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

iTeh STANDARD PREVIEW

Partie 2:

(standards.iteh.ai)

**Mesurage gravimétrique du dioxyde
de carbone libéré lors d'un essai de
laboratoire**

<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso-14855-2-2018>
<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso-14855-2-2018>

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

Part 2: Gravimetric measurement of carbon dioxide evolved in a laboratory-scale test



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14855-2:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de879661-c962-4254-862b-b2f469cfc6d7/iso-14855-2-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

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.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	3
5 Réactifs	3
6 Appareillage	4
7 Mode opératoire	5
7.1 Préparation de l'inoculum.....	5
7.2 Préparation du sable marin.....	6
7.3 Préparation du matériau d'essai et du matériau de référence.....	6
7.4 Démarrage de l'essai.....	6
7.5 Mesurage du dioxyde de carbone libéré.....	7
7.6 Période d'incubation.....	8
7.7 Fin de l'essai.....	8
8 Calculs	9
8.1 Teneur théorique de dioxyde de carbone libéré par le matériau d'essai.....	9
8.2 Pourcentage de biodégradation.....	9
9 Expression et interprétation des résultats	9
10 Validité des résultats	10
11 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Principe fondamental de l'essai	11
Annexe B (informative) Exemple d'appareillage utilisant un récipient de compostage chauffé électriquement	13
Annexe C (informative) Dérivation de la formule utilisée pour calculer le taux de biodégradation à partir de la quantité de dioxyde de carbone libéré	15
Bibliographie	16

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 14, *Plastiques et environnement*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 14855-2:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également le Corrigendum technique ISO 14855-2:2007/Cor 1:2009.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes.

- Les valeurs correctes pour la taille des particules de talc sodique données dans le Corrigendum technique 1 ISO 14855-2:2007/Cor.1:2009 ont été adoptées.
- Le nombre suivant de récipients de compostage ont été fournis:
 - a) trois récipients pour le mélange d'essai;
 - b) trois récipients pour les blancs;
 - c) trois récipients pour contrôler l'activité de l'inoculum avec un matériau de référence.
- Le critère suivant a été ajouté à la liste des critères de validité à [l'Article 10](#):
 - c) l'inoculum dans le blanc a produit plus de 50 mg mais moins de 150 mg de dioxyde de carbone par gramme de solides volatils (valeurs moyennes) après 10 jours d'incubation.

Une liste de toutes les parties de l'ISO 14855 est disponible sur le site web de l'ISO.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14855-2:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de879661-c962-4254-862b-b2f469cfc6d7/iso-14855-2-2018>

Introduction

La gestion des déchets à base de plastique est un problème important dans le monde. Les techniques de valorisation des plastiques incluent la valorisation de la matière (recyclage mécanique, recyclage chimique ou recyclage de matière première, et recyclage biologique ou organique) et la valorisation énergétique (chaleur, vapeur ou électricité, comme substitut aux énergies fossiles ou aux autres ressources de carburant). L'utilisation de plastique biodégradable est une option de valorisation intéressante (recyclage biologique ou organique).

Plusieurs normes ISO concernant la détermination de la biodégradabilité aérobie/anaérobie des matières plastiques ont déjà été publiées. L'ISO 14855-1 en particulier, est une méthode d'essai courante permettant de mesurer la teneur en dioxyde de carbone libéré, en utilisant des méthodes comme l'analyse infrarouge continue, la chromatographie en phase gazeuse ou le titrage.

