NORME INTERNATIONALE

ISO 14853

Deuxième édition
2016-07-15

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

Plastics — Determination of the ultimate anaerobic biodegradation of plastic materials in an aqueous system — Method by measurement of biogas production

Numéro de référence
ISO 14853:2016(F)

© ISO 2016



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, 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 ..... **v**

Introduction ..... **vi**

1 Domaine d'application **1**

2 Références normatives **1**

3 Termes et définitions **1**

4 Principe **3**

5 Réactifs et matériaux **3**

6 Appareillage **6**
6.1 Matériel de laboratoire 6
6.2 Appareillage à utiliser lorsque le biogaz est mesuré par une méthode manométrique 6
6.3 Appareillage à utiliser lorsque le biogaz est mesuré par une méthode volumétrique 7

7 Mode opératoire **7**
7.1 Généralités 7
7.2 Boue digérée 7
7.3 Préparation de l'inoculum 7
7.4 Préparation des suspensions d'essai et des substances de contrôle 7
7.5 Incubation et mesurage du gaz 8
7.6 Durée de l'essai 9
7.7 Mesurage du carbone inorganique 10
7.8 Analyses spécifiques 10

8 Calcul et expression des résultats **10**
8.1 Quantité de carbone dans l'espace de tête 10
8.2 Calcul de la quantité de carbone dans l'espace de tête avec une méthode de mesure manométrique 11
8.3 Calcul de la quantité de carbone dans l'espace de tête avec une méthode de mesure volumétrique 11
8.4 Quantité de carbone inorganique dans le liquide 12
8.5 Quantité totale de carbone converti en gaz 12
8.6 Quantité de carbone dans le matériau d'essai 13
8.7 Calcul du pourcentage de biodégradation 13

9 Validité des résultats **13**
9.1 Maintien des conditions anaérobies 13
9.2 Inhibition de la dégradation 13
9.3 Validité de l'essai 13

10 Rapport d'essai **14**

Annexe A (informative) **Exemple d'appareillage pour déterminer la quantité de biogaz produit en mesurant l'augmentation de la pression du gaz** **15**

Annexe B (informative) **Exemple d'appareillage pour déterminer de manière volumétrique la quantité de biogaz produit** **16**

Annexe C (informative) **Exemple de courbe de biodégradation** **18**

Annexe D (informative) **Exemples de fiches techniques pour les essais de biodégradabilité anaérobie** **19**

Annexe E (informative) **Table des pressions de vapeur d'eau à différentes températures** **24**

Annexe F (informative) **Calcul de la production théorique de dioxyde de carbone ($ThCO_2$) et de méthane ($ThCH_4$)** **25**

Annexe G (informative) **Exemple de détermination du taux de récupération** **26**

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Annexe H (informative) **Exemple de diagramme de flux** **29**
Bibliographie **31**

 © ISO 2016 – 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 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 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. 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 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: http ://www.iso.org/iso/fr/foreword.html.

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 14853:2005), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle intègre également le Corrigendum technique ISO 14853:2005/Cor.1:2009.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Introduction

Les plastiques étant de plus en plus utilisés, leur valorisation et leur élimination sont devenues un enjeu majeur. Il convient de favoriser en priorité leur valorisation. Par exemple, un déchet plastique, venant principalement des consommateurs, est difficile à valoriser complètement. Autres exemples de produits difficiles à valoriser: les articles de pêche, les paillages agricoles et les polymères hydrosolubles. Ces matériaux plastiques tendent à migrer des infrastructures fermées de gestion des déchets vers le milieu naturel. Désormais, les plastiques biodégradables apparaissent comme l'une des options possibles pour 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 traitement anaérobie soient potentiellement biodégradables. Il est donc très important de déterminer la biodégradabilité potentielle de ce type de matériaux et d'obtenir une mesure quantitative de leur biodégradabilité en milieu anaérobie.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

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

AVERTISSEMENT — Les eaux usées et les boues activées peuvent contenir des organismes potentiellement pathogènes. Il convient donc de prendre les précautions appropriées pour les manipuler. Les boues d'eaux usées digérées produisent des gaz inflammables qui présentent des risques d'incendie et d'explosion. Il convient de prendre des précautions lors du transport et du stockage de grandes quantités de boues digérées. Il convient de manipuler avec précaution et en respectant les instructions de sécurité les produits chimiques toxiques et ceux dont les propriétés sont inconnues. Il convient de manipuler avec précaution le pressiomètre et les microseringues pour éviter les piqûres d'aiguilles. Il convient d'éliminer de manière appropriée les aiguilles de seringues contaminées.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la biodégradabilité anaérobie ultime des plastiques par des micro-organismes anaérobies. Les conditions décrites dans la présente Norme internationale ne correspondent pas nécessairement aux conditions optimales permettant d'obtenir le taux maximal de biodégradation. L'essai exige que le matériau d'essai soit exposé aux boues pendant une période allant jusqu'à 90 j, ce qui est plus long que le temps de rétention normal de la boue (25 j à 30 j) dans les digesteurs anaérobies, bien que les digesteurs sur les sites industriels puissent avoir des temps de rétention beaucoup plus longs.

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 autres composés;

— polymères hydrosolubles;

— matériaux qui, dans les conditions d'essai, n'ont pas d'effet inhibiteur sur les micro-organismes présents dans l'inoculum. Les effets inhibiteurs peuvent être déterminés en utilisant une substance de contrôle de l'effet inhibiteur ou par toute autre méthode appropriée (voir, par exemple, l'ISO 13641). 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

Il n'y a pas de références normatives dans le présent document.

