

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11733

Première édition
1995-12-15

**Qualité de l'eau — Évaluation de
l'élimination et de la biodégradabilité des
composés organiques en milieu aqueux —
Essai de simulation des boues activées
(standards.iteh.ai)**

*Water quality — Evaluation of the elimination and biodegradability of
organic compounds in an aqueous medium — Activated sludge simulation
test*

<https://standards.iteh.org/catalog/standards/sist/350925d4-a4cb-4488-b04c-260beb06405b/iso-11733-1995>



Numéro de référence
ISO 11733:1995(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 11733 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 5, *Méthodes biologiques*.

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

ITC STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 11733:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standard/iso/35092514-a4cb-4488-b04c-260beb06405b/iso-11733-1995>

Qualité de l'eau — Évaluation de l'élimination et de la biodégradabilité des composés organiques en milieu aqueux — Essai de simulation des boues activées

AVERTISSEMENT — PRÉCAUTIONS RELATIVES 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 pour l'évaluation de l'élimination et de la biodégradabilité de composés organiques à une concentration donnée sous l'action de micro-organismes aérobies. Les conditions décrites simulent une usine de traitement d'eaux résiduaires.

La méthode est applicable aux composés organiques qui, dans les conditions de l'essai, sont

- a) solubles dans l'eau à la concentration d'essai choisie;
- b) aisément dispersables dans l'eau et qui permettent un mesurage du carbone organique dissous (COD);
- c) non volatils ou qui ont une pression de vapeur négligeable;
- d) sans effets inhibiteurs vis-à-vis des micro-organismes de l'inoculum à la concentration d'essai. L'inhibition peut être déterminée par une méthode appropriée (par exemple celle de l'ISO 8192).

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 6060:1989, *Qualité de l'eau — Détermination de la demande chimique en oxygène.*

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.*

ISO 9888:1991, *Qualité de l'eau — Évaluation, en milieu aqueux, de la biodégradabilité aérobie des composés organiques — Essai statique (Méthode Zahn-Wellens).*

ISO 10304-2:1995, *Qualité de l'eau — Dosage des anions dissous par chromatographie des ions en phase liquide — Partie 2: Dosage des ions bromure, chlorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate dans les eaux usées.*

ISO 10634:1995, *Qualité de l'eau — Lignes directrices pour la préparation et le traitement des composés organiques peu solubles dans l'eau en vue de l'évaluation de leur biodégradabilité en milieu aqueux.*

ISO 11732:—¹⁾, *Qualité de l'eau — Détermination d'azote ammoniacal par analyse de l'écoulement et détection spectrométrique.*

ISO 11923:—¹⁾, *Qualité de l'eau — Dosage des matières en suspension par filtration sur filtre en fibres de verre.*

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.

3.3 concentration en matières en suspension: 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.

3.4 préexposition (ou préadaptation): Préincubation d'un inoculum en présence du composé à expérimenter, destinée à accroître l'aptitude de l'inoculum à dégrader le composé. Si ce but est atteint, l'inoculum est dit adapté.

4 Principe

La présente méthode est conçue pour déterminer l'élimination et, dans certaines circonstances, la biodégradation primaire ou ultime des composés organiques solubles dans l'eau sous l'action de micro-organismes aérobies dans un système d'essai

fonctionnant en continu, simulant le processus de biodégradation des boues activées. Un milieu organique aisément biodégradable et le composé organique à expérimenter constituent la source de carbone et d'énergie pour les micro-organismes.

Deux unités d'essai fonctionnant en continu (usines de traitement par boues activées ou récipients poreux) sont mises en fonctionnement en parallèle dans des conditions identiques, avec un temps de rétention d'eau moyen de 6 h et un âge moyen de la boue (temps de rétention de la boue) de 6 jours à 10 jours. Le composé à expérimenter est ajouté, à une concentration comprise, en général, entre 10 mg/l et 20 mg/l de COD, à l'affluent (milieu organique) d'une seule des unités d'essai; la seconde unité est utilisée comme unité témoin afin de déterminer la biodégradation du milieu organique.

