
**Plastiques — Détermination de la
biodégradabilité aérobie ultime des
matériaux plastiques dans le sol par
mesure de la demande en oxygène
dans un respiromètre ou de la teneur
en dioxyde de carbone libéré**

*Plastics — Determination of the ultimate aerobic biodegradability
of plastic materials in soil by measuring the oxygen demand in a
respirometer or the amount of carbon dioxide evolved*

Document Preview

[ISO 17556:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0911ae8c-cf77-4b04-9537-6a941c7eca17/iso-17556-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0911ae8c-cf77-4b04-9537-6a941c7eca17/iso-17556-2019>



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

[ISO 17556:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0911ae8c-cf77-4b04-9537-6a941c7eca17/iso-17556-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0911ae8c-cf77-4b04-9537-6a941c7eca17/iso-17556-2019>



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	1
4 Principe	3
5 Environnement d'essai	4
6 Matériaux	4
7 Appareillage	4
8 Mode opératoire	5
8.1 Préparation du matériau d'essai.....	5
8.2 Préparation de la substance de référence.....	6
8.3 Préparation du sol d'essai.....	6
8.3.1 Collecte et tamisage du sol.....	6
8.3.2 Préparation d'un sol normalisé.....	6
8.3.3 Mesurage des caractéristiques du sol.....	7
8.3.4 Ajustement de la teneur en eau et du pH du sol.....	7
8.3.5 Manipulation et stockage du sol.....	8
8.4 Début et exécution de l'essai.....	8
9 Calcul et expression des résultats	9
9.1 Calcul.....	9
9.1.1 Pourcentage de biodégradation à partir de la consommation d'oxygène.....	9
9.1.2 Pourcentage de biodégradation à partir du dioxyde de carbone libéré.....	10
9.2 Expression et interprétation des résultats.....	11
10 Validité des résultats	11
11 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Principe du respiromètre manométrique (exemple)	13
Annexe B (informative) Exemple d'un système d'essai pour mesurer la quantité de dioxyde de carbone libéré	14
Annexe C (informative) Exemples de méthodes de détermination de la quantité de dioxyde de carbone libéré	16
Annexe D (informative) Demande théorique en oxygène (DThO)	19
Annexe E (informative) Exemple d'une détermination de la quantité résiduelle et de la masse moléculaire de polymère insoluble dans l'eau à la fin d'un essai de biodégradation	20
Annexe F (informative) Exemples d'essais à long terme	21
Annexe G (informative) Essais interlaboratoires	25
Bibliographie	29

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/foreword.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 14, *Aspects liés à l'environnement*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 17556:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- a) l'unité utilisée pour la DBO, le COD et le CID a été corrigée (voir l'[Article 3](#));
- b) la formule de calcul du pourcentage de biodégradation a été modifiée (voir [9.1.1](#));
- c) la période d'essai est passée à deux ans au maximum (voir l'[Article 4](#));
- d) le nombre de réplicats est passé à trois (voir [9.2](#)).

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

Un certain nombre de matériaux et produits plastiques ont été conçus pour des applications finissant dans ou sur le sol. Ils ont été développés pour des applications dans lesquelles la biodégradation est bénéfique d'un point de vue technique, environnemental, social ou économique. On en trouve des exemples dans l'agriculture (par exemple film de paillage), l'horticulture (par exemple ficelles et attaches, pots de fleur, tuteurs), les articles funéraires (par exemple housses mortuaires), les loisirs (par exemple cibles de tir en plastique, cartouches), etc. Dans bien des cas, la récupération et/ou le recyclage de ces articles en plastique s'avèrent difficiles ou non viables économiquement. Différents types de plastiques biodégradables, conçus pour se dégrader et disparaître *in situ* à la fin de leur vie utile, ont été mis au point. Plusieurs Normes internationales spécifient des méthodes d'essai relatives à l'évaluation de la biodégradation aérobie ou anaérobie ultime des matériaux plastiques dans des conditions aqueuses ou des conditions de compostage. Compte tenu de l'emploi et de l'élimination des plastiques biodégradables, il est important d'établir une méthode d'essai permettant de déterminer la biodégradation aérobie ultime de tels matériaux plastiques dans le sol.

