
**Évaluation de la biodégradabilité
aérobie ultime des matériaux
plastiques en milieu aqueux —
Méthode par détermination de
la demande en oxygène dans un
respiromètre fermé**

Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium — Method by measuring the oxygen demand in a closed respirometer

Document Preview

[ISO 14851:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c4cb1c7c-2c9a-4b8f-b10d-f685a1effe59/iso-14851-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c4cb1c7c-2c9a-4b8f-b10d-f685a1effe59/iso-14851-2019>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 14851:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c4cb1c7c-2c9a-4b8f-b10d-f685a1effe59/iso-14851-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c4cb1c7c-2c9a-4b8f-b10d-f685a1effe59/iso-14851-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	3
5 Environnement d'essai	4
6 Réactifs	4
6.1 Eau distillée ou déminéralisée.....	4
6.2 Milieu d'essai.....	4
6.2.1 Milieu d'essai normal.....	4
6.2.2 Milieu d'essai optimisé.....	5
6.3 Solution de pyrophosphate.....	6
6.4 Absorbant du dioxyde de carbone.....	6
7 Appareillage	6
8 Mode opératoire	7
8.1 Matériau d'essai.....	7
8.2 Matériau de référence.....	7
8.3 Préparation de l'inoculum.....	7
8.4 Essai.....	8
9 Calcul et expression des résultats	10
9.1 Calcul.....	10
9.2 Expression et interprétation des résultats.....	10
10 Validité des résultats	11
11 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Demande théorique en oxygène (DThO)	13
Annexe B (informative) Correction des valeurs de DBO pour éliminer l'interférence avec la nitrification	14
Annexe C (informative) Principe de fonctionnement d'un respiromètre manométrique fermé	16
Annexe D (informative) Version de l'essai respirométrique au moyen d'un flacon fermé	18
Annexe E (informative) Exemple de détermination d'un bilan de carbone	21
Annexe F (informative) Exemple de dosage des polymères restant insolubles dans l'eau et de détermination de leur masse moléculaire à la fin de l'essai de biodégradation	23
Annexe G (informative) Exemple de détermination du CO₂ absorbé par l'absorbant	24
Bibliographie	26

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 14851:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également le Corrigendum technique ISO 14851:1999/Cor.1:2005. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- les notes de bas de page restantes ont été renumérotées;
- dans l'[Annexe C](#), des erreurs dans la légende de la [Figure C.1](#) ont été corrigées et des améliorations mineures ont été faites dans la figure elle-même;
- dans le domaine d'application et à l'[Article 8](#), le sol et le compost ont été exclus pour les inoculum utilisés dans ce document;
- en [8.4](#), le nombre de fioles d'essai pour le matériau d'essai et le blanc de contrôle est passé de deux à trois;
- dans ce document, les références ont été mises à jour avec leur dernière version en vigueur;
- la Bibliographie a été mise à jour.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Les plastiques étant de plus en plus utilisés, leur recyclage et leur mise au rebut sont devenus un problème majeur. Il faut favoriser en priorité le recyclage. Cependant, le recyclage complet des plastiques est difficile. Par exemple, les déchets en matériau plastique rejetés principalement par les consommateurs, sont difficiles à recycler complètement. Autres exemples de produits difficiles à recycler: le matériel de pêche, les films pour paillis en agriculture et les polymères hydrosolubles. Ces matériaux plastiques tendent à migrer des infrastructures fermées de management des déchets vers le milieu naturel. Désormais, les plastiques biodégradables apparaissent comme l'une des possibilités qui permettent de résoudre ce genre de problème environnemental. Il convient que les matériaux plastiques sous forme de produits ou d'emballages, qui sont envoyés dans les installations de compostage, soient potentiellement biodégradables. Il est donc très important de déterminer leur biodégradabilité potentielle et d'obtenir des indications sur la biodégradabilité de ce type de matériaux plastiques dans le milieu naturel.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 14851:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c4cb1c7c-2c9a-4b8f-b10d-f685a1effe59/iso-14851-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c4cb1c7c-2c9a-4b8f-b10d-f685a1effe59/iso-14851-2019>

Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux — Méthode par détermination de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé

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

Le présent document spécifie une méthode d'évaluation du taux de biodégradation aérobie des matériaux plastiques, y compris ceux contenant des additifs, par la détermination de la demande d'oxygène dans un respiromètre fermé. Le matériau d'essai en milieu aqueux est exposé dans des conditions de laboratoire à un inoculum provenant de boues activées.

