



Mars.
2020

REVUE DES NORMES SUR LA BIODEGRADABILITE DES PLASTIQUES

Rapport final

ADEME



Agence de l'Environnement
et de la Maîtrise de l'Energie

En partenariat avec :



APESA



PolyBioAid

REMERCIEMENTS

Membres du groupement ayant réalisé la prestation :

Camille LAGNET (APESA - Chargée de Projet)
Florian MONLAU (APESA – Chargé de de Recherches)
Claire JACQUET-LASSUS (APESA - Chef de Projet Matériaux et Environnement)
Audrey LALLEMENT (APESA – Chargé de mission)
Guillaume CAZAUDEHORE (APESA - Chercheur doctorant)

Guy CESAR (POLYBIOAID – Président)
Emmanuelle GASTALDI (POLYBIOAID - Maître de conférences - Membre académique de PolybioAID)
François TOUCHALEAUME (POLYBIOAID - Chargé de recherche)
Dalyal COPIN (POLYBIOAID - Ingénieur d'étude)
Morgane DEROINE (POLYBIOAID - Chargé de recherche)

Comité de Pilotage :

Alice GUEUDET (ADEME - Service Forêt, Alimentation et Bioéconomie (SFAB), Direction Productions et Energies Durables)
Isabelle DEPORTES (ADEME - Service Mobilisation et valorisation des Déchets, Direction Economie Circulaire et Déchets)
Virginie LE RAVALEC (ADEME - Service Forêt, Alimentation et Bioéconomie (SFAB), Direction Productions et Energies Durables)

Comité de Suivi :

Alain GENTY (ancien Directeur du BNPP)
Cécile FEVRE (Chargée de mission prévention des déchets Ministère de la transition écologique et solidaire - Direction de la prévention des risques Bureau de la prévention des déchets et des filières à responsabilité élargie des producteurs)
Nada BOUTIGHANE (Chargée de mission Déchets et économie circulaire Bureau eau des sols et de l'économie circulaire MAA/DGPE/SCPE/SDPE)

CITATION DE CE RAPPORT

ADEME, Camille Lagnet^a, Florian Monlau^a, Claire Jacquet^a, Audrey Lallement^a, Guillaume Cazaudehore^a, Guy César^b, Emmanuelle Gastaldi^b, François Touchaleaume^b, Dalyal Copin^b, Morgane Deroine^b. 2020. REVUE DES NORMES SUR LA BIODEGRADABILITE DES PLASTIQUES – Rapport. 111p.

^aAPESA

^bPOLYBIOAID

Cet ouvrage est disponible en ligne www.ademe.fr/mediatheque

Toute représentation ou reproduction intégrale ou partielle faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite selon le Code de la propriété intellectuelle (art. L 122-4) et constitue une contrefaçon réprimée par le Code pénal. Seules sont autorisées (art. 122-5) les copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé de copiste et non destinées à une utilisation collective, ainsi que les analyses et courtes citations justifiées par le caractère critique, pédagogique ou d'information de l'œuvre à laquelle elles sont incorporées, sous réserve, toutefois, du respect des dispositions des articles L 122-10 à L 122-12 du même Code, relatives à la reproduction par reprographie.

Ce document est diffusé par l'ADEME
20, avenue du Grésillé
BP 90406 | 49004 Angers Cedex 01

Numéro de contrat : 19MAR000081

Étude réalisée par APESA et PolyBioAid et financée par l'ADEME

Coordination technique - ADEME : GUEUDET Alice
Direction/Service : Direction Bioéconomie et Energies
Renouvelables



SOMMAIRE

RÉSUMÉ	6
ABSTRACT.....	7
1. Contexte et objectif de l'étude	8
2. Plastique biodégradable : définitions	10
2.1. <i>Plastiques</i>	<i>10</i>
2.2. <i>Biodégradation et plastiques biodégradables.....</i>	<i>11</i>
2.3. <i>Zoom sur les plastiques oxybiodégradables.....</i>	<i>14</i>
2.4. <i>Problématique des micro-plastiques</i>	<i>15</i>
2.5. <i>Bioplastiques : un terme confus à éviter.....</i>	<i>16</i>
2.6. <i>Influence des milieux de dégradation</i>	<i>16</i>
3. Architecture du système normatif.....	17
3.1. <i>Généralités.....</i>	<i>17</i>
3.2. <i>Cas des plastiques biodégradables.....</i>	<i>18</i>
4. Méthodologie de l'étude	19
4.1. <i>Revue et sélection des normes</i>	<i>19</i>
4.1.1. <i>Périmètre de recherche des normes</i>	<i>19</i>
4.1.2. <i>Sources de recherche des normes.....</i>	<i>19</i>
4.1.3. <i>Méthode de classification et de sélection des normes</i>	<i>20</i>
4.2. <i>Analyse des normes.....</i>	<i>22</i>
5. Biodégradation en méthanisation	23
5.1. <i>Revue et sélection des normes</i>	<i>24</i>
5.2. <i>Articulation des normes.....</i>	<i>25</i>
5.3. <i>Présentation synthétique des normes et comparaison.....</i>	<i>27</i>
5.4. <i>Analyse critique des normes relatives à la biodégradabilité des plastiques en milieu méthanisation.....</i>	<i>30</i>
5.5. <i>Bilan milieu méthanisation</i>	<i>32</i>
6. Biodégradation en compostage industriel	33
6.1. <i>Revue et sélection des normes</i>	<i>33</i>
6.2. <i>Articulation des normes.....</i>	<i>36</i>
6.3. <i>Normes de spécifications : Présentation synthétique et analyse critique</i>	<i>37</i>
6.4. <i>Normes d'analyses et d'essais pour la biodégradabilité : Présentation synthétique et analyse critique.....</i>	<i>41</i>
6.5. <i>Normes d'analyses et d'essais pour la désintégration : présentation synthétique et analyse critique.....</i>	<i>44</i>
6.6. <i>Bilan milieu compostage industriel.....</i>	<i>46</i>

7. Biodégradation en compostage domestique	48
7.1. <i>Revue et sélection des normes</i>	49
7.2. <i>Articulation des normes.....</i>	49
7.3. <i>Présentation synthétique des normes et analyse critique</i>	50
7.4. <i>Bilan milieu compostage domestique.....</i>	56
8. Biodégradation dans le sol	57
8.1. <i>Revue et sélection des normes</i>	58
8.2. <i>Articulation des normes.....</i>	59
8.3. <i>Norme de spécifications : présentation synthétique et analyse critique</i>	60
8.4. <i>Normes d'analyses et d'essais : présentation synthétique et analyse critique</i>	63
8.5. <i>Cas des oxodégradables</i>	66
8.6. <i>Bilan milieu sol</i>	73
9. Biodégradation en eau douce	75
9.1. <i>Revue et sélection des normes</i>	75
9.2. <i>Articulation des normes.....</i>	76
9.3. <i>Normes d'analyse et d'essai en eau douce : présentation synthétique et analyse critique</i> <i>76</i>	
9.4. <i>Bilan milieu eau douce.....</i>	80
10. Biodégradation en eau de mer.....	81
10.1. <i>Revue et sélection des normes</i>	81
10.2. <i>Articulation des normes</i>	83
10.3. <i>Normes de spécifications : présentation synthétique et analyse critique</i>	84
10.4. <i>Normes d'analyses et d'essais pour la biodégradabilité : Présentation synthétique et</i> <i>analyse critique.....</i>	86
10.5. <i>Normes d'analyses et d'essais pour la désintégration : présentation synthétique et</i> <i>analyse critique.....</i>	91
10.6. <i>Bilan milieu marin</i>	93
11. Bilan.....	95
12. Références bibliographiques.....	102
Index des tableaux et figures	105
Sigles et acronymes.....	107
ANNEXE : Système de codification des normes.....	108



RÉSUMÉ

La fin de vie des emballages en plastique est préoccupante puisqu'ils sont majoritairement à usage unique, qu'au niveau mondial, seuls 14 % des emballages en plastique sont collectés pour être recyclés et que 32 % d'entre eux se retrouvent dans l'environnement suite à des mauvaises gestions ou à des rejets illégaux. Au-delà des emballages, chaque année, au moins 8 millions de tonnes de plastiques se frayent un chemin, in fine, jusqu'aux écosystèmes marins. L'intérêt pour les plastiques biodégradables n'a donc cessé de grandir ces dernières années, en France notamment. Il est à rappeler qu'un plastique non biodégradable n'a pas vocation à finir dans l'environnement, ce qui est plus flou pour les plastiques biodégradables puisqu'ils peuvent être appliqués en paillage sur les sols agricoles, compostés ou méthanisés avant un retour au sol via des amendements organiques.

L'évaluation du caractère biodégradable est encadrée par des normes, nombreuses et variées. Cette multitude de références normatives très techniques rend difficile l'identification des exigences et donc des garanties liées à l'appellation « plastiques biodégradable », à la fois pour les producteurs et pour les utilisateurs. Cette revue des normes sur la biodégradabilité des plastiques a pour objectif de faire l'inventaire des normes existantes et d'analyser les textes les plus pertinents de façon notamment à identifier les préconisations d'amélioration.

Le périmètre de l'étude couvre toute la gamme de normes, internationales ISO, européenne CEN et française NF, en lien avec la biodégradabilité des plastiques et de leurs composants, quelle que soit l'origine des polymères (bio-sourcés ou pétro-sourcés). Les milieux étudiés sont les filières de traitement de déchets que sont le compostage industriel, le compostage domestique et la méthanisation, et les milieux naturels : sol, eau douce et eau de mer, permettant de couvrir l'ensemble de la chaîne de circulation environnementale des plastiques.

