

|                         |                  |
|-------------------------|------------------|
| Study Sponsor:          | ELF ATOCHEM S.A. |
| Issue Date:             | 12-Mar-96        |
| Document Reference No.: | 96/SAE6/0409/HT  |

|                                      |
|--------------------------------------|
|                                      |
|                                      |
| Biodegradability<br>(OECD 301B)      |
|                                      |
| Author(s): H. Thiebaud<br>A.M. Petit |

English Translation of Report Summary for  
DuPont Chemical Solutions Enterprise  
27-Jan-03

ELF ATOCHEM  
Levallois Applications Center

#### TECHNICAL SUMMARY

The biodegradability study described in this report was effected using the operating procedure described in appendix C.4-C of the Directive 92/69/EEC. This protocol is in agreement with the Directing Outline N° 301 B of OCDE adopted on 17/7/92.

Under the test conditions, the percent biodegradation of [REDACTED] was 48 % in 28 days (plateau).

During the time interval of 10 days following start of the biodegradation phase, the latter reached a level of 47 %.

The substance can be considered to be easily biodegradable according to the Directing Outline 301 of OCDE.

The substance did not show an inhibiting effect towards micro-organisms.

A sterile abiotic control was effected : it showed that the substance does not disappear due to physical and chemical phenomena under the test conditions.

The test validity criteria were respected.

Levallois, le 12/03/96

Référence : 96/SAE6/0409/HT

Séquentiel : [REDACTED]

Etude numéro : 6349/95/A

## RAPPORT D'ETUDE

TITRE :

DÉTERMINATION DE LA BIODÉGRADABILITÉ FACILE  
ESSAI DE DÉGAGEMENT DE CO<sub>2</sub>

AUTEUR(S) : H. THIÉBAUD ; Coll. A. M. PETIT

### RESUME DOCUMENTAIRE :

Détermination de la biodégradabilité «facile» de la substance : [REDACTED],  
en suivant le mode opératoire décrit dans l'annexe C.4-C de la directive CEE  
92/69, et la Ligne Directrice de l'OCDE 301 B (adoptée le 17/7/92).

### MOTS CLES :

[REDACTED] biodégradabilité aérobie ultime facile, 92/69/CEE, C.4-C,  
OCDE/301 B

DESTINATAIRES : M. DEVAUX (DCSF)  
DOC FICHIER TECH

Copies : Chef de Service, Auditeur Qualité, Responsable des Archives,  
Laboratoire d'écotoxicologie, Secrétariat,  
Service Écotoxicité et Sûreté des Produits (DSEP) 21 MARS 1996

L'accréditation par la Section Essais du COFRAC atteste uniquement de la compétence technique des laboratoires pour les essais ou  
analyses couverts par l'accréditation.

Ce rapport comprend 19 pages et 4 feuillets non paginés.

RAPPORT D'ÉTUDE

BIODÉGRADABILITÉ FACILE  
ESSAI DE DÉGAGEMENT DE CO<sub>2</sub>

N° D'ÉTUDE : 6349/95/A

**SOMMAIRE**

|                                                                  |    |
|------------------------------------------------------------------|----|
| SOMMAIRE                                                         | 3  |
| 1. ASSURANCE QUALITÉ                                             | 4  |
| 2. SIGNATURES                                                    | 5  |
| 3. IDENTIFICATIONS                                               | 6  |
| 3.1. Substance d'essai                                           | 6  |
| 3.2. Installation d'essais                                       | 6  |
| 3.3. Demandeur de l'étude                                        | 7  |
| 3.4. Calendrier                                                  | 7  |
| 3.5. Archivage                                                   | 7  |
| 4. OBJECTIF DE L'ÉTUDE                                           | 7  |
| 5. MÉTHODE D'ESSAI                                               | 7  |
| 5.1. Introduction                                                | 7  |
| 5.1.1. Principe                                                  | 7  |
| 5.1.2. Références                                                | 8  |
| 5.1.3. Déviations                                                | 8  |
| 5.2. Matériel et produits                                        | 9  |
| 5.2.1. Matériel                                                  | 9  |
| 5.2.2. Produits et réactifs                                      | 9  |
| 5.2.3. Substance de référence                                    | 9  |
| 5.2.4. Inoculum                                                  | 9  |
| 5.3. Mode opératoire                                             | 10 |
| 5.3.1. Préparation des solutions                                 | 10 |
| 6. RÉSULTATS                                                     | 11 |
| 6.1. Calcul                                                      | 11 |
| 6.2. Résultats de l'étude                                        | 12 |
| 6.3. Clauses de validité de l'étude                              | 12 |
| 7. CONCLUSIONS                                                   | 13 |
| 8. ANNEXES                                                       | 14 |
| 8.1. ANNEXE 1 - Schéma de montage                                | 14 |
| 8.2. ANNEXE 2 - Tableau de résultats et calcul                   | 15 |
| 8.3. ANNEXE 3 - Graphique de la dégradation en fonction du temps | 17 |
| 8.4. ANNEXE 4 - Milieu d'essai                                   | 18 |
| 8.5. ANNEXE 5 - Bulletins d'analyses                             | 19 |

## RESUME TECHNIQUE

L'étude de biodégradabilité décrite dans ce rapport a été réalisée selon le mode opératoire décrit dans l'annexe C.4-C de la Directive 92/69/CEE. Ce protocole est en accord avec la Ligne Directrice de l'OCDE N°301 B adoptée le 17/7/92.

Dans les conditions de l'essai, le pourcentage de biodégradation du [REDACTED] a été de 48% en 16 jours (plateau).

Dans l'intervalle de temps de 10 jours suivant le début de la phase de biodégradation, celle ci a atteint un niveau de 47 %.

La substance ne peut être considérée comme facilement biodégradable selon les critères énoncés dans la ligne directrice 301 de l'OCDE.

La substance n'a pas montré d'effet inhibiteur vis-à-vis des micro-organismes.

Un témoin stérile abiotique a été réalisé : il a montré que la substance ne subit pas de disparition due à des phénomènes physico-chimiques dans les conditions de l'essai.

Les critères de validité de l'essai ont été respectés.

## 1. ASSURANCE QUALITÉ

La présente étude a été réalisée selon les principes de Bonnes Pratiques de Laboratoire de l'OCDE.

