
**Plastiques — Détermination de la
biodégradabilité aérobique ultime dans le
sol par mesure de la demande en oxygène
dans un respiromètre ou de la teneur en
dioxyde de carbone libéré**

*Plastics — Determination of the ultimate aerobic biodegradability in soil
by measuring the oxygen demand in a respirometer or the amount of
carbon dioxide evolved*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17556:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28c4d6b-e9e4-4596-b564-877c2e12a18f/iso-17556-2003>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17556:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28c4d6b-e9e4-4596-b564-877c2e12a18f/iso-17556-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28c4d6b-e9e4-4596-b564-877c2e12a18f/iso-17556-2003>

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Termes et définitions	2
4	Principe	3
5	Environnement d'essai	3
6	Réactifs	4
7	Appareillage	4
8	Mode opératoire	4
9	Calcul et expression des résultats	8
10	Validité des résultats	9
11	Rapport d'essai	10
	Annexe A (informative) Principe du respiromètre manométrique	11
	Annexe B (informative) Exemple d'un système d'essai pour mesurer la teneur en dioxyde de carbone libéré	12
	Annexe C (informative) Exemples pour la détermination de la quantité de dioxyde de carbone libéré	13
	Annexe D (informative) Demande théorique en oxygène (DThO)	15
	Annexe E (informative) Exemple d'une détermination de la quantité résiduelle et de la masse moléculaire de polymères insolubles dans l'eau à la fin d'un essai de biodégradation	16
	Bibliographie	17

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17556 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 17556:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28c4d6b-e9e4-4596-b564-877c2e12a18f/iso-17556-2003>

Introduction

Avec l'utilisation croissante des plastiques, la question de la récupération et de l'élimination est devenue d'une importance majeure. Il convient en priorité de favoriser la récupération. Toutefois, la récupération complète des plastiques est difficile. Par exemple, il est difficile de récupérer entièrement les déchets de plastiques provenant principalement des consommateurs. Autres exemples de récupérations difficiles, l'élimination du matériel de pêche, des paillis en plastique pour l'agriculture et des polymères solubles dans l'eau. Ces matériaux plastiques ont tendance à s'échapper dans l'environnement naturel à partir d'infrastructures closes de gestion des déchets. Les plastiques biodégradables apparaissent aujourd'hui comme l'une des solutions pour résoudre de telles questions environnementales. Plusieurs Normes internationales publiées spécifient des méthodes d'essai relatives à l'évaluation de la biodégradabilité aérobie ou anaérobie ultime des matériaux plastiques dans des conditions aqueuses ou des conditions de compostage. Compte tenu de l'emploi et de l'élimination des plastiques biodégradables, il est donc très important d'établir une méthode de détermination de la biodégradabilité aérobie ultime de tels matériaux plastiques dans le sol.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17556:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28c4d6b-e9e4-4596-b564-877c2e12a18f/iso-17556-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28c4d6b-e9e4-4596-b564-877c2e12a18f/iso-17556-2003>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17556:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28c4d6b-e9e4-4596-b564-877c2e12a18f/iso-17556-2003>

Plastiques — Détermination de la biodégradabilité aérobie ultime dans le sol par mesure de la demande en oxygène dans un respiromètre ou de la teneur en dioxyde de carbone libéré

AVERTISSEMENT — Il convient de prendre les précautions appropriées lors de la manipulation du sol, celui-ci pouvant contenir des organismes potentiellement pathogènes. Il convient de manipuler avec soin les composés toxiques à analyser et ceux dont les propriétés ne sont pas connues.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour l'évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans le sol en mesurant la demande en oxygène dans un respiromètre fermé ou la teneur en dioxyde de carbone libéré. La méthode est conçue pour produire une biodégradabilité optimale en ajustant l'humidité du sol d'essai.

Si un sol non modifié est utilisé comme inoculum, l'essai simule les processus de biodégradation qui a lieu dans un environnement de sol naturel; si un sol préexposé est utilisé, la méthode peut être employée pour étudier la biodégradabilité potentielle d'un matériau d'essai.