Les différents milieux étudiés sont pourvus de façon très inégale en normes et notamment en norme de spécifications. Les normes de spécifications sont pourtant indispensables pour définir les exigences définissant la biodégradabilité d'un plastique dans le milieu concerné : méthode, durée et taux de biodégradation notamment. Les normes d'analyses et d'essais ne sont que des méthodes d'analyse et ne sont pas suffisantes pour établir la biodégradabilité d'un plastique.

Afin de cadrer au mieux l'étude de la biodégradabilité dans les différents milieux, il est donc impératif qu'il existe une norme de spécifications pour chaque milieu, ce qui n'est pas le cas aujourd'hui pour les milieux méthanisation, eau douce et eau de mer. Par ailleurs, en l'absence de norme d'application obligatoire et dans un objectif de simplification, il serait préférable qu'il n'existe qu'une seule norme de spécifications pour chacun des milieux (ou conditions).

Il ressort de cette étude que, malgré les recommandations de révision formulées dans ce document, lorsqu'elles existent, les normes de spécifications qui encadrent l'évaluation de la biodégradation des plastiques sont pertinentes, exigeantes (notamment en terme de seuil) et globalement adaptées aux différents milieux. L'évaluation de l'écotoxicité est prise en compte systématiquement par ces normes bien que de façon partielle et non homogène. L'analyse des normes d'écotoxicité existantes n'a pas été réalisée dans le cadre de cette étude et une étude complémentaire serait nécessaire de façon à identifier les tests les plus adaptés.

Les normes d'analyses et d'essais décrivant les méthodes d'essai, notamment pour les essais de biodégradabilité, existent pour tous les milieux, et hormis pour le milieu eau douce, sont jugées pertinentes et adaptées.

Même s'il doit encore être amélioré (normes de spécification manquantes et évaluation de l'écotoxicité plus complète et homogène), ce cadre normatif fixe un cadre sérieux pour l'évaluation de la biodégradabilité des plastiques et peut être un bon référentiel pour mettre au point les normes de spécifications manquantes. La validation des exigences des normes de spécifications existantes garantit l'atteinte des seuils concernant la mesure, en conditions de laboratoire, de la biodégradation et de l'écotoxicité (même partielle), que tous les plastiques, en particulier conventionnels, ne peuvent pas valider.

ABSTRACT

The life-end of plastic packaging is worrisome since they are mainly for single-use, and worldwide only 14 % of plastic packaging are collected for recycling and 32 % end up in the environment due to bad management or illegal discharges. Beyond packaging, each year at least 8 million tons of plastic make their way, ultimately, to marine ecosystems. Interest in biodegradable plastics has therefore grown steadily over the recent years, particularly in France. It should be remembered that a non-biodegradable plastic is not intended to end up in the environment, which is vaguer for biodegradable plastics since they can be applied in mulch on agricultural soils, composted or methanized before a return to soils via organic amendments.

The assessment of the biodegradable character is framed by numerous and various standards. This multitude of very technical normative references makes it difficult to identify the requirements and therefore the guarantees linked to the designation of "biodegradable plastics", both for producers and for users. The objective of this review of standards on plastic biodegradability is to make an inventory of existing standards and to analyze the most relevant texts, focusing on underlying their guaranties and identifying recommendations for improvement.

The scope of this study covers the whole range of standards, international ISO, European CEN and French NF, related to the biodegradability of plastics and their components, whatever the origin of the polymers (bio-sourced or petro-sourced). The environments studied are the waste treatment channels including industrial composting, domestic composting and anaerobic digestion, and the natural environments: soil, freshwater and seawater, making it possible to cover the entire chain of environmental circulation of plastics.

The different environments studied are very unevenly provided with standards and in particular with specification standards. The specification standards are however essential to define the requirements with the biodegradability of a plastic in the environment concerned: method, duration and rate of biodegradation in particular. Test method standards are only methods of analysis and are not sufficient to establish the biodegradability of a plastic.

In order to best frame the study of biodegradability in different environments, it is therefore imperative that there is a specification standard for each environment, which is not the case today for methanization (anaerobic digestion), freshwater and seawater environments. Furthermore, in the absence of a mandatory application standard and with a view to simplification, it would be preferable to have only one specification standard for each of the environments (or conditions).

It emerges from this study that, despite the recommendations for revision formulated in this document, when they exist, the standards of specifications which frame the evaluation of plastic biodegradation are relevant, demanding (in particular in terms of threshold) and globally adapted to the different environments. The assessment of ecotoxicity is systematically taken into account by these standards, although in a partial and non-homogeneous manner. The analysis of existing ecotoxicity standards was not carried out within the framework of this study and an additional study would be necessary in order to identify the most suitable tests.

The test method standards describing the testing methods, in particular for biodegradability tests, also exist for almost all environments, except for freshwater, and are considered relevant and suitable.

Even if it still needs to be improved (specification standards missing and more complete and homogeneous ecotoxicity assessment), this normative framework sets a serious structure for the assessment of the biodegradability of plastics and can be a good benchmark to put into development the missing specification standards. The requirement validations of the existing specification standards guarantees the achievement of the thresholds concerning the measurement, in laboratory conditions, of biodegradation and of ecotoxicity (even partial); that all plastics, in particular conventional ones, cannot validate.



1. Contexte et objectif de l'étude

Les plastiques et les emballages plastiques font aujourd'hui partie de notre paysage quotidien et font partie intégrante de l'économie mondiale. Selon la fondation Ellen MacArthur¹, la production de plastiques a fortement augmenté au cours des 50 dernières années, passant de 15 millions de tonnes en 1964 à 311 millions de tonnes en 2014. Elle devrait encore doubler durant les 20 prochaines années. Les emballages représentent l'application la plus importante et comptent aujourd'hui pour 26 % du volume total des plastiques utilisés.

La fin de vie des emballages plastiques est préoccupante puisqu'ils sont majoritairement à usage unique, que seuls 14 % des emballages plastiques sont collectés pour être recyclés et que 32 % d'entre eux se retrouvent dans l'environnement suite à des mauvaises gestions ou à des rejets illégaux. C'est chaque année, au moins 8 millions de tonnes de plastiques qui se frayent un chemin, in fine, jusqu'aux écosystèmes marins¹.

De façon à **réduire l'impact environnemental** de l'utilisation des plastiques, des actions sont menées pour réduire les usages uniques des plastiques, pour améliorer l'efficacité de recyclage, pour renforcer l'utilisation d'emballages dont la fin de vie aura un intérêt énergétique (méthanisation) ou agronomique (retour au sol des nutriments après compostage), pour limiter au maximum les fuites de plastiques vers les systèmes naturels, pour favoriser l'utilisation de plastiques limitant les impacts négatifs sur l'environnement¹. En effet, les fuites de plastiques ne pourront certainement pas être complètement éradiquées – et même avec un taux de fuite de seulement 1 %, environ un million de tonnes d'emballages plastiques sortiraient du système de collecte et seraient déversés dans la nature chaque année¹.

Ces dernières années l'intérêt pour les **plastiques biodégradables** n'a ainsi cessé de grandir, en France notamment, favorisé notamment par la promulgation de la Loi de Transition Energétique pour la Croissance Verte (LTECV) (17 août 2015) et la loi pour l'équilibre des relations commerciales dans le secteur agricole et alimentaire et une alimentation saine, durable et accessible à tous (EGALIM) (30 octobre 2018).

Le degré et la vitesse de biodégradation d'un plastique sont directement liés à sa **conception** (composition, forme et notamment épaisseur) mais sont également fortement influencés par les **conditions du milieu** de dégradation, comme par exemple les paramètres physico-chimiques (température, humidité, pH) et microbiologiques (quantité et nature des micro-organismes).

L'évaluation du caractère biodégradable est encadrée par des **normes**, nombreuses et variées, qui dépendent notamment de la filière de traitement de déchets (compostage industriel, compostage domestique, méthanisation), ou du milieu naturel considéré (sol, eau douce, eau de mer).

On trouve régulièrement des fournisseurs revendiquant la biodégradabilité de leurs plastiques en faisant référence à l'une ou l'autre de ces normes, sans qu'il n'y ait de contrôle ou d'harmonisation. A cela s'ajoute des certifications privées délivrées par des agences comme TÜV AUSTRIA Belgium (OK Compost), DIN CERTCO (DIN-Geprüft) qui sont les plus connues en Europe, mais il en existe beaucoup d'autres.

Cette multitude de références normatives très techniques rend difficile l'identification des exigences et donc des garanties liées à l'appellation « plastiques biodégradables », à la fois pour les producteurs et pour les utilisateurs.

Aussi, l'ADEME a lancé une étude sur la **revue des normes sur la biodégradabilité des plastiques** dans différents milieux (sol, eau douce et eau de mer) et différentes filières de traitement de déchets : compostage industriel, compostage domestique et méthanisation.

Les objectifs de l'étude sont les suivants :

- Etablir la liste des normes existantes concernant la biodégradation des plastiques ;
- Cibler les normes les plus représentatives (au niveau international, européen ou français) et faire une revue critique d'une trentaine d'entre elles ;

¹Ellen MacArthur Foundation, 2017. Pour une Nouvelle Économie des Plastiques, <http://www.ellenmacarthurfoundation.org/publications>

- Etudier la prise en compte par ces textes de la fin de vie et de l'impact environnemental des composants du plastique biodégradable.

L'enjeu est à terme d'identifier, selon les milieux, les textes existants, leurs différences, leurs manques et les éventuelles préconisations d'amélioration pour ces normes.