Le Service Analyse-Environnement du Centre d'Application de Levallois dispose d'une reconnaissance de conformité aux BPL émise par le Groupement Interministériel des Produits Chimiques en date du 8 mars 1993 et reconduite à la suite d'une inspection réalisée par le Comité Français d'Accréditation, les 19 et 20 avril 1994, conformément au décret n°90-206 du 7 mars 1990, pour les domaines de compétences suivants :

- Études écotoxicologiques sur les organismes aquatiques et terrestres.
- Études portant sur le comportement dans l'eau, dans le sol et dans l'air ; bioaccumulation.

Le laboratoire est accrédité par le COFRAC pour certains essais du programme 26-2 «Essais de détermination de certaines propriétés intrinsèques des substances chimiques : essais écotoxicologiques», et est identifié sous le numéro d'accréditation : 1-0210.

L'Auditeur Qualité du Centre d'Application de Levallois procède à des inspections périodiques et à des vérifications en vue :

- d'établir la concordance de l'étude avec les Principes de Bonnes Pratiques de Laboratoire de l'OCDE,
- de s'assurer que les méthodes, les modes opératoires et les observations sont correctement décrits dans le rapport d'étude et que les résultats indiqués reflètent avec exactitude les données écrites de l'étude.

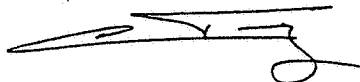
Les dates correspondant à l'audit de cette étude sont données ci-dessous :

28/09/95, 17/10/95, 11/03/96.

L'Auditeur Qualité : D. TAISNE

Date 15/03/96

Signature



Elf Atochem S. A.  
Centre d'Application de Levallois

## 2. SIGNATURES

Nous, soussignés, certifions que les résultats décrits dans ce rapport ont bien été obtenus sous notre responsabilité dans le Service Analyse Environnement du Centre d'Application de Levallois, et reflètent avec exactitude les résultats obtenus lors de cette étude.

Le Chef du Service Analyse Environnement : M. BOURALY

Date

Signature

18/3/96

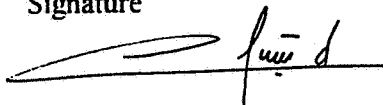


Le Directeur de l'étude : H. THIÉBAUD

Date

Signature

14/3/96



### 3. IDENTIFICATIONS

#### 3.1. Substance d'essai

Dénomination : [REDACTED]

N° du lot :

N° d'enregistrement : 6349/95

Caractéristiques principales :

- apparence : liquide brun

[REDACTED]

- solubilité : totalement soluble dans l'eau

Précaution d'emploi et de conservation : voir FDS.

#### 3.2. Installation d'essais

ELF ATOCHEM  
CENTRE D'APPLICATION DE LEVALLOIS  
SERVICE ANALYSE ENVIRONNEMENT  
95 rue Danton  
92300 LEVALLOIS-PERRET

Directeur de l'étude :

H. THIÉBAUD

Personnel impliqué dans l'étude :

Ingénieur responsable de l'étude : H. THIÉBAUD

Technicien(s) chargé(s) de la réalisation de l'étude : A.M. PETIT

Ingénieur chargé des analyses : F. MANTISI

Technicien(s) chargé(s) des analyses : A. COUTY.

### **3.3. Demandeur de l'étude**

**M. DEVAUX (DCSF)**

**Moniteur de l'étude : Mme BUREAU (DSEP).**

### **3.4. Calendrier**

- Approbation du plan d'étude par le Moniteur de l'étude : 02/10/95
- Début de l'étude : 09/10/95
- Fin de l'étude : 09/11/95
- Rapport d'étude : 12/03/96

### **3.5. Archivage**

Les substances étudiées sont conservées dans le Service Analyse Environnement pendant une durée de 5 ans au maximum.

L'ensemble des documents de l'étude est conservé au moins 10 ans.

## **4. OBJECTIF DE L'ÉTUDE**

L'objectif de cette étude est de déterminer la biodégradabilité aérobie ultime dite «facile» du [REDACTED] par application du mode opératoire décrit dans l'annexe C.4-C de la Directive 92/69/CEE, qui est compatible avec la méthode décrite dans la Ligne Directrice de l'OCDE 301 B adoptée le 17/7/92.

## **5. MÉTHODE D'ESSAI**

### **5.1. Introduction**

#### **5.1.1. Principe**

Un volume connu de milieu minéralensemencé, contenant une concentration connue de substance à étudier (entre 10 et 20 mg/l de COD ou de COT) comme unique source nominale de carbone organique, est aéré dans l'obscurité par passage d'air exempt de dioxyde de carbone sous débit contrôlé. Les substances organiques dissoutes dans l'eau sont biodégradées par des micro-organismes chimio-organotrophes, qui les utilisent comme seule source de carbone et d'énergie. La dégradation est suivie par l'analyse du dioxyde de carbone produit pendant une période de 28 jours et à des intervalles de temps

intermédiaires suffisamment courts pour déterminer l'intervalle de 10 jours et le début et la fin de la biodégradation.

L'activité de l'inoculum est contrôlée au moyen d'une substance de référence. Simultanément, on étudie les effets inhibiteurs éventuels de la substance d'étude vis-à-vis de l'inoculum avec un mélange de la substance de référence et de la substance d'étude. Une série stérile permet également de vérifier si la substance peut subir une dégradation abiotique.

#### 5.1.2. Références

- Annexe de la Directive CEE/92/69 ; Partie C: Méthodes de Détermination de l'Écotoxicité - C.4 Détermination de la Biodégradabilité Facile, partie II : Essai de dégagement de CO<sub>2</sub> (méthode C.4-C). JOCE N°L 383 A du 29/12/92.

- Ligne Directrice de l'OCDE pour les essais de produits chimiques n°301 B : Essai de dégagement de CO<sub>2</sub>, adoptée par le conseil le 17 juillet 1992.

- Plan d'étude du : 26/09/95

- Plan Qualité n°5 : «Biodégradabilité Facile : Essai de dégagement de CO<sub>2</sub>», édition 1, février 1994.

#### 5.1.3. Déviations

La méthode prévoit l'élimination du CO<sub>2</sub> du milieu dans les flacons en début d'essai après addition de l'inoculum et avant introduction des substances d'essai et de référence. Dans le cas présent, la substance d'essai, peu soluble, étant dispersée par mise en émulsion directement dans les flacons d'essai, l'élimination du CO<sub>2</sub> du milieu est réalisée par aération des milieux après addition de la substance et avant introduction de l'inoculum. Parallèlement, ce dernier est préconditionné pour abaisser le niveau de respiration endogène.