Les quantités d'inoculum de compost et d'échantillons pour essai utilisés dans le présent document représentent un dixième de celles utilisées dans l'ISO 14855-1. Afin de permettre l'activité de l'inoculum de compost, une matière inerte donnant au mélange la même texture que le sol est mélangée à l'inoculum. Le dioxyde de carbone dégagé par le récipient d'essai est déterminé par absorption dans un piège à dioxyde de carbone et en effectuant une analyse gravimétrique de l'absorbant. La méthode décrite dans le présent document, qui utilise un système clos pour retenir le dioxyde de carbone libéré, peut aussi être appliquée pour obtenir des informations pertinentes, par des études par marquage isotopique, sur la manière dont la structure moléculaire des copolymères se dégrade.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 14855-2:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de879661-c962-4254-862b-b2f469cfc6d7/iso-14855-2-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de879661-c962-4254-862b-b2f469cfc6d7/iso-14855-2-2018>

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

Partie 2:

Mesurage gravimétrique du dioxyde de carbone libéré lors d'un essai de laboratoire

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 de détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques, dans des conditions de compostage contrôlées, par mesurage gravimétrique de la teneur en dioxyde de carbone libéré. Cette méthode est conçue pour produire un taux de biodégradation optimal en ajustant l'humidité, l'aération et la température du récipient de compostage.

La méthode s'applique aux matériaux suivants:

- polymères et copolymères naturels et/ou synthétiques, et mélanges des deux;
- matériaux plastiques contenant des additifs tels que plastifiants ou colorants;
- polymères solubles dans l'eau;
- matériaux qui, dans les conditions d'essai, n'inhibent pas l'activité des micro-organismes présents dans l'inoculum.

Si le matériau d'essai inhibe les micro-organismes dans l'inoculum, il est possible d'utiliser un autre type de compost mature ou un compost de pré-exposition.

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 11721-1, *Textiles — Détermination de la résistance aux micro-organismes des textiles contenant de la cellulose — Essai d'enfouissement — Partie 1: Évaluation d'un traitement d'imputrescibilité*

ISO 14855-1, *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*

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 <https://www.electropedia.org/>

3.1

compost

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

3.2

compostage

procédé aérobie destiné à produire du compost

3.3

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

3.4

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14855-2:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de879661-c962-4254-862b-62149c10ca71/iso-14855-2-2018>

Note 1 à l'article: La teneur en solides volatils est symptomatique de la teneur en matière organique.

3.5

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

3.6

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

3.7

phase de latence

durée écoulée à partir du début de l'essai jusqu'à 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

Note 1 à l'article: Elle est mesurée en jours.

3.8

niveau maximal de biodégradation

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

Note 1 à l'article: Il est mesuré en pourcentage.

3.9**phase de biodégradation**

durée 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

Note 1 à l'article: Elle est mesurée en jours.

3.10**phase stationnaire**

durée écoulée entre la fin de la phase de biodégradation et la fin de l'essai

Note 1 à l'article: Elle est mesurée en jours.

3.11**pré-exposition**

pré-incubation d'un inoculum en présence du composé chimique ou de la matière organique soumis(e) à essai, avec pour objectif d'améliorer la capacité de l'inoculum à biodégrader le matériau d'essai par adaptation et/ou sélection des micro-organismes

3.12**pré-conditionnement**

pré-incubation d'un inoculum dans les conditions de l'essai suivant, en l'absence du composé organique ou de la matière organique soumis(e) à essai, avec pour objectif d'améliorer l'essai par acclimatation des micro-organismes aux conditions d'essai

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

masse d'eau évaporée du sol saturé d'eau lorsque le sol est séché à masse constante à 105 °C, divisée par la masse sèche du sol

ISO 14855-2:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de879661-c962-4254-862b-b2f469cfc6d7/iso-14855-2-2018>

4 Principe

Cette méthode est conçue pour produire le taux de biodégradation optimal d'un matériau plastique dans un compost mature en contrôlant l'humidité, le taux d'aération et la température dans le récipient de compostage. Elle permet également de déterminer la biodégradabilité ultime du matériau d'essai en utilisant un réacteur à petite échelle. Le taux de dégradation est périodiquement mesuré en déterminant la masse du dioxyde de carbone libéré à l'aide d'une colonne d'absorption remplie de chaux sodée et de talc sodique sur une balance électronique.

