

NORME INTERNATIONALE

ISO
9887

Première édition
1992-10-01

Qualité de l'eau — Évaluation, en milieu aqueux, de la biodégradabilité aérobique des composés organiques — Méthode semi-continue par boues activées (Méthode SCAS)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Water quality — Evaluation of the aerobic biodegradability of organic
compounds in an aqueous medium — Semi-continuous activated sludge
method (SCAS)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38283267-3e17-4792-81ec-971e4d17d17b/iso-9887-1992>



Numéro de référence
ISO 9887:1992(F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9887 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 5, *Méthodes biologiques*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

Qualité de l'eau — Évaluation, en milieu aqueux, de la biodégradabilité aérobie des composés organiques — Méthode semi-continue par boues activées (Méthode SCAS)

AVERTISSEMENT — RELATIF À LA SÉCURITÉ — Les boues activées et les eaux usées peuvent contenir des organismes potentiellement pathogènes. Il convient donc de les manipuler avec les précautions appropriées, de même que les composés à expérimenter toxiques ou dont les propriétés ne sont pas connues.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'évaluation de la biodégradabilité (ultime ou primaire) de composés organiques. Les conditions d'essai décrites dans la présente Norme internationale sont beaucoup plus favorables à la biodégradation que celles qui sont spécifiées pour les méthodes d'évaluation de la biodégradabilité décrite dans l'ISO 7827, l'ISO 9408 et l'ISO 9439.

La méthode est applicable à des composés organiques

- a) solubles à la concentration utilisée et dans les conditions de l'essai;
- b) non volatils ou ayant une pression de vapeur négligeable dans les conditions de l'essai;
- c) non susceptibles d'être perdus par formation de mousse à partir de la solution d'essai;
- d) non adsorbables de façon notable sur le verre et des boues activées;
- e) n'ayant pas d'action inhibitrice, à la concentration choisie pour l'essai, sur les micro-organismes utilisés. L'existence d'une action inhibitrice peut être mise en évidence par une méthode appropriée (par exemple celle de l'ISO 8192). Si le composé à expérimenter est toxique, il faut l'utiliser à une concentration plus faible ou employer un inoculum préexposé.

NOTE 1 Les unités SCAS (boues activées semi-continues) peuvent être utilisées, spécifiquement ou

complémentairement, pour produire des boues exposées au composé à expérimenter, afin de déterminer si la boue devient adaptée, pour être utilisée comme inoculum dans d'autres essais de biodégradation.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 7827:1984, *Qualité de l'eau — Évaluation en milieu aqueux de la biodégradabilité aérobie «ultime» des composés organiques — Méthode par analyse du carbone organique dissous (COD)*.

ISO 8192:1986, *Qualité de l'eau — Essai d'inhibition de la consommation d'oxygène par des boues activées*.

ISO 8245:1987, *Qualité de l'eau — Guide pour le dosage du carbone organique total (COT)*.

ISO 9408:1991, *Qualité de l'eau — Évaluation, en milieu aqueux, de la biodégradabilité aérobie «ultime» des composés organiques — Méthode par détermination de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé*.

ISO 9439:1990, *Qualité de l'eau — Évaluation, en milieu aqueux, de la biodégradabilité aérobie «ultime» des composés organiques — Méthode par dosage du dioxyde de carbone dégagé.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 biodégradation ultime: Niveau de dégradation atteint lorsque le composé à expérimenter a été totalement transformé par les micro-organismes en dioxyde de carbone, eau, sels minéraux et nouveaux constituants cellulaires microbiens (biomasse).

3.2 biodégradation primaire: Niveau de dégradation atteint lorsque le composé à expérimenter a subi, sous l'action de micro-organismes, une transformation structurelle quelconque autre que la minéralisation complète.

3.3 matières en suspension (dans une boue activée): Quantité de matières obtenues par filtration ou centrifugation d'un volume connu de boue, dans des conditions définies, et dessiccation à 105 °C jusqu'à masse constante.

