

---

---

**Plastiques — Évaluation de la  
biodégradabilité anaérobie ultime des  
matériaux plastiques en milieu aqueux —  
Méthode par détermination de la  
production de biogaz**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.itih.ai)**

*Plastics — Determination of the ultimate anaerobic biodegradation of  
plastic materials in an aqueous system — Method by measurement of  
biogas production*

ISO 14853:2005

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/b366f200-ca97-47a8-99ca-e87724ed570e/iso-14853-2005>



**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 14853:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b366f200-ca97-47a8-99ca-e87724ed570e/iso-14853-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b366f200-ca97-47a8-99ca-e87724ed570e/iso-14853-2005>

© ISO 2005

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction .....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
4 <b>Principe</b> .....	3
5 <b>Réactifs</b> .....	4
6 <b>Appareillage</b> .....	6
7 <b>Mode opératoire</b> .....	7
8 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	10
9 <b>Validité des résultats</b> .....	13
10 <b>Rapport d'essai</b> .....	13
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Exemple d'appareillage pour mesurer la production de biogaz à l'aide d'une méthode manométrique en mesurant l'augmentation de la pression du gaz</b> .....	15
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Exemple d'appareillage pour mesurer la production de biogaz à l'aide d'une méthode volumétrique en mesurant l'augmentation en volume</b> .....	16
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Exemple de courbe de biodégradation</b> .....	18
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Exemples de feuilles de données pour les essais de biodégradation anaérobie</b> .....	19
<b>Annexe E</b> (informative) <b>Tableau de la pression de vapeur d'eau à des températures variées</b> .....	22
<b>Annexe F</b> (informative) <b>Calcul de la production de dioxyde de carbone théorique (THCO<sub>2</sub>) et de méthane (ThCH<sub>4</sub>)</b> .....	23
<b>Annexe G</b> (informative) <b>Exemple de détermination d'un taux de récupération</b> .....	24
<b>Annexe H</b> (informative) <b>Exemple de schéma de déroulement du travail</b> .....	28
<b>Bibliographie</b> .....	30

## 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 14853 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
ISO 14853:2005  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b366f200-ca97-47a8-99ca-e87724ed570e/iso-14853-2005>

## Introduction

Avec l'accroissement de l'utilisation des plastiques, leur récupération et leur mise au rebut sont devenues une préoccupation majeure. Il convient de promouvoir la récupération comme première priorité. Il est par exemple difficile de récupérer complètement les déchets plastiques qui proviennent principalement des consommateurs. Des exemples additionnels de matériaux difficiles à récupérer sont trouvés dans la mise au rebut des câbles de marine, des films de paillage agricole et des polymères hydrosolubles. Ces matériaux plastiques ont tendance à échapper aux infrastructures fermées de gestion des déchets et se retrouvent dans la nature. Les plastiques biodégradables sont maintenant en train d'émerger comme étant une des options possibles pour résoudre de telles préoccupations environnementales. Il convient que les matériaux plastiques tels que produits ou emballages dirigés vers des installations de traitement anaérobie soient potentiellement biodégradables. Aussi, il est très important de déterminer le potentiel de biodégradabilité de tels matériaux et d'obtenir une mesure quantitative de leur biodégradabilité dans des environnements anaérobies.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 14853:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b366f200-ca97-47a8-99ca-e87724ed570e/iso-14853-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b366f200-ca97-47a8-99ca-e87724ed570e/iso-14853-2005>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 14853:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b366f200-ca97-47a8-99ca-e87724ed570e/iso-14853-2005>

# Plastiques — Évaluation de la biodégradabilité anaérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux — Méthode par détermination de la production de biogaz

**AVERTISSEMENT** — Les effluents et les boues d'eaux usées activées peuvent contenir des organismes potentiellement pathogènes. Il convient donc de les manipuler avec les précautions appropriées. La boue d'égout digérée produit des gaz inflammables qui présentent des risques d'incendie et d'explosion. Il convient de faire attention lors du transport et du stockage de grandes quantités de boue digérée. Il convient de manipuler avec précaution les produits chimiques à analyser toxiques ou dont les propriétés ne sont pas connues, conformément aux instructions de sécurité. Il convient de manipuler avec précaution le manomètre et les micro-seringues pour éviter les piqûres d'aiguille. Il convient d'éliminer les aiguilles de seringue contaminées en toute sécurité.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour l'évaluation de la biodégradation anaérobie ultime des plastiques par des micro-organismes anaérobies. Les conditions décrites dans la présente Norme internationale ne correspondent pas nécessairement aux conditions optimales d'environnement permettant d'obtenir le niveau maximal de biodégradation. L'essai permet d'exposer le matériau d'essai à la boue pendant une période allant jusqu'à 60 jours, ce qui est plus long que la durée normale de conservation de la boue (25 à 30 jours) dans les digesteurs anaérobies, bien que les durées de rétention des digesteurs sur les sites industriels puissent être beaucoup plus longues.