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

[ISO 17556:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0911ae8c-cf77-4b04-9537-6a941c7eca17/iso-17556-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0911ae8c-cf77-4b04-9537-6a941c7eca17/iso-17556-2019>

Plastiques — Détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans le sol par mesure de la demande en oxygène dans un respiromètre ou de la teneur en dioxyde de carbone libéré

AVERTISSEMENT — Il convient de prendre les précautions appropriées lors de la manipulation du sol, celui-ci pouvant contenir des organismes potentiellement pathogènes. Il convient de manipuler avec soin les composés toxiques à analyser et ceux 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 le sol en mesurant la demande en oxygène dans un respiromètre fermé ou la quantité de dioxyde de carbone libéré. La méthode est conçue pour produire un taux de biodégradation optimal en ajustant l'humidité du sol d'essai.

Si un sol non modifié est utilisé comme inoculum, l'essai simule les processus de biodégradation qui ont lieu dans un environnement naturel; si un sol pré-exposé est utilisé, la méthode peut être utilisée pour étudier la biodégradabilité potentielle d'un matériau d'essai.

Cette méthode est applicable aux matériaux suivants:

- polymères, copolymères naturels et/ou synthétiques ou leurs mélanges;
- matériaux plastiques contenant des additifs tels que plastifiants ou colorants;
- polymères solubles dans l'eau.

Elle ne s'applique pas nécessairement aux matériaux qui, dans les conditions de l'essai, ont un effet inhibiteur vis-à-vis de l'activité des micro-organismes présents dans le sol. Les effets inhibiteurs peuvent être déterminés au moyen d'un contrôle de l'inhibition ou par une autre méthode appropriée. Si le matériau d'essai a un effet inhibiteur vis-à-vis des micro-organismes présents dans le sol, il est possible d'utiliser une concentration de matériau d'essai plus faible, un autre type de sol ou un sol 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 10390, *Qualité du sol — Détermination du pH*

ISO 10694, *Qualité du sol — Dosage du carbone organique et du carbone total après combustion sèche (analyse élémentaire)*

ISO 11274, *Qualité du sol — Détermination de la caractéristique de la rétention en eau — Méthodes de laboratoire*

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 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 production d'une nouvelle biomasse

3.2 demande biochimique en oxygène DBO

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

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en milligrammes d'oxygène nécessaire par kilogramme de sol d'essai.

3.3 carbone organique dissous COD

partie du carbone organique présent dans l'eau qui ne peut pas être éliminée par une séparation de phases spécifique

Note 1 à l'article: Il est exprimé en milligrammes de carbone par litre.

Note 2 à l'article: Des moyens de séparation type sont une centrifugation à $40\,000\text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$ pendant 15 min ou une filtration sur membrane ayant un diamètre de pores compris entre $0,2\ \mu\text{m}$ et $0,45\ \mu\text{m}$.

3.4 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 par gramme de composé soumis à essai.

3.5 quantité théorique de dioxyde de carbone libéré ThCO₂

quantité théorique maximale de dioxyde de carbone libéré après l'oxydation complète d'un composé chimique, calculée d'après la formule moléculaire

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en milligrammes de dioxyde de carbone libéré par milligramme ou par gramme de composé soumis à essai.

3.6 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)

3.7 phase de biodégradation

durée, mesurée en jours, depuis la fin de la *phase de latence* (3.6) de l'essai jusqu'à ce que l'on ait obtenu environ 90 % du *niveau maximal de biodégradation* (3.8)

3.8**niveau maximal de biodégradation**

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

3.9**phase stationnaire**

durée écoulée entre la fin de la *phase de biodégradation* (3.7) et la fin de l'essai

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

3.10**pré-conditionnement**

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

3.11**pré-exposition**

pré-incubation du sol, en présence du composé chimique ou de la matière organique à analyser, dans le but d'améliorer la capacité du sol à dégrader le matériau d'essai par adaptation et/ou sélection des micro-organismes

3.12**teneur en eau**

masse d'eau s'évaporant du sol lorsqu'il est séché jusqu'à masse constante à 105 °C, divisée par la masse sèche du sol

Note 1 à l'article: Il s'agit du rapport entre les masses de l'eau et des particules du sol dans un échantillon de sol.