La méthode simule les processus de biodégradation d'un environnement aquatique naturel si l'on utilise, par exemple, des boues activées non adaptées; si on utilise un inoculum mélangé ou pré-exposé, la méthode permet d'étudier la biodégradabilité potentielle du matériau d'essai.

Les conditions utilisées dans le présent document ne correspondent pas nécessairement aux conditions optimales permettant d'obtenir le taux maximal de biodégradation; cependant, le présent document est conçu pour déterminer la biodégradabilité potentielle ou pour donner une indication de la biodégradabilité des matériaux plastiques dans le milieu naturel.

La méthode permet d'affiner l'évaluation de la biodégradabilité par le calcul d'un bilan de carbone (facultatif, voir l'[Annexe E](#)).

La présente méthode s'applique aux matériaux suivants:

- polymères naturels et/ou synthétiques, copolymères ou mélanges de ceux-ci;
- matériaux plastiques contenant des additifs tels que plastifiants, colorants ou tout autre composé;
- polymères hydrosolubles;
- matériaux n'ayant pas d'effet inhibiteur dans les conditions d'essai sur les micro-organismes présents dans l'inoculum. Les effets inhibiteurs peuvent être déterminés en utilisant un dispositif de contrôle de l'inhibition ou par toute autre méthode appropriée (voir, par exemple, l'ISO 8192[2]). Si le matériau d'essai a un effet inhibiteur vis-à-vis de l'inoculum, il est possible d'utiliser une plus faible concentration, un autre inoculum ou un inoculum pré-exposé.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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)*

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

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

boue activée

biomasse formée lors du traitement aérobie de l'eau résiduaire par croissance de bactéries et d'autres microorganismes en présence d'oxygène dissous

3.3

concentration de la boue activée en matières solides en suspension

quantité de matières solides obtenue par filtration ou centrifugation d'un volume connu de *boue activée* (3.2) et séchage à environ 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante

3.4

demande biochimique en oxygène DBO

concentration en masse de l'oxygène dissous consommé, dans des conditions définies, lors de l'oxydation biologique aérobie d'un composé chimique ou de matières organiques contenues dans l'eau

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en milligrammes d'oxygène absorbé par milligramme ou gramme de composé à analyser.

3.5

demande théorique en oxygène DThO

quantité théorique maximale d'oxygène nécessaire pour oxyder complètement un composé chimique, calculée d'après la formule moléculaire

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en milligrammes d'oxygène nécessaire par milligramme ou gramme de composé à analyser

3.6

carbone organique total COT

quantité de carbone incluse dans un composé organique

3.7

carbone organique dissous COD

proportion du carbone organique contenu dans l'eau qui ne peut pas être éliminée par une séparation de phase spécifique, telle qu'une centrifugation à 40 000 m·s⁻² 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

3.8**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* (3.9)

3.9**niveau maximal de biodégradation**

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

3.10**phase de biodégradation**

durée, mesurée en jours, depuis la fin de la *phase de latence* (3.8) de l'essai jusqu'à ce que l'on ait obtenu environ 90 % du *niveau maximal de biodégradation* (3.9)

3.11**phase stationnaire**

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

3.12**pré-exposition**

pré-incubation d'un inoculum en présence de la matière organique ou du composé chimique à analyser, dans le but de renforcer la capacité de l'inoculum à biodégrader le matériau d'essai par adaptation et/ou sélection des microorganismes

