NORME INTERNATIONALE

ISO 10210

Première édition
2012-08-15

Plastiques — Méthodes de préparation des échantillons pour les essais de biodégradation des matériaux plastiques

Plastics — Methods for the preparation of samples for biodegradation testing of plastic materials

Numéro de référence
ISO 10210:2012(F)

© ISO 2012



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

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 Réactifs ... **3**
5.1 Dioxyde de carbone solide ... 3
5.2 Azote liquide ... 4

6 Appareillage ... **4**
6.1 Tamis ... 4
6.2 Broyeur à rotor ... 4
6.3 Mélangeur mécanique rotatif ... 4
6.4 Broyeur à billes ... 4
6.5 Tamiseuse ... 4
6.6 Microscope ... 4

7 Mode opératoire ... **5**
7.1 Préparation et contrôle dimensionnel du matériau d'essai avant la réduction de la taille ... 5
7.2 Matériau d'essai en poudre/granulé/grain ... 5
7.2.1 Matériau d'essai en poudre produit par broyage mécanique ... 5
7.2.2 Tamisage du matériau d'essai en poudre après le broyage mécanique ... 5
7.2.3 Mesurage de la distribution granulométrique des échantillons d'essai broyés ... 5
7.3 Matériau d'essai en film et en feuille ... 6
7.4 Matériau d'essai sous forme de produits ... 6
7.5 Stockage ... 6

8 Calcul et expression des résultats ... **6**
8.1 Distribution granulométrique ... 6

9 Validité de la préparation ... **6**

10 Rapport sur la préparation de l'échantillon ... **7**

Annexe A (informative) **Exemples de préparation et d'essai d'échantillons d'essai en poudre produits à partir de granulés par broyage à l'aide d'un mélangeur mécanique rotatif** ... **8**

Annexe B (informative) **Exemples de préparation et d'essai d'échantillons d'essai en film et en poudre produits à partir de films et de granulés de PLA** ... **14**

Annexe C (informative) **Exemples d'échantillons d'essai produits à partir d'un produit en plastique** ... **16**

Annexe D (informative) **Forme et taille des morceaux de matériau d'essai utilisés dans les normes ISO pour les essais de biodégradation des plastiques** ... **18**

Bibliographie ... **20**

© ISO 2012 – Tous droits réservés

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/IEC, 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 10210 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

 © ISO 2012 – Tous droits réservés

Introduction

Les technologies de valorisation des plastiques comprennent le recyclage de la matière, le recyclage organique et la récupération d'énergie. L'utilisation de plastiques biodégradables est l'une des options de valorisation intéressante dans le domaine du recyclage organique.

Plusieurs normes ISO ont été publiées au sujet de la détermination de la biodégradabilité aérobie et anaérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux, dans les boues activées, le compost, les boues digérées et le sol, notamment l'ISO 14851, l'ISO 14852, l'ISO 14853, l'ISO 14855-1, l'ISO 14855-2, l'ISO 15985 et l'ISO 17556. Pour l'utilisateur de ces normes, il peut être difficile de comparer les variations de la biodégradation lors d'un essai, même en utilisant les mêmes échantillons, du fait des conditions d'essai différentes. En effet, la préparation du compost, la méthodologie de préparation de l'essai, la forme et/ou la taille de l'échantillon d'essai, etc. peuvent être différentes. Il peut être difficile de comparer précisément les données de biodégradabilité pour le même matériau plastique, à moins de respecter scrupuleusement les conditions spécifiées dans les normes.

L'adoption d'une approche unifiée de préparation des échantillons d'essai est importante pour assurer la cohérence des normes mentionnées ci-dessus. Les méthodes décrites dans le présent document contribuent à fournir une approche cohérente des techniques de préparation des échantillons pour les essais de biodégradation des matériaux plastiques.

© ISO 2012 – Tous droits réservés

Plastiques — Méthodes de préparation des échantillons pour les essais de biodégradation des matériaux plastiques

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'exécution d'opérations et l'utilisation de matières et d'équipements dangereux. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité éventuels qui sont liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme de mettre en place des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des limites réglementaires avant de l'utiliser.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit des méthodes pour la préparation des échantillons d'essai utilisés pour la détermination de la biodégradabilité aérobie et anaérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux, dans le sol, le compost contrôlé ou les boues digérées anaérobies. Les méthodes décrites sont destinées à fournir une cohérence dimensionnelle des échantillons d'essai, conduisant à une meilleure reproductibilité des résultats d'essai lors de la détermination de la biodégradabilité ultime du produit.

Ces méthodes s'appliquent aux matériaux suivants:

— polymères naturels et/ou synthétiques, copolymères ou mélanges de ceux-ci;

— matériaux plastiques contenant des additifs, tels que plastifiants ou colorants;

— matériaux plastiques composites contenant des charges organiques ou inorganiques;

— produits fabriqués à partir des matériaux ci-dessus.

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 472, *Plastiques — Vocabulaire*

ISO 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

ISO 14851, *Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux — Méthode par détermination de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé*

ISO 14852, *Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré*

ISO 14853, *Plastiques — Évaluation de la biodégradabilité anaérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux — Méthode par détermination de la production de biogaz*

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*

ISO 14855-2, *Évaluation 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*

© ISO 2012 – Tous droits réservés

ISO 15985, *Plastiques — Évaluation de la biodégradation anaérobie ultime dans des conditions de digestion anaérobie à teneur élevée en solides — Méthode par analyse du biogaz libéré*

ISO 17088, *Spécifications pour les plastiques compostables*

ISO 17556, *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*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 ainsi que les suivants, s'appliquent.