Mesurage, dans des échantillons prélevés régulièrement dans les effluents, du COD ou de la demande chimique en oxygène (DCO) et/ou, le cas échéant, de la concentration du composé à expérimenter par analyse spécifique. Détermination de l'élimination du composé à expérimenter par évaluation de la différence entre les concentrations de l'effluent dans l'unité d'essai et l'unité témoin comparée à la concentration en composé à expérimenter de l'affluent. Une valeur de biodégradabilité peut être établie à partir des caractéristiques de l'élimination.

5 Environnement d'essai

L'essai doit être mené sous lumière diffuse ou dans l'obscurité, dans une enceinte exempte de vapeurs toxiques vis-à-vis des micro-organismes et maintenue à une température constante comprise entre 20 °C et 25 °C. Pour des applications spécifiques, il est permis d'utiliser une température d'essai située dans une gamme différente.

6 Produits et réactifs

6.1 Eau du robinet, contenant moins de 3 mg/l de COD.

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

6.3 Milieu organique

Il est permis d'utiliser comme milieu organique une eau usée synthétique ou domestique ou un mélange des deux. Il convient de connaître l'acidité et l'alcalinité du milieu organique. Mesurer la concentration

1) À publier.

en COD ou la DCO de chaque nouveau lot de milieu organique.

6.3.1 Eau usée synthétique

Peptone	160 mg
Extrait de viande	110 mg
Urée	30 mg
Monohydrogénophosphate de potassium anhydre (K_2HPO_4)	28 mg
Chlorure de sodium (NaCl)	7 mg
Chlorure de calcium dihydraté ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$)	4 mg
Sulfate de magnésium heptahydraté ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)	2 mg
Eau du robinet (6.1)	1 litre

Cette eau usée synthétique indiquée à titre d'exemple donne une concentration moyenne en COD dans l'affluent d'environ 100 mg/l. D'autres compositions, plus proches d'eaux usées réelles, avec environ la même concentration en COD, peuvent également être utilisées.

NOTE 1 Si un affluent moins concentré est nécessaire, il convient de diluer l'eau usée synthétique (par exemple 1:1) avec de l'eau du robinet pour obtenir une concentration en COD d'environ 50 mg/l. Une concentration réduite d'eau usée synthétique favorisera la croissance des micro-organismes nitrifiants. Il y a lieu d'utiliser cette modification pour simuler une nitrification dans une usine de traitement d'eaux usées.

6.3.2 Eau usée domestique

Utiliser une eau usée fraîche, décantée et si nécessaire neutralisée, exempte de particules grossières. L'eau usée peut être conservée pendant plusieurs jours à environ 4 °C, s'il est prouvé que le COD ou la DCO n'a pas diminué de façon significative (c'est-à-dire de moins de 20 % environ) pendant la conservation.

6.3.3 Milieu organique avec une capacité tampon améliorée

L'eau usée domestique de faible acidité ou de faible alcalinité préparée à partir d'une eau du robinet de faible acidité ou de faible alcalinité peut nécessiter l'ajout d'un tampon approprié, par exemple un tampon de carbonate ou de phosphate, pour maintenir le pH à environ $7,5 \pm 0,5$ dans le récipient d'aération pendant l'essai. Dans ce cas, ajouter, par exemple, 196 mg d'hydrogencarbonate de sodium ($NaHCO_3$) ou 1,5 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) à 1 litre de milieu organique. La quantité de

tampon à ajouter et le moment de l'ajout doivent être décidés pour chaque cas individuellement, en fonction de l'acidité et de l'alcalinité du milieu organique et des valeurs de pH mesurées dans le récipient d'aération.

6.4 Composé à expérimenter

Préparer une solution de concentration appropriée, par exemple 5 g/l du composé à expérimenter dans de l'eau déionisée (6.2).

Déterminer le COD et le carbone organique total (COT) de la solution mère et répéter le mesurage pour chaque nouveau lot. Si la différence entre le COD et le COT est supérieure à 20 %, vérifier la solubilité dans l'eau du composé à expérimenter à la concentration d'essai désirée. Pour s'assurer que le rendement analytique est suffisant (généralement un rendement analytique supérieur à 90 % peut être obtenu), comparer à la valeur théorique la concentration en COD ou en composé à expérimenter, mesurée par analyse spécifique de la solution mère. Vérifier, notamment pour les dispersions, si le COD peut être utilisé comme paramètre d'analyse ou si seule une technique d'analyse spécifique à la substance d'essai peut être utilisée. Pour les dispersions, il est nécessaire de centrifuger les échantillons.