Cette méthode est applicable aux matériaux suivants:

- polymères, copolymères naturels et/ou synthétiques ou leurs mélanges;
- matériaux plastiques contenant des additifs tels que plastifiants ou colorants;
- polymères solubles dans l'eau;
- matériaux d'essai n'ayant pas d'effets inhibiteurs sur les micro-organismes présents dans le sol, dans les conditions de l'essai. Les effets inhibiteurs peuvent être déterminés au moyen d'un contrôle de l'inhibition ou par une autre méthode appropriée (voir par exemple l'ISO 8192). Si le matériau d'essai a un effet inhibiteur vis-à-vis des micro-organismes présents dans le sol, il est possible d'utiliser une concentration d'essai plus faible, un autre type de sol ou un sol préexposé.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 10381-6, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 6: Lignes directrices pour la collecte, la manipulation et la conservation de sols destinés à une étude en laboratoire des processus microbiens aérobies*

ISO 10390, *Qualité du sol — Détermination du pH*

ISO 10634, *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 10694, *Qualité du sol — Dosage du carbone organique et du carbone total après combustion sèche (analyse élémentaire)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1
biodégradation aérobie ultime
décomposition d'un composé chimique organique par des micro-organismes en présence d'oxygène, en dioxyde de carbone, eau et sels minéraux de tous les autres éléments présents (minéralisation) et en une nouvelle biomasse

3.2
demande biochimique en oxygène
DBO
concentration en masse d'oxygène dissous, consommé dans des conditions définies par l'oxydation biologique aérobie d'un composé chimique ou de matières organiques dans l'eau, exprimée en milligrammes d'oxygène absorbé par milligramme ou gramme de composé à analyser

3.3
carbone organique dissous
COD
partie du carbone organique présent dans l'eau qui ne peut être éliminée par une séparation de phases spécifique, par exemple par centrifugation à $40\,000\text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$ pendant 15 min, ou par filtration par membrane ayant un diamètre de pores compris entre $0,2\ \mu\text{m}$ et $0,45\ \mu\text{m}$

3.4
demande théorique en oxygène
DTho
quantité théorique maximale d'oxygène exigée pour oxyder complètement un composé chimique, calculée d'après la formule moléculaire, exprimée en milligrammes d'oxygène absorbé par milligramme ou gramme de composé à analyser

3.5
teneur théorique de dioxyde de carbone libéré
ThCO₂
teneur théorique maximale en dioxyde de carbone libéré après oxydation complète d'un composé chimique, calculée d'après la formule moléculaire, exprimée en milligrammes de dioxyde de carbone libéré par milligramme ou gramme de composé à analyser

3.6
phase de latence
durée, mesurée en jours, écoulée depuis le début de l'essai jusqu'à l'obtention de l'adaptation et/ou de la sélection des micro-organismes qui provoquent la dégradation, et jusqu'à ce que le taux de biodégradation du composé chimique ou de la matière organique ait atteint environ 10 % du niveau maximal de biodégradation

3.7
phase de biodégradation
durée, mesurée en jours, écoulée depuis la fin de la phase de latence de l'essai jusqu'à ce que l'on ait obtenu environ 90 % du niveau maximal de biodégradation

3.8
niveau maximal de biodégradation
biodégradation maximale, mesurée en pourcentage, atteinte par un composé chimique ou un matériau organique lors d'un essai, au-dessus de laquelle la biodégradation ne se poursuit pas

3.9**phase stationnaire**

durée, mesurée en jours, écoulée entre la fin de la phase de biodégradation et la fin de l'essai

3.10**préconditionnement**

préincubation du sol dans les conditions de l'essai effectué ultérieurement, en l'absence du composé à analyser, dans le but d'améliorer la performance de l'essai par acclimatation des micro-organismes aux conditions d'essai

3.11**préexposition**

préincubation du sol, en présence du composé chimique ou de la matière organique à analyser, dans le but d'améliorer la capacité du sol à dégrader le matériau d'essai par adaptation et/ou sélection des microorganismes

3.12**teneur en eau en masse**

masse d'eau s'évaporant du sol lorsqu'il est séché à masse constante à 105 °C, divisée par la masse sèche du sol (c'est-à-dire le rapport entre les masses de l'eau et des particules du sol dans un échantillon de sol)

3.13**capacité totale de rétention d'eau**

masse d'eau s'évaporant du sol saturé d'eau lorsqu'il est séché à masse constante à 105 °C, divisée par la masse sèche du sol

4 Principe

La méthode d'essai est conçue pour produire le taux optimal de biodégradation d'un matériau plastique dans un sol d'essai en contrôlant l'humidité de ce dernier et permet de déterminer la biodégradabilité ultime du matériau d'essai.