Le périmètre de l'étude couvre toute la gamme de normes en lien avec la biodégradabilité des plastiques, comprenant :

- Les normes internationales ISO, européenne CEN et française NF ;
- Tous les plastiques et leurs composants (polymère, additifs, *etc.*) ;
- Tout secteur d'application confondu (emballage, film...)
- Quelle que soit l'origine des polymères (bio-sourcés ou pétro-sourcés).

Les milieux étudiés sont les filières de traitement de déchets que sont le compostage industriel, le compostage domestique et la méthanisation, et les milieux naturels : sol, eau douce et eau de mer.

Cette revue des normes a débuté par une première phase **d'inventaire des normes existantes et de sélection de ces normes**. Cette phase a consisté en un benchmark des normes existantes au niveau international, européen et français relatives à la biodégradabilité des plastiques (tous secteurs confondus) ainsi que des autres composants qui les composent (additifs, plastifiants et charges). A l'issue, une sélection de 30 normes est réalisée. Cette sélection a fait l'objet d'un rapport intermédiaire et d'une validation.

La deuxième phase de l'étude a consisté en l'**analyse des normes sélectionnées en phase 1**. Cette phase s'est décomposée en deux étapes : la première étant une analyse approfondie des normes sélectionnées selon divers critères et la seconde consiste à comparer les normes entre elles et à faire une revue critique de ces dernières.

A noter : les normes NF, NF EN, NF EN ISO sont éditées par l'AFNOR et les normes ASTM sont éditées par ASTM International. Les références bibliographiques complètes se trouvent en annexe.



2. Plastique biodégradable : définitions

Lorsqu'on étudie la biodégradabilité des plastiques, on rencontre de multiples dénominations telles que plastiques, bioplastiques, plastiques biodégradables, plastiques bio-sourcés, ... qu'il convient de préciser en préambule de cette étude.

2.1. Plastiques

Un **plastique** (ISO 472 : 2013² ; définition 2.702) est une « matière qui contient, comme ingrédient essentiel, un haut **polymère** et qui, à une certaine étape de sa transformation en produit fini, peut être mise en forme par fluage ».

Les plastiques sont donc majoritairement composés d'un ou plusieurs **polymères** de base auxquels on ajoute :

- Des **additifs** ou **adjuvants** : les polymères étant naturellement sensibles au vieillissement (UV, H₂O, température, etc.), on utilise un certain nombre d'adjuvants qui sont des produits généralement organiques rajoutés aux polymères pour modifier leurs propriétés physiques (par exemple plastifiants) ou chimiques (par exemple stabilisants). On distingue plusieurs grandes familles d'adjuvants :
 - o Les **plastifiants** qui sont des solvants lourds qui, incorporés aux polymères, transforment un matériau initialement rigide en matériau souple ;
 - o Les **stabilisants** qui sont des composés qui sont destinés à retarder, ralentir ou inhiber les processus responsables d'altérations de la structure pendant la mise en œuvre ou l'utilisation des matériaux. On utilise souvent des mélanges de stabilisants agissant en synergie (anti-oxygènes, stabilisants thermiques, stabilisants à la lumière) ;
 - o Les autres adjuvants comme les **colorants, pigments, antichocs, antistatiques, ignifugeants, lubrifiants, agents nucléants, anti-retraits**, ...

En principe les additifs sont utilisés à hauteur de quelques pourcents, en masse, dans les matières plastiques.

- Des **charges** et des **renforts** (éventuellement) : ceux sont des produits qui, mélangés aux polymères, permettent d'améliorer une ou plusieurs propriétés ou caractéristiques (électriques, mécaniques, chimiques, coûts de production ...) du mélange final. On classe généralement ces renforts par nature chimique et également par géométrie : verre, carbone, lin, chanvre, bois, carbonate de calcium, talc, mica, wollastonite, ...

Les charges et les renforts peuvent atteindre 50 % en masse.

Par exemple, le Tableau 1 présente la composition d'un matériau utilisé pour la fabrication de mobilier de jardin en polypropylène pour lequel la quantité de polymère de base ne dépasse pas 60 %.

Tableau 1 : Exemple de composition d'un matériau à base de polypropylène (polymère non biodégradable).

Composition	Rôle	Teneur (% dans le mélange)
Polypropylène	Polymère	57 %
Talc (Mg ₃ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂)	Charge	38 %
Stéarate de calcium	Additif : Lubrifiant	0,1 %
Dioxyde de titane	Additif : Résistance en extérieur	3,3 %
Cire Hoechst OP	Additif : Lubrifiant	0,5 %
Ester d'acide gras (Hostastat FE ₂)	Additif : Antistatique	0,8 %
Beckopox époxyde	Additif : Stabilisant, plastifiant	0,5 %
Complexe à base d'amine Hals HM et de phénols	Additif : Stabilisation UV Stabilisation thermique	0,5 %

Source : base de données APESA

² L'ISO 472 : 2013 « Plastiques — Vocabulaire » a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, Plastiques, sous-comité SC 1, Terminologie, elle définit les termes utilisés dans l'industrie des plastiques, y compris les termes et définitions apparaissant dans les normes plastiques (issues des travaux de l'ISO/TC 61).

Cette norme existe aussi sous référence NF EN ISO 472 Plastiques – Vocabulaire, 2013, éditeur AFNOR

Le Tableau 2 présente cette fois la composition type d'objets en PVC rigide pour lequel la quantité de polymère de base ne dépasse pas 50 %.

Tableau 2 : Exemple de composition d'un matériau à base de PVC (polymère non biodégradable).

Composition	Rôle	Teneur (% dans le mélange)
PVC	Polymère	Jusqu'à 50 %
Craie	Isolation	Jusqu'à 50 %
Kaolin	Additif : Tenue aux rayures	Quelques %
Oxyde d'antimoine combiné avec des paraffines chlorées	Additif : Meilleure tenue au feu	5 à 10 %

Source : base de données APESA

Les formulations des plastiques ne sont en général pas divulguées par les industriels. Ces deux exemples issus de base de données interne APESA montrent que pour ces deux plastiques, non biodégradables, le taux du polymère de base ne dépasse pas les 60 %. Pour d'autres applications (bouteille d'eau minérale, contenants pharmaceutiques par exemple), les formulations minimisent le nombre d'additifs pour maîtriser d'éventuelles interactions entre l'emballage et le contenu. Dans ces cas la proportion d'additifs ne dépasse pas 2 à 3 %.

La même logique d'assemblage s'applique pour les plastiques biodégradables. Outre le polymère de base, les additifs et les charges peuvent contribuer fortement à la biodégradabilité d'un plastique et à son impact environnemental. C'est donc bien l'ensemble qu'il convient d'étudier lorsqu'on parle de biodégradabilité.

2.2. Biodégradation et plastiques biodégradables

La norme ISO 472 : 2013 est la référence normative définissant les termes utilisés dans l'industrie des plastiques, y compris les termes et définitions apparaissant dans les normes plastiques (élaborées dans l'ISO/TC 61). Cette norme **ne donne pas une définition claire de la notion de plastique biodégradable.**

La **biodégradation** est définie par l'ISO 472 : 2013 (définition 2.1680), mais **uniquement dans le domaine du compostage des déchets plastiques**, comme étant « la dégradation causée par une activité biologique, en particulier par une action enzymatique, entraînant une modification significative de la structure chimique d'un matériau ».

Il serait nécessaire d'intégrer à cette norme de référence une définition claire de la biodégradation et d'un plastique biodégradable.

Le JORF³ n°0297 du 22 décembre 2016 définit la notion de **biodégradable** de la façon suivante : « Se dit d'une substance ou d'un matériau qui se décompose en éléments divers sous l'action d'organismes vivants. » et précise en note que : « Le caractère biodégradable d'une substance ou d'un matériau s'apprécie, en matière d'environnement, en fonction du **degré de décomposition, du temps nécessaire à cette décomposition et de l'effet des éléments obtenus sur les milieux.** ».

La Directive européenne⁴ sur les plastiques à usage unique propose une définition d'un plastique biodégradable : « plastique qui est de nature à pouvoir subir une décomposition physique ou biologique, de telle sorte qu'il se **décompose finalement en dioxyde de carbone (CO₂), en biomasse et en eau, et est, conformément aux normes européennes applicables aux emballages, valorisable par compostage et par digestion anaérobie.** ». Cette définition axée vers les filières de traitement des déchets ne considère que les milieux compostage et méthanisation mais introduit la notion essentielle de décomposition totale (ultime) des plastiques.

³ JORF n°0297 du 22 décembre 2016, texte n°211

⁴ DIRECTIVE (UE) 2019/904 DU PARLEMENT EUROPÉEN ET DU CONSEIL du 5 juin 2019 relative à la réduction de l'incidence de certains produits en plastique sur l'environnement - Article 3 – Définitions - 16



Dans la bibliographie en science des polymères la **biodégradation** est également sujette à de nombreuses définitions, parfois contradictoires et souvent incomplètes. Lucas et collaborateurs⁵, en 2008, indiquent que le phénomène de biodégradation est trop complexe pour être facilement résumé. Les auteurs détaillent qu'il s'agit d'un **ensemble de contributions (certains étant d'origine biologique et d'autre non) agissant en synergie pour décomposer la matière organique**. Le préfixe « bio- » indique la prédominance de l'activité biologique, sans que puissent être négligées les contributions abiotiques.