Pour chaque nouveau lot, mesurer le COD, la DCO ou la concentration en composé à expérimenter, au moyen d'analyses spécifiques.

Déterminer le pH de la solution mère. Des valeurs extrêmes de pH indiquent que le composé peut avoir une influence sur le pH de la boue activée dans le système d'essai. Dans ce cas, neutraliser la solution mère avec de petites quantités d'acide ou de base inorganique, en évitant la précipitation du composé à expérimenter, jusqu'à obtention d'un pH de $7 \pm 0,5$.

7 Appareillage

7.1 Système d'essai

Le système d'essai pour un composé à expérimenter est constitué d'une unité d'essai et d'une unité témoin. Une unité témoin peut être utilisée pour plusieurs unités d'essai. En cas de fonctionnement par «unités couplées» (voir 8.2.5), utiliser une unité témoin pour une unité d'essai. Le système d'essai doit être soit un modèle d'usine de traitement par boues activées, soit un récipient poreux (voir annexe A). Dans les deux cas, des récipients de stockage d'une taille suffisante pour l'affluent et l'effluent, ainsi que des pompes pour ajouter l'affluent, sont nécessaires.

Chaque unité de traitement par boues activées est constituée d'un récipient d'aération d'une capacité d'environ 3 litres de boues activées et d'un séparateur (décanteur secondaire) d'une capacité d'environ 1,5 litre. Il est permis d'utiliser des récipients de tailles différentes s'ils fonctionnent avec des charges hydrauliques comparables. S'il s'avère impossible de maintenir dans l'enceinte d'essai la température dans la gamme souhaitée, l'utilisation de récipients à double enveloppe remplie d'eau dont la température est contrôlée est recommandée. Pour recycler la boue activée du séparateur au récipient d'aération, utiliser de façon continue ou intermittente une pompe doseuse ou une pompe à air comprimé.

Le système du récipient poreux est constitué d'un cylindre intérieur poreux à fond conique suspendu dans un récipient légèrement plus grand de même forme, mais fait d'un matériau imperméable. La séparation de la boue du milieu organique traité s'effectue par passage différentiel à travers la paroi poreuse. Aucune décantation ne se produisant, il n'y a donc pas de retour de boue. Les récipients poreux peuvent parfois se boucher et donc provoquer un débordement dans les phases initiales. Si tel était le cas, remplacer le récipient par un récipient propre en transvasant soigneusement la boue. Nettoyer les récipients bouchés en les trempant dans une solution diluée d'hypochlorite de sodium, puis dans l'eau. Rincer ensuite abondamment avec de l'eau.

NOTE 2 Le cylindre poreux peut être en polyéthylène poreux (Vyon, par exemple, de porosité maximale de 90 μm et de 2 mm d'épaisseur).

Il est nécessaire d'utiliser des techniques appropriées pour l'aération de la boue dans les récipients d'aération des deux systèmes, par exemple des frittés (diffuseurs) et de l'air comprimé. Si nécessaire, l'air doit être purifié en le faisant passer à travers un filtre approprié, puis en le lavant. Une quantité suffisante d'air doit passer à travers le système pour maintenir, pendant toute la durée de l'essai, des conditions aérobie constantes.

7.2 Appareillage analytique

Analyseur de carbone de laboratoire afin de déterminer le COD et le COT (voir l'ISO 8245) ou appareillage pour la détermination de la DCO (voir l'ISO 6060). Si nécessaire, appareillage approprié pour des analyses spécifiques. Appareillage permettant la détermination des matières en suspension, du pH, de la concentration en oxygène dans l'eau, de la température, de l'acidité et de l'alcalinité et, si l'essai est réalisé dans

des conditions nitrifiantes, de l'ammonium, des nitrites et des nitrates.

