5 | 2.3 | 2.3 | 2.2 |
| Témoin blanc 1                         | 2.2  | 1.5  | 2.3 | 1.5 | 1.3 | 1.5 | 1.7 | 1.4 | 1.6 | 1.4 |
| Témoin blanc 2                         | 1.3  | 1.5  | 1.6 | 1.1 | 1.0 | 1.2 | 1.6 | 1.8 | 1.5 | 1.4 |
| <i>Moyenne Témoin blanc</i>            | 1.8  | 1.5  | 2.0 | 1.3 | 1.2 | 1.4 | 1.7 | 1.6 | 1.6 | 1.4 |

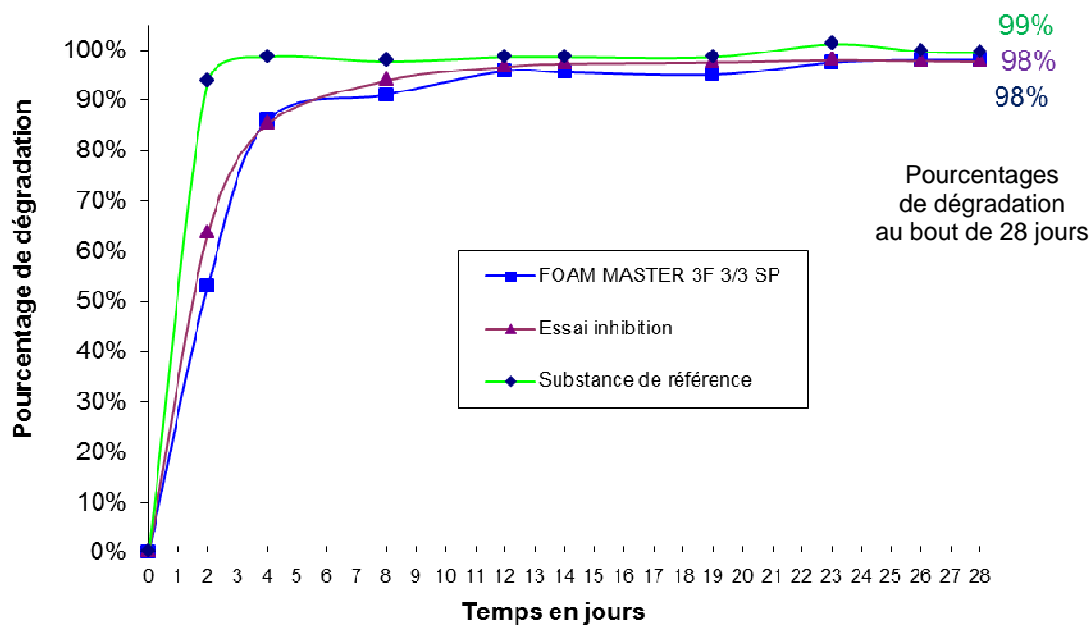
### Suivi du COD en mg/L après soustraction du « témoin blanc »

| Temps en jours                         | 0    | 2    | 4   | 8   | 12  | 14  | 19  | 23   | 26  | 28  |
|--|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|------|-----|-----|
| FOAM MASTER 3F 3/3 SP-1                | 20.3 | 8.5  | 2.9 | 1.8 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.5  | 0.5 | 0.4 |
| FOAM MASTER 3F 3/3 SP-2                | 20.3 | 10.5 | 2.9 | 1.8 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 0.5  | 0.4 | 0.4 |
| <i>Moyenne - FOAM MASTER 3F 3/3 SP</i> | 20.3 | 9.5  | 2.9 | 1.8 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.5  | 0.4 | 0.4 |
| Essai inhibition                       | 34.3 | 12.5 | 5.1 | 2.1 | 1.2 | 1.0 | 0.9 | 0.7  | 0.8 | 0.8 |
| Substance de référence                 | 17   | 1.1  | 0.3 | 0.4 | 0.3 | 0.3 | 0.3 | -0.2 | 0.1 | 0.1 |