Afin d'évaluer la conformité à la cause de validité décrite au § IV.3.2. de la méthode CEE C.4-C précisant que la «teneur en carbone inorganique (CI) de la suspension de la substance à étudier en milieu minéral au début de l'essai doit être inférieure à 5% du carbone total », le CI est mesuré avec l'analyseur MAIHAK TOCOR 100 et sa concentration est comparée à la somme du (COT) introduit dans le milieu minéral par ajout de la substance. Cette opération diffère de celle préconisée dans le plan qualité n° 5 édition 1 rédigé avant que la mesure directe du CI ne soit réalisable. Il était alors procédé à la double mesure directe du (CT) et du COT et la différence de ces concentrations donnait une estimation en CI.

En raison de l'incompatibilité entre les composés fluorés, présents dans la préparation testée, et l'analyseur de carbone, il n'est pas procédé à la vérification expérimentale du niveau de carbone inorganique en début d'essai dans les flacons Ft. cette analyse n'est réalisée que dans les flacons Fb. La clause de validité décrite au § IV.3.2 de la méthode

précisant que "la teneur en carbone inorganique (CI) de la suspension de la substance à étudier en milieu minéral au début de l'essai doit être inférieure à 5% du carbone total", n'est pas vérifiée.

## 5.2. Matériel et produits

### 5.2.1. Matériel

Appareillage courant de laboratoire d'écotoxicologie et, notamment :

- Centrifugeuse thermostatée : JOUAN CT 4-22 ;
- Oxymètre, conductimètre, pH-mètre : combiné multifonctions Jenway 3410 ;
- Le schéma de montage est représenté en annexe 1. Pour chaque unité d'essai, il est constitué, d'amont en aval de :
  - pompe péristaltique GILSON à 4 canaux ,
  - 3 flacons pour le piégeage du CO<sub>2</sub> avec tube plongeur en verre fritté, successivement NaOH 5 M, NaOH 5 M et Ba(OH)<sub>2</sub> 0,0125 M
  - récipients pour essais : flacons en verre de 3 litres,
  - agitateurs magnétiques pour les flacons d'essais,
  - 3 flacons pour le piégeage du CO<sub>2</sub>.

À partir des pièges amont jusqu'aux pièges aval, les gaz circulent dans des tubes en élastomère fluoré faiblement perméable au CO<sub>2</sub> : Viton®, Norprène®.

- Burette de précision de 50 ml pour titration du Ba(OH)<sub>2</sub>.

L'analyse du carbone organique et inorganique en solution au début de l'essai est réalisée au moyen d'un appareil MAIHAK TOCOR 100.

### 5.2.2. Produits et réactifs

Tous les réactifs utilisés pour la préparation du milieu sont de qualité "pour analyse". L'eau provient d'un appareil de production d'eau ultra-pure (ultrafiltration, échange d'ions, charbon actif) muni d'un dispositif de mesure de la résistivité.

### 5.2.3. Substance de référence

Benzoate de sodium de qualité "pour analyse".

### 5.2.4. Inoculum

L'inoculum provient d'effluent secondaire de la station d'épuration biologique urbaine de Versailles. L'effluent est prélevé le 9/10/95 puis aéré jusqu'au jour de l'ensemencement des flacons, où il est centrifugé à environ 20°C pendant 20 mn à 4000 g ; le culot est repris dans un volume de milieu d'essai tel que l'on ait un facteur de concentration d'environ 125 par rapport à l'échantillon prélevé. Une numération sur échantillonneur

pour bactéries totales Totalcount Millipore montre que pour la présente étude, l'inoculum concentré présentait une concentration de :  $7,5 \times 10^6$  bact/ml, ce qui donne  $7,5 \times 10^4$  bact/ml dans le milieu ensemencé final (1% d'inoculum dans le milieu d'incubation).

### 5.3. Mode opératoire

#### 5.3.1. Préparation des solutions

Le milieu d'essai est préparé selon les indications de l'annexe 4.

*Solutions de piégeage et de dosage :*

Soude 5 M, hydroxyde de baryum 0,0125 M, acide chlorhydrique 0,05 M.

*Substances d'essai et de référence :*

Le pourcentage de carbone dans la substance d'essai [REDACTED] déterminé par analyse élémentaire (bulletin d'analyse en annexe 5), est de : 9,96%.

La concentration de la solution mère est calculée pour que le volume de transfert apporte une concentration en carbone dans l'erien fixée, entre 10 et 20 mg COT/l.

La solution de [REDACTED] dans le milieu d'essai à 150,7 mg/l correspond à 15 mg COT/l, soit, pour un volume de 1500 ml par flacon, une masse théorique de  $\text{CO}_2$  de : 82,5 mg $\text{CO}_2$ Th.

Une solution mère de benzoate de sodium trihydraté (57,7%C) dans le milieu d'essai à 3,9 mg/ml, est utilisée à raison de 10 ml pour 1500 ml de milieu, soit 39 mgCOD, soit une masse théorique de  $\text{CO}_2$  de : 2,5 mg $\text{CO}_2$ Th.

Dans le flacon de contrôle d'inhibition, des quantités équivalentes de substance d'essai et de référence sont introduites. Pour ce flacon, la masse théorique de  $\text{CO}_2$  est de : 165 mg $\text{CO}_2$ Th.

#### 5.3.1.1. Conduite des essais

Les essais sont réalisés dans des flacons de 3000 ml, à raison de :

| Série             | Flacons  | Inoculum | mg substance d'essai | Solution mère substance de référence | Solution chlorure mercurique à 1g/l | Milieu d'essai |
|-------------------|----------|----------|----------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|----------------|
| Essai             | Ft1, Ft2 | 15 ml    | 226                  |                                      |                                     | q.s.p. 1500 ml |
| Blanc             | Fb1, Fb2 | 15 ml    |                      |                                      |                                     | q.s.p. 1500 ml |
| Contrôle inoculum | Fc1      | 15 ml    |                      | 10 ml                                |                                     | q.s.p. 1500 ml |
| Blanc système     | Fbs      |          |                      |                                      | 10 ml                               |                |
| Sterile           | Fs       |          | 226                  |                                      | 10 ml                               |                |
| Inhibition        | Fi       | 15 ml    | 226                  | 10 ml                                |                                     | q.s.p. 1500 ml |

La substance d'essai est pesée sur un support inerte (lamelle de microscope) et l'ensemble est déposé dans les flacons Ft, Fs et Fi. 10ml de la solution mère de la substance de référence sont ajoutés dans les flacons Fc et Fi.

