

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
14852

ISO/TC 61/SC 14

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2021-03-23

Vote clos le:
2021-05-18

Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré

Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium — Method by analysis of evolved carbon dioxide
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 14852](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68ed79a1-c151-470a-82f0-c4b7e21089e0/iso-fdis-14852>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/FDIS 14852:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 14852](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68ed79a1-c151-470a-82f0-c4b7e21089e0/iso-fdis-14852)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68ed79a1-c151-470a-82f0-c4b7e21089e0/iso-fdis-14852>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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

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 Réactifs	4
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.....	8
8.3.1 Généralités.....	8
8.3.2 Inoculum provenant d'une installation de traitement des eaux résiduaires.....	8
8.4 Essai.....	8
9 Calcul et expression des résultats	10
9.1 Calcul.....	10
9.1.1 Teneur théorique en dioxyde de carbone du matériau d'essai.....	10
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 de fonctionnement d'un système d'essai permettant de mesurer le dioxyde de carbone libéré (exemple)	13
Annexe B (informative) Exemples de détermination du dioxyde de carbone libéré	14
Annexe C (informative) Exemple de détermination d'un bilan carbone	17
Annexe D (informative) Exemple de dosage des polymères insolubles dans l'eau restant à la fin de l'essai de biodégradation et détermination de leur masse moléculaire	19
Bibliographie	20

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 présent document a été élaboré par le Comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, Sous-comité SC 14, *Aspects liés à l'environnement*, en collaboration avec le Comité Européen de Normalisation (CEN), comité technique CEN/TC 249, *Plastiques*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 14852:2018), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- dans le Domaine d'application et l'**Article 8**, le sol et le compost ont été exclus des inoculum utilisés dans ce document;
- en **8.4**, le nombre de fioles pour vérifier l'activité de l'inoculum est passé de trois à deux;
- les critères de validité ont été révisés pour se conformer à l'ISO 14851.

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 valorisation et leur élimination sont devenues un problème majeur. Il convient de favoriser en priorité leur valorisation. 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 potentielle de ce type de matériaux plastiques.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 14852](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68ed79a1-c151-470a-82f0-c4b7e21089e0/iso-fdis-14852)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68ed79a1-c151-470a-82f0-c4b7e21089e0/iso-fdis-14852>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 14852

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68ed79a1-c151-470a-82f0-c4b7e21089e0/iso-fdis-14852>

Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré

AVERTISSEMENT — Les eaux usées, les boues activées 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 biodégradabilité aérobie des matériaux plastiques, y compris ceux contenant des additifs, par la détermination de la quantité de dioxyde de carbone libéré. Le matériau d'essai en milieu synthétique est exposé dans des conditions de laboratoire normalisées à un inoculum provenant de boues activées dans des conditions aérobies.

Les conditions utilisées dans le présent document ne correspondent pas nécessairement aux conditions optimales permettant d'obtenir le taux maximal de biodégradation; cependant, cette méthode d'essai est conçue pour mesurer la biodégradation des matériaux plastiques et pour donner une indication de leur biodégradabilité potentielle.

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

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^[1]). 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 <https://www.electropedia.org/>

3.1 biodégradabilité aérobie ultime

taux de décomposition, exprimé en pourcentage, 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

mélange de matières organiques et de biomasse formé 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 matières solides en suspension

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

3.4 carbone inorganique dissous

CID
proportion du carbone inorganique contenu dans l'eau qui ne peut pas être éliminée par une séparation de phase spécifique

Note 1 à l'article: La séparation de phase peut être obtenue par exemple par 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68ed79a1-c151-470a-82f0-c4b7e21089e0/iso-fdis-14852>

3.5 teneur théorique en 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

Note 1 à l'article: Elle est calculée à partir de la formule moléculaire.

Note 2 à l'article: Elle est exprimée en milligrammes de dioxyde de carbone libéré par milligramme ou gramme de composé à analyser.

