
Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime et de la désintégration des matériaux plastiques dans des conditions contrôlées de compostage — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré

AMENDEMENT 1. Utilisation de vermiculite activée à la place de compost mature

Determination of the ultimate aerobic biodegradability and disintegration of plastic materials under controlled composting conditions — Method by analysis of evolved carbon dioxide

AMENDMENT 1: Use of activated vermiculite instead of mature compost



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 14855:1999/Amd 1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36628df1-c64c-4b5c-a08e-2e2ddd802786/iso-14855-1999-amd-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36628df1-c64c-4b5c-a08e-2e2ddd802786/iso-14855-1999-amd-1-2004>

© ISO 2004

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

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'Amendement 1 à l'ISO 14855:1999 a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36628df1-c64c-4b5c-a08e-2e2ddd802786/iso-14855-1999-amd-1-2004>

Introduction

La méthode spécifiée dans l'ISO 14855:1999 utilise un essai respirométrique en phase solide d'un compost mature utilisé comme lit solide, source de nutriments, et d'un inoculum riche en micro-organismes thermophiles. Le compost mature est une substance très hétérogène et complexe. Il peut donc être difficile de quantifier le matériau polymère résiduel dans le lit à la fin de l'essai, afin de détecter d'éventuelles molécules à faible masse moléculaire dégagées dans le lit solide par le matériau polymère durant la dégradation, et d'évaluer la biomasse. En conséquence, il peut être difficile de réaliser un bilan carbone complet. Une autre difficulté parfois rencontrée avec le compost mature est un «effet d'activation»: la matière organique qui est présente en grandes quantités dans le compost mature peut subir une dégradation induite par le polymère, connue sous le nom d'«effet d'activation», perturbant le mesurage de la biodégradabilité.

Pour surmonter ces difficultés et améliorer la fiabilité de la méthode d'essai, le compost mature peut être remplacé par un milieu minéral solide, qui est utilisé comme lit de compostage facilitant ainsi les analyses. La méthode d'essai peut être appliquée pour mesurer la biodégradation par le CO₂ libéré, pour quantifier et analyser la biomasse et les résidus de matériau polymère subsistant dans le lit solide à l'issue de l'essai, et réaliser un bilan carbone complet. En outre, la méthode d'essai n'est pas sensiblement affectée par l'effet d'activation et peut, par conséquent, être utilisée pour mettre à l'essai des substances d'essai qui sont réputées causer ce problème avec le compost mature. Le lit minéral peut aussi être soumis à une analyse écotoxicologique afin de vérifier l'absence d'activité écotoxique dans le lit après biodégradation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14855:1999/Amd 1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36628df1-c64c-4b5c-a08e-2e2ddd802786/iso-14855-1999-amd-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36628df1-c64c-4b5c-a08e-2e2ddd802786/iso-14855-1999-amd-1-2004>

Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime et de la désintégration des matériaux plastiques dans des conditions contrôlées de compostage — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré

AMENDEMENT 1: Utilisation de vermiculite activée à la place de compost mature

Page 1, Article 1:

Ajouter le paragraphe suivant à la suite du premier paragraphe:

«Les paragraphes 8.6 et 8.7 spécifient une variante de la méthode utilisant un lit minéral de vermiculite,ensemencé par des micro-organismes thermophiles obtenus à partir d'un compost à une phase d'activation spécifique, à la place d'un compost mature. Cette variante a pour objet de permettre d'obtenir un pourcentage et un taux de conversion du carbone de la substance d'essai en dioxyde de carbone dégagé.»

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36628df1-c64c-4b5c-a08e-2e2ddd802786/iso-14855-1999-amd-1-2004>

Page 2, Article 3:

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36628df1-c64c-4b5c-a08e-2e2ddd802786/iso-14855-1999-amd-1-2004>

Ajouter la définition suivante:

3.11

vermiculite activée

vermiculite colonisée par une population microbienne active durant une phase de croissance préliminaire

Page 2, Article 4:

Ajouter, à la fin de cet article, le texte suivant:

Il convient d'utiliser de la vermiculite à la place de compost mature

- a) chaque fois que l'évaluation de la biodégradation est compromise par un effet d'activation induit par le matériau d'essai

et/ou

- b) pour réaliser un bilan final du carbone avec détermination de la biomasse et récupération des résidus du matériau d'essai.

Du fait que la vermiculite est un lit inorganique, elle réduit substantiellement l'effet d'activation, améliorant la fiabilité de la méthode d'essai. Un autre avantage de l'utilisation de la vermiculite est la très faible valeur du dioxyde de carbone libéré dans les réacteurs à blanc de l'essai (proche de zéro), à cause de la faible activité microbienne. C'est pourquoi des activités de dégradation faible peuvent aussi être évaluées avec exactitude.

Les taux de minéralisation obtenus avec la vermiculite activée sont identiques, ou très semblables, à ceux obtenus avec le compost mature, à la fois au niveau de la dégradation finale et du taux de dégradation.