L'aération de ces mélanges par de l'air exempt de  $\text{CO}_2$  est démarrée afin de purger le  $\text{CO}_2$ , pendant une nuit. L'inoculum préconditionné est ajouté ; un prélèvement est réalisé dans les flacons Fb pour mesure du CI et les pièges de  $\text{CO}_2$  en aval des flacons d'essais sont branchés. Ces pièges contiennent 50 ml de solution d'hydroxyde de baryum 0,0125 M.

L'incubation a lieu dans une salle thermostatée à  $22 \pm 2^\circ\text{C}$ . Le débit d'air à travers les flacons d'essai est mesuré en début d'essai et en cas de changement de tuyau ou de piège amont.

Le dosage du  $\text{CO}_2$  dégagé et piégé est réalisé à des intervalles déterminés par la vitesse d'avancement de la réaction. Le dioxyde de carbone réagit avec l'hydroxyde de baryum pour donner du carbonate de baryum insoluble. Lorsque le précipité blanc de carbonate de baryum apparaît dans le second piège (après le flacon d'essai), les 3 pièges sont remplacés par des pièges de solution fraîche d'hydroxyde de baryum. Les pièges retirés sont dosés. Au dernier jour de l'essai, après renouvellement des pièges, les flacons d'essai sont acidifiés au moyen de 1 ml d'acide chlorhydrique concentré pour dégager le  $\text{CO}_2$  dissous. Au bout de 24 heures celui-ci est mesuré.

La titration de l'hydroxyde de baryum restant est faite par neutralisation au moyen d'une solution d'acide chlorhydrique, en présence de phénolphthaléine.

## 6. RÉSULTATS

### 6.1. Calcul

Les résultats obtenus sont rassemblés dans les tableaux en annexe 2. Sur la première page sont portés les volumes V d'HCl de neutralisation du  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  restant dans les pièges. Le nombre m de mg de  $\text{CO}_2$  capté est donné par l'équation :

$$m = 1,1 \times (50 - V)$$

La masse de  $\text{CO}_2$  produit par la dégradation de la substance est calculée à partir du  $\text{CO}_2$  issu des flacons Ft déduction faite du  $\text{CO}_2$  produit par l'inoculum. Il en est fait de même pour les flacons Fc et Fi

Les quantités de  $\text{CO}_2$  à chaque dosage et cumulées sont indiquées sur la seconde page de l'annexe 2, ainsi que les pourcentages de dégradation. À partir du cumul du  $\text{CO}_2$ , la dégradation est calculée selon l'équation générale suivante :

$$\% \text{ dégradation} = \frac{\text{mg CO}_2 \text{ produit}}{\text{mg COT ajouté dans l'essai} \times \frac{44}{12}} \times 100$$

Le dénominateur de l'équation exprime le CO<sub>2</sub> théorique pouvant se former à partir de la quantité de carbone organique introduite.

$$\% \text{ de dégradation abiotique} = \frac{\text{CO}_2 \text{ produit par le flacon stérile après 28 jours (mg)}}{\text{CO}_2 \text{ Th (mg)}} \times 100$$

Le graphique en annexe 3 montre le pourcentage de dégradation en fonction du temps pour les séries Ft, Fc et Fi (fioles d'essai, de référence et d'inhibition).

## 6.2. Résultats de l'étude

Le niveau maximal de dégradation du [REDACTED] est de : 48 % en 16 jours.

La phase de latence pour la dégradation de la substance (temps écoulé entre le début de l'essai et 10% de dégradation) est d'environ 1 jour et le pourcentage de dégradation au bout de l'intervalle de temps de 10 jours suivant cette phase de latence est de 47 %.

## 6.3. Clauses de validité de l'étude

La différence entre les valeurs extrêmes obtenues pour Ft1 et Ft2 est inférieure à 20 %.

Le pourcentage de dégradation de la substance de référence (Fc) est supérieur à 60 % en 14 jours.

Dans la fiole Fi, la dégradation de la substance de référence est supérieure à 25 % au cours des 14 premiers jours : la dégradation de la substance de référence n'a donc pas été inhibée par la présence de la substance d'essai.

La quantité cumulée de CO<sub>2</sub> dégagée par les flacons Fb est inférieure à 40 mg/l de milieu, soit 60 mg.

La teneur en carbone inorganique dans la suspension de la substance à étudier en milieu minéral (flacons Ft) au début de l'essai n'a pu être déterminée (cf. § 5.1.3); le critère mentionnant que cette teneur doit être inférieure à 5 % n'a pas été vérifié. La concentration en CI dans les flacons Fb est de : 0,22 mg/l (annexe 5).

## 7. CONCLUSIONS

L'étude de la biodégradabilité aérobie ultime «facile» du [REDACTED] selon la méthode de l'annexe C.4-C de la Directive 92/69/CEE, montre que cette substance présente un niveau maximum de biodégradation de 48%.

Le pourcentage de dégradation au bout de l'intervalle de temps de 10 jours suivant la phase de latence est de 47%.