Le matériau d'essai est mélangé avec un inoculum dérivé du compost mature et avec un matériau inerte comme du sable marin. Le sable marin joue un rôle actif de rétention de l'humidité et des micro-organismes. Des exemples de montage d'essai appropriés sont présentés dans les [Annexes A](#) et [B](#). La quantité de dioxyde de carbone libéré est mesurée périodiquement sur une balance électronique et la teneur en dioxyde de carbone est déterminée en utilisant la méthode suivante. La dérivation de la formule utilisée pour calculer le degré de biodégradation à partir de la quantité de dioxyde de carbone libéré est indiquée dans l'[Annexe C](#). Dans cette méthode, le degré de biodégradation, exprimé en pourcentage, est calculé en comparant la quantité de dioxyde de carbone libéré avec la quantité théorique (ThCO₂).

L'essai est terminé lorsque la phase stationnaire de biodégradation a été atteinte. La durée normale d'accomplissement est de 45 jours, mais l'essai peut être prolongé jusqu'à six mois.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique. Utiliser uniquement de l'eau déionisée.

5.1 Chaux sodée, de granulométrie comprise entre 2 mm et 4 mm, pour l'absorption du CO₂.

5.2 Chlorure de calcium anhydre, de granulométrie comprise entre 2 mm et 3 mm, pour l'absorption de l'eau.

5.3 Hydroxyde de sodium sur une base de talc (couramment appelé talc sodique), de granulométrie comprise entre 2 mm et 3 mm, pour l'absorption du CO₂.

5.4 Gel de silice (avec indicateur d'humidité), de granulométrie comprise entre 2 mm et 4 mm, pour l'absorption de l'eau.

5.5 Sable marin, de granulométrie comprise entre 20 mesh et 35 mesh.

5.6 Matériau de référence: cellulose microcristalline de qualité CCM (chromatographie sur couche mince) avec une granulométrie inférieure à 20 µm, pour une utilisation comme matériau de référence pour le témoin positif.

6 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.

6.1 Système de production d'air, capable d'alimenter chaque récipient de compostage en air exempt de dioxyde de carbone, saturé en eau.

L'air peut être préparé en injectant de l'air comprimé à travers un piège à dioxyde de carbone et un humidificateur (voir les exemples en [Annexes A et B](#)), c'est-à-dire des colonnes remplies de chaux sodée et d'eau. Le débit d'air doit être contrôlé par le biais d'un régulateur de débit afin qu'il soit assez élevé pour des conditions aérobies.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de879661-c962-4254-862b-b2f469cfc6d7/iso-14855-2-2018>

6.2 Récipients de compostage.

Utiliser des flacons ou des colonnes assurant l'alimentation en air exempt de dioxyde de carbone, saturé en eau des contenus. 500 ml est un volume approprié. Si la perte en masse du matériau d'essai est à déterminer, peser chaque récipient de compostage vide avant de commencer l'essai.

6.3 Appareillage pour la détermination du dioxyde de carbone, capable de déterminer le dioxyde de carbone directement à partir du changement de masse du piège à dioxyde de carbone. Le piège à dioxyde de carbone doit être composé de colonnes remplies de chaux sodée, de talc sodique et de chlorure de calcium anhydre. Il convient que le chlorure de calcium soit de préférence contenu dans une colonne séparément de la chaux sodée et du talc sodique (voir les exemples en [Annexes A et B](#)). Un piège à ammoniac (acide sulfurique dilué) et un piège à eau (gel de silice et chlorure de calcium) sont nécessaires entre le récipient de compostage et la colonne absorbant le dioxyde de carbone.

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

6.5 pH-mètre, utilisé pour mesurer le pH du mélange d'essai. Il doit être précis à 0,1 unité de pH ou mieux.