7.3 Appareillage de filtration ou de centrifugation

Dispositif de filtration à membranes filtrantes de porosité appropriée (ouverture nominale de 0,45 μm de diamètre) dans lequel l'adsorption des composés organiques ou le relargage du carbone organique sont réduits au minimum. S'il y a relargage de carbone organique avec les filtres utilisés, les laver soigneusement à l'eau chaude afin d'éliminer le carbone organique.

Centrifugeuse pouvant fonctionner à 40 000 m/s^2 .

8 Mode opératoire

Le présent mode opératoire est décrit pour les unités de traitement par boues activées. Il doit être légèrement adapté pour le système du récipient poreux.

8.1 Préparation de l'inoculum

Ensemencher, dès le début de l'essai, le système d'essai avec soit de la boue activée, soit un inoculum faiblement concentré en micro-organismes. Maintenir l'inoculum aéré à température ambiante jusqu'à utilisation et l'utiliser dans les 24 h.

Dans le premier cas, prélever un échantillon de boue activée dans le bassin d'aération d'une usine de traitement biologique des eaux résiduaires en fonctionnement ou dans une installation de traitement en laboratoire recevant essentiellement des eaux usées d'origine domestique.

NOTE 3 S'il est nécessaire de simuler des conditions nitrifiantes, il convient d'utiliser les boues activées d'une usine de traitement des eaux usées par nitrification.

Déterminer la concentration en matières en suspension (par exemple selon l'ISO 11923). Si nécessaire, concentrer la boue par décantation de sorte que le volume ajouté au système d'essai soit minimal. Veiller à ce que la concentration de départ en matière sèche soit d'environ 2,5 g/l.

Dans le second cas, utiliser comme inoculum 2 ml/l à 10 ml/l d'un effluent provenant d'une usine de traitement biologique des eaux usées domestiques. Pour obtenir autant d'espèces de bactéries différentes que possible, il peut être utile d'ajouter des inocula d'origines différentes, provenant, par exemple, d'eaux de surface. Dans ce cas, la boue activée se développera dans le système d'essai.

8.2 Essai

8.2.1 Addition du milieu organique

Assembler les systèmes d'essai (7.1) dans une enceinte où la température est contrôlée (article 5) ou utiliser des unités d'essai à double enveloppe remplie d'eau.

Préparer une quantité suffisante de milieu organique (6.3). Remplir d'abord le récipient d'aération et le séparateur avec le milieu organique puis ajouter l'inoculum (voir 8.1). Démarrer l'aération pour que la boue reste en suspension dans des conditions aérobies, puis commencer à ajouter l'affluent.

Prélever dans les récipients de stockage le milieu organique et le transvaser dans les récipients d'aération (voir 7.1) des unités d'essai et témoin. Afin d'obtenir le temps de rétention hydraulique normal de 6 h, pomper le milieu organique à raison de 0,5 l/h dans le récipient d'aération, de préférence par intermittence, afin d'améliorer l'aptitude à la décantation de la boue. Mesurer la quantité de milieu organique ajouté dans les unités.

Si le milieu organique est préparé pour une période supérieure à un jour, il est nécessaire de le refroidir à une température de 4 °C ou d'utiliser une méthode de conservation appropriée, afin d'empêcher tout phénomène de croissance microbienne ou de biodegradation hors des unités d'essai (voir 6.3.2).

Si des eaux usées synthétiques sont utilisées, il est possible d'ajouter séparément une solution mère d'eaux usées synthétiques (par exemple 10 fois la concentration indiquée en 6.3.1) et la quantité correspondante d'eau du robinet afin d'obtenir la concentration en COD ou la DCO souhaitée dans l'affluent. Conserver la solution mère au réfrigérateur à environ 4 °C et l'utiliser directement.