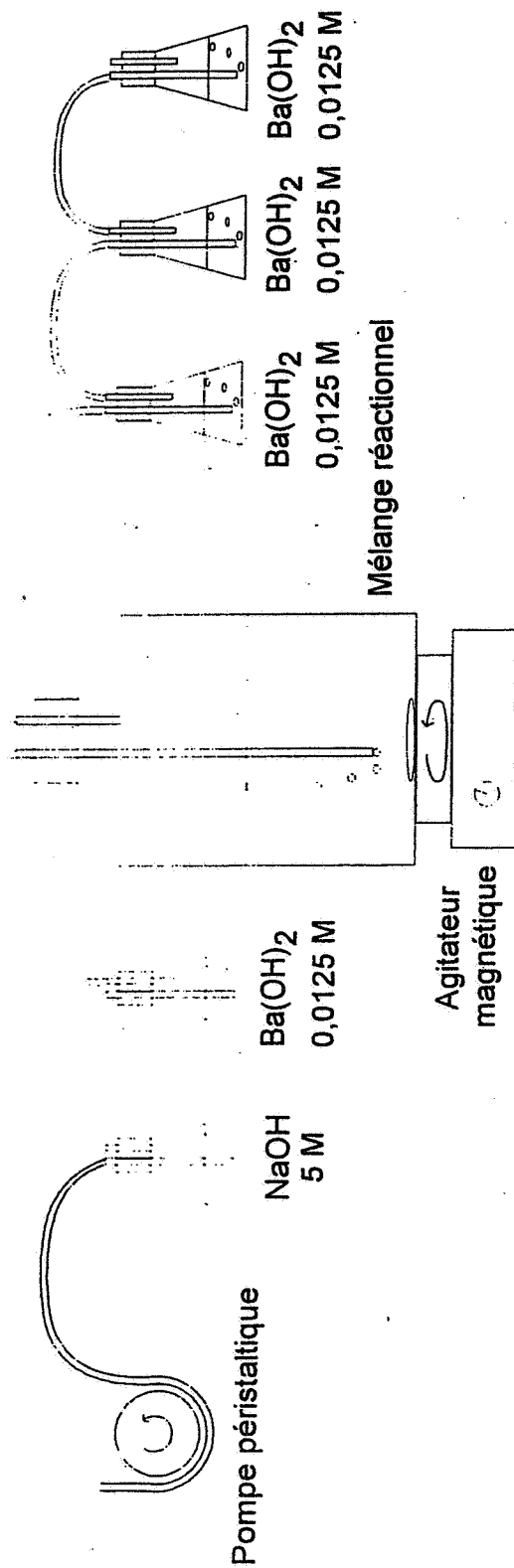
La substance d'essai n'a pas inhibé l'activité de l'inoculum bactérien.

Selon les indications de la Ligne Directrice de l'OCDE 301, une substance est considérée comme facilement biodégradable selon cette méthode si un niveau de 60% de dégradation est atteint dans les 10 jours suivant le début de la phase de dégradation (laquelle débute lorsque 10% du COT a été biodégradé). Ces 60 % doivent être atteints dans la période d'essai de 28 jours.

Selon ces critères, le [REDACTED] n'est pas considéré comme facilement dégradable. En raison du caractère rigoureux de cette méthode, une valeur peu élevée ne signifie pas nécessairement que la substance soumise à l'essai n'est pas biodégradable dans les conditions de l'environnement, mais elle indique que des études complémentaires seront nécessaires pour évaluer sa biodégradabilité.

# 8. ANNEXES

## 8.1. ANNEXE 1 - Schéma de montage



Ce document est notre propriété. Il ne peut être ni copié, ni communiqué à des tiers sans autorisation expresse d'Eiracchem.  
 La reproduction de ce rapport d'étude n'est autorisée que sous forme de fac-similé photographique intégral.  
 RC4C6349.DOC page 14/19

## 8.2. ANNEXE 2 - Tableau de résultats et calcul

### BIODÉGRADABILITÉ FACILE Essai de dégagement de CO<sub>2</sub> 92/69/CEE : C.4-C

|                          |                    |
|--------------------------|--------------------|
| N° d'étude :             | 6349/95/A          |
| Substance étudiée :      |                    |
| Substance de référence : | Benzoate de sodium |

|                          |     |      |            |                        |
|--------------------------|-----|------|------------|------------------------|
|                          | mg  | %C   | mg carbone | mg CO <sub>2</sub> th. |
| Substance étudiée :      | 226 | 10,0 | 22,5       | 82,5                   |
| Substance de référence : | 39  | 57,7 | 22,5       | 82,5                   |
| Série inhibition :       |     |      | 45,0       | 165,0                  |