3.13**préconditionnement**

pré-incubation d'un inoculum dans les conditions de l'essai effectué ultérieurement, en l'absence de la matière organique ou du composé chimique à analyser, dans le but d'améliorer l'essai par acclimatation des microorganismes aux conditions d'essai

<https://standards.iteh.ai/>

4 Principe

La biodégradabilité d'un matériau plastique est déterminée en utilisant des micro-organismes aérobies en système aqueux. Le mélange d'essai contient un milieu inorganique, le matériau d'essai organique (comme seule source de carbone et d'énergie) à une concentration comprise entre 100 mg/l et 2 000 mg/l de carbone organique, et un inoculum, sous forme de boue activée. Ce mélange est agité dans les fioles fermées d'un respiromètre pendant une durée ne dépassant pas 2 mois. Le dioxyde de carbone dégagé est absorbé dans un absorbant approprié placé dans l'espace de tête des fioles d'essai. La consommation d'oxygène (DBO) est déterminée, par exemple, en mesurant la quantité d'oxygène nécessaire pour maintenir un volume de gaz constant dans les stocks du respiromètre, ou en mesurant la variation de volume ou pression (ou une combinaison des deux), automatiquement ou manuellement. Un exemple de respiromètre est donné dans l'[Annexe C](#). Une autre solution consiste à utiliser la version du flacon fermé à deux phases, conforme à l'ISO 10708^[3] (voir l'[Annexe D](#)).

Le niveau de biodégradation est déterminé en comparant la DBO avec la quantité théorique (DThO) et en l'exprimant en pourcentage. L'influence des processus de nitrification éventuelle sur la DBO doit être prise en compte. Le résultat d'essai est le niveau maximal de biodégradation déterminé à partir du plateau de la courbe de biodégradation. Il est également possible de calculer le bilan de carbone pour obtenir des informations supplémentaires sur la biodégradation (voir l'[Annexe E](#)). De plus, le dioxyde de carbone absorbé par l'absorbant à la fin de l'essai peut être aussi déterminé pour donner une information complémentaire sur la biodégradation (voir l'[Annexe G](#)).

En comparaison avec l'ISO 9408^[6] qui est utilisée pour un large éventail de composés organiques, le présent document est spécifiquement consacré à la détermination de la biodégradabilité des matériaux plastiques. Les exigences particulières concernant le choix de l'inoculum et du milieu d'essai, il est possible d'affiner l'évaluation de la biodégradabilité par le calcul du bilan de carbone.

5 Environnement d'essai

L'incubation doit avoir lieu dans l'obscurité ou sous une lumière diffuse dans une enceinte exempte de vapeurs inhibitives pour les micro-organismes, qui doit être maintenue à une température constante, de préférence entre 20 °C et 25 °C avec une précision de ± 1 °C, ou à toute autre température appropriée en fonction de l'inoculum utilisé et de l'environnement d'essai retenu.

6 Réactifs

Utiliser exclusivement des réactifs de qualité analytique reconnue.

6.1 Eau distillée ou déminéralisée

Eau distillée ou déminéralisée, exempte de matières toxiques (en particulier, le cuivre) et contenant moins de 2 m g/l de COD.

6.2 Milieu d'essai

Il est possible d'utiliser différents milieux d'essai selon le but de l'essai. Par exemple, si l'on simule un environnement naturel, utiliser le milieu d'essai normal (6.2.1). Si le matériau d'essai est utilisé à des concentrations plus élevées, utiliser le milieu d'essai optimisé (6.2.2) avec de plus fortes concentrations en nutriments et un pouvoir tampon plus élevé.

6.2.1 Milieu d'essai normal

6.2.1.1 Solution A

Dissoudre dans de l'eau (6.1), et compléter à 1 000 ml:

dihydrogénophosphate de potassium anhydre (KH_2PO_4)	8,5 g
hydrogénophosphate dipotassique anhydre (K_2HPO_4)	21,75 g
hydrogénophosphate disodique dihydraté ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	33,4 g
chlorure d'ammonium (NH_4Cl)	0,5 g

La composition adéquate de la solution peut être vérifiée par un mesurage du pH qui devrait être de 7,4.