8.2.2 Addition du composé à expérimenter

Ajouter des quantités appropriées de la solution mère du composé à expérimenter (6.4) dans le récipient où l'affluent est conservé ou l'ajouter directement dans le récipient d'aération, en continu ou en discontinu à l'aide d'une pompe séparée. Il convient que la concentration d'essai moyenne normale dans l'affluent soit comprise entre 10 mg/l et 20 mg/l de COD, la concentration la plus élevée ne dépassant pas 50 mg/l. Si la solubilité dans l'eau du composé à expérimenter est faible ou si des effets toxiques sont susceptibles de se produire, réduire la concentration d'essai à 5 mg/l de COD ou moins, mais seulement si l'on dispose d'une analyse spécifique. Des substances à expérimenter dispersées, faiblement solu-

bles dans l'eau, peuvent être ajoutées par des techniques spécifiques d'ajouts. Pour plus d'informations, voir l'ISO 10634.

Ajouter le composé à expérimenter dès le début de l'essai ou seulement après stabilisation du système et élimination efficace (80 % environ) du COD du milieu organique. Il est important de vérifier que toutes les unités fonctionnent avec la même efficacité. La procédure consistant à faire un ajout direct croissant dès le début de l'essai présente l'avantage d'améliorer l'aptitude de la boue activée à s'adapter au composé à expérimenter.

NOTE 4 Afin de connaître avec précision la quantité de composé à expérimenter ajoutée au système d'essai, il est recommandé de déterminer le volume dans le récipient de stockage à intervalles réguliers ou de mesurer le débit.

8.2.3 Manipulation des boues activées

Normalement, la concentration en boues activées se stabilise pendant l'essai, quel que soit l'inoculum utilisé, dans la gamme de 1 g/l à 3 g/l, en fonction de la qualité et de la concentration du milieu organique, des conditions de l'essai, de la nature des micro-organismes présents et de l'influence du composé à expérimenter.

Ou bien déterminer les matières en suspension dans le récipient d'aération au moins chaque semaine et rejeter la boue en surplus afin de maintenir la concentration entre 1 g/l et 3 g/l ou bien, de préférence, veiller à ce que l'âge moyen de la boue soit maintenu de façon constante à une valeur comprise entre 6 jours et 10 jours. Si l'on choisit, par exemple, une période de 8 jours, prélever chaque jour 1/8 du volume de boues activées contenu dans le récipient d'aération et le rejeter. Effectuer cette opération quotidiennement ou au moyen d'une pompe automatique fonctionnant de façon intermittente.

NOTE 5 Dans les unités reproduisant une usine de traitement par boues activées, une mauvaise décantation ou des pertes de boue peuvent se produire. Cela peut être corrigé par un certain nombre d'actions qui peuvent être menées en parallèle dans les unités d'essai et dans les unités témoins:

- de la boue fraîche ou un flocculant peut être ajouté(e) à intervalles réguliers (par exemple 1 fois par semaine);
- le milieu organique peut être versé régulièrement dans le récipient d'aération (par exemple de 3 min à 10 min toutes les heures);
- la boue peut être prélevée de temps en temps du séparateur à l'aide d'une pompe et passée dans le récipient d'aération (par exemple 5 min toutes les 2,5 h afin de recycler de 1 l/h à 1,5 l/h);

- l'air soulevé par la pompe péristaltique peut être remplacé et un écoulement de recirculation de boue équivalent à celui de l'affluent peut être utilisé;
- l'air peut être passé par à-coups dans la boue contenue dans le séparateur (par exemple 10 s toutes les heures);
- un agent non toxique, antimousse, à la concentration minimale peut être utilisé pour empêcher des pertes par mousse (par exemple de l'huile de silicone);
- un flocculant approprié, par exemple environ 2 ml par récipient d'une solution de chlorure de fer(III) (50 g/l de FeCl_3) peut être ajouté; s'assurer qu'il ne se produit aucune réaction ou précipitation du composé à expérimenter.

Pendant toute la durée de l'essai, prélever, au minimum chaque jour, la boue adhérant aux parois du récipient d'aération et du séparateur et la remettre en suspension. Vérifier et nettoyer régulièrement tous les tuyaux pour éviter qu'un film biologique ne se développe. Si un âge précis de boue est demandé, prélever de la boue du récipient d'aération au minimum chaque jour. Recycler la boue décantée du séparateur vers le récipient d'aération, de préférence par pompage intermittent.