| VOLUME HCL (ml) | Jour             | 0       | 2    | 5    | 9    | 13   | 16   | 20   | 26   | 28   | 29   |
|-----------------|------------------|---------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Vba             | Baryte           |         | 25,8 | 24,3 | 24,7 | 24,4 | 24,9 | 24,6 | 25,0 | 25,2 | 26,1 |
|                 | nombre de pièges |         | 3    | 4    | 3    | 3    | 3    | 3    | 3    | 3    | 3    |
| Vb              | Fb1              | piège 1 | 24,5 | 35,9 | 23,5 | 23,9 | 24,2 | 23,9 | 23,7 | 24,7 | 25,8 |
|                 |                  | piège 2 | 25,8 | 33,1 | 24,4 | 24,3 | 24,8 | 24,4 | 24,8 | 25,0 | 26,0 |
|                 |                  | piège 3 | 25,5 | 24,3 | 24,6 | 24,4 | 24,7 | 24,5 | 24,9 | 25,0 | 26,0 |
|                 |                  | TOTAL   | ###  | 75,8 | 93,3 | 72,5 | 72,6 | 73,7 | 72,8 | 73,4 | 77,8 |
|                 | Fb2              | piège 1 | 24,7 | 34,5 | 22,9 | 22,8 | 23,7 | 22,8 | 22,0 | 21,9 | 24,0 |
|                 |                  | piège 2 | 25,3 | 35,0 | 24,2 | 24,0 | 24,2 | 23,5 | 22,8 | 23,8 | 25,3 |
|                 |                  | piège 3 | 25,6 | 24,2 | 24,5 | 24,4 | 24,5 | 24,1 | 23,9 | 24,8 | 25,8 |
|                 |                  | TOTAL   | ###  | 75,6 | 93,7 | 71,6 | 71,2 | 72,4 | 70,4 | 68,7 | 75,1 |
|                 | Moyenne Fb       | ###     | 75,7 | 93,5 | 72,1 | 71,9 | 73,1 | 71,6 | 71,1 | 72,6 | 76,5 |
| Vt              | Ft1              | piège 1 | 14,0 | 22,1 | 18,1 | 23,3 | 23,6 | 23,0 | 23,7 | 24,8 | 25,8 |
|                 |                  | piège 2 | 21,8 | 34,0 | 23,9 | 24,0 | 24,1 | 24,2 | 24,7 | 25,1 | 26,0 |
|                 |                  | piège 3 | 24,4 | 23,6 | 24,5 | 24,2 | 24,8 | 24,3 | 25,0 | 25,2 | 26,0 |
|                 |                  | TOTAL   | ###  | 60,2 | 79,7 | 66,5 | 71,5 | 72,5 | 71,5 | 73,4 | 77,8 |
|                 | Ft2              | piège 1 | 16,1 | 20,9 | 20,8 | 22,8 | 23,7 | 22,6 | 23,7 | 24,7 | 25,8 |
|                 |                  | piège 2 | 23,6 | 32,1 | 22,4 | 23,9 | 24,6 | 24,3 | 24,8 | 25,0 | 25,9 |
|                 |                  | piège 3 | 24,5 | 23,0 | 24,4 | 24,2 | 24,7 | 24,0 | 24,9 | 25,0 | 26,0 |
|                 |                  | TOTAL   | ###  | 64,2 | 76,0 | 67,6 | 70,9 | 73,0 | 70,9 | 73,4 | 77,7 |
|                 | Moyenne Ft       | ###     | 62,2 | 77,9 | 67,1 | 71,2 | 72,8 | 71,2 | 73,4 | 74,9 | 77,8 |
| Vc              | Fc1              | piège 1 | 2,1  | 22,1 | 20,2 | 22,3 | 23,8 | 23,5 | 23,4 | 24,8 | 25,7 |
|                 |                  | piège 2 | 17,0 | 28,0 | 23,1 | 23,9 | 24,4 | 23,6 | 24,5 | 24,8 | 25,8 |
|                 |                  | piège 3 | 22,2 | 21,9 | 24,0 | 24,4 | 24,5 | 24,5 | 24,9 | 25,1 | 25,8 |
|                 |                  | TOTAL   | ###  | 41,3 | 72,0 | 67,3 | 70,6 | 72,7 | 71,6 | 72,8 | 77,3 |
|                 | Fc2              | piège 1 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|                 |                  | piège 2 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|                 |                  | piège 3 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|                 |                  | TOTAL   | ###  | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A |
|                 | Moyenne Fc       | ###     | 41,3 | 72,0 | 67,3 | 70,6 | 72,7 | 71,6 | 72,8 | 74,7 | 77,3 |
| Vi              | Fi               | piège 1 | 0,9  | 5,7  | 16,1 | 21,4 | 23,3 | 22,4 | 23,2 | 24,6 | 25,8 |
|                 |                  | piège 2 | 1,3  | 27,1 | 22,5 | 24,2 | 24,5 | 23,9 | 24,7 | 25,0 | 26,0 |
|                 |                  | piège 3 | 18,5 | 23,2 | 24,2 | 24,4 | 24,6 | 24,3 | 25,0 | 25,1 | 26,1 |
|                 |                  | TOTAL   | ###  | 20,7 | 56,0 | 62,8 | 70,0 | 72,4 | 70,6 | 72,9 | 77,9 |
| Vbs             | Fbs              | piège 1 | 25,1 | 35,6 | 24,7 | 24,4 | 24,6 | 24,2 | 24,7 | 25,0 | 26,0 |
|                 |                  | piège 2 | 25,0 | 35,5 | 24,6 | 24,4 | 24,8 | 24,5 | 24,9 | 25,1 | 26,1 |
|                 |                  | piège 3 | 24,9 | 24,1 | 24,7 | 24,4 | 24,8 | 24,6 | 24,9 | 25,1 | 26,1 |
|                 |                  | TOTAL   | ###  | 75,0 | 95,2 | 74,0 | 73,2 | 74,2 | 73,3 | 74,5 | 78,2 |
| Vs              | Fs               | piège 1 | 25,6 | 35,7 | 24,6 | 23,9 | 24,5 | 24,1 | 24,4 | 25,0 | 25,9 |
|                 |                  | piège 2 | 25,8 | 35,6 | 24,7 | 24,3 | 24,6 | 24,2 | 24,9 | 25,1 | 26,0 |
|                 |                  | piège 3 | 25,6 | 24,2 | 24,7 | 24,4 | 24,9 | 24,1 | 24,9 | 25,2 | 26,1 |
|                 |                  | TOTAL   | ###  | 77,0 | 95,5 | 74,0 | 72,6 | 74,0 | 72,4 | 74,2 | 78,0 |