4 Principe

Mesurage de la concentration en carbone organique dissous (COD) dans l'effluent d'une unité semi-continue de traitement par boues activées alimentée quotidiennement en eau usée et en composé à expérimenter à une concentration connue, par une méthode de remplissage-soutirage, et comparaison avec la concentration en COD dans l'effluent d'une unité témoin alimentée exclusivement en eau usée. La différence de concentration en COD observée entre ces effluents est supposée être due uniquement au composé à expérimenter résiduel, et le taux de dégradation/élimination est calculé à partir de cette différence et de la concentration initiale (exprimée en termes de COD) du composé à expérimenter ajouté à l'eau usée.

La réalisation d'analyses spécifiques peut apporter des informations supplémentaires sur la biodégradation primaire.

La durée de l'essai n'est pas fixée, mais l'expérience montre qu'elle est comprise entre 12 semaines minimum et 26 semaines maximum.

On utilise une forte concentration en micro-organismes aérobies (1 g/l à 4 g/l de matières en suspension à l'origine) et la durée de rétention effective de l'eau usée est de 36 h. Vu que la boue n'est pas délibérément consommée, la durée de rétention de la boue est élevée. Les matières carbonées présentes dans l'eau usée sont en gé-

néral presque totalement oxydées dans les 8 h suivant le début de chaque cycle d'aération. La boue respire ensuite de façon endogène jusqu'à la fin de la phase d'aération et, pendant cet intervalle de temps, le seul substrat disponible est le composé à expérimenter (à moins que celui-ci ne soit aussi métabolisé rapidement). Ces caractéristiques, ainsi que l'apport quotidien d'inoculum lorsque le milieu est constitué par de l'eau usée d'origine domestique, créent des conditions extrêmement favorables à la fois à l'adaptation et à la biodégradation.

5 Environnement d'essai

L'incubation doit être menée à l'obscurité ou sous lumière diffuse dans une enceinte maintenue à température constante comprise entre 20 °C et 25 °C et ne contenant pas de vapeurs toxiques pour les micro-organismes.

6 Réactifs

6.1 Eau du robinet, contenant moins de 2 mg/l de COD.

6.2 Eau distillée ou déionisée, contenant moins de 2 mg/l de COD.

6.3 Eau usée

6.3.1 Eau usée synthétique

Dissoudre les composés suivants dans 1 litre d'eau du robinet (6.1).

Peptone	160 mg
Extrait de viande (ou 270 mg d'une préparation du commerce peptone-extrait de viande)	110 mg
Urée	30 mg
Chlorure de sodium (NaCl)	7 mg
Chlorure de calcium dihydraté (CaCl ₂ ·2H ₂ O)	4 mg
Sulfate de magnésium heptahydraté (MgSO ₄ ·7H ₂ O)	2 mg
Monohydrogénophosphate de potassium (K ₂ HPO ₄)	28 mg

Pour plus de commodité, il est admis de préparer cette solution sous forme 100 fois plus concentrée, avec de l'eau distillée (6.2), de la conserver à 4 °C pendant 1 semaine au maximum, et de préparer quotidiennement l'eau usée synthétique par dilution appropriée avec de l'eau du robinet (6.1). Après dilution, l'eau usée synthétique contient approximativement 105 mg/l de C, 46 mg/l de N, 5 mg/l de P, et son pH est compris entre 7,0 et 7,5.

6.3.2 Eau usée domestique

Prélever, si possible quotidiennement, de l'eau usée décantée à la sortie du bassin de décantation principal d'une usine de traitement d'eaux usées d'origine principalement domestique. Pour les week-ends, les prélèvements peuvent être conservés à 4 °C. L'eau usée destinée à l'alimentation quotidienne des unités d'essai peut être prélevée dans cette réserve.