Le matériau plastique, qui est la source unique de carbone et d'énergie, est mélangé au sol. On laisse reposer le mélange dans un flacon pendant une période durant laquelle la consommation d'oxygène (DBO) ou le dioxyde de carbone libéré sont déterminés. La DBO est, par exemple, déterminée en mesurant la quantité d'oxygène exigée pour maintenir un volume de gaz constant dans un flacon de respiromètre ou en mesurant le changement de volume ou de pression (ou une combinaison des deux) soit automatiquement, soit manuellement. Un exemple de respiromètre approprié est donné à l'Annexe A. La quantité de dioxyde de carbone libérée est déterminée à des intervalles qui dépendent de la cinétique de biodégradation de la substance d'essai, en analysant, par une méthode analytique appropriée, le dioxyde de carbone présent dans l'air exempt de dioxyde de carbone passé sur le sol d'essai. Des exemples de méthodes appropriées sont donnés aux Annexes B et C.

Le niveau de biodégradation, exprimé en pourcentage, est établi en comparant la DBO avec la demande théorique en oxygène (DThO) ou en comparant la quantité dioxyde de carbone libérée avec la teneur théorique (ThCO₂). L'influence de processus possibles de nitrification sur la DBO doit être prise en compte. L'essai est achevé lorsqu'un niveau constant de biodégradation a été atteint, ou après six mois au maximum.

Contrairement à l'ISO 11266, qui est utilisé pour une variété de composés organiques, la présente Norme internationale est conçue spécialement pour évaluer la biodégradabilité des matériaux plastiques.

5 Environnement d'essai

L'incubation doit avoir lieu dans l'obscurité ou sous une lumière diffuse, dans une enceinte exempte de vapeurs toxiques pour les micro-organismes et maintenue à une température constante (à ± 1 °C près), de préférence entre 20 °C et 25 °C, mais d'autres températures peuvent être utilisées pour des environnements d'essai particuliers.

6 Réactifs

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

6.2 Absorbant de dioxyde de carbone, de préférence des pastilles de chaux sodée.

7 Appareillage

S'assurer que toute la verrerie de laboratoire a été soigneusement nettoyée et, qu'en particulier, elle soit exempte de toutes traces de substances organiques ou toxiques.

7.1 Respiromètre fermé, comprenant tout le matériel et les récipients d'essai nécessaires, situé dans une pièce à température constante ou dans un appareil thermostatique (par exemple bain d'eau). Pour un exemple, voir l'Annexe A.

NOTE Tout respiromètre capable d'établir avec une exactitude suffisante la demande biochimique en oxygène convient. On choisira de préférence un appareil mesurant et remplaçant automatiquement l'oxygène consommé de façon qu'aucun défaut d'oxygène et aucune inhibition de l'activité microbienne ne se produisent durant le processus de dégradation.

7.2 Appareillage pour la mesure du dioxyde de carbone libéré.

7.2.1 Flacons d'essai: récipients en verre (par exemple flacons coniques ou bouteilles) permettant de purger le gaz, avec un tubage imperméable au dioxyde de carbone. Placer ces récipients dans une pièce à température constante ou dans un appareil thermostatique (par exemple bain d'eau).

7.2.2 Système de production d'air exempt de dioxyde de carbone, système capable d'alimenter chaque flacon d'essai avec de l'air exempt de dioxyde de carbone à un débit de plusieurs millilitres par minute, maintenu constant à $\pm 10\%$ (voir à l'Annexe B un exemple de montage avec les récipients d'essai). Une autre possibilité consiste à d'utiliser l'appareil d'incubation montré dans l'ASTM D 5988-96.

7.2.3 Instrument analytique pour la détermination du dioxyde de carbone, consistant en tout appareillage approprié ayant une exactitude suffisante, par exemple un analyseur de dioxyde de carbone, un analyseur de carbone inorganique dissous ou un appareil de détermination titrimétrique après absorption complète dans une solution basique (voir les exemples à l'Annexe C).

7.3 Balance d'analyses

7.4 pH mètre.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation du matériau d'essai

Le matériau d'essai doit être de masse connue et avoir une teneur en carbone suffisante pour donner une DBO ou une quantité de dioxyde de carbone susceptible d'être adéquatement mesurée par l'équipement analytique utilisé. Calculer d'après la formule chimique ou déterminer le carbone organique total (COT) par une technique analytique appropriée (par exemple analyse élémentaire ou mesure du carbone inorganique total conformément à l'ISO 8245) et calculer la DThO ou le ThCO₂ (voir les Annexes C et D).

NOTE 1 Bien que l'analyse élémentaire d'une substance à poids moléculaire élevé soit, en général, moins précise que celle d'une substance à poids moléculaire faible, ce degré de précision inférieur est généralement acceptable pour calculer la demande théorique en oxygène (DThO) ou la teneur théorique de dioxyde de carbone libéré (ThCO₂).

