

---

---

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

**Partie 1:  
Méthode générale**

*Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic  
materials under controlled composting conditions — Method by analysis  
of evolved carbon dioxide —  
Part 1: General method*



**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 14855-1:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b459d21-d95c-4ced-b12c-50f7369f45e8/iso-14855-1-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b459d21-d95c-4ced-b12c-50f7369f45e8/iso-14855-1-2005>

© 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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Environnement d'essai</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	<b>9</b>
<b>10</b> <b>Validité des résultats</b> .....	<b>11</b>
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>11</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Principe de fonctionnement d'un système d'essai</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Exemple de libération de dioxyde de carbone et de courbe de biodégradation</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Exemple de détermination des pertes de masse</b> .....	<b>15</b>
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Essai interlaboratoire</b> .....	<b>17</b>
<b>Annexe E</b> (informative) <b>Exemple de fiches techniques</b> .....	<b>18</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>21</b>

## 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 14855-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Elle annule et remplace l'ISO 14855:1999, dont elle constitue une révision technique ayant pour but principal l'incorporation de l'Amendement 1 (ISO 14855:1999/Amd.1:2004) et la renumérotation de la norme comme Partie 1.

L'ISO 14855 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans des conditions contrôlées de compostage — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré*:

- *Partie 1: Méthode générale*
- *Partie 2: Mesurage gravimétrique du dioxyde de carbone libéré lors d'un essai de laboratoire [en préparation]*

## Introduction

La méthode principale spécifiée dans la présente partie de l'ISO 14855 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 CO<sub>2</sub> 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 14855-1:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b459d21-d95c-4ced-b12c-50f7369f45e8/iso-14855-1-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b459d21-d95c-4ced-b12c-50f7369f45e8/iso-14855-1-2005>

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

ISO 14855-1:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b459d21-d95c-4ced-b12c-50f7369f45e8/iso-14855-1-2005>

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

## Partie 1: Méthode générale

**AVERTISSEMENT** — Les eaux usées, les boues activées et les matières en suspension dans le sol et le compost peuvent contenir des organismes potentiellement pathogènes. Il convient donc de les manipuler avec les précautions appropriées, de même que les composés à analyser toxiques ou dont les propriétés ne sont pas connues.

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14855 prescrit une méthode d'évaluation, d'une part, de la biodégradabilité aérobie ultime des plastiques à partir de composés organiques dans des conditions contrôlées de compostage, par mesurage du dioxyde de carbone libéré, et d'autre part, de leur désintégration à la fin de l'essai. La présente méthode est conçue pour se rapprocher des conditions de compostage aérobies caractéristiques de la fraction organique des déchets municipaux solides non triés. Le matériau d'essai est exposé dans le cadre d'un essai de laboratoire à un inoculum provenant d'un échantillon de compost. Le compostage aérobie a lieu dans un environnement où la température, l'aération et l'humidité, en particulier, sont étroitement contrôlées et maîtrisées. La méthode permet d'accéder au pourcentage et au taux de conversion du carbone contenu dans la substance à analyser, en dioxyde de carbone libéré.

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.

Les conditions utilisées dans la présente partie de l'ISO 14855 ne correspondent pas nécessairement aux conditions optimales permettant d'obtenir le taux maximal de biodégradation.

### 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 5663:1984, *Qualité de l'eau — Dosage de l'azote Kjeldahl — Méthode après minéralisation au sélénium*

ISO 8245:1999, *Qualité de l'eau — Lignes directrices pour le dosage du carbone organique total (COT) et du carbone organique dissous (COD)*

### 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 compostage**  
procédé aérobie destiné à produire du compost

NOTE Le compost est un conditionneur organique du sol obtenu par biodégradation d'un mélange principalement constitué de divers résidus végétaux éventuellement associés à un autre matériau organique, et ayant une teneur en minéraux limitée.

**3.3 désintégration**  
cassure physique d'un matériau en très petits fragments

**3.4 matières sèches totales**  
quantité de solides obtenue par prélèvement d'un volume connu de matériau d'essai ou de compost, et séchage à environ 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante

**3.5 solides volatils**  
quantité de solides obtenue par soustraction des résidus d'un volume connu de matériau d'essai ou de compost après incinération à environ 550 °C, de la teneur en matières sèches totales du même échantillon

NOTE La teneur en solides volatils est symptomatique de la teneur en matière organique.