8.2.4 Échantillonnage et analyses

À intervalles réguliers, mesurer la concentration en oxygène dissous, la température et le pH des boues activées dans les récipients d'aération. Veiller à ce que l'oxygène disponible soit toujours en quantité suffisante (> 2 mg/l) et que la température soit toujours dans la gamme voulue (normalement entre 20°C et 25°C). Maintenir le pH à $7,5 \pm 0,5$ en ajoutant, dans le récipient d'aération ou dans l'affluent, de petites quantités de base ou d'acide inorganiques, ou encore en augmentant le pouvoir tampon du milieu organique (voir 6.3.3). La fréquence des mesurages dépend des paramètres à mesurer et de la stabilité du système et cette fréquence peut être de quotidienne à hebdomadaire.

Mesurer le COD, la DCO ou la concentration en composé à expérimenter par des analyses spécifiques dans l'affluent, ou estimer ces paramètres à partir de la concentration de la solution mère du composé à expérimenter (6.4), du milieu organique (6.3) et des quantités ajoutées à l'unité d'essai.

NOTE 6 Pour limiter les variations dans les données de la concentration de l'affluent, il est recommandé de calculer la concentration en COD, la DCO ou la concentration en composé à expérimenter à partir de la solution mère et non directement à partir de l'affluent. Pour chaque nouveau lot de solution mère du composé à expérimenter et du milieu organique, il convient de mesurer cette concentration.

Prélever de l'effluent recueilli des échantillons appropriés (par exemple composites sur 24 h), les filtrer ou les centrifuger à environ $40\,000$ m/s² pendant environ 15 min. Il est préférable de les centrifuger si la filtration est difficile. Déterminer le COD et la DCO au moins en double pour mesurer la biodégradation ultime et, si nécessaire, la biodégradabilité primaire, par analyse spécifique du composé à expérimenter.

NOTES

7 Le choix de la DCO comme paramètre supplémentaire peut causer des problèmes d'analyse à de faibles concentrations et n'est donc recommandé que si la concentration d'essai utilisée est suffisamment élevée (environ 30 mg/l).

8 En présence de composés à expérimenter à forte adsorption, il est recommandé de mesurer la quantité de substance adsorbée sur la boue par une technique d'analyse spécifique à la substance à expérimenter.

La fréquence d'échantillonnage est fonction de la durée prévue pour l'essai. La fréquence recommandée est de trois échantillons par semaine. Une fois que les unités fonctionnent efficacement, laisser passer de 1 semaine à 6 semaines maximum après l'ajout du composé à expérimenter pour que l'ensemble se stabilise. L'évaluation du résultat d'essai nécessite un minimum de 15 valeurs valides dans la phase en plateau. Il peut être mis fin à l'essai si un taux suffisant d'élimination est atteint (par exemple $> 90\%$) et si ces valeurs sont disponibles. En règle générale, la durée de l'essai ne doit pas dépasser 12 semaines après ajout du composé à expérimenter.

Si la boue se nitrifie et si les effets du composé à expérimenter sur la nitrification doivent être étudiés, analyser les échantillons prélevés dans l'effluent des unités d'essai et témoins, au moins une fois par semaine pour déterminer leur teneur en ammonium et/ou nitrite plus nitrate. Utiliser des techniques d'analyse appropriées (par exemple l'ISO 11732, l'ISO 10304-2).

Toutes les analyses doivent être effectuées dès que possible, notamment les dosages de l'azote. Si les analyses doivent être reportées, il faut conserver les échantillons dans l'obscurité dans des flacons pleins hermétiquement fermés, à une température d'environ 4°C . Si les échantillons doivent être conservés pendant plus de 48 h, il faut les congeler ou les acidifier (par exemple 10 ml/l d'une solution d'acide sulfurique à 400 g/l) ou y ajouter une substance toxique appropriée (par exemple 20 ml/l d'une solution de chlorure de mercure(II) à 10 ml/l). Veiller à ce que la technique de conservation n'influe pas sur la concentration des échantillons.

8.2.5 Couplage d'unités d'essai

Si l'essai est effectué par unités couplées, échanger chaque jour la même quantité de boues activées (de 150 ml à 1 500 ml pour les récipients d'aération contenant 3 litres de boues activées) entre les récipients d'aération de l'unité d'essai et de l'unité témoin. En présence d'une forte adsorption du composé d'essai sur la boue, ne changer que le surnageant des séparateurs. Utiliser un facteur de correction pour calculer les résultats d'essai (voir 9.1) si l'essai est effectué par unités couplées.