La quantité de matériau d'essai doit être suffisante pour compenser toutes les variations de la consommation d'oxygène environnante ou le dioxyde de carbone libéré à partir du sol d'essai: une quantité comprise entre 100 g et 300 g de matériau d'essai pour une quantité de sol d'essai comprise entre 100 g et 300 g est en général suffisante. La quantité maximale de matériau d'essai est limitée par l'alimentation en oxygène du

système d'essai. Il est recommandé d'utiliser, dans la pratique, 200 mg de matériau d'essai pour 200 g de sol, sauf si le sol contient une quantité excessive de matière organique.

NOTE 2 Une préaération ou l'adjonction d'un matériau inerte est recommandée, lorsque cela est nécessaire, pour diminuer l'influence sur la respiration du sol dans les flacons témoins à blanc.

Il convient d'utiliser un matériau d'essai se présentant de préférence sous forme de poudre, mais il est possible de l'introduire sous forme de films, fragments ou d'éléments formés.

Des essais ont montré que le taux de biodégradabilité au stade ultime est pratiquement indépendant de la forme physique et géométrique des matériaux. Toutefois, la vitesse de biodégradation est dépendante de la forme physique et géométrique des matériaux. Il convient d'utiliser des matériaux d'essai de formes physiques et géométriques similaires si l'objectif est de comparer différentes sortes de plastique sur une durée identique. Lorsque le matériau d'essai est sous forme de poudre, il convient d'utiliser des petites particules dont la répartition granulométrique est connue. Une granulométrie avec un diamètre maximal de 250 μm est recommandée. Dans le cas où le matériau d'essai ne serait pas sous forme pulvérulente, il convient que sa taille ne soit pas supérieure à 5 mm \times 5 mm. De même, la taille du dispositif d'essai peut dépendre de la forme géométrique du matériau d'essai. Il convient de s'assurer qu'aucun fonctionnement mécanique aberrant important ne se produit en raison de la configuration de l'équipement. Normalement, le traitement du matériau d'essai n'influencera pas significativement son comportement de dégradation (par exemple utilisation de poudre pour des composites).

Éventuellement, détecter la teneur en hydrogène, en oxygène, en azote, en phosphore et en soufre et la masse moléculaire d'un matériau d'essai en utilisant, par exemple, la chromatographie d'exclusion stérique. Il est préférable de mettre à l'essai des matériaux plastiques ne comportant pas d'additifs tels les plastifiants. Lorsque les matériaux contiennent de tels additifs, il est nécessaire de disposer d'informations sur leur biodégradabilité pour évaluer la biodégradabilité exacte du matériau polymérique.

Pour plus de précisions sur la manière de traiter des composés de faible solubilité dans l'eau, voir l'ISO 10634.

ISO 17556:2003

8.2 Préparation de la substance de référence

Utiliser, comme substance de référence, un polymère biodégradable bien défini (par exemple poudre de cellulose microcristalline, filtres en cellulose sans cendres, ou poly- β -hydroxybutyrate) avec une biodégradabilité similaire à celle du matériau d'essai. Si possible, il convient que la forme géométrique et la taille de la substance de référence soient comparables au matériau d'essai.

Comme témoin négatif, il est possible d'utiliser une substance polymérique non biodégradable (par exemple polyéthylène) se présentant sous la même forme que le matériau d'essai.

8.3 Préparation du sol d'essai

8.3.1 Collecte et tamisage du sol

Utiliser un sol naturel recueilli dans les couches superficielles des champs et/ou des forêts, ou un sol préexposé aux matériaux d'essai. Tamiser le sol pour obtenir des particules de taille inférieure à 2 mm et pour enlever les matières végétales, les pierres et autres matériaux inertes bien visibles.

NOTE 1 Il est important d'enlever, dans toute la mesure du possible, les solides organiques comme la paille, car ils peuvent se décomposer durant l'essai.

NOTE 2 Il est possible de préconditionner un sol, mais, normalement, il convient de ne pas utiliser un sol préexposé, en particulier lorsque le comportement de biodégradation dans des environnements naturels est simulé. En fonction de l'objectif de l'essai, il est aussi possible d'utiliser un sol préexposé, pour autant que cela figure clairement dans le rapport d'essai (par exemple biodégradation en pourcentage = x %, en utilisant un sol préexposé) et que la méthode de pré-exposition soit décrite en détail dans ce rapport. Il est possible d'obtenir un sol préexposé à partir d'essais de biodégradation en laboratoire adaptés, réalisés dans diverses conditions ou sur des échantillons recueillis en des lieux où il existe des conditions environnementales pertinentes (par exemple zones contaminées ou usines de traitement industriel).