**3.6 teneur théorique de dioxyde de carbone libéré**  
 $ThCO_2$   
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

**3.7 phase de latence**  
durée, mesurée en jours, écoulée à partir du 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

**3.8 niveau maximal de biodégradation**  
degré de biodégradation, mesuré en pourcentage, d'un composé chimique ou d'un matériau organique lors d'un essai, au-dessus duquel la biodégradation ne se poursuit pas

**3.9 phase de biodégradation**  
durée, 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

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



**3.11****vermiculite activée**

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

**4 Principe**

La méthode d'essai permet de déterminer la biodégradabilité ultime et la désintégration d'un matériau d'essai dans des conditions simulant un processus de compostage aérobic intensif. L'inoculum est un compost stabilisé et mature, obtenu si possible à partir du compostage de la fraction organique des déchets municipaux solides.

Le matériau d'essai est mélangé à l'inoculum et introduit dans un récipient de compostage statique où il est transformé en compost dans des conditions optimales du point de vue de l'oxygène présent, de la température et de l'humidité, pendant une durée d'essai ne dépassant pas 6 mois.

Pendant la biodégradation aérobic du matériau d'essai, les produits de la biodégradation ultime sont le dioxyde de carbone, l'eau, des sels minéraux et de nouveaux constituants cellulaires microbiens (biomasse). Le dioxyde de carbone produit est contrôlé en continu ou mesuré à intervalles réguliers dans les récipients d'essai et du blanc, puis intégré pour déterminer la production cumulée de dioxyde de carbone. Le pourcentage de biodégradation s'obtient en comparant le dioxyde de carbone produit par le matériau d'essai à la quantité maximale de dioxyde de carbone qui pourrait être obtenue à partir du matériau d'essai et qui est calculée à partir du carbone organique total mesuré (COT). Ce pourcentage de biodégradation ne comprendra pas la quantité de carbone convertie en nouvelle biomasse cellulaire qui n'a pas été métabolisée en dioxyde de carbone au cours de l'essai.

En outre, on détermine la désintégration d'un matériau d'essai compact à la fin de l'essai, ainsi que la perte de masse subie par le matériau d'essai.

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.

**5 Environnement d'essai**

L'incubation doit avoir lieu dans l'obscurité ou sous une lumière diffuse, dans une enceinte devant être maintenue à une température constante de  $58\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  et exempte de vapeurs susceptibles d'inhiber les micro-organismes.

Dans certains cas, par exemple lorsque le point de fusion du matériau d'essai est bas, il est possible de retenir une autre température. La température en question doit être maintenue constante à  $2\text{ °C}$  près, tout au long de l'essai. Tout changement de température doit être justifié et clairement indiqué dans le rapport d'essai.

## 6 Réactifs

### 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: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 10 %, MgO 30 %, CaO 5 %, SiO<sub>2</sub> 50 % et H<sub>2</sub>O 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 kg/m<sup>3</sup> ± 16 kg/m<sup>3</sup> (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 kg/m<sup>3</sup> ± 16 kg/m<sup>3</sup>; granulométrie: 80 % entre 6 mm et 1 mm, 2 % inférieure à 0,5 mm;

*Type «fin»:* masse volumique apparente 100 kg/m<sup>3</sup> ± 20 kg/m<sup>3</sup>; granulométrie: 80 % entre 3 mm et 0,7 mm, 5 % inférieure à 0,5 mm.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 14855, le type béton<sup>1)</sup> est utilisé.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b459d21-d95c-4ced-b12c-50f7369f45e8/iso-14855-1-2005>

## 7 Appareillage

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

**7.1 Récipients de compostage:** flacons ou fioles en verre, produisant un courant ascendant régulier de gaz.

Un volume minimal de 2 litres est nécessaire pour satisfaire aux prescriptions de 8.2 et 8.3. Pour le tamisage, selon le matériau d'essai employé, il est également possible d'utiliser un plus petit volume. Si l'on détermine les pertes de masse subies par le matériau d'essai, peser chaque récipient de compostage à vide.