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.1 Unités SCAS

Les unités d'aération peuvent être simplement constituées, par exemple, de flacons jaugés munis d'un tube d'aération ou d'un tube avec plaque en verre fritté servant à introduire de l'air sous pression, qui ne doit contenir ni carbone organique ni vapeurs toxiques et doit avoir été présaturé en vapeur d'eau afin de limiter les pertes par évaporation. Elles peuvent également être constituées, par exemple, d'un tube tel que celui qui est représenté figure 1, convenablement fixé et muni d'une tubulure d'arrivée d'air et d'un robinet permettant de soutirer le surnageant de décantation en laissant dans le récipient un tiers du volume total du mélange. Il faut disposer d'une unité d'essai pour chaque composé à expérimenter et d'une unité d'essai pour chaque témoin.

NOTE 2 L'expérience montre qu'un volume de mélange de 150 ml placé dans une unité de 250 ml à 300 ml convient généralement. Il peut toutefois être nécessaire d'utiliser des unités SCAS de plus grand volume (par exemple 1,5 litre) si l'on souhaite également obtenir de la boue exposée qui servira d'inoculum lors d'essais par ajouts séparés destinés au suivi du processus d'adaptation.

7.2 Barboteurs, ou récipients similaires, contenant l'eau destinée à la saturation de l'air en eau.

7.3 Appareil de mesure, de sensibilité suffisante, destiné au dosage du carbone organique dissous (voir ISO 8245).

7.4 Dispositif de filtration, comportant des membranes de porosité adéquate (diamètre nominal des pores de 0,2 µm à 0,45 µm), dans lequel l'adsorption des composés organiques et le relargage du carbone organique ne sont pas significatifs.

7.5 Centrifugeuse.

7.6 pH-mètre.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation des solutions d'essai

Préparer une solution du composé à expérimenter (et si nécessaire du composé de référence, voir note 3) dans l'eau (6.2) de concentration supérieure ou égale à 400 mg/l de COD.

Dans les conditions de l'essai (voir 8.3.2), cette solution d'essai donnera une concentration initiale de 20 mg/l de COD dans l'unité SCAS. Si le composé à expérimenter n'est pas toxique, il est admis d'utiliser des concentrations plus élevées (par exemple 50 mg/l de COD).

S'assurer que le pH du mélange solution d'essai plus eau usée ne diffère pas significativement de celui de l'eau usée seule.

Si nécessaire, ajuster le pH avec une solution acide ou basique inorganique.

NOTE 3 Aucun composé de référence particulier n'est recommandé, mais il peut être utile d'effectuer simultanément l'essai sur l'un des composés (cités en annexe A) qui ont fait l'objet d'une évaluation.

8.2 Préparation de l'inoculum

Prélever un échantillon de boue activée (correspondant à 1 g/l à 4 g/l de matières en suspension) dans le bassin d'aération d'une usine de traitement biologique des eaux résiduaires.

NOTES

4 Suivant les objectifs de l'essai, il peut être nécessaire que l'usine de traitement reçoive des eaux d'origine essentiellement domestique. Pour obtenir autant d'espèces ou de souches bactériennes différentes que possible, il peut être préférable, dans certains cas particuliers, de mélanger des boues de plusieurs origines. La boue activée peut également provenir d'une installation de traitement en laboratoire.

5 Dans certaines circonstances, il est admis d'utiliser des inocula préexposés, à condition que cela soit clairement mentionné dans les résultats d'essai (par exemple: % de biodégradation = x %, avec inocula préexposés) et que la méthode de préexposition soit détaillée dans le rapport d'essai. Des inocula préexposés peuvent être obtenus à partir d'essais de biodégradation en laboratoire effectués dans différentes conditions (par exemple, essais SCAS ou de Zahn-Wellens) ou à partir d'échantillons prélevés à des emplacements où sont réunies les conditions d'environnement appropriées (par exemple, usines assurant le traitement de composés identiques, zones contaminées, etc.).

Conserver l'inoculum jusqu'au moment de l'emploi dans des conditions d'aérobiose, à température ambiante.