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Calcul du taux d'élimination

Déterminer le pourcentage d'élimination du carbone organique dissous (COD) ou de la demande chimique en oxygène (DCO) du composé à expé-

$$DR = \frac{T - (E - E_0)}{T} \times 100 \quad (1)$$

où

DR est le taux d'élimination du COD ou de la DCO du composé à expérimenter, exprimé en pourcentage, au temps *t*;

T est la valeur du COD ou de la DCO dans l'affluent due au composé à expérimenter, en milligrammes par litre, de préférence estimée à partir de la solution mère;

E est la valeur mesurée du COD et de la DCO, en milligrammes par litre, au temps *t* dans l'effluent d'essai;

*E*₀ est la valeur mesurée du COD et de la DCO, en milligrammes par litre, au temps *t* dans l'effluent témoin.

Le taux d'élimination du COD ou de la DCO du milieu organique dans l'unité témoin est une information utile pour évaluer l'activité de biodégradation de la boue activée pendant l'essai. Calculer le taux d'élimination à l'aide de l'équation (2):

$$DB = \frac{T_m - E_0}{T_m} \times 100 \quad \dots (2)$$

où

DB est le taux d'élimination du COD ou de la DCO du milieu organique dans l'unité témoin, exprimé en pourcentage, au temps *t*;

*T*_m est la valeur du COD ou de la DCO du milieu organique dans l'affluent témoin, en milligrammes par litre, mesurée ou calculée à partir de la solution mère.

Déterminer l'élimination du composé à expérimenter, mesurée par des méthodes d'analyse spécifiques, à l'aide de l'équation (3):

$$DS = \frac{T_s - E_s}{T_s} \times 100 \quad \dots (3)$$

où

DS est le taux d'élimination du composé à expérimenter, exprimé en pourcentage, au temps *t*;

*T*_s est la concentration du composé à expérimenter mesurée ou estimée, en milligrammes par litre, dans l'affluent;

*E*_s est la concentration du composé à expérimenter mesurée au temps *t*, en milligrammes par litre, dans l'effluent d'essai.

Si le mode choisi est celui des unités couplées, compenser la dilution du composé à expérimenter dans le récipient d'aération par l'échange de boues à l'aide d'un facteur de correction (voir annexe C). Si un temps de rétention hydraulique moyen de 6 h et un échange de la moitié du volume de boues activées ont été effectués, les valeurs quotidiennes d'élimination (*DR*) doivent être corrigées à l'aide de l'équation (4) pour obtenir le taux d'élimination (*DR*_c) du composé à expérimenter.

$$DR_c = \frac{4}{3} DR - \frac{100}{3} \quad \dots (4)$$

9.2 Expression des résultats

Établir la courbe de l'élimination *DR* (ou *DR*_c) et *DS*, le cas échéant, en fonction du temps (par exemple voir l'annexe B). À partir de la courbe d'élimination du composé à expérimenter, il est possible de recueillir les informations suivantes pour identifier une courbe de biodégradation.

9.2.1 Adsorption du composé à expérimenter

Si l'on observe dès le début de l'essai une forte élimination du COD, il est très probable que le composé à expérimenter soit éliminé par adsorption sur la boue activée. Cet effet peut être démontré en faisant subir à la boue activée un essai statique (ISO 9888) ou en déterminant par des analyses spécifiques la quantité adsorbée de composé à expérimenter.

9.2.2 Phase d'adaptation

De nombreux composés à expérimenter nécessitent, aussi bien dans un système d'essai statique que dans un système d'essai en continu, une phase dite d'adaptation permettant à la bactérie de dégradation de s'acclimater ou de s'adapter ainsi que de croître. Aucune élimination du composé à expérimenter, ou presque, ne peut être observée pendant la phase d'adaptation. La fin de la phase d'adaptation et le début de la phase de biodégradation sont atteints lorsque, pour une substance non adsorbante, environ 10 % du composé à expérimenter initial a été éliminé. La phase d'adaptation est souvent très variable et peu reproductible.