La biodégradation **peut** donc passer par une **étape intermédiaire de fragmentation ou désintégration** du matériau. Il est prouvé que la désintégration d'un plastique permet d'augmenter la surface accessible et ainsi d'accélérer la biodégradation si elle doit avoir lieu. Ce **peut** donc être une étape de la biodégradation^{6,7} **sous réserve qu'il y ait in fine une bio assimilation**. A noter que certains matériaux se fragmentent sans qu'il n'y ait de biodégradation ensuite, c'est le cas des oxobiodégradables ou **oxybiodégradables** (cf. paragraphe 2.2.1.).

La **fragmentation** est définie (NF U52-001, Février 2005, définition 3.3) comme « l'ensemble de phénomènes physiques et (ou) chimiques et (ou) biologiques concomitants et (ou) successifs aboutissant à une désagrégation de ce dernier en morceaux de plus en plus petits. Elle est susceptible d'aboutir à une séparation partielle ou totale du ou des constituants du matériau et à une perte plus ou moins grande des caractéristiques physico-chimiques initiales de ce dernier. On parle de **désintégration** lorsqu'il y a fracture d'un matériau en très petits fragments (90% de granulométrie inférieure à 2 mm – NF EN 13432) ». La **désintégration** est également définie comme la « décomposition physique d'un matériau en petits fragments » (ISO 472 : 2013, définition 2.1757) ou la « cassure physique d'un matériau en très petits fragments » (ISO 17088 : 2012, définition 3.6).

Les **dégradations**⁸ aboutissant à la fragmentation peuvent être de diverses natures :

- **non biologiques**, ou **abiotiques**⁹ (photodégradation¹⁰, thermodégradation¹¹, dégradation mécanique, chimique,...),
- **biologiques**, ou **biotiques** (par actions physique, chimique et surtout enzymatique).

La définition de la **dégradation** proposée par la norme NF U52-001, Février 2005, définition 3.2 est différente de celle proposée par l'ISO 472 : 2013 et définit bien le **caractère multifactoriel de la dégradation** : « ensemble de phénomènes physiques **et (ou)** chimiques **et (ou)** biologiques concomitants **et (ou)** successifs aboutissant sans aucune exception à une déstructuration moléculaire de tout ou partie des constituants. La dégradation d'un matériau est généralement accompagnée d'une fragmentation du matériau précédant la déstructuration moléculaire. ». Cette définition introduit également la notion de **fragmentation** comme un intermédiaire possible dans le processus de dégradation qui doit aboutir à la décomposition de la matière, aussi appelée :

- **minéralisation** (NF EN 17033, janvier 2018) : « décomposition de la matière organique ou de substances organiques en dioxyde de carbone, en eau et en hydrures, en oxydes ou en d'autres sels minéraux »,
- ou **bioassimilation** (NF U52-001, Février 2005, définition 3.4) : « phénomène par lequel la (micro)faune et (ou) la (micro)flore, constituants élémentaires de la biomasse, utilise(nt) un matériau comme nutriment. La bio-assimilation se traduit par une série de phénomènes observables et quantifiables qui sont principalement : - le concours au développement d'une nouvelle biomasse ; - le **dégagement d'H₂O, de CO₂ et (ou) de CH₄** ainsi que la production éventuelle d'autres molécules organiques et (ou) minérales ; - le dégagement d'énergie sous forme de chaleur ».

⁵ Lucas *et al.*, 2008. Polymer biodegradation: Mechanisms and estimation techniques—A review. *Chemosphere*, 73(4), 429-442.

⁶ Biassoulis *et al.*, 2010. Critical Review of Norms and Standards for Biodegradable Agricultural Plastics Part II: Composting. *Journal of Polymers and the Environment*, 18(3): 364-383.

⁷ Shah *et al.*, 2008. Biological degradation of plastics: a comprehensive review. *Biotechnology advances*, 26(3) : 246-265.

⁸ Dégradation (ISO 472 : 2013, définition 2.262) : « processus irréversible entraînant une modification significative de la structure d'un matériau, caractérisé par une variation de propriétés (intégrité, poids ou structure moléculaire, résistance mécanique, par exemple) et/ou par une fragmentation; la dégradation est influencée par des conditions environnementales et se déroule sur une période de temps comprenant une ou plusieurs étapes »

⁹ AC T51-808, mars 2012, définition 3.1.8 : dégradation abiotique ou dégradation non biologique : dégradation d'une substance par un processus physique ou chimique, par exemple hydrolyse, photolyse, réduction, décomposition par oxydation.

¹⁰ Photodégradation (NF U52-001, Février 2005, définition 3.6) : dégradation provoquée par exposition aux rayonnements lumineux, en particuliers les UV.

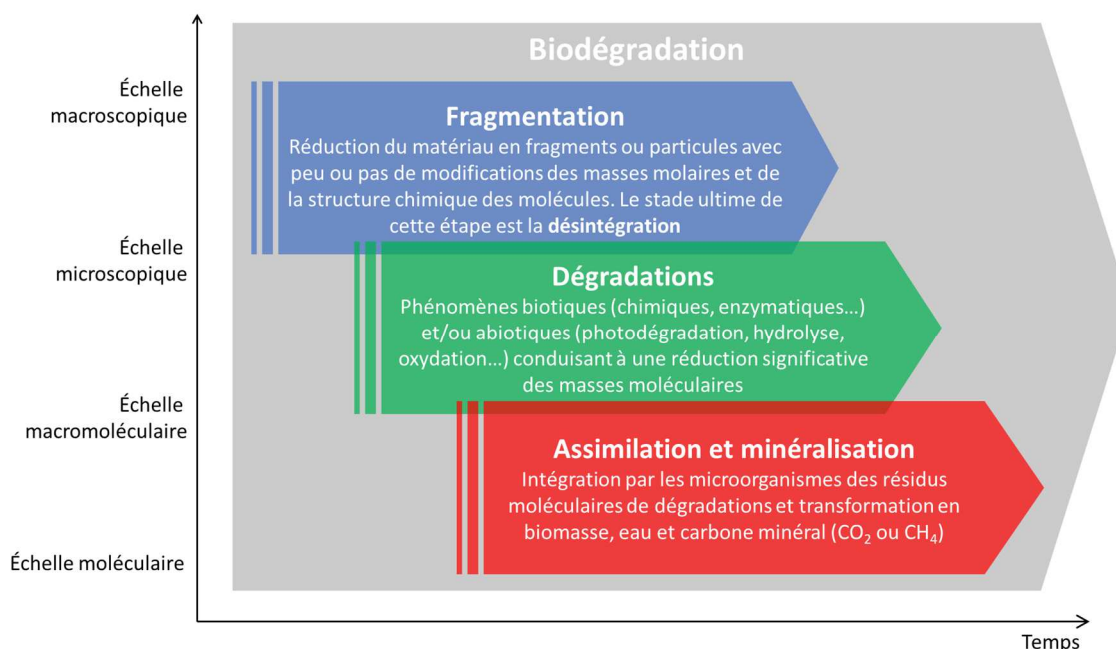
¹¹ Thermodégradation (NF U52-001, Février 2005, définition 3.7) : dégradation provoquée par exposition à la chaleur sans fusion, ou au froid intense.

De ces définitions multiples, on retiendra les notions suivantes, nécessaires à l'établissement de la **biodégradabilité** :

- L'**action biologique** : elle est impérative pour qu'un plastique soit classé comme biodégradable. Elle peut être le fait de micro et/ou de macro organismes. Elle implique la décomposition des molécules, en passant éventuellement par une étape intermédiaire de fragmentation et engendre la formation d'eau, de gaz (CO₂ et/ou de CH₄) et éventuellement de sous-produits (résidus, nouvelle biomasse) dont il conviendra qu'ils soient **non toxiques pour l'environnement**.
- La **possibilité de dégradations biotiques ou abiotiques initiales (fragmentation)** permettant et favorisant la décomposition par les micro-organismes.
- Les **conditions d'environnement** spécifiques : la notion de biodégradabilité est donc nécessairement liée à la précision des conditions du milieu : compostage industriel, compostage domestique, méthanisation, dégradation dans le milieu sol, eau douce, eau de mer...
- La notion de **période de temps**.

La Figure 1 récapitule les phénomènes mis en jeu lors d'une biodégradation.

Figure 1 : Processus de biodégradation des plastique



Les normes traitant de la biodégradation des plastiques utilisent le terme de biodégradation ultime qui est synonyme de minéralisation ou bioassimilation.

Le JORF n°0297 du 22 décembre 2016¹² définit également la notion de **biodégradation totale** comme étant la « biodégradation complète de composés organiques en dioxyde de carbone, en sels minéraux et en eau en présence d'oxygène, ainsi qu'en méthane en l'absence d'oxygène. » et précise que l'expression « **biodégradation ultime** » est déconseillée. C'est pourtant cette notion de **biodégradation ultime aérobie ou anaérobie** que l'on retrouve dans les normes traitant de la biodégradation, comme par exemple l'ISO 17088 : 2012 (définition 3.10) : « **biodégradabilité aérobie ultime** : décomposition, sous l'action de micro-organismes en présence d'oxygène, d'un composé organique en dioxyde de carbone, en eau et en sels minéraux des autres éléments présents (minéralisation) et apparition d'une nouvelle biomasse » ou les normes ISO 472 : 2013 (définition 2.1883) ou NF EN ISO 14853 : 2017 (définition 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 ».

La biodégradation ultime est donc synonyme de minéralisation ou bioassimilation.