3.6 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 milligrammes du composé.

[SOURCE: ISO 17556:2012, 3.14]

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

Note 1 à l'article: La séparation de phase peut être obtenue par exemple par 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 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)

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

3.9**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.

3.10**phase de biodégradation**

durée depuis la fin de la *phase de latence* (3.8) de l'essai jusqu'à ce que l'on ait obtenu la *phase stationnaire* (3.11)

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

3.11**phase stationnaire**

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

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

3.12**pré-exposition**

pré-incubation d'un *inoculum* (3.14) 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**préconditionné**

inoculum (3.14) pré-incubé 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

3.14**inoculum**

microorganismes ou autre matière utilisée dans une *inoculation* (3.15)

Note 1 à l'article: Egalement appelé inoculant.

3.15**inoculation**

introduction de microorganismes dans un milieu de culture afin de faire démarrer un processus biologique

4 Principe

La biodégradabilité d'un matériau plastique est déterminée en utilisant des microorganismes aérobies et mésophiles 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. Si des concentrations plus élevées de matériau d'essai sont utilisées, un milieu d'essai optimisé doit être appliqué.

NOTE Des concentrations plus faibles, par exemple entre 20 mg/l et 40 mg/l de carbone organique, ont été testées et jugées appropriées.

Le mélange est agité dans des fioles d'essai et aéré avec de l'air exempt de dioxyde de carbone pendant une durée qui est fonction de la cinétique de la biodégradation, mais qui ne dépasse pas 2 mois. Le dioxyde de carbone libéré au cours de la dégradation microbienne est déterminé par une méthode d'analyse appropriée dont un exemple est donné dans les [Annexes A](#) et [B](#).

Le niveau de biodégradation est déterminé en comparant la quantité de dioxyde de carbone libéré avec la quantité théorique (ThCO_2) et en l'exprimant en pourcentage. 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 carbone pour obtenir des informations supplémentaires sur la biodégradation (voir l'[Annexe C](#)).

À la différence de l'ISO 9439, qui est utilisée pour un large éventail de composés organiques, le présent document est spécifiquement consacré à la détermination de la biodégradation des matériaux plastiques. Les exigences particulières affectent nécessairement le choix de l'inoculum et du milieu d'essai, et il est possible d'affiner l'évaluation de la biodégradabilité par le calcul d'un bilan 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.

6 Réactifs

Utiliser exclusivement des réactifs de qualité analytique reconnue.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

[ISO/FDIS 14852](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68ed79a1-c151-470a-82f0-c4b7e21089e0/iso-fdis-14852>

6.2 Milieu d'essai.

Il est possible d'utiliser différents milieux d'essai selon le but de l'essai. Par exemple, 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 ce qui suit dans de l'eau ([6.1](#)) et à 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 une solution fraîche 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 ce qui suit à environ 500 ml d'eau (6.1):

- 10 ml de solution A (6.2.1.1);
- 1 ml de chacune des solutions B (6.2.1.2), C (6.2.1.3), D (6.2.1.4).

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

Préparer le milieu de test juste avant son utilisation. Les solutions A jusqu'à C peuvent être conservées jusqu'à 6 mois dans l'obscurité à température ambiante. La même chose s'applique pour la solution D dans le cas où de l'HCl ou de l'EDTA a été ajouté.

(standards.iteh.ai)

6.2.2 Milieu d'essai optimisé

Le présent milieu d'essai 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 il 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 ou moins élevées, augmenter ou diminuer, selon le cas, la teneur en azote pour maintenir un rapport C:N d'environ 40:1.

6.2.2.1 Solution E

Dissoudre ce qui suit dans de l'eau (6.1) et à 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 F (solution d'oligo-éléments, facultative)

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

- a) 70 mg de ZnCl_2 ;
- b) 100 mg de $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$;
- c) 6 mg de H_3BO_3 ;
- d) 190 mg de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;
- e) 3 mg de $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;