9.2.3 Phase en plateau

La phase en plateau d'une courbe d'élimination dans un essai en continu se définit comme la phase où se produit la dégradation maximale. La phase en plateau doit durer au moins 3 semaines et doit se fonder sur environ 15 valeurs mesurées valides.

9.2.4 Taux d'élimination moyen du composé à expérimenter

Calculer la valeur moyenne à partir des valeurs d'élimination de la phase en plateau. Arrondie au nombre entier le plus proche (1 %), elle représente le taux d'élimination du composé à expérimenter. Il est également recommandé de calculer l'intervalle de confiance à 95 % de la valeur moyenne.

9.2.5 Élimination du milieu organique

Établir la courbe du pourcentage d'élimination du COD et de la DCO du milieu organique dans l'unité témoin (DB) en fonction du temps. Indiquer le taux d'élimination de la même manière que pour le composé à expérimenter.

9.3 Indication de la biodégradation

En l'absence d'une adsorption significative de la substance à expérimenter sur la boue activée, et en présence d'une courbe d'élimination dont le profil est

celui d'une courbe de biodégradation type, avec une phase en plateau et une phase d'adaptation, noter l'élimination mesurée du composé à expérimenter comme la valeur de la biodégradation. Si l'adsorption initiale est élevée, l'essai de simulation ne permet pas de différencier les processus d'élimination biologique et abiotique. Dans un tel cas, ou tout autre cas où il persiste le moindre doute quant à la biodégradation (s'il se produit, par exemple, un entraînement gazeux), analyser les composés à expérimenter adsorbés ou effectuer un essai de biodégradation supplémentaire sur la base des paramètres indiquant clairement les processus biologiques, comme l'essai respirométrique (ISO 9408), ou un essai de dosage du dioxyde de carbone produit (ISO 9439). Dans la mesure du possible, utiliser l'inoculum préexposé de l'essai de simulation.

10 Validité de l'essai

L'information sur le pouvoir de biodégradation normal de l'inoculum est obtenue si le taux de dégradation du milieu organique de l'unité témoin est déterminé. Considérer le test comme valide si, au bout de 2 semaines, le taux de dégradation du COD ou de la DCO dans l'unité témoin est supérieur à 80 %, sans que rien d'inhabituel ait été observé.

Si l'essai est effectué dans des conditions nitrifiantes, il convient que la concentration moyenne de l'effluent soit inférieure à 1 mg/l pour l'ammoniaque et à 2 mg/l pour les nitrites.

11 Rapport d'essai

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

- référence à la présente Norme internationale;
- type de système d'essai et temps de rétention hydraulique moyen;
- toutes les informations nécessaires à l'identification du composé à expérimenter: concentrations en COD et en COT de la solution mère, concentration d'essai, raisons d'un essai en dehors de la gamme de 10 mg/l à 20 mg/l de COD et date de l'ajout du composé à expérimenter;
- informations sur l'inoculum, notamment le couplage des unités d'essai et témoin, l'âge moyen de la boue, la qualité de la boue (par exemple gonflement, indice du volume de boue, matières en suspension dans l'effluent);
- type de milieu organique et d'inoculum utilisé;

- f) techniques d'analyse utilisées;
- g) tous les résultats des mesurages effectués (COD, DCO, analyses spécifiques, pH, température, concentration en oxygène, matières en suspension);
- h) toutes les valeurs calculées *DR* (ou *DR_c*), *DB*, *DS* sous forme de tableau, ainsi que les courbes d'élimination;
- i) détails concernant les phases d'adaptation et en plateau, la durée de l'essai, le taux d'élimination du composé à expérimenter et du milieu organique dans l'unité témoin, avec les données statistiques et rapport sur la biodégradabilité et la validité de l'essai;
- j) tout écart par rapport au mode opératoire prescrit et toute circonstance particulière susceptible d'avoir affecté les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11733:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/350925d4-a4cb-4488-b04c-260beb06405b/iso-11733-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/350925d4-a4cb-4488-b04c-260beb06405b/iso-11733-1995>