¹² JORF n°0297 du 22 décembre 2016, texte n°211



On constate que de nombreuses définitions coexistent autour de la biodégradabilité. La norme ISO 472 : 2013 qui définit les termes utilisés dans l'industrie des plastiques, y compris les termes et définitions apparaissant dans les normes plastiques (comme celles issues de l'ISO/TC 61), ne donne pas de définition claire de la notion de **plastique biodégradable** (définie uniquement dans le cadre du compostage) ou de **biodégradation** (uniquement biodégradation anaérobie ultime¹³ mais pas de biodégradation aérobie ultime). Par ailleurs, les normes encadrant l'étude de la biodégradabilité des plastiques dans les différents milieux utilisent des termes et définitions parfois différents.

Afin de gagner en précision et en clarté, il semble donc nécessaire d'harmoniser les définitions utilisées dans les différentes normes et de les intégrer à la norme de vocabulaire ISO 472.

A noter qu'un guide datant de 2006 précise de façon assez intéressante le vocabulaire associé aux plastiques biodégradables¹⁴.

2.3. Zoom sur les plastiques oxybiodégradables

Les plastiques biodégradables sont à bien dissocier des plastiques dits oxybiodégradables, terme préconisé par l'académie des lettres mais qui n'est, en pratique, jamais utilisé en France, l'anglicisme « oxobiodégradable » ou « oxodégradable » étant les termes couramment utilisés pour désigner ces matériaux, y compris dans les textes officiels. On trouve également le terme « oxofragmentables » (ou oxyfragmentables, bien que jamais utilisé) qui est utilisé de façon imprécise.

Le JORF n°0297 du 22 décembre 2016¹⁵ définit un plastique oxyfragmentable comme « un matériau qui se fragmente en présence d'oxygène et sans l'intervention d'organismes vivants, grâce à l'addition d'agents facilitant l'oxydation », en précisant que les fragments obtenus sont généralement de taille macroscopique. Il définit également de façon légèrement différente les plastiques oxybiodégradables comme « un matériau qui est rendu biodégradable en présence d'oxygène grâce à l'addition d'agents facilitant l'oxydation ». Ce terme et cette définition sont trompeurs. En effet, comme nous le verrons au paragraphe 8.5, les normes relatives aux oxobiodégradables ne permettent pas de prouver la biodégradation ultime comme c'est le cas pour les plastiques biodégradables.

Il est à noter que les termes « oxofragmentables » et « oxodégradables » sont généralement utilisés indifféremment. Le préfixe « bio » a été ajouté plus tardivement à ces 2 termes pour des raisons commerciales.

Comme le souligne le rapport de la commission européenne sur l'impact des plastiques oxodégradables dans l'environnement paru en avril 2017¹⁶, ces plastiques ne sont pas capables de se biodégrader en conditions maîtrisées telles que celles rencontrées en compostage ou en méthanisation en raison des contraintes de temps imposés et de l'absence de traitements photo ou thermo oxydatifs préalables. Ce rapport indique qu'ils ne sont pas non plus capables de se biodégrader suffisamment dans un environnement ouvert comme le sol, l'eau douce ou la mer, en dépit des traitements photo-oxydants qu'ils peuvent alors subir sous l'effet des radiations UV. A l'exception d'une seule étude conduite dans un mélange sol/compost après un traitement photo-oxydant¹⁷, l'ensemble des travaux réalisés sur ce type de matériaux depuis 20 ans s'accordent sur le fait que les taux de biodégradation obtenus ne dépassent généralement pas 20 % ce qui est très en deçà des valeurs permettant d'attester leur biodégradation ultime selon les normes en vigueur et ce, malgré l'application préalable de traitements photo ou thermo oxydatifs conséquents, interdits dans les normes¹⁷.

Ces plastiques oxy(o)dégradables (ou oxy(o)fragmentables) n'entrent pas dans la définition des plastiques biodégradables puisque leur assimilation par des organismes vivants n'a jamais encore pu être validée scientifiquement sur la base des méthodes normatives.

¹³ ISO 472 : 2013, définition 2.1883 : « 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 ».

¹⁴ PD CEN/TR 15351 : 2006, Novembre 2006. Plastiques. Guide pour le vocabulaire dans le domaine des polymères et des produits plastiques dégradables et biodégradables - Plastics. Guide for vocabulary in the field of degradable and biodegradable polymers and plastic items.

¹⁵ JORF n°0297 du 22 décembre 2016, texte n°211.

¹⁶ Hann et al. 2017 The impact of the use of "oxo-degradable" plastic on the environment. Final Report for the European Commission DG Environment. Project conducted under Framework Contract No ENV.A.2/FRA/2015/0008 and 07.0201/2016/748104/ETU/ENV.B.3.

¹⁷ Jakubowicz et al., 2011 Kinetics of abiotic and biotic degradability of low-density polyethylene containing prodegradant additives and its effect on the growth of microbial communities. *Polymer Degradation and Stability*, 96 (5) 919–928

En outre, l'article 77 de la LOI n° 2020-105 du 10 février 2020 relative à la lutte contre le gaspillage et à l'économie circulaire précise que « La production, la distribution, la vente, la mise à disposition et l'utilisation d'emballages ou de sacs fabriqués, en tout ou partie, à partir de plastique oxodégradable sont interdites » et que « A compter du 1er janvier 2021, la mise sur le marché des produits fabriqués à base de plastique oxodégradable est interdite ».

2.4. Problématique des micro-plastiques

Les **micro-plastiques** sont « des particules de moins de 5 millimètres [qui] proviennent de la fragmentation de plastiques déversés dans les océans (sacs, bouteilles, emballages...), sous l'effet mécanique des vagues, du vent et du sable et l'action chimique des UV. Ils peuvent également directement provenir de rejets industriels lors de la fabrication des plastiques, mais aussi des rejets de l'industrie cosmétique et de l'industrie des textiles synthétiques. Si ces micro-plastiques émanent directement des usines de production, d'autres résultent des usages des citoyens : ils sont rejetés lors de l'utilisation de cosmétiques contenant des microbilles de plastique et des microfibrilles proviennent du lavage des matières synthétiques dans nos machines à laver¹⁸.

Selon une étude¹⁹, plus de 5 250 milliards de micro-fragments de plastique polluent les océans, soit près de 270 000 tonnes de plastique. Ces micro-plastiques représenteraient, en nombre, 90 % des plastiques flottants pour environ 10 % en poids. Ils sont majoritairement constitués de polyéthylène (90 %), de polypropylène (10 %) et de polystyrène expansé, les plastiques les plus produits dans l'industrie et probablement les plus persistants en pleine mer. Ces polymères étant moins denses que l'eau de mer, ils peuvent donc rester en surface en milieu côtier comme en haute mer²⁰.

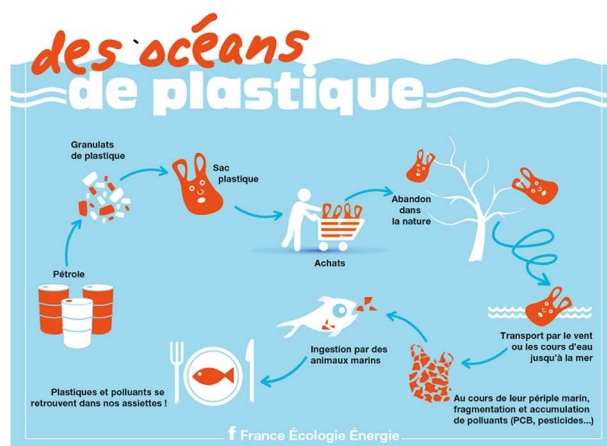
L'ensemble des espèces vivantes, des plus petites comme le zooplancton, aux plus grandes comme les baleines, peuvent être amenées à les ingérer. Les micro-plastiques peuvent présenter un danger de par leur composition, notamment du fait des additifs, potentiels contaminants chimiques, et des contaminants biologiques (bactéries) qui viennent se fixer sur leur surface²¹.

Figure 2 : Infographie « des océans de plastique »

Source : <https://www.ecologique-solaire.gouv.fr/dechets-marins>

De plus, si aucune biodégradation ne suit l'étape de fragmentation qui conduit à la production de micro-plastiques, ceux-ci vont continuer à voir leur taille diminuer et atteindre des dimensions nanométriques. C'est particulièrement vrai dans le cas de polymères considérés comme non biodégradables dans les différents milieux qu'ils ont pu rencontrer et qui se retrouvent *in fine* en milieu marin. Les **nanoparticules** ainsi produites présentent un potentiel risque sanitaire en cas d'ingestion par l'homme. Ces particules peuvent en effet traverser les membranes cellulaires, et engendrer à terme des effets jusqu'alors inconnus. La direction générale de la santé et de la sécurité alimentaire de la Commission Européenne a d'ailleurs récemment retenu les micro- et nano-plastiques comme l'un des 14 sujets émergents pour la santé humaine et l'environnement²².

Les concentrations telluriques en micro-plastiques sont à ce jour moins connues que celles observées dans les eaux. Les impacts sanitaires et environnementaux associés sont également moins renseignés.



Les normes encadrant l'étude de la biodégradabilité des plastiques doivent donc prendre en compte ce phénomène et garantir qu'un plastique ne se biodégrade pas en « disparaissant » sous forme de micro-plastiques non visible à l'œil nu. Ce point sera discuté lors de l'analyse des normes.

¹⁸ <https://www.techniques-ingenieur.fr/actualite/articles/pollution-micro-plastiques-32900/> le 20/12/2019

¹⁹Eriksen et al., 2014. Plastic pollution in the world's oceans: more than 5 trillion plastic pieces weighing over 250,000 tons afloat at sea. PLoS one, 9(12), e111913.