La méthode s'applique aux:

- polymères naturels et/ou synthétiques, copolymères ou mélange de cela;
- matériaux plastiques qui contiennent des additifs tels que plastifiants, colorants ou autres composés;
- polymères solubles dans l'eau;
- matériaux qui, dans les conditions d'essai, ne sont pas inhibiteurs pour les organismes présents dans l'inoculum. Les effets inhibiteurs peuvent être déterminés par un contrôle d'inhibition ou par une autre méthode appropriée (voir par exemple l'ISO 13641). Si le matériau d'essai est un inhibiteur de l'inoculum, une concentration d'essai plus faible, un autre inoculum, ou un inoculum préalablement exposé peuvent être utilisés.

## 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 8245, *Qualité de l'eau — Lignes directrices pour le dosage du carbone organique total (COT) et du carbone organique dissous (COD)*

ISO 13641 (toutes les parties), *Qualité de l'eau — Détermination de l'inhibition de la production de gaz des bactéries anaérobies*

### 3 Termes et définitions

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

**3.1 biodégradation anaérobie ultime**  
décomposition d'un composé organique par des micro-organismes en l'absence d'oxygène, en dioxyde de carbone, méthane, eau et sels minéraux de tous les autres éléments présents (minéralisation) et production d'une nouvelle biomasse

**3.2 biodégradation anaérobie primaire**  
changement structurel (transformation) d'un composé chimique par des micro-organismes, résultant dans la perte d'une propriété spécifique

**3.3 boue digérée**  
mélange des couches tassées de boues d'eaux usées et de boues activées, qui ont été incubées dans un digesteur anaérobie à environ 35 °C pour réduire la biomasse et l'odeur et pour améliorer la capacité d'assèchement de la boue

NOTE La boue digérée se compose d'une association de bactéries méthanogènes et fermentatives anaérobies produisant du dioxyde de carbone et du méthane.

**3.4 concentration de la boue digérée en matières solides en suspension**  
quantité de matières solides obtenue par filtration ou centrifugation d'un volume connu de boue activée et séchage à environ 105 °C jusqu'à l'obtention d'un poids constant

**3.5 carbone organique dissous  
COD**  
carbone organique contenu dans la phase aqueuse qui ne peut pas être éliminée par une séparation de phase spécifique, telle qu'une centrifugation à 40 000 m·s<sup>-2</sup> pendant 15 min ou par une filtration sur membrane au moyen de membranes ayant des pores de 0,2 µm à 0,45 µm de diamètre

**3.6 carbone inorganique  
CI**  
carbone inorganique qui est dissous ou dispersé dans la phase aqueuse d'un liquide et qui est récupérable dans le surnageant après le tassage de la boue

**3.7 matières solides sèches totales**  
quantité de matières solides obtenue en prenant un volume connu de matériau d'essai ou d'inoculum et en le séchant à environ 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante

**3.8 quantité théorique de biogaz produit  
Thbiogaz**  
quantité théorique maximale de biogaz (CH<sub>4</sub> + CO<sub>2</sub>) produit après biodégradation complète d'un matériau organique dans des conditions anaérobies, calculée à partir de la formule moléculaire et exprimée en millilitres de biogaz produit par milligramme de matériau d'essai dans des conditions normales



**3.9****quantité théorique de dioxyde de carbone produit****ThCO<sub>2</sub>**

quantité théorique maximale de dioxyde de carbone produite après oxydation complète d'un matériau organique, calculée à partir de la formule moléculaire, et exprimée en milligrammes de dioxyde de carbone par milligramme de matériau d'essai

**3.10****quantité théorique de méthane produit****ThCH<sub>4</sub>**

quantité théorique maximale de méthane produit après réduction complète d'un matériau organique, calculée à partir de la formule moléculaire, et exprimée en milligrammes de méthane produit par milligramme du matériau d'essai

**3.11****phase de latence****période de latence**

durée écoulée, mesurée en jours, à partir du début de l'essai jusqu'à ce que l'adaptation et/ou la sélection des micro-organismes soit atteinte et jusqu'à ce que le degré de biodégradation du composé chimique ou de la matière organique ait atteint environ 10 % du niveau maximal de biodégradation

**3.12****phase stationnaire**

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

**3.13****phase de biodégradation**

durée écoulée, mesurée en jours, 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

**3.14****niveau maximal de biodégradation**

degré de biodégradation, mesuré en pour-cent, d'un composé chimique ou d'une matière organique lors d'un essai, au-dessus duquel la biodégradation ne se poursuit pas