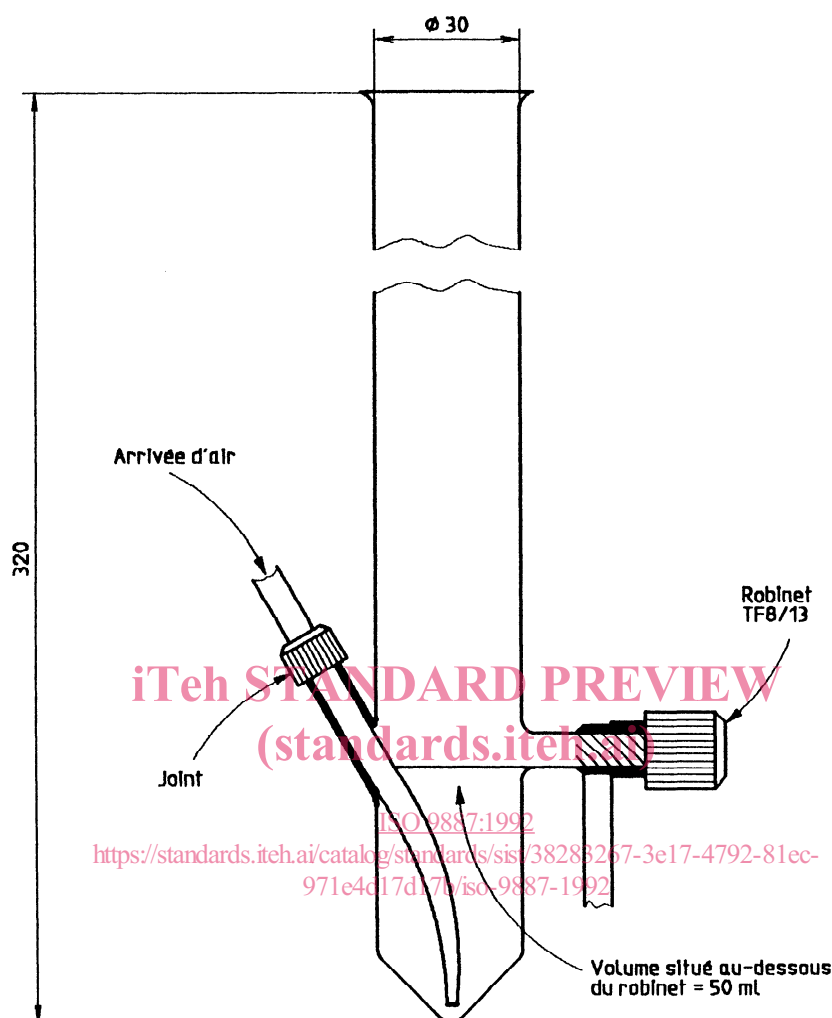


Figure 1 — Exemple d'appareillage d'essai

8.3 Essai

8.3.1 Phase d'équilibrage

Préparer un nombre suffisant d'unités SCAS, c'est-à-dire au moins une par composé à expérimenter et par témoin. Remplir les unités jusqu'au trait (par exemple à 150 ml) avec de la boue activée (voir 8.2) fraîche, et mettre sous aération. L'aération doit être suffisante pour que la boue reste en suspension et que la concentration en oxygène dissous ne descende pas au-dessous de 2 mg/l.

Avant de commencer la décantation, nettoyer les parois internes des unités pour éviter l'accumulation de matières solides au niveau de la surface du liquide ou au-dessus.

Mettre fin à l'aération au bout de 23 h et laisser décanter la boue pendant 30 min, ou plus longtemps

si nécessaire pour permettre la formation d'un surnageant limpide. Ouvrir le robinet de chacune des fioles pour soutirer le volume de surnageant situé au-dessus du niveau du robinet (environ deux tiers du volume total). Dans le cas des flacons, retirer avec précaution le surnageant de façon à laisser dans le flacon environ un tiers du volume total du mélange.