6.2.1.2 Solution B

Dissoudre 22,5 g de sulfate de magnésium heptahydraté ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau (6.1), et compléter à 1 000 ml.

6.2.1.3 Solution C

Dissoudre 36,4 g de chlorure de calcium dihydraté ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau (6.1), et compléter à 1 000 ml.

6.2.1.4 Solution D

Dissoudre 0,25 g de chlorure de fer (III) hexahydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau (6.1), et compléter à 1 000 ml.

Préparer cette solution juste avant utilisation pour éviter qu'il n'y ait précipitation, ou ajouter une goutte d'acide chlorhydrique concentré (HCl) ou d'une solution aqueuse d'acide éthylène diamine tétraacétique (EDTA) à 0,4 g/l.

6.2.1.5 Préparation

Pour 1 l de milieu d'essai, ajouter à environ 500 ml d'eau (6.1),

- 10 ml de solution A;
- 1 ml de chacune des solutions B à D.

Compléter à 1 000 ml avec de l'eau (6.1). Préparer le milieu d'essai pour chaque usage. Les solutions A à C peuvent être stockés jusqu'à 6 mois dans l'obscurité à la température ambiante.

6.2.2 Milieu d'essai optimisé

Le présent milieu optimisé est fortement tamponné et contient davantage de nutriments inorganiques. Cela est nécessaire pour maintenir le pH constant dans le système pendant l'essai même lorsque le matériau d'essai est présent à des concentrations élevées. Ce milieu contient environ 2 400 mg/l de phosphore et 50 mg/l d'azote et convient pour des concentrations de matériaux d'essai allant jusqu'à 2 000 mg/l de carbone organique. Si l'on doit utiliser des concentrations de matériaux d'essai plus élevées, augmenter la teneur en azote pour maintenir un rapport C:N d'environ 40:1.

6.2.2.1 Solution A

Dissoudre dans de l'eau (6.1), et compléter à 1 000 ml:

dihydrogénophosphate de potassium anhydre (KH_2PO_4)	37,5 g
hydrogénophosphate disodique dihydraté ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	87,3 g
chlorure d'ammonium (NH_4Cl)	2,0 g

6.2.2.2 Solution B

Dissoudre 22,5 g de sulfate de magnésium heptahydraté ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau (6.1), et compléter à 1 000 ml.

6.2.2.3 Solution C

Dissoudre 36,4 g de chlorure de calcium dihydraté ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau (6.1), et compléter à 1 000 ml.

6.2.2.4 Solution D

Dissoudre 0,25 g de chlorure de fer (III) hexahydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau (6.1), et compléter à 1 000 ml (voir 6.2.1.4, deuxième alinéa).

6.2.2.5 Solution E (solution d'oligo-éléments, facultative)

Dissoudre dans 10 ml de solution aqueuse de HCl (25 %, 7,7 mol/l), dans l'ordre suivant:

70 mg de ZnCl_2 , 100 mg de $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 6 mg de H_3BO_3 , 190 mg de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 3 mg de $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 240 mg de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 36 mg de $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 33 mg de $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 26 mg de $\text{Na}_2\text{SeO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Compléter à 1 000 ml avec de l'eau (6.1).

6.2.2.6 Solution F (solution de vitamines, facultative)

Dissoudre dans 100 ml d'eau (6.1) 0,6 mg de biotine, 2,0 mg de niacinamide, 2,0 mg de p-aminobenzoate, 1,0 mg d'acide panthoténique, 10,0 mg de chlorhydrate de pyridoxal, 5,0 mg de cyanocobalamine, 2,0 mg d'acide folique, 5,0 mg de riboflavine, 5,0 mg de DL- acide thioctique et 1,0 mg de dichlorure de thiamine