**4 Principe**

La détermination de la biodégradabilité d'un matériau plastique s'effectue en utilisant des conditions anaérobies dans un système aqueux. Le matériau d'essai à une concentration de 20 mg/l à 200 mg/l de carbone organique (CO) est incubé à  $(35 \pm 2)$  °C dans des récipients étanches avec la boue digérée pendant une période n'excédant pas 60 jours. La boue digérée est lavée, de façon à contenir de très faibles quantités de carbone inorganique (CI), et diluée à une concentration totale de matières solides de 1 g/l à 3 g/l. L'augmentation de la pression dans l'espace de tête ou l'augmentation volumétrique (suivant la méthode utilisée pour mesurer l'évolution du biogaz) dans les récipients d'essai résultant de la production de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) et de méthane (CH<sub>4</sub>) est mesurée. Une quantité importante de CO<sub>2</sub> sera dissoute dans l'eau ou transformée en bicarbonate ou en carbonate dans les conditions de l'essai. Ce carbone inorganique est mesuré à la fin de l'essai. La quantité de carbone du biogaz produit microbiologiquement est calculée à partir de la production nette de biogaz et la formation nette de CI en excès par rapport aux valeurs d'essai à blanc. Le pourcentage de biodégradation est calculé à partir de la quantité totale de carbone transformé en biogaz et en CI et de la quantité calculée ou mesurée de carbone ajouté comme matériau d'essai. Le déroulement de la biodégradation peut être suivi en réalisant des mesurages intermédiaires de la production de biogaz. La biodégradation primaire peut être déterminée, comme information supplémentaire, par des analyses spécifiques au début et à la fin de l'essai.

La présente méthode d'essai est conçue pour déterminer la biodégradation des matériaux plastiques dans des conditions anaérobies. Une estimation facultative d'un taux de récupération peut être intéressante (voir l'Annexe G).

## 5 Réactifs

**5.1 Eau distillée ou déminéralisée**, exempte de matières toxiques, contenant moins de 2 mg/l de COD.

**5.2 Milieu d'essai**, préparé exclusivement avec des réactifs de qualité pour analyse reconnue.

Préparer le milieu d'essai afin qu'il contienne les composants suivants aux quantités fixées.

Dihydrogénophosphate de potassium anhydre	$\text{KH}_2\text{PO}_4$	0,27 g
Hydrogénophosphate de sodium dodécahydraté	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	1,12 g
Chlorure d'ammonium	$\text{NH}_4\text{Cl}$	0,53 g
Chlorure de calcium dihydraté	$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,075 g
Chlorure de magnésium hexahydraté	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,10 g
Chlorure de fer tétrahydraté	$\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	0,02 g
Résazurine (indicateur d'oxygène)		0,001 g
Sulfure de sodium nonahydraté	$\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,1 g
Solution contrôlée d'oligo-éléments (facultative)		10 ml
Solution contrôlée de vitamines (facultative)	solution de vitamines n° 1	0,5 ml
	solution de vitamines n° 2	0,5 ml

Ajouter de l'eau (5.1) (sans oxygène) jusqu'à <http://www.iso.org/iso/catalog/standards/sist/b366f200-ca97-47a8-99c1-e87724ed570e/iso-14853-2005>

Régler le pH du milieu avec un acide minéral ou une base, si nécessaire, à  $(7 \pm 0,2)$ .

Pour obtenir des conditions sans oxygène, purger l'eau par de l'azote pendant environ 20 min, juste avant l'utilisation.

Utiliser du sulfure de sodium récemment produit ou le laver et le sécher avant utilisation pour assurer une capacité de réduction suffisante. Afin d'obtenir les conditions anaérobies exactes après avoir préparé le milieu, il est recommandé d'ajouter de petites quantités de dithionite de sodium jusqu'à ce que le milieu devienne transparent. Plus de 10 mg/l ne sont pas recommandés, car de plus grandes concentrations peuvent provoquer des effets inhibiteurs.

**5.3 Solution d'oligo-éléments** (facultative).

Il est recommandé d'ajouter au milieu d'essai les oligo-éléments suivants pour améliorer les processus de dégradation anaérobie, en particulier si de faibles concentrations d'inoculum sont utilisées.

Chlorure de magnésium tétrahydraté	$\text{MgCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	0,05 g
Acide borique	$\text{H}_3\text{BO}_3$	0,005 g
Chlorure de zinc	$\text{ZnCl}_2$	0,005 g
Chlorure de cuivre	$\text{CuCl}_2$	0,003 g
Molybdate de sodium dihydraté	$\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,001 g
Chlorure de cobalt hexahydraté	$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,1 g

Chlorure de nickel hexahydraté	$\text{NiCl}_2, 6\text{H}_2\text{O}$	0,01 g
Sélénite de sodium	$\text{Na}_2\text{SeO}_3$	0,005 g
Tungstate de sodium	$\text{Na}_2\text{WO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$	0,002 g
Ajouter de l'eau (5.1) (sans oxygène) jusqu'à		1 l
Appliquer 10 ml/l de milieu.		