6.6 Appareillage analytique, utilisé pour la détermination des matières sèches (à 105 °C), des solides volatils (à 550 °C) et du carbone organique total (COT), pour l'analyse élémentaire du matériau d'essai et, si besoin est, pour la détermination du carbone inorganique dissous (CID), des acides gras volatils, de l'oxygène dans l'air, du taux d'humidité et de l'azote total.

6.7 Balance, utilisée pour mesurer périodiquement la masse de la colonne absorbant le dioxyde de carbone afin de déterminer la quantité de dioxyde de carbone libéré, et aussi de mesurer la masse du

réceptif de compostage contenant le compost et le matériau d'essai. Une balance électronique à plateau supérieur, avec un affichage à 10 mg près et une capacité supérieure à 500 g, est recommandée.

6.8 Unité de régulation thermostatique, servant à maintenir la température des récipients de compostage à une température contrôlée pendant l'essai (voir les exemples en [Annexes A](#) et [B](#)). Elle doit pouvoir maintenir la température des récipients de compostage constante à ± 2 °C près.

6.9 Bioréacteurs de compostage. Une boîte, en polypropylène ou un autre matériau approprié, ayant une taille qui permet de remuer facilement le contenu avec une spatule. La boîte doit être équipée d'un couvercle étanche pour éviter les pertes d'eau excessives. Trois trous d'environ 1 cm de diamètre doivent être percés à équidistance sur la ligne centrale du couvercle. Ces trous permettent à l'air d'entrer et aux gaz de sortir de la boîte, et à l'eau en excès de s'évaporer graduellement.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'inoculum

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 3 mm.

Le compost peut être produit comme suit. Des copeaux de bois, de la sciure, des couches de champignons, des paillettes ou de la paille de riz peuvent être utilisés comme source de carbone. De l'excrément de bétail est ajouté comme source de micro-organismes de compostage, ainsi que des nutriments (sels minéraux). Ces éléments sont placés dans un récipient d'un volume d'environ 1 m³ puis bien mélangés. Il est recommandé d'ajuster le compost à un rapport carbone/azote (C/N) de 15 et un rapport carbone/phosphore (C/P) de 30. Les insuffisances en phosphore et en azote peuvent être comblées en utilisant respectivement du superphosphate de calcium et de l'hexahydrate phosphate ammoniacomagnésien ou de l'urée. De l'eau est ajoutée pour atteindre une teneur en eau égale à 65 %. Les valeurs de C/N, C/P et de teneur en eau peuvent aussi être ajustées à d'autres valeurs, suivant l'expérience, les variations saisonnières et les différences de climat. Il convient de retirer le compost du récipient une fois par semaine pour le retourner et ajouter de l'eau si nécessaire, avant de le remettre dans le récipient pour que le processus de compostage se poursuive. Il convient que l'âge du compost soit de préférence compris entre deux et quatre mois.

Un inoculum non exposé est généralement recommandé, particulièrement dans le cas d'essais normalisés simulant un comportement de biodégradation dans des systèmes de compostage réels. Selon l'objet de l'essai, il est cependant possible d'utiliser du compost pré-exposé, à condition que cela soit clairement mentionné dans le rapport d'essai (par exemple pourcentage de biodégradation = X %, en utilisant du compost pré-exposé) et à condition que la méthode de pré-exposition soit détaillée dans le rapport d'essai.

Déterminer la teneur en matières sèches totales et en solides volatils de l'inoculum de compost. Il convient que la teneur en matières sèches totales soit comprise entre 35 % et 55 % des matières humides et que la teneur en solides volatils soit supérieure à 30 % des matières sèches. Ajuster le taux d'humidité, 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 avec cinq parties d'eau déionisée. Mélanger en agitant et immédiatement mesurer le pH. Celui-ci doit être compris entre 7,0 et 9,0.

Pour la caractérisation ultérieure de l'inoculum, 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.

Vérifier l'activité de l'inoculum pendant l'essai au moyen d'un matériau de référence biodégradable et en mesurant l'évolution du dioxyde de carbone dans les récipients du blanc. À la fin de l'essai, le matériau