²⁰Ter Halle et al., 2016 - Understanding the Fragmentation Pattern of Marine Plastic Debris. Environ Sci Technol, 50 (11), 5668-5675.

²¹ <https://www.anses.fr/fr/content/les-microplastiques> le 20/12/2019.

²²SCHEER (Scientific Committee on Health, Environmental and Emerging Risks) Statement on emerging health and environmental issues, 20 December 2018.



2.5. Bioplastiques : un terme confus à éviter

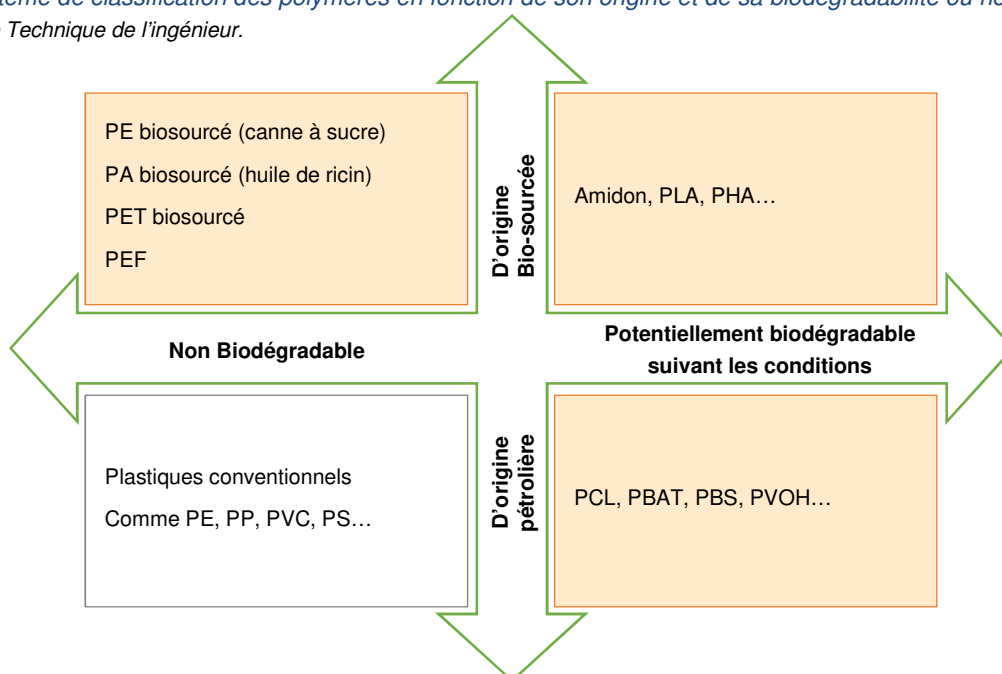
On rencontre régulièrement le terme **bioplastique**. Ce terme prête à confusion car il rassemble en réalité deux notions distinctes : l'origine des polymères (**bio-sourcée** ou **péto-sourcée**) et/ou la **biodégradabilité** de ces plastiques qui se réfère à une fin de vie possible. Les bioplastiques ont été inventés au XIXe siècle pour répondre à des besoins humains avant l'application industrielle de la pétrochimie mais depuis les années 2000 le marché du bioplastique est en forte croissance entraîné par la surexploitation du pétrole et les préoccupations environnementales (pollution et réchauffement climatique). Plus récemment, la définition des bioplastiques est en phase d'être revue en France pour ne plus s'adresser qu'à des polymères biodégradables et biosourcés totalement ou partiellement, notamment sous l'impulsion du Club des Bioplastiques qui regroupe l'ensemble de la filière française des résines bio-sourcées et biodégradables.

Le terme bioplastique ne doit pas être confondu avec celui de biopolymère qui fait quant à lui référence aux polymères issus de la biomasse c'est-à-dire produits par des êtres vivants (végétaux, algues, animaux, champignons, etc.). A titre d'exemple, on citera la cellulose, l'amidon, le gluten de blé, la caséine, la kératine, les polyhydroalcanoates, etc.

La Figure 3 présente une classification des polymères suivants ces deux notions et les catégories de plastiques pouvant être concernées par le terme bioplastique.

Figure 3 : Système de classification des polymères en fonction de son origine et de sa biodégradabilité ou non.

Source : adapté Technique de l'ingénieur.



Catégories de plastiques pouvant être concernées par le terme bioplastiques.

En France (JORF n°0297 du 22 décembre 2016), un bioplastique est défini comme un plastique biosourcé **ET** biodégradable. En anglais, le terme recouvre les plastiques bio-sourcés **ET/OU** biodégradable.

Le terme « **bioplastique** » peut donc regrouper 3 groupes de plastiques : *i)* les plastiques **bio-sourcés** et **non biodégradables** ; *ii)* les plastiques **bio-sourcés** et **biodégradables** ; *iii)* les plastiques **non bio-sourcés** (pétrochimiques) et **biodégradables**.

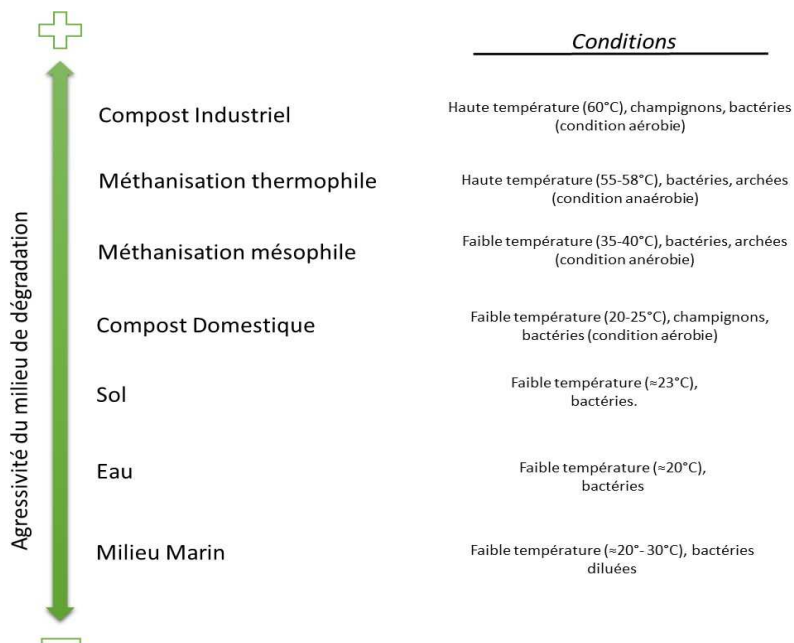
Ce terme porte à confusion, il n'est donc pas pertinent de l'utiliser.

2.6. Influence des milieux de dégradation

La biodégradation dépend donc notamment du milieu de dégradation et de son agressivité. Il est par exemple connu aujourd'hui que les plastiques biodégradables en conditions de compostage industriel, se dégradent plus

lentement ou même pas du tout en compostage domestique. Les conditions du milieu, en compostage domestiques, sont moins agressives (température moins élevée, activité bactérienne moins importante...) et entraînent des durées de biodégradation plus élevées pour certains plastiques et même un taux de biodégradation ultime plus faible pour d'autres. La Figure 4 propose une classification des milieux considérés dans cette étude suivant leur « agressivité » du point de vue de la biodégradation des plastiques. Les milieux aqueux et notamment le milieu marin sont les moins actifs en terme d'efficacité de biodégradation.

Figure 4 : Répartition des différents milieux dans lesquels la biodégradation des plastiques peut avoir lieu selon l'agressivité du milieu (activité de biodégradation). Source : adapté d'OWS.



3. Architecture du système normatif

Pour être qualifié de plastique biodégradable, un plastique doit respecter un certain nombre de critères qui sont décrits dans des normes. Différents types de normes existent et s'articulent entre elles.

3.1. Généralités

Le domaine de la biodégradation des plastiques/emballages est couvert par de nombreuses normes issues des structures de normalisation diverses. Le périmètre de la présente étude prend en compte :

- Les **Normes internationales** ISO élaborées par l'ISO/TC 61/SC 14, Plastiques - Aspects liés à l'environnement ;
- Les **Normes européennes** EN élaborées par les CEN/TC 249, Plastiques et CEN/TC 261/SC 4, Emballage et environnement ;
- Les **Normes françaises** NF élaborées par la Commission de normalisation BNPP T50A, Plastiques, et la Commission de normalisation AFNOR Q35A, Matériaux biodégradables pour l'agriculture (à noter que cette dernière commission n'est plus active depuis la publication de la NF U52-001 en 2005).

Il existe différentes typologies de normes pour encadrer l'étude de la biodégradabilité des plastiques :

- **Normes fondamentales** : qui définissent les règles en matière de terminologie, sigles, symboles, métrologie (ex : NF EN ISO 472 Plastiques-Vocabulaire).
- **Normes de spécifications** : qui fixent les exigences, les caractéristiques et les seuils de performance à atteindre (ex : NF EN 13432 Emballage-Exigences relatives aux emballages valorisables par compostage et biodégradation-Programme d'essai et critères d'évaluation de l'acceptation finale des emballages).
- **Normes d'analyses et d'essais** : qui harmonisent les méthodes pour quantifier ces caractéristiques et performances (ex : NF EN ISO 14855 Evaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans des conditions de compostage- Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré).