Ajouter à la boue sédimentée résiduelle de l'eau usée domestique (6.3.2) ou synthétique (6.3.1) pour remplacer le volume «d'effluent» soutiré (c'est-à-dire 100 ml), et remettre sous aération.

Centrifuger l'effluent pendant 5 min, à environ 40 000 m/s², ou le filtrer sur membrane (7.4), puis doser le carbone organique.

Répéter l'opération de remplissage-soutirage quotidiennement et analyser les effluents deux à trois fois par semaine.

NOTE 6 Pendant cette phase initiale (qui dure normalement moins de 2 semaines), au cours de laquelle il n'y a pas d'addition du composé à expérimenter, les surnageants deviennent progressivement plus limpides et la concentration de COD dans les effluents tend vers une valeur constante. Cette valeur dépend en grande partie de la nature de l'eau usée traitée. Le taux d'élimination du COD est généralement de l'ordre de 80 %. Lorsque de l'eau usée synthétique est utilisée, plus de 90 % du COD est éliminé.

À la fin de cette phase, mélanger soigneusement les boues décantées individuelles et redistribuer des quantités égales (50 ml) dans chaque récipient.

8.3.2 Phase d'essai

Ajouter 95 ml d'eau usée (naturelle ou synthétique) plus 5 ml d'eau dans les unités témoins, et 95 ml d'eau usée plus 5 ml de solution du composé à expérimenter dans les unités d'essai. Remettre sous aération.

Au bout de 23 h, laisser décanter la boue (comme décrit au troisième alinéa de 8.3.1), soutirer 100 ml de surnageant, centrifuger ou filtrer l'effluent et doser le COD, ou le composé à expérimenter.

Répéter cette opération quotidiennement pendant toute la durée de l'essai ou, en cas d'impossibilité, au moins trois fois par semaine.

Si la concentration de COD dans les effluents évolue rapidement, la mesurer chaque jour. Dans le cas contraire, effectuer les analyses à intervalles moins rapprochés.

Si l'on observe l'existence d'une biodégradation et que la concentration de COD obtenue dans les effluents pour les unités d'essai tend vers celle obtenue pour les unités témoins, poursuivre les analyses jusqu'à obtention d'une différence de concentration constante sur six dosages consécutifs.

Si l'on n'observe pas de biodégradation, effectuer une analyse des effluents deux à trois fois par semaine et poursuivre l'essai pendant 12 semaines minimum, et 26 semaines maximum.

Effectuer chaque fois au moins deux dosages du COD pour chacune des unités. Si l'on souhaite étudier la biodégradation primaire, procéder en outre à une analyse spécifique, par exemple par spectroscopie UV.

Effectuer toutes les analyses aussitôt que possible.

NOTE 7 Si les mesurages doivent être différés de 48 h maximum, conserver les échantillons à 4 °C à l'obscurité et dans des fioles hermétiquement fermées. S'ils doivent être différés de plus de 48 h, ajouter aux échantillons par exemple 20 ml/l d'une solution contenant 10 g/l de chlorure mercurique (HgCl_2) ou une autre substance toxique

inhibant l'activité bactérienne et les conserver à 4 °C. En cas d'addition d'ions chlorure, il faudra prendre des précautions particulières pour les analyses de COD aux faibles concentrations. On peut aussi, au lieu d'ajouter une substance toxique, conserver les échantillons à - 18 °C.

9 Calcul et expression des résultats

Déterminer le taux d'élimination du carbone organique dissous (ou du composé à expérimenter en tant que tel) correspondant à chacune des analyses effectuées d'après l'une des deux équations suivantes:

$$D_d = \frac{\varrho_o - (\varrho_t - \varrho_{Bt})}{\varrho_o} \times 100 \quad \dots (1)$$

$$D_s = \frac{2\varrho_o - 2(\varrho_t - \varrho_{Bt})}{2\varrho_o + (\varrho_t - \varrho_{Bt})} \times 100 \quad \dots (2)$$

où

D_d est le taux de disparition du composé en tant que tel ou du COD, exprimé en pourcentage de la quantité ajoutée quotidiennement (comme lors du traitement de l'eau usée);