3 Termes et définitions

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

3.1
biodégradation anaérobie ultime
décomposition d'un composé organique par des micro-organismes en l'absence d'oxygène, en dioxyde de carbone, méthane, eau et sels minéraux de tous les autres éléments présents (minéralisation) et production d'une nouvelle biomasse

© ISO 2016 – Tous droits réservés

3.2
biodégradation anaérobie primaire
modification structurelle (transformation) d'un composé chimique par des micro-organismes, résultant en la perte d'une propriété spécifique

3.3
boue digérée
mélange d'eaux usées décantées et de boues activées qui ont été incubées dans un digesteur anaérobie à environ 35 °C pour réduire la biomasse et l'odeur et pour améliorer la déshydratation de la boue

Note 1 à l'article: Les boues digérées contiennent un ensemble de bactéries fermentatives et méthanogènes anaérobies qui produisent du dioxyde de carbone et du méthane.

3.4
concentration de la boue digérée en matières solides en suspension
quantité de matières solides obtenue par filtration ou centrifugation d'un volume connu de boue activée et séchage à environ 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante

3.5
carbone organique dissous
COD
carbone organique contenu dans la phase aqueuse, qui ne peut pas être éliminé par une séparation de phase spécifique, par exemple par centrifugation à 40 000 $m \cdot s^{-2}$ pendant 15 min ou par filtration sur des membranes ayant des pores de 0,2 µm à 0,45 µm de diamètre

3.6
carbone inorganique
CI
carbone inorganique qui est dissous ou dispersé dans la phase aqueuse d'un liquide et qui est récupérable dans le liquide surnageant une fois que la boue a décanté

3.7
matières sèches totales
quantité de matières solides obtenue par prélèvement d'un volume connu de matériau d'essai ou d'inoculum et séchage à environ 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante

3.8
quantité théorique de biogaz libéré
Thbiogaz
quantité théorique maximale de biogaz (CH_4 + CO_2) libéré après la biodégradation complète d'une matière organique dans des conditions anaérobies, calculée d'après la formule moléculaire et exprimée en millilitres de biogaz libéré par milligramme de matériau d'essai dans les conditions normales

3.9
quantité théorique de dioxyde de carbone libéré
$ThCO_2$
quantité théorique maximale de dioxyde de carbone libéré après oxydation complète d'une matière organique, calculée d'après la formule moléculaire et exprimée en milligrammes de dioxyde de carbone par milligramme de matériau d'essai

3.10
quantité théorique de méthane libéré
$ThCH_4$
quantité théorique maximale de méthane libéré après réduction complète d'une matière organique, calculée d'après la formule moléculaire et exprimée en milligrammes de méthane libéré par milligramme de matériau d'essai

© ISO 2016 – Tous droits réservés

3.11
phase de latence
période 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

3.12
phase stationnaire
durée, mesurée en jours, écoulée entre la fin de la phase de biodégradation et la fin de l'essai

3.13
phase de biodégradation
durée, mesurée en jours, 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

3.14
niveau maximal de biodégradation
taux de biodégradation, mesuré en pourcentage, d'un composé chimique ou d'une matière organique lors d'un essai, au-dessus duquel la biodégradation ne se poursuit pas

4 Principe

La biodégradabilité d'un matériau plastique est déterminée dans des conditions anaérobies en milieu aqueux. Le matériau d'essai d'une concentration de 20 mg/l à 200 mg/l de carbone organique (CO) est incubé à (35 ± 2) °C dans des récipients fermés avec la boue digérée pendant une durée ne dépassant normalement pas 90 j. Avant utilisation, la boue digérée est lavée afin qu'elle contienne de très petites quantités de carbone inorganique (CI) et elle est diluée à une concentration comprise entre 1 g/l et 3 g/l de matières solides totales. L'augmentation de pression dans l'espace de tête ou l'augmentation volumétrique (en fonction de la méthode utilisée pour mesurer la libération de biogaz) dans les récipients d'essai, résultant de la production de dioxyde de carbone (CO_2) et de méthane (CH_4), est mesurée. Une quantité considérable de CO_2 sera dissoute dans l'eau ou transformée en bicarbonate ou en carbonate dans les conditions de l'essai. Ce carbone inorganique (CI) est mesuré à la fin de l'essai. La quantité de carbone de biogaz produit de manière microbiologique est calculée à partir de la production nette de biogaz et de la formation nette de CI dépassant les valeurs du blanc. Le pourcentage de biodégradation est calculé à partir de la quantité totale de carbone transformé en biogaz et en CI et de la quantité mesurée ou calculée de carbone ajouté en tant que matériau d'essai. L'évolution de la biodégradation peut être suivie en réalisant des mesurages intermédiaires de la production de biogaz. À titre d'informations complémentaires, la biodégradabilité primaire peut être déterminée par des analyses spécifiques réalisées au début et à la fin de l'essai.

La présente méthode d'essai est conçue pour déterminer la biodégradabilité des matériaux plastiques dans des conditions anaérobies. À titre facultatif, l'évaluation du taux de récupération peut également présenter un intérêt (voir l'Annexe G).

5 Réactifs et matériaux

5.1 Eau distillée ou déionisée, exempte de substances toxiques et contenant moins de 2 mg/l de COD.

5.2 Milieu d'essai, préparé uniquement avec des réactifs de qualité analytique reconnue.

Préparer le milieu d'essai en utilisant les constituants suivants dans les quantités indiquées:

© ISO 2016 – Tous droits réservés