**7.2 Système de production d'air,** pouvant alimenter chaque récipient de compostage en air sec ou saturé en eau, si nécessaire exempt de dioxyde de carbone, au débit prédéfini. Ce débit doit être suffisamment élevé pour créer des conditions véritablement aérobies durant l'essai (voir l'exemple donné dans l'Annexe A).

**7.3 Appareillage pour la détermination du dioxyde de carbone,** permettant de déterminer à la fois le dioxyde de carbone directement ou après absorption complète dans une solution basique, et le carbone inorganique dissous (CID) (voir l'exemple donné dans l'Annexe A). Si l'air de sortie est mesuré directement, par exemple, au moyen d'un analyseur continu à infrarouge ou d'un appareil de chromatographie en phase gazeuse, un dosage ou mesurage exact du débit est nécessaire.

---

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](http://www.bpb.com)). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 14855 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

**7.4 Tubes étanches aux gaz**, pour raccorder les récipients de compostage au système de production d'air et au dispositif de détermination du dioxyde de carbone.

**7.5 pH-mètre.**

**7.6 Appareillage analytique**, pour la détermination des matières sèches (à 105 °C), des solides volatils (à 550 °C), et du carbone organique total (COT), ou pour l'analyse élémentaire du matériau d'essai, si besoin est, pour la détermination du carbone inorganique dissous (CID).

**7.7 Balance** (facultative), permettant de peser les récipients d'essai remplis de compost et de matériau d'essai (masse normalement comprise entre 3 kg et 5 kg).

**7.8 Appareillage analytique** (facultatif), pour la détermination de l'oxygène dans l'air, de l'humidité, des acides gras volatils et de l'azote total (par exemple, par la méthode de Kjeldahl selon l'ISO 5663).

**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 (long., larg., haut.). 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.

iTeh STANDARD PREVIEW

## 8 Mode opératoire [\(standards.iteh.ai\)](https://standards.iteh.ai/)

### 8.1 Préparation de l'inoculum [ISO 14855-1:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b459d21-d95c-4ced-b12c-507369815e8/iso-14855-1-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b459d21-d95c-4ced-b12c-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b459d21-d95c-4ced-b12c-507369815e8/iso-14855-1-2005)

Utiliser comme inoculum du compost bien aéré provenant d'une installation de compostage aérobie convenablement exploitée. L'inoculum de compost doit être homogène et exempt d'objets inertes de grandes dimensions tels que verre, cailloux ou fragments de métal. Retirer ceux-ci à la main, puis tamiser le compost sur un tamis d'environ 0,5 cm à 1 cm.

**NOTE 1** Il est recommandé d'utiliser du compost provenant d'une installation de compostage de la fraction organique des déchets municipaux solides, de façon à obtenir une gamme suffisante de micro-organismes. Il convient d'utiliser, de préférence, un compost ayant entre 2 mois et 4 mois. Si l'on ne dispose pas de ce type de compost, on peut également utiliser du compost provenant d'installations qui traitent des déchets végétaux ou des mélanges de déchets végétaux et de déchets municipaux solides.

**NOTE 2** Il est recommandé d'utiliser du compost de porosité suffisante pour permettre l'obtention de conditions aussi aérobies que possible. L'ajout d'éléments structuraux comme de petites particules de bois ou de la matière inerte persistante ou faiblement biodégradable peut empêcher le compost de devenir collant ou de s'agglomérer au cours de l'essai.

Déterminer la teneur en matières sèches totales et en solides volatils de l'inoculum de compost. La teneur en matières sèches totales doit être comprise entre 50 % et 55 % des matières humides et que la teneur en solides volatils représente plus d'environ 15 % des matières humides ou 30 % des matières sèches. Ajuster la teneur en eau, si nécessaire, avant utilisation du compost en ajoutant de l'eau ou par un séchage modéré, en aérant, par exemple, le compost avec de l'air sec.

Préparer un mélange d'une partie d'inoculum de compost avec cinq parties d'eau déminéralisée. Mélanger en agitant et immédiatement mesurer le pH, qui doit être compris entre 7,0 et 9,0.

**NOTE 3** Pour la caractérisation ultérieure de l'inoculum de compost, on peut éventuellement déterminer des paramètres appropriés tels que la teneur en carbone organique total, en azote total ou en acides gras, au début et à la fin de l'essai.