D_s est le taux de disparition du composé en tant que tel ou du COD, exprimé en pourcentage de la quantité présente en début de journée;

ϱ_o est la concentration, en milligrammes par litre, du composé à expérimenter en tant que tel, ou du COD, ajouté à l'eau usée au début de la phase d'aération;

ϱ_t est la concentration, en milligrammes par litre, du composé à expérimenter en tant que tel, ou du COD, obtenue dans le surnageant de l'unité d'essai à la fin de la phase d'aération;

ϱ_{Bt} est la concentration, en milligrammes par litre, du composé à expérimenter en tant que tel (c'est-à-dire 0) ou du COD obtenue dans le surnageant de l'unité témoin à la fin de la phase d'aération.

Prendre pour valeur du pourcentage de dégradation la moyenne des six dernières valeurs obtenues.

NOTES

8 La concentration de COD dans les effluents des unités témoins dépend du type d'eau usée et de la nature de la boue utilisées. Les valeurs obtenues sont généralement de l'ordre de 5 mg/l à 8 mg/l de COD pour les eaux usées synthétiques (6.3.1), et de 8 mg/l à 20 mg/l de COD pour les eaux usées domestiques. Le taux d'élimination normal du COD dans un système de traitement biologique des eaux usées est d'environ 80 %.

9 Il a été constaté que la dégradation poussée de certains composés peut demander jusqu'à trois mois. Il est donc justifié de conduire l'essai pendant au moins cette durée, mais il est inutile de le poursuivre au-delà de six mois.

10 Le composé expérimenté peut, à la concentration utilisée, avoir une action inhibitrice sur la boue activée. Dans ce cas, le surnageant peut devenir trouble sous l'effet de la lyse, la concentration de COD peut prendre des valeurs anormalement élevées, et il peut y avoir perte de boue lors de la séparation du surnageant. Il convient alors de répéter l'essai en utilisant le composé à expérimenter à une plus faible concentration, à condition qu'il soit possible de déterminer la concentration convenable avec suffisamment d'exactitude.

Il convient d'effectuer un essai de contrôle préalable de la toxicité du composé à expérimenter, par une méthode adéquate (par exemple, celle de l'ISO 8192).

11 Si la disparition du COD résulte uniquement de la biodégradation, elle s'effectue normalement de façon progressive sur plusieurs jours ou plusieurs semaines, sauf si l'adaptation est soudaine, auquel cas la disparition

s'effectue brusquement en un jour ou deux au bout de plusieurs semaines. (Voir figure 2.)

Toutefois, l'adsorption physico-chimique peut jouer un rôle non négligeable. Dans ce cas, on observera une disparition complète ou, du moins, une élimination importante du COD dès son ajout. La suite du processus dépendra de divers facteurs tels que le taux d'adsorption et la concentration des matières en suspension dans l'effluent rejeté. En général, on observe une augmentation progressive, à partir de la valeur initiale faible, de la différence de concentration de COD entre les surnageants de l'unité d'essai et de l'unité témoin par suite de la saturation progressive des sites d'adsorption, jusqu'à stabilisation à une valeur plus ou moins constante (sauf s'il y a adaptation).

Si une nette distinction est à établir entre la biodégradation (ou la dégradation partielle) et l'adsorption, d'autres essais sont nécessaires. Cela peut être réalisé de plusieurs façons, mais la méthode la plus efficace consiste à utiliser la liqueur surnageante ou la boue exposée, comme inoculum, pour un essai au respiromètre (voir ISO 9408) ou un essai de suivi de la production de dioxyde de carbone (voir ISO 9439).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