Pour être **qualifié de plastique biodégradable**, un plastique doit respecter un certain nombre de critères, d'exigences, qui sont décrits dans les **normes de spécifications**. Pour chaque exigence, la norme de spécifications précise la **méthode**, en s'appuyant sur une ou plusieurs **normes d'analyses et d'essais**, les **seuils**, les **durées d'essais** et les modifications à la méthode si des conditions spécifiques sont nécessaires. En effet, les normes de spécifications préconisent l'utilisation d'une méthode définie dans une norme d'analyse et d'essais et peuvent préconiser des compléments et/ou modifications (par exemple température ou durée différentes de celles préconisées dans la méthode de la norme d'analyse et d'essais...).

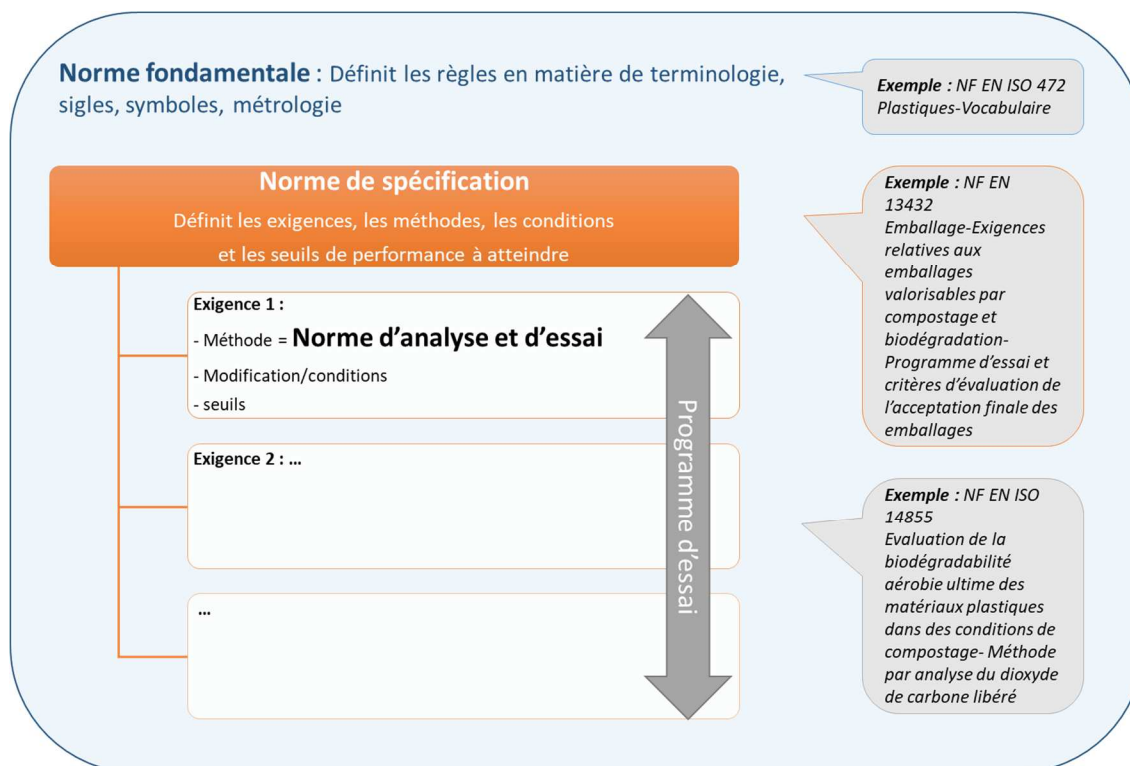


Figure 5 : Architecture des normes selon leur typologie

3.2. Cas des plastiques biodégradables

Dans le cas des plastiques biodégradables, il existe des normes spécifiques à chacun des milieux de biodégradation étudiés, dans le cadre de la présente étude : **méthanisation, compostage industriel, compostage domestique, sol, eau douce et eau de mer**.

Les exigences que l'on peut retrouver, selon les milieux, sont les suivantes :

- 1) Caractérisation du matériau d'essai, connaissance et maîtrise des constituants de ce matériau.
- 2) Biodégradabilité.
- 3) Désintégration.
- 4) Qualité du milieu final (caractérisation et écotoxicité).

L'ensemble de ces mesures et essais constituent le programme d'essai lié à l'établissement de la biodégradation d'un matériau pour le milieu en question.

L'exigence de **caractérisation** et de **maîtrise des constituants** concerne la composition et la nature des constituants du matériau.

Les tests de **biodégradabilité** et de **désintégration** simulent les conditions du milieu considéré et mesurent, d'une part l'aptitude d'un matériau à être bioassimilé, et d'autre part l'aptitude de ce matériau à se désintégrer, étape préalable à sa bioassimilation.

Le test de **biodégradabilité** permet de mesurer précisément le taux de bioassimilation du matériau par les micro-organismes du milieu, en **mesurant la production de CO₂** (ou la consommation d'O₂) en conditions aérobies et la production de CH₄ en conditions anaérobies, issue de la biodégradation du plastique. Cette mesure de la bioassimilation (appelée aussi minéralisation ou **biodégradation ultime**) permet de vérifier que les polymères

constituants le plastique sont aptes à se biodégrader complètement. En fonction des conditions du milieu, cette biodégradation complète prendra plus ou moins de temps.

Pour contribuer à évaluer le phénomène global de biodégradation à plus grande échelle (échelle pilote), des tests de **désintégration** sont réalisés pour les milieux compostage industriel et domestique, et pour le moment uniquement pour ces milieux où s'appliquent des contraintes de temps liées au procédé de traitement (industriel ou domestique). Ces tests supplémentaires ont été mis en place initialement pour des raisons en lien avec l'aspect visuel du compost final à des fins de commercialisation ou d'utilisation par les particuliers. L'objectif de ces tests n'est pas de mesurer une quelconque bioassimilation du matériau mais d'évaluer son aptitude à se désintégrer en un temps défini et permettre ainsi son utilisation comme amendement organique en épandage sur le terrain. Lors du test de désintégration, les mécanismes de dégradation biotique et abiotique ne sont pas différenciés. **Il est en outre indispensable d'associer au test de désintégration, un test de biodégradabilité qui quantifie in fine la bioassimilation des fragments précédemment produits au cours de la phase de désintégration.**

Nous verrons que les tests de désintégration ne sont pas forcément nécessaires en complément des tests de biodégradation, en fonction de la forme dans laquelle sont testés les matériaux, notamment lorsqu'on travaille sur des matériaux à facteur de forme élevé comme des films minces (i.e. rapport épaisseur/surface très faible) qui présentent une grande surface d'interface avec le milieu quelle que soit la taille des morceaux.

L'exigence de **qualité du milieu** fait référence à l'absence d'impact négatif, **écotoxicité**, de la biodégradation du matériau sur la qualité du milieu, et dans le cas de procédés de traitement (compostage ou méthanisation), sur le déroulement du procédé et sur la qualité du produit final (compost ou digestat) qui a vocation à une valorisation agronomique avec un retour dans le milieu naturel.

Selon les milieux, les normes de spécifications n'existent pas toujours, ou au contraire, plusieurs normes de spécifications existent faisant référence à de multiples normes d'analyses et d'essais, rendant l'articulation des programmes d'essai plutôt floue. Par ailleurs, l'absence de norme de spécifications engendre l'absence de seuils ne permettant pas de valider la biodégradation.

L'analyse des normes sur la biodégradation des plastiques passe donc, au préalable, par l'établissement du panorama des normes existantes et de leur articulation entre elles, pour chacun des milieux.

4. Méthodologie de l'étude

4.1. Revue et sélection des normes

L'étude a porté dans un premier temps sur la recherche de l'ensemble des normes existantes sur le sujet, dans le périmètre de l'étude.

4.1.1. Périmètre de recherche des normes

Le périmètre de l'étude couvre toute la gamme de normes en lien avec la biodégradabilité des plastiques, comprenant :

- Les normes Internationales ISO, Européenne CEN, Française NF ;
- Les milieux de transformation suivants : le compostage industriel, le compostage domestique et la méthanisation, et les milieux naturels : sol, eau douce et eau de mer ;
- Tous les plastiques et leurs composants (polymère, additifs etc.) ;
- Tout secteur d'application confondu (emballage, film...) ;
- Quelle que soit l'origine des polymères (bio-sourcés ou pétro-sourcés).

4.1.2. Sources de recherche des normes

La recherche des normes en lien avec la biodégradabilité des plastiques a été essentiellement effectuée à partir du site internet de l'AFNOR (<https://www.boutique.afnor.org>) qui dispose d'un système de recherche de normes à partir de mots clés. Cette recherche réalisée sur le site AFNOR a été enrichie avec les normes habituellement utilisées par les différents partenaires dans leurs travaux et recherches.



Le Tableau 3 présente les mots clés successifs utilisés et les résultats obtenus pour cette recherche.

Tableau 3 : Résultats de la recherche des normes sur le site AFNOR, par mots clés.

Mots clés utilisés pour la recherche	Résultats	Normes françaises et européennes	Projet de normes françaises et européennes	Normes internationales ISO	Normes allemandes	Normes anglaises BSI	Industrie des élastomères et des plastiques	Environnement. Protection de la santé sécurité	Services organisation de l'entreprise. Gestion et qualité. Administration Transport. Sociologie	Sciences naturelles et sciences appliquées	Emballage distribution des marchandises	Agriculture
Biodégradabilité des plastiques	51	21	3	14	6	7	48	13	1	1	2	1
Compostabilité des plastiques	4	2			1	1						
Biodégradabilité eau plastiques	10	7	1	2								
Méthanisation plastiques	0											
Biodégradabilités charges plastiques	1											
Méthanisation plastiques	0											
Biodégradabilité charges plastiques	6	6										
Biodégradabilité plastifiant	6	6										
Biodégradabilité additifs	10	8	1	1 (IEC)								

Certaines normes sont ressorties plusieurs fois en fonction des mots clés.