3.1
tamis
treillis métallique ayant une ouverture de maille spécifiée

3.2
matériau brut
matériau d'essai prélevé à partir d'un produit polymère ou d'une partie d'un produit

Note 1 à l'article: La taille de l'échantillon d'essai polymère brut est d'environ 1 cm × 1 cm × 1 cm.

3.3
feuille
produit plat ayant une épaisseur maximale limitée arbitrairement et dont l'épaisseur est petite comparée à la longueur et la largeur

Note 1 à l'article: L'épaisseur des feuilles est généralement de 0,5 mm à 3 mm.

3.4
film
produit plat ayant une épaisseur maximale limitée arbitrairement et dont l'épaisseur est très petite comparée à la longueur et la largeur, et qui est généralement livré sous forme de rouleau

Note 1 à l'article: La limite d'épaisseur arbitraire peut différer d'un pays à l'autre et souvent d'un matériau à l'autre.

Note 2 à l'article: L'épaisseur des films est généralement de 0,01 mm à 0,3 mm.

3.5
granulé
petite masse de matériau pour moulage préformé ayant des dimensions relativement uniformes dans un lot donné et utilisée comme matière première dans les opérations de moulage et extrusion

Note 1 à l'article: Le diamètre moyen des granulés peut aller de 1 mm à 5 mm.

3.6
grain
particule relativement petite produite en diverses tailles et formes lors d'opérations telles que la découpe, le broyage, le concassage, la précipitation et la polymérisation

Note 1 à l'article: Ces opérations peuvent aussi conduire à un matériau sous forme de poudre et, dans certains procédés de précipitation et de polymérisation, un matériau sous forme de perles peut être produit.

Note 2 à l'article: Le diamètre moyen des grains peut aller de 0,1 mm à 3 mm.

© ISO 2012 – Tous droits réservés

3.7
poudre
matériau constitué de très fines particules, d'une taille inférieure à celle des grains

Note 1 à l'article: Le diamètre moyen des particules de poudre polymère peut aller de 0,01 mm à 0,1 mm.

3.8
matériau d'essai
produit à partir duquel un échantillon d'essai est prélevé et qui sert à évaluer la biodégradabilité d'un article polymère au moyen d'essais de biodégradation normalisés

4 Principe

La présente Norme internationale décrit des méthodes pour la préparation des échantillons d'essai à partir de matériaux polymères pour les essais de biodégradation dans les environnements suivants:

— en milieu aqueux comme indiqué dans l'ISO 14851 et l'ISO 14852;

— dans un compost mature comme indiqué dans l'ISO 14855-1 et l'ISO 14855-2;

— dans des boues de digestion comme indiqué dans l'ISO 14853 et l'ISO 15985;

— dans des conditions d'enfouissement dans le sol simulées à l'échelle d'un laboratoire comme indiqué dans l'ISO 17556.

Les méthodes décrites permettent de contrôler la préparation de l'échantillon d'essai, depuis les granulés polymères jusqu'aux produits finis, en minimisant l'effet de la forme de l'échantillon sur les résultats d'essai de biodégradation.

Les données de biodégradation des matériaux d'essai doivent être aussi précises et reproductibles que possible. Un facteur important pour établir des données d'essai cohérentes consiste à utiliser des échantillons d'essai avec une surface régulière produite en utilisant une méthode de préparation définie. Cela favorisera un haut degré d'homogénéité lors du mélange de l'échantillon d'essai avec un milieu aqueux, un compost contrôlé ou des boues de digestion. Les méthodes de préparation décrites ci-après utilisent un broyage mécanique ou une découpe à basse température, sans modifier certaines propriétés physiques des matériaux d'essai. Il convient d'éviter, ou au minimum de réduire, toute modification des propriétés telles que la cristallinité, l'historique thermique ou la décomposition thermique, lors du processus de préparation de l'échantillon. Il est communément accepté que la cristallinité d'un matériau d'essai polymère ne variera pas lors du broyage mécanique/de la découpe à basse température en dessous de la température de transition vitreuse du polymère.

La surface par unité de masse des échantillons en poudre peut être définie par l'homogénéisation de la granulométrie, qui doit être un paramètre spécifié dans le mode opératoire d'essai de biodégradation. Les très fines particules, telles que les nanosphères, peuvent avoir des propriétés différentes de celles des microsphères, qui ont une taille de particules nettement supérieure. Cela peut affecter les taux de biodégradation des échantillons et rendre les comparaisons des données d'essai peu fiables. Les méthodes pertinentes décrites minimisent les effets variables de la surface de l'échantillon dans les essais de biodégradation en contrôlant la granulométrie.

5 Réactifs

5.1 Dioxyde de carbone solide

Le dioxyde de carbone solide utilisé pour refroidir et maintenir les matériaux de l'échantillon à basse température lors de la réduction mécanique n'a pas besoin d'être de qualité analytique.

© ISO 2012 – Tous droits réservés