### Pourcentage de dégradation du COD

| Temps en jours         | 2   | 4   | 8   | 12  | 14  | 19  | 23   | 26   | 28  |
|------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|------|-----|
| FOAM MASTER 3F 3/3 SP  | 53% | 86% | 91% | 96% | 96% | 95% | 98%  | 98%  | 98% |
| Essai inhibition       | 64% | 85% | 94% | 97% | 97% | 98% | 98%  | 98%  | 98% |
| Substance de référence | 94% | 99% | 98% | 99% | 99% | 99% | 101% | 100% | 99% |

### IV.3 Courbes de dégradation du COD



### IV.4 Validité de l'essai

Etant donné que :

- La différence entre les valeurs de mesures de COD du produit étudié est inférieure à 20 % à chaque prélèvement.
- Le pourcentage de dégradation de la substance de référence (acétate de sodium) est supérieur à 70 % (99 %) au quatorzième jour.
- Le degré d'élimination du COD dans l'essai inhibiteur, contenant le composé d'essai et la substance de référence, étant supérieur à 35 % au bout de 14 jours (97 %), l'échantillon n'est pas considéré comme toxique vis à vis de l'ensemencement.

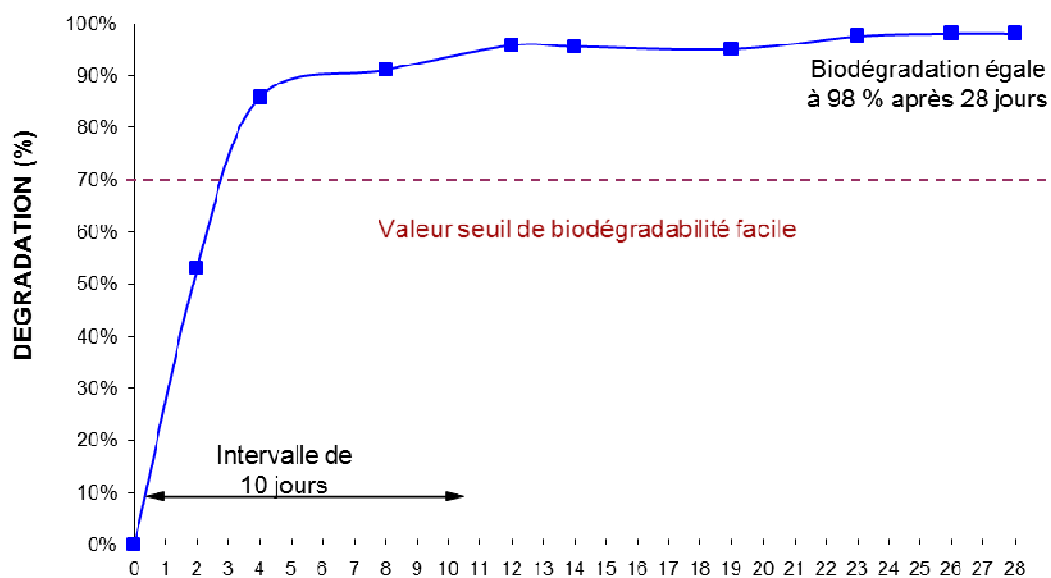
**L'essai est considéré comme valide.**

## V. CONCLUSION

Dans les conditions expérimentales du test :

- L'échantillon « **FOAM MASTER 3F 3/3 SP** » est considéré comme facilement biodégradable :
  - le seuil de diminution du COD de 70 % étant atteint dans l'intervalle de 10 jours (86 % au 4<sup>e</sup> jour de test).
- L'échantillon « **FOAM MASTER 3F 3/3 SP** » est biodégradable à 98 % après 28 jours de test.

NB : la mention « facilement biodégradable » est applicable aux substances pures.



A Maxéville, le 11 juillet 2018  
Yves Barthel, Chef de Service Ecotoxicologie