**BIODÉGRADABILITÉ FACILE**  
Essai de dégagement de CO<sub>2</sub>  
92/69/CEE : C.4-C

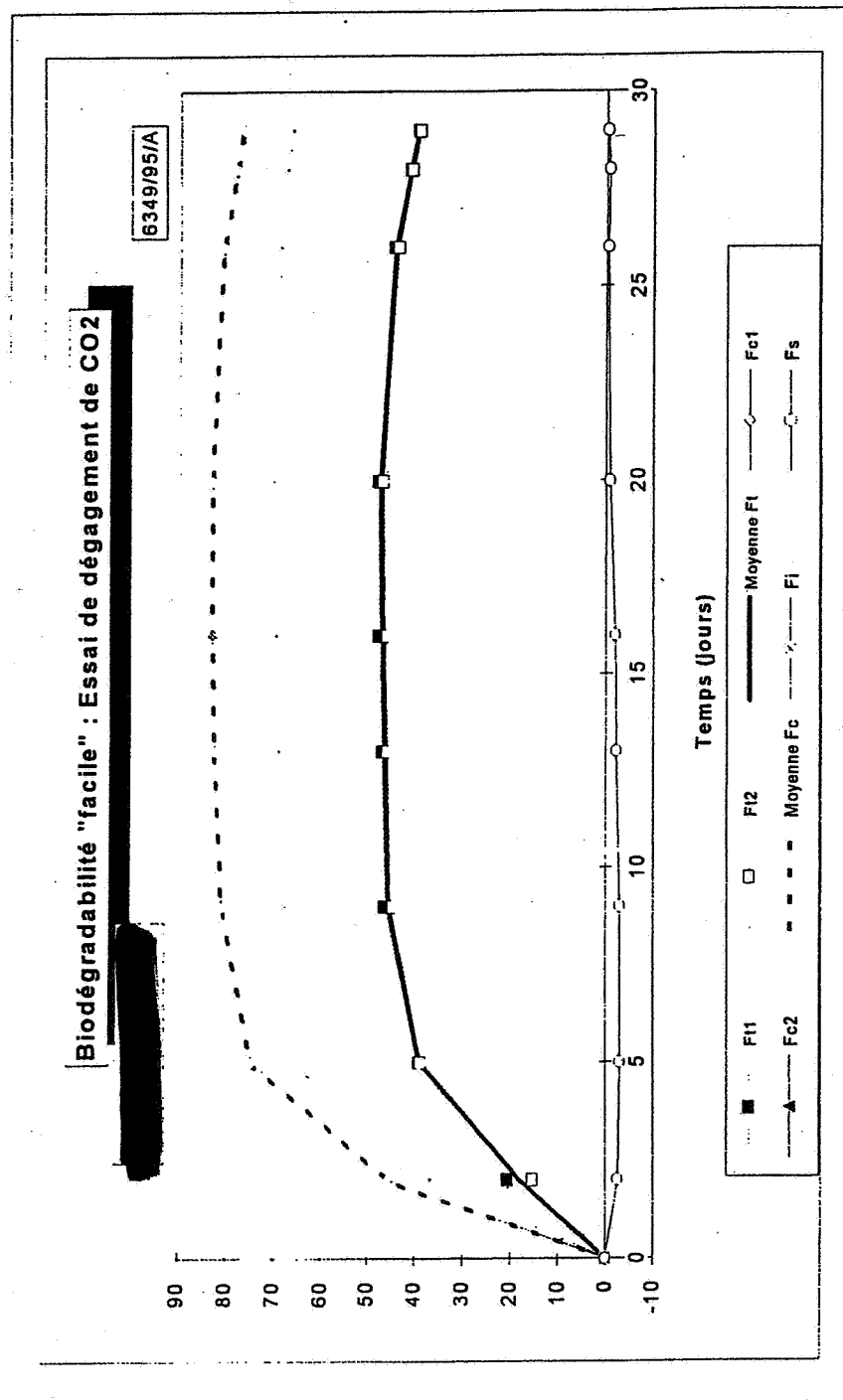
|                          |                    |
|--------------------------|--------------------|
| N° d'étude :             | 6349/95/A          |
| Substance étudiée :      |                    |
| Substance de référence : | Benzoate de sodium |

| CO <sub>2</sub> (mg) / jour | Jour       | 0 | 2    | 5    | 9    | 13   | 16   | 20   | 26   | 28   | 29   |
|-----------------------------|------------|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 1,1*(Vba-Vb)                | Fb1        | 0 | 1,8  | 4,3  | 1,8  | 0,7  | 1,1  | 1,1  | 1,8  | 1,0  | 0,6  |
| 1,1*(Vba-Vb)                | Fb2        | 0 | 2,0  | 3,9  | 2,8  | 2,2  | 2,5  | 3,7  | 6,9  | 5,6  | 3,5  |
| 1,1*(Vba-Vb)                | Moyenne Fb | 0 | 1,9  | 4,1  | 2,3  | 1,4  | 1,8  | 2,4  | 4,3  | 3,3  | 2,0  |
| 1,1*(Vb-Vi)                 | Ft1        | 0 | 17,1 | 15,2 | 6,1  | 0,4  | 0,6  | 0,1  | -2,6 | -2,8 | -1,5 |
| 1,1*(Vb-Vi)                 | Ft2        | 0 | 12,7 | 19,3 | 4,9  | 1,1  | 0,1  | 0,8  | -2,6 | -2,3 | -1,4 |
| 1,1*(Vb-Vi)                 | Moyenne Ft | 0 | 14,9 | 17,2 | 5,5  | 0,8  | 0,3  | 0,4  | -2,6 | -2,5 | -1,4 |
| 1,1*(Vb-Vc)                 | Fc1        | 0 | 37,8 | 23,7 | 5,2  | 1,4  | 0,4  | 0,0  | -1,9 | -2,3 | -0,9 |
| 1,1*(Vb-Vc)                 | Fc2        | 0 | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A |
| 1,1*(Vb-Vc)                 | Moyenne Fc | 0 | 37,8 | 23,7 | 5,2  | 1,4  | 0,4  | 0,0  | -1,9 | -2,3 | -0,9 |
| 1,1*(Vb-Vi)                 | Fi         | 0 | 60,5 | 41,3 | 10,2 | 2,1  | 0,7  | 1,1  | -2,0 | -2,3 | -1,6 |
| 1,1*(Vbs-Vs)                | Fs         | 0 | -2,2 | -0,3 | 0,0  | 0,7  | 0,2  | 1,0  | 0,3  | -0,1 | 0,2  |

| CO <sub>2</sub> cumulé (mg) | Jour | 0    | 2     | 5     | 9     | 13    | 16    | 20    | 26    | 28    | 29 |
|-----------------------------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----|
| Fb1                         | 0,0  | 1,8  | 6,1   | 7,8   | 8,5   | 9,6   | 10,7  | 12,4  | 13,4  | 14,0  |    |
| Fb2                         | 0,0  | 2,0  | 5,8   | 8,6   | 10,8  | 13,3  | 17,1  | 24,0  | 29,6  | 33,1  |    |
| Moyenne Fb                  | 0,0  | 1,9  | 5,9   | 8,2   | 9,6   | 11,4  | 13,9  | 18,2  | 21,5  | 23,5  |    |
| Ft1                         | 0,0  | 17,1 | 32,2  | 38,3  | 38,8  | 39,4  | 39,5  | 36,9  | 34,2  | 32,7  |    |
| Ft2                         | 0,0  | 12,7 | 31,9  | 36,8  | 37,9  | 38,0  | 38,7  | 36,1  | 33,8  | 32,4  |    |
| Moyenne Ft                  | 0,0  | 14,9 | 32,1  | 37,6  | 38,3  | 38,7  | 39,1  | 36,5  | 34,0  | 32,6  |    |
| Fc1                         | 0,0  | 37,8 | 61,5  | 66,7  | 68,1  | 68,5  | 68,5  | 66,6  | 64,3  | 63,4  |    |
| Fc2                         | 0,0  | #N/A | #N/A  | #N/A  | #N/A  | #N/A  | #N/A  | #N/A  | #N/A  | #N/A  |    |
| Moyenne Fc                  | 0,0  | 37,8 | 61,5  | 66,7  | 68,1  | 68,5  | 68,5  | 66,6  | 64,3  | 63,4  |    |
| Fi                          | 0,0  | 60,5 | 101,8 | 111,9 | 114,0 | 114,7 | 115,8 | 113,8 | 111,5 | 109,9 |    |
| Fs                          | 0,0  | -2,2 | -2,5  | -2,5  | -1,9  | -1,7  | -0,7  | -0,3  | -0,4  | -0,2  |    |