Page 3, Article 6:

Remplacer le texte de cet article par le texte suivant:

6.1 Cellulose de qualité CCM (chromatographie sur couche mince)

Utiliser comme matériau de référence pour le témoin positif, de la cellulose de qualité CCM (pour chromatographie sur couche mince) ayant une granulométrie inférieure à 20 µm.

6.2 Vermiculite

La vermiculite est un minéral argileux utilisé pour la construction, connu pour convenir particulièrement bien en tant que support microbien autorisant la survie et l'activité complète des microbes. La composition du minéral natif, avant traitement à chaud, est la suivante: Al₂O₃ 10 %, MgO 30 %, CaO 5 %, SiO₂ 50 % et H₂O 5 % combinée. Quand le minéral est soumis à un traitement thermique, il perd sa teneur en eau et se dilate, pour se transformer en «vermiculite expansée». On doit utiliser de la vermiculite expansée sous forme de flocons. La vermiculite expansée a une grande capacité de stockage de l'eau et une teneur en eau comparable à celle du compost mature peut être obtenue dans ce lit minéral.

La vermiculite peut être classée en trois types comme suit:

- Type «béton»: masse volumique apparente $80 \text{ kg/m}^3 \pm 16 \text{ kg/m}^3$ (au moment de la mise en sacs); granulométrie: 80 % entre 12 mm et 4 mm, 2 % inférieure à 0,5 mm;
- Type «moyen»: masse volumique apparente $90 \text{ kg/m}^3 \pm 16 \text{ kg/m}^3$; granulométrie: 80 % entre 6 mm et 1 mm, 2 % inférieure à 0,5 mm;
- Type «fin»: masse volumique apparente $100 \text{ kg/m}^3 \pm 20 \text{ kg/m}^3$; granulométrie: 80 % entre 3 mm et 0,7 mm, 5 % inférieure à 0,5 mm.

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le type béton¹⁾ est utilisé.

Page 3, Article 7:

Ajouter, à la fin de cet article, le paragraphe suivant:

7.9 Bioréacteurs pour l'activation de la vermiculite: Récipients de 5 l à 20 l de contenance, qui ne sont pas activement aérés. Le récipient doit être fermé de façon à éviter tout dessèchement excessif du contenu. Dans le même temps, des ouvertures doivent être assurées de façon à permettre les échanges gazeux et assurer des conditions aérobies tout au long de la phase d'activation.

Un exemple de bioréacteur fait en polypropylène ou en un autre matériau adapté, ayant les dimensions suivantes: 30 cm × 20 cm × 10 cm (L, l, h). La boîte doit être fournie avec un couvercle assurant une fermeture étanche afin d'éviter un dégagement excessif de vapeur. Au milieu des deux parois latérales de 20 cm de large, un trou de 5 mm de diamètre doit être pratiqué à une hauteur d'environ 6,5 cm du fond de la boîte. Ces deux trous permettent l'échange gazeux entre l'atmosphère intérieure et l'environnement extérieur.

1) Ce type de vermiculite peut éventuellement être obtenu à l'adresse suivante: BPB plc, Park House, 15 Bath Road, Slough SL1 3UF, UK (www.bpb.com). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

Page 6, Article 8:

Ajouter les deux paragraphes suivants.

8.6 Activation de la vermiculite

L'activation de la vermiculite est obtenue en l'ensemencant avec une solution contenant des nutriments organiques et non organiques et du compost mature. La composition de la solution d'inoculum utilisée doit être telle qu'indiquée dans les Tableaux 1, 2 et 3. Le rapport de la vermiculite à la solution d'inoculum doit être de 1:3 (masse/volume).

Tableau 1 — Composition d'un litre de solution d'inoculum

Constituant	Solution minérale (voir Tableau 2)	Bouillon de nutriments	Urée	Amidon de maïs	Cellulose	Extrait de compost
Quantité	500 ml	13 g	5,8 g	20 g	20 g	500 ml

Tableau 2 — Composition d'un litre du milieu minéral

Produit chimique	KH ₂ PO ₄	MgSO ₄	CaCl ₂ (solution 10 %)	NaCl (solution 10 %)	Solution d'éléments traces (voir Tableau 3)
Quantité	1 g	0,5 g	1 ml	1 ml	1 ml

Tableau 3 — Composition d'un litre des solutions d'éléments traces

Produit chimique	H ₃ BO ₃	KI	FeCl ₃	MnSO ₄	(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄	FeSO ₄
Quantité	500 mg	100 mg	200 mg	400 mg	200 mg	400 mg

L'extrait de compost utilisé dans la solution d'inoculum est préparé en mélangeant du compost mature avec de l'eau déionisée (20 % masse/volume) pendant environ une demi-heure, la boue est ensuite filtrée à l'aide d'une passoire (taille des ouvertures environ 1 mm). Un deuxième filtrage à l'aide de papier filtre, ou une centrifugation à 1 000 tr/min environ, pendant 15 min, peuvent être réalisés.

La quantité nécessaire de mélange de vermiculite et de la solution d'inoculum est brassée pour obtenir un mélange homogène. Elle est ensuite répartie dans les bioréacteurs (environ 1 kg de mélange dans chacun). La masse brute des bioréacteurs est déterminée et les bioréacteurs sont mis en incubation à (50 ± 2) °C pendant trois à quatre jours.