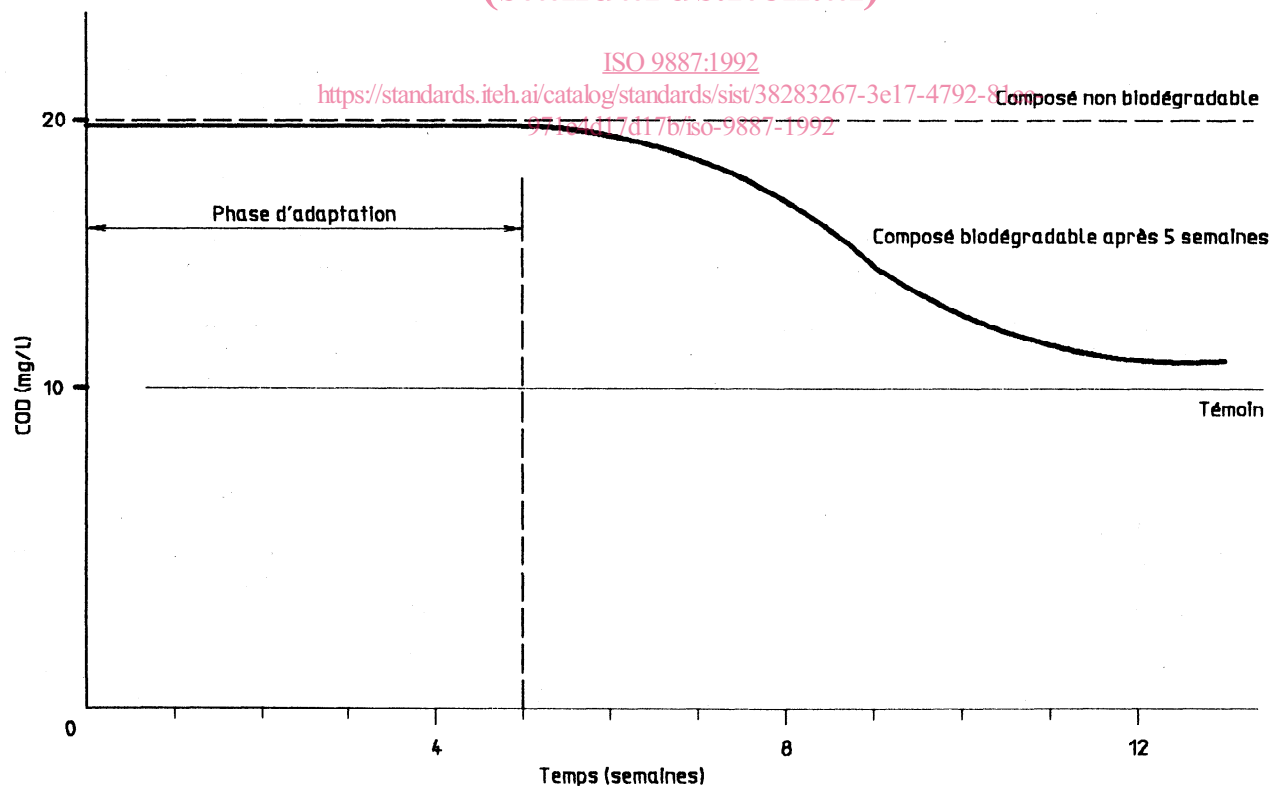


Figure 2 — Courbe d'élimination d'un composé (du COD) lors d'un essai SCAS

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) toutes indications nécessaires à l'identification du composé expérimenté et, le cas échéant, du composé de référence;
- c) origine de la boue activée;
- d) origine des eaux usées domestiques, éventuellement;
- e) ensemble des résultats expérimentaux (durée de la phase d'essai, durée de la phase d'adaptation, taux de disparition maximal, courbe de variation de la concentration de COD dans les effluents des unités d'essai et des unités témoins);
- f) motifs d'un éventuel rejet de l'essai;
- g) tout écart par rapport au mode opératoire spécifié et tout incident susceptible d'avoir affecté les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9887:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38283267-3e17-4792-81ec-971e4d17d17b/iso-9887-1992>