| DEGRADATION (%) | Jour | 0    | 2    | 5    | 9    | 13   | 16   | 20   | 26   | 28   | 29 |
|-----------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|----|
| Ft1             | 0    | 21   | 39   | 46   | 47   | 48   | 48   | 45   | 41   | 40   |    |
| Ft2             | 0    | 15   | 39   | 45   | 46   | 46   | 47   | 44   | 41   | 39   |    |
| Moyenne Ft      | 0    | 18   | 39   | 46   | 46   | 47   | 47   | 44   | 41   | 39   |    |
| Fc1             | 0    | 46   | 75   | 81   | 83   | 83   | 83   | 81   | 78   | 77   |    |
| Fc2             | 0    | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A | #N/A |    |
| Moyenne Fc      | 0    | 46   | 75   | 81   | 83   | 83   | 83   | 81   | 78   | 77   |    |
| Fi              | 0    | 37   | 62   | 68   | 69   | 70   | 70   | 69   | 68   | 67   |    |
| Fs              | 0    | -3   | -3   | -3   | -2   | -2   | -1   | 0    | -1   | 0    |    |

### 8.3. ANNEXE 3 - Graphique de la dégradation en fonction du temps



Ce document est notre propriété. Il ne peut être ni copié, ni communiqué à des tiers sans autorisation expresse d'Elf Atochem.  
La reproduction de ce rapport d'étude n'est autorisée que sous forme de fac-similé photographique intégral.  
RC4C6349.DOC page 17/19

#### 8.4. ANNEXE 4 - Milieu d'essai

Le milieu d'essai est réalisé à partir des solutions suivantes:

##### *Solution a*

|                                                                                                    |             |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|----|
| Dihydrogénophosphate de potassium anhydre ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )                             | 8,5         | g  |
| Monohydrogénophosphate de potassium anhydre ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )                           | 21,75       | g  |
| Monohydrogénophosphate de sodium dihydraté ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) | 33,4        | g  |
| Chlorure d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )                                                     | 0,5         | g  |
| Eau ultra-pure,                                                                                    | q.s.p. 1000 | ml |

Le pH de ce mélange est de 7,4

##### *Solution b*

22.5 g de sulfate de magnésium heptahydraté ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dans 1000 ml d'eau ultra-pure.

##### *Solution c*

27.5 g de chlorure de calcium anhydre ( $\text{CaCl}_2$ ) dans 1000 ml d'eau ultra-pure .

##### *Solution d*

0.25 g de chlorure de fer(III) hexahydraté ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dans 1000 ml d'eau ultra-pure.  
Cette solution est préparée le jour du début de l'essai

Pour 1 l de milieu, ajouter à 800 ml d'eau ultra-pure : 10 ml de solution *a*, 1 ml de chacune des solutions *b* à *d* et compléter à 1000 ml avec de l'eau ultra-pure.

Elf Atochem S. A.  
Centre d'Application de Levallois

#### **8.5. ANNEXE 5 - Bulletins d'analyses**

Cette annexe est constituée de 4 feuillets non paginés à la suite de la présente page.

**elf atochem**

**CENTRE D'APPLICATION DE LEVALLOIS**

Levallois Perret le : 06/10/95

**BULLETIN D'ANALYSE**

Référence AGILAN : [REDACTED]

Référence document : 95/SAEf/1020/AC

Référence demande : [REDACTED]

*Destinataire*

**THIEBAUD HERVE  
SAE  
CA LEVALLOIS**

Votre demande : [REDACTED]

Du : 02/10/95

Séquentiel : [REDACTED]

Etude BPL:

Détermination du taux de Carbone d'un échantillon de [REDACTED]

Analyse faite sur CHN/OS CARLO ERBA n°42701  
Coll A Couty  
Copie AM Petit

Responsable d'analyse : **FREDERICK MANTISI**

Visa :



Référence Analyse : [REDACTED]  
Destinataire : **THIEBAUD HERVE**

---

Page : 2/2

• Echantillon : [REDACTED]

| Constituant | Teneur | Unité | Remarque |
|-------------|--------|-------|----------|
| CARBONE     | 10.18  | %     |          |
| CARBONE     | 9.75   | %     |          |

**elf atochem**

**CENTRE D'APPLICATION DE LEVALLOIS**

Levallois Perret le : 12/10/95

**BULLETIN D'ANALYSE**

Référence AGILAN : [REDACTED]

Référence document : 95/SAEf/1054/AC

Référence demande : [REDACTED]

*Destinataire*

**THIEBAUD HERVE  
SAE  
CA LEVALLOIS**

Votre demande : **BIODEGRADABILITE C4C DU** [REDACTED]  
**CID**

Du : 11/10/95

Séquentiel : [REDACTED]

Etude BPL:

Détermination C I D sur essais biodégradabilité C4C du [REDACTED]

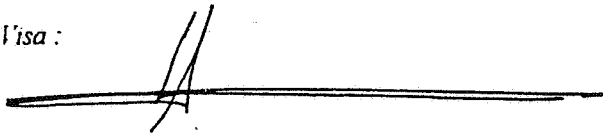
Analyse faite sur TOCOR 100 MAIHAK n° CA 000112

Coll A Couty

Copie AM Petit

Responsable d'analyse : **FREDERICK MANTISI**

Visa :



Référence Analyse : XXXXXXXXXX  
Destinataire : **THIEBAUD HERVE**

Page : 2/2

• Echantillon : **TEMOIN**

| Constituant | Teneur | Unité | Remarque |
|-------------|--------|-------|----------|
| CID         | <0.1   | mg/l  |          |

• Echantillon : **BLANC 1**

| Constituant | Teneur | Unité | Remarque |
|-------------|--------|-------|----------|
| CID         | <0.1   | mg/l  |          |

• Echantillon : **BLANC 2**

| Constituant | Teneur | Unité | Remarque |
|-------------|--------|-------|----------|
| CID         | 0.21   | mg/l  |          |
| CID         | 0.20   | mg/l  |          |
| CID         | 0.24   | mg/l  |          |