#### 5.4 Solutions de vitamines (facultative).

##### 5.4.1 Solution de vitamines n° 1

Acide 4-aminobenzoïque		40 mg
Biotine-D		10 mg
Dissoudre dans de l'eau chaude (5.1)		500 ml
Laisser refroidir et ajouter:		
Acide pantothénique-D, sel de calcium		50 mg
Dihydrochlorure de pyridoxamine		150 mg
Dichlorure de thiamine		100 mg

Les solutions de vitamines sont filtrées sur des membranes (taille de pore 0,45  $\mu\text{m}$ ) qui n'absorbent ni ne rejettent de carbone organique de façon significative puis sont stockées dans l'obscurité à 4 °C.

Appliquer 0,5 ml/l de milieu.

##### 5.4.2 Solution de vitamines n° 2

Cyanocobalamine (vitamine B12)		10 mg
Dissoudre dans l'eau déminéralisée (5.1)		100 ml

Les solutions de vitamines sont filtrées sur des membranes (taille de pore 0,45  $\mu\text{m}$ ) qui n'absorbent ni ne rejettent de carbone organique de façon significative puis sont stockées dans l'obscurité à 4 °C.

Appliquer 0,5 ml/l de milieu.

#### 5.5 Solution barrière.

Chlorure de sodium	$\text{NaCl}$	200 g
Dissoudre dans de l'eau (5.1)		1 000 ml
Acidifier avec de l'acide citrique		5 g

Afin de vérifier l'acidification pendant l'essai, utiliser un indicateur de pH, par exemple le bleu de bromophénol ou le méthylorange.

## 5.6 Matériau d'essai.

Le matériau d'essai est généralement ajouté directement sous forme d'un solide pour donner une concentration d'essai comprise entre 20 mg/l et 200 mg/l de carbone organique. Utiliser le matériau d'essai (plastique) sous forme de poudre si possible.

La biodégradation des matériaux plastiques qui ne sont pas inhibiteurs des micro-organismes peut être déterminée à l'aide de concentrations de carbone organique supérieures à 200 mg/l. Dans ce cas, s'assurer que le pouvoir tampon et la teneur en sels minéraux du milieu sont suffisants.

## 5.7 Matériau de référence.

Un polymère biodégradable de manière bien définie par voie anaérobie par exemple du poly- $\beta$ -hydroxybutyrate, de la cellulose ou du poly(éthylène-glycol) 400 est utilisé comme matériau de référence. Il convient, si possible, que la forme, la taille, la solubilité et la concentration du matériau de référence soient comparables à celles du matériau d'essai utilisé.

Préparer le matériau de référence de la même manière que le matériau d'essai.

## 5.8 Contrôle d'inhibition (facultatif).

Ajouter le matériau d'essai et le matériau de référence dans un récipient contenant le milieu d'essai (5.2), pour donner les concentrations spécifiées en 5.6 et 5.7 respectivement.

# 6 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 6.1 Matériel de laboratoire

Du matériel courant de laboratoire et le matériel suivant sont requis.  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b366f200-ca97-47a8-99ca-87724ed570e/iso-14853-2005>

**6.1.1 Incubateur ou bain d'eau ou de sable**, contrôlé par thermostat ( $35 \pm 2$ ) °C.

**6.1.2 Analyseur de carbone**, approprié à la détermination directe du carbone inorganique sur une échelle de 1 mg/l à 200 mg/l de Cl.

## 6.2 Mesurage du biogaz à l'aide de méthodes manométriques

**6.2.1 Récipients d'essai en verre résistant à la pression**, d'une taille nominale comprise entre 0,1 l et 1 l, tous équipés d'un septum étanche au gaz, pouvant résister à environ 2 000 hPa (exemple dans l'Annexe A). Le volume de l'espace de tête doit représenter environ 10 % à 30 % du volume total. Si le biogaz est évacué régulièrement, environ 10 % du volume de l'espace de tête conviennent mais si l'évacuation du gaz a lieu seulement à la fin de l'essai, 30 % sont nécessaires.

NOTE D'un point de vue pratique, l'utilisation de fioles à sérum fermées hermétiquement par des bouchons de sérum en caoutchouc butyle et des anneaux en aluminium sertis est recommandée.

**6.2.2 Instrument de mesure de pression**, par exemple manomètre raccordé à une aiguille de seringue appropriée, un robinet étanche au gaz à trois voies facilite l'évacuation de la pression en excès. Utiliser et calibrer le dispositif conformément aux instructions du fabricant.

NOTE Il est nécessaire de maintenir le volume interne du robinet et de la tuyauterie du transmetteur de pression aussi bas que possible, afin que les erreurs introduites en négligeant le volume mort du matériel ne soient pas significatives.