Chaque jour, les bioréacteurs sont pesés et, si nécessaire, on y ajoute de l'eau potable du robinet sans chlore, de l'eau déionisée ou de l'eau distillée pour conserver la masse initiale. De plus, pour assurer l'aération, le contenu de chaque bioréacteur doit être quotidiennement brassé à l'aide d'une spatule ou d'une cuillère ordinaire.

Après ce traitement, la vermiculite est dite «vermiculite activée» et elle peut être répartie dans les récipients de compostage et être utilisée comme lit solide à la place de l'inoculum de compost mature (voir 8.1). Dans un cas type, chaque récipient de compostage doit contenir 800 g de vermiculite activée.

La quantité de vermiculite activée et de matériau d'essai utilisé dans l'essai respirométrique dépendra de la taille du récipient de compostage. Il convient que le rapport entre la masse sèche de la vermiculite activée à celle du matériau d'essai soit de préférence d'environ de 4:1. Il convient de remplir le récipient de compostage avec le mélange d'essai jusqu'à environ la moitié de son volume, de façon à laisser un espace de tête suffisant pour pouvoir agiter manuellement le mélange d'essai.

Pour des évaluations normales, utiliser des récipients de compostage d'un volume d'environ 3 l. Prélever une quantité de vermiculite activée correspondant à 200 g de matières sèches et une quantité de matériau d'essai correspondant à 50 g de matières sèches et bien mélanger avant d'introduire le mélange dans les récipients.

8.7 Mode opératoire de récupération, bilan carbone

À la fin de l'essai, les lits de vermiculite peuvent être extraits afin de récupérer et de quantifier les restes de matériau d'essai et les sous-produits de dégradation et/ou la biomasse présents. Le lit de chaque récipient de compostage peut être analysé indépendamment ou les contenus de tous les récipients de compostage analysés ensemble en associant les répétitions de chaque série. Les valeurs de la biomasse, des reliquats de matériau d'essai et de sous-produits obtenus peuvent être utilisés, ainsi que le carbone libéré sous forme de CO₂ durant l'essai, pour réaliser un bilan final du carbone. Le carbone présent dans le matériau d'essai d'origine est comparé avec le carbone libéré sous forme de CO₂ durant l'essai, le carbone transformé en biomasse, et le carbone des reliquats et/ou des sous-produits, à la fin de l'essai. Il est possible de cette façon d'obtenir une validation des résultats de la biodégradation.

Les extractions peuvent être utilisées en séquence en utilisant les solutions d'eau et/ou des solvants organiques selon la nature du matériau d'essai. À cette fin, des essais de solubilité préliminaires doivent être réalisés sur le matériau d'essai afin de choisir le solvant adapté à utiliser.

Les modes opératoires d'analyse applicables sont la spectroscopie (IR, UV-Vis, RMN, etc.), la chromatographie, l'analyse gravimétrique, l'analyse élémentaire, etc. Ces modes opératoires peuvent être appliqués directement aux extraits et/ou à leurs dérivés concentrés. Ces extraits peuvent également être soumis à des essais écotoxicologiques.

Page 8, Article 11:

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Ajouter, à la fin de cet article, les points suivants:

- j) information sur la source, le type et la quantité de vermiculite utilisée;
- k) si effectués, les résultats de la détermination du bilan carbone.

Page 17

Ajouter la nouvelle Bibliographie suivante:

Bibliographie

- [1] PESENTI-BARILI, B., FERDANI, E., MOSTI, M., DEGLI-INNOCENTI, F.: Survival of *Agrobacterium radiobacter* K84 on various carriers for crown gall control, *Applied and Environ. Microbiology*, **57**, pp. 2047-2051 (1991)
- [2] BELLIA, G., TOSIN, M., FLORIDI, G., DEGLI-INNOCENTI, F.: Activated vermiculite, a solid bed for testing biodegradability under composting conditions, *Polymer Degradation and Stability*, **66**, pp. 65-79 (1999)
- [3] BELLIA, G., TOSIN, M., DEGLI-INNOCENTI, F.: The test method of composting in vermiculite is unaffected by the priming effect, *Polymer Degradation and Stability*, **69**, pp. 113-120 (2000)
- [4] DEGLI-INNOCENTI, F., TOSIN, M., BELLIA, G.: *Degradability of plastics — Standard methods developed in Italy*, Presented at the International Conference "Biodegradable Polymers — Production, marketing, utilisation and residue management", Wolfsburg (Germany), 4-5 Sept. 2000
- [5] DEGLI-INNOCENTI, F., BELLIA, G., TOSIN, M., KAPANEN, A., ITAVAARA, M.: Detection of toxicity released by a biodegradable plastic after composting in activated vermiculite, *Polymer Degradation and Stability*, **73**, pp. 101-106 (2001)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14855:1999/Amd 1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36628df1-c64c-4b5c-a08e-2e2ddd802786/iso-14855-1999-amd-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36628df1-c64c-4b5c-a08e-2e2ddd802786/iso-14855-1999-amd-1-2004>