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

masse d'eau s'évaporant du sol saturé d'eau lorsqu'il est séché jusqu'à masse constante à 105 °C, divisée par la masse sèche du sol

3.14**carbone organique total****COT**

quantité de carbone incluse dans un composé organique

Note 1 à l'article: Il est exprimé en milligrammes de carbone par 100 mg de composé.

4 Principe

La méthode d'essai est conçue pour produire le taux optimal de biodégradation d'un matériau plastique dans un sol d'essai en contrôlant l'humidité de ce dernier et permet de déterminer la biodégradabilité ultime du matériau d'essai.

Le matériau plastique, qui est la source unique de carbone et d'énergie, est mélangé au sol. On laisse reposer le mélange dans un flacon pendant une période durant laquelle la consommation d'oxygène (DBO) ou la quantité de dioxyde de carbone libéré sont déterminées. À condition que le dioxyde de carbone libéré soit absorbé, la DBO peut être déterminée, par exemple en mesurant la quantité d'oxygène exigée pour maintenir un volume de gaz constant dans un flacon de respiromètre ou en mesurant le changement de volume ou de pression (ou une combinaison des deux) soit automatiquement, soit manuellement. Un exemple de respiromètre approprié est donné à l'[Annexe A](#). La quantité de dioxyde de carbone libéré est déterminée à des intervalles qui dépendent de la cinétique de biodégradation de la substance d'essai, en faisant passer de l'air exempt de dioxyde de carbone sur le sol d'essai, puis en déterminant la teneur en dioxyde de carbone de l'air par une méthode analytique appropriée. Des exemples de méthodes appropriées sont donnés aux [Annexes B](#) et [C](#).

Le niveau de biodégradation, exprimé comme un pourcentage, est établi en comparant la DBO avec la demande théorique en oxygène (DThO) ou en comparant la quantité de dioxyde de carbone libéré avec la quantité théorique (ThCO₂). L'influence de processus possibles de nitrification sur la DBO doit être prise en compte. La période d'essai normale est de six mois. La durée de l'essai peut être réduite ou prolongée jusqu'à ce que la phase stationnaire (voir [3.9](#)) soit atteinte, mais la période d'essai totale ne doit pas dépasser deux ans.

Contrairement à l'ISO 11266, qui est utilisée pour une variété de composés organiques, le présent document est conçu spécialement pour déterminer la biodégradabilité des matériaux plastiques.

5 Environnement d'essai

L'incubation doit avoir lieu dans l'obscurité ou sous une lumière diffuse, dans une enceinte exempte de vapeurs toxiques pour les micro-organismes et maintenue à une température constante comprise entre 20 °C et 28 °C à ± 2 °C près, de préférence 25 °C.

6 Matériaux

6.1 Eau distillée, contenant moins de 2 mg de COD par litre.

6.2 Absorbant de dioxyde de carbone, de préférence des pastilles de chaux sodée.

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 Respiromètre fermé, comprenant les flacons d'essai et tous les autres équipements nécessaires, situé dans une pièce à température constante ou dans un appareil commandé par thermostat (par exemple bain d'eau). Un exemple est décrit à l'[Annexe A](#).

Tout respiromètre capable d'établir avec une exactitude suffisante la demande biochimique en oxygène convient. On choisira de préférence un appareil mesurant et remplaçant automatiquement l'oxygène consommé de façon qu'aucun défaut d'oxygène et aucune inhibition de l'activité microbienne ne se produisent durant le processus de dégradation.

7.2 Appareillage pour le mesurage de la quantité de dioxyde de carbone libéré

7.2.1 Flacons d'essai: récipients en verre (par exemple fioles ou flacons coniques) permettant de purger le gaz, avec un tubage imperméable au dioxyde de carbone, placés dans une pièce à température constante ou dans un appareil commandé par thermostat (par exemple bain d'eau).

7.2.2 Système de production d'air exempt de dioxyde de carbone, capable d'alimenter chaque flacon d'essai avec de l'air exempt de dioxyde de carbone à un débit de plusieurs ml/min, maintenu constant à ± 10 % (voir à l'[Annexe B](#) un exemple de montage avec les récipients d'essai). Une autre possibilité consiste à utiliser l'appareil d'incubation décrit dans l'ASTM D5988.

7.2.3 Équipement analytique pour la détermination du dioxyde de carbone avec exactitude. Exemples type: un analyseur IR de dioxyde de carbone, un analyseur de carbone inorganique dissous (CID), un appareil de détermination titrimétrique après absorption complète dans une solution basique (voir l'[Annexe C](#)) et un appareil de détermination gravimétrique du dioxyde de carbone conformément à l'ISO 14855-2.

7.3 Balance analytique.

7.4 pH-mètre.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation du matériau d'essai

Le matériau d'essai doit être de masse connue et avoir une teneur en carbone suffisante pour donner une DBO ou une quantité de dioxyde de carbone susceptible d'être adéquatement mesurée par l'équipement analytique utilisé. Calculer le COT à partir de la formule chimique ou le déterminer par une technique analytique appropriée (par exemple analyse élémentaire ou mesurage conformément à l'ISO 8245) et calculer la DThO ou la ThCO₂ (voir les [Annexes C](#) et [D](#)).

NOTE Bien que l'analyse élémentaire des macromolécules soit, en général, moins précise que celle des composés de faible masse moléculaire, le degré de précision est généralement acceptable pour calculer la DThO ou la ThCO₂.

La quantité de matériau d'essai doit être suffisante pour compenser toutes les variations de la consommation d'oxygène environnante ou le dioxyde de carbone libéré à partir du sol d'essai: une quantité comprise entre 100 mg et 300 mg de matériau d'essai pour une quantité de sol d'essai comprise entre 100 g et 300 g est en général suffisante. La quantité maximale de matériau d'essai est limitée par l'alimentation en oxygène du système d'essai. Il est recommandé d'utiliser 200 mg de matériau d'essai pour 200 g de sol, sauf si le sol contient une quantité excessive de matière organique.

Lorsque des systèmes d'essai fondés sur la détermination du dioxyde de carbone libéré sont utilisés, de plus grandes quantités de matériau d'essai peuvent être utilisées (par exemple 2 500 mg pour 200 g de sol) afin d'augmenter la différence entre le CO₂ produit par le matériau d'essai et le CO₂ produit par le témoin à blanc. Par ailleurs, une plus grande quantité de matériau d'essai sera nécessaire si un bilan massique final doit être établi (voir l'[Annexe E](#)).

Une pré-aération du matériau d'essai ou l'adjonction d'un matériau inerte est recommandée, si nécessaire, pour diminuer la respiration du sol dans les flacons témoins à blanc.

Il convient d'utiliser un matériau d'essai se présentant de préférence sous forme de poudre, mais il est également possible de l'introduire sous forme de films, de fragments ou d'éléments formés.

Les échantillons peuvent être réduits en taille au moyen d'un broyage cryogénique.

Des essais ont montré que le taux de biodégradation au stade ultime est pratiquement indépendant de la forme physique et géométrique du matériau d'essai. Toutefois, la vitesse de biodégradation est dépendante de la forme physique et géométrique du matériau. Il convient d'utiliser des matériaux d'essai de formes physiques et géométriques similaires si l'objectif est de comparer différentes sortes de matériaux plastiques sur une durée identique. Lorsque le matériau d'essai est sous forme de poudre, il convient d'utiliser des petites particules dont la distribution granulométrique est connue. Une distribution granulométrique avec un diamètre maximal de 250 µm est recommandée. Dans le cas où le matériau d'essai ne serait pas sous forme pulvérulente, il convient que la taille des morceaux de matériau ne soit pas supérieure à 5 mm x 5 mm. De même, la taille du dispositif d'essai peut dépendre de la forme physique du matériau d'essai. Il convient de s'assurer qu'aucun changement non désiré ne se produit dans le matériau d'essai en raison de la configuration de l'équipement (par exemple des broyeurs) utilisé. Normalement, le traitement du matériau d'essai n'influencera pas significativement son comportement de dégradation (par exemple utilisation de poudre pour des composites).

Éventuellement, déterminer la teneur en hydrogène, en oxygène, en azote, en phosphore et en soufre ainsi que la masse moléculaire du matériau d'essai en utilisant, par exemple, la chromatographie d'exclusion stérique. Il est préférable de soumettre à essai des matériaux plastiques ne comportant pas d'additifs tels que des plastifiants. Lorsque le matériau contient de tels additifs, il est nécessaire de disposer d'informations sur leur biodégradabilité pour évaluer la biodégradabilité exacte du matériau polymérique lui-même.