Conformément au périmètre établi pour l'étude une recherche a été réalisée avec des mots clés liés aux charges et additifs contenus dans les plastiques. Le Tableau 3 montre que ces recherches ont obtenu un certain nombre de résultats mais ce sont en réalité des normes qui portent sur le plastique de façon globale et non sur les additifs en particulier pour lesquels aucune référence n'a été trouvée.

4.1.3. Méthode de classification et de sélection des normes

Les normes trouvées ont été classées en reprenant les éléments suivants :

- Titre ;
- Référence de la norme ;
- Etat d'avancement de la norme (publiée, enquête publique, conception) ;
- Année de parution ;
- Origine²³ (ISO, CEN, NF,...) ;
- Typologie de la norme (i.e. fondamentale, spécifications, analyse & essais) ;
- Résumé ;
- Milieu de biodégradation (i.e. méthanisation, compostage, sol, eau douce, eau de mer) ;
- Typologie des supports (emballages, films...) ;

²³ L'annexe 1 explicite les sigles utilisés dans les dénominations des normes.

- Popularité : Le site AFNOR propose également le filtre « les plus vendues ». Celui-ci a été utilisé pour classer la première recherche avec les mots clés biodégradabilité des plastiques de 1 à 51, ce classement a été utilisé pour définir la « popularité » des normes trouvées.

Sur la base de cette classification des normes existantes, une sélection de 30 normes a été réalisée. A noter que cette sélection a été réalisée sur la base des titres et des résumés des textes, sans une lecture des normes dans leur intégralité.

78 documents ont ainsi été répertoriés dans un premier temps. Un premier tri a été réalisé en supprimant les normes anglaises (7 documents) et les normes allemandes (8 documents) qui sont hors du champ de cette étude.

5 autres documents ont été écartés car jugés hors champ d'étude :

- « NF EN 14987 de Mars 2007, Plastiques - Évaluation de l'aptitude des plastiques à être éliminés dans des stations de traitement des eaux usées - Plan d'essai pour acceptation finale et spécifications (éditeur AFNOR) » : traite de la biodégradation dans les stations de traitement d'eaux usées qui n'est pas un milieu compris dans le champ de l'étude.
- « NF EN ISO 846 Août 1997, Plastiques - Évaluation de l'action des micro-organismes (éditeur AFNOR) ». Si le titre laisse penser que le texte traite de biodégradation, il traite en réalité de la détérioration des plastiques.
- « NF T54-981 Janvier 2019, Plastiques - Films de routage en plastique pour la confection de plis pour traitement automatique dans le réseau postal - Spécifications de fabrication et préconisations d'utilisation (éditeur AFNOR) » : définit uniquement des préconisations de fabrication et d'usage et exige notamment que la matière des films de routage soit conforme à la NF T51-800.
- « NF EN 13592 Avril 2017, Sacs en plastique pour la collecte des déchets ménagers - Types, exigences et méthodes d'essai (éditeur AFNOR) » : définit les caractéristiques des sacs de collecte. Les sacs pour la collecte séparée des déchets biodégradables en vue d'un recyclage organique doivent satisfaire les exigences de la NF EN 13432.
- « ISO 15314:2018 Août 2018 : Plastiques - Méthodes d'exposition aux intempéries marines (éditeur AFNOR) » : traite du vieillissement des plastiques et non de la biodégradation.

Le nombre de documents référencés est au final de 56, comprenant également des normes ISO, NF, mais aussi des normes américaines ASTM et un guide. Ces deux types de documents sont à priori hors champ de l'étude mais il apparaît des lacunes dans certains milieux pour les références NF ou ISO, ils peuvent donc être sélectionnés lorsque c'est pertinent.

Un tableau en version Excel, répertoriant l'ensemble de ces références et leurs caractéristiques suivant les éléments listés précédemment est annexé à ce rapport.

Sur la base de cette classification des normes existantes, une sélection d'une trentaine de normes a été réalisée.

Cette sélection s'est faite en suivant les règles suivantes :

- Couverture de l'ensemble des milieux de l'étude ;
- Si une norme ISO a été reprise dans le référentiel français et qu'il existe donc, pour une même norme, une référence ISO et une référence NF EN ISO, la référence française est choisie, ou la référence ayant une date de mise à jour la plus récente est choisie, étant entendu que le texte de ces différentes versions est identique ;
- Si pour une norme, une version projet récente existe, celle-ci est choisie.

L'exercice de sélection des références a ensuite été réalisé par milieu de biodégradation, en faisant appel à l'expertise, aux connaissances et à la pratique des différents partenaires.

Deux documents (une norme et un fascicule de documentation) définissent le vocabulaire autour du domaine des plastiques et de la biodégradation. Les normes étudiées dans les différents milieux y feront référence, mais sans qu'il soit nécessaire de les analyser particulièrement en phase 2 de l'étude.



Tableau 4 : Liste des normes fondamentales

Référence	Date de parution/ révision	Titre	Type	Sélectionné
FD CEN/TR 15351	2007	Plastiques - Guide pour le vocabulaire dans le domaine des polymères et des produits plastiques dégradables et biodégradables	Autre	Non
NF EN ISO 472	2013	Plastiques - Vocabulaire	Autre	Non

Enfin, est répertoriée une norme d'analyse et essais traitant de la préparation des échantillons au préalable des essais de biodégradation : « NF EN ISO 10210, Décembre 2017, Plastiques - Méthodes de préparation des échantillons pour les essais de biodégradation des matériaux plastiques ». Il ne semble pas indispensable d'analyser précisément son contenu puisqu'il sera repris dans les normes d'analyses et d'essais.

4.2. Analyse des normes

L'analyse a d'abord consisté à définir l'articulation des normes entre elles, pour chacun des milieux, de façon à identifier clairement les différences entre les normes, les équivalences, les manques...

Les normes ont été ensuite synthétisées sous forme de tables en faisant ressortir les éléments de similitude et de différence pour les normes équivalentes et/ou comparables.

Enfin, une analyse critique a été réalisée à plusieurs échelles : à l'échelle de chaque norme, à l'échelle du milieu, inter-milieu le cas échéant, selon différents critères et notamment la pertinence technique des protocoles d'essais, la pertinence des durées d'essai et des seuils, la représentativité des protocoles. Cette analyse a donné lieu à des préconisations le cas échéant.

5. Biodégradation en méthanisation

La méthanisation (encore appelée digestion anaérobie) est une technologie basée sur la dégradation par des micro-organismes de la matière organique, en conditions contrôlées et en l'absence d'oxygène (réaction en milieu anaérobie, contrairement au compostage qui est une réaction aérobie)²⁴. Il existe 4 secteurs favorables au développement de la méthanisation : agricole, industriel, déchets ménagers organiques collectés à la source ou non et boues urbaines.

Le développement de la méthanisation en France a bénéficié depuis 2002 de dispositifs incitatifs (tarifs de rachat d'électricité et de biométhane, aide à l'investissement de l'ADEME, des collectivités, du Feder, des agences de l'eau,...), de l'évolution du cadre réglementaire et est aujourd'hui porté par plusieurs agendas politiques relatifs au changement climatique, à l'énergie et à l'agriculture^{25, 26}. Le Club Biogaz de l'ATEE²⁷ recensait 553 installations de méthanisation (hors STEP et ISDND) en France en juillet 2018 avec une forte évolution (+ 100 installations recensées depuis avril 2017).

Les déchets méthanisés²⁴, souvent en co-digestion, peuvent être d'origine :

- Agricole : déjections animales, résidus de récolte (pailles, spathes de maïs ...), eaux de salle de traite, *etc.*
- Agro-industrielle : abattoirs, caves vinicoles, laiteries, fromageries, ou autres industries agro-alimentaires, chimiques et pharmaceutiques, *etc.*
- Municipale : tontes de gazon, fraction fermentescible des ordures ménagères, triée à la source (biodéchets) ou non (TMB), boues et graisses de station d'épuration, matières de vidange, *etc.*

Les installations susceptibles de recevoir des plastiques sont celles traitant des déchets alimentaires (reste de repas, déchets de préparation de repas, déchets de commerce alimentaires). Ceux-ci peuvent être issus de différentes sources : triés à la source issus des biodéchets des ménages ou de la valorisation des biodéchets des gros producteurs, après séparation (TMB ou déconditionneur), et traités à différentes échelles : en co-digestion avec d'autres matières dans des projets territoriaux, en mono-intrant en installation de traitement de fraction fermentescible d'ordures ménagères, à échelle locale avec des solutions de micro-méthanisation. Le recul, en France et à l'étranger, sur la méthanisation industrielle des plastiques biodégradables est aujourd'hui faible.

Les procédés de méthanisation sont classifiés :

- ⇒ En fonction de la température : procédés **mésophiles** (35-38°C) ou **thermophiles** (55-58°C) ;
- ⇒ En fonction de leur mode d'alimentation : en continu, discontinu ou batch ;
- ⇒ En fonction des teneurs en **matière sèche des intrants** :
 - **Procédés liquides** : type Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) (< 3 % de matière sèche),
 - **Procédés en voie humide ou infiniment mélangés** (< 15 % de matière sèche: on retrouve ces types de procédés pour les effluents dits liquides : boues, lisiers, ...),
 - **Procédés en voie sèche** (>15 % à 40 % de matière sèche). Les procédés en voie sèche ont surtout été développés pour traiter les déchets solides²⁴.

²⁴ Fiche technique ADEME, METHANISATION, Février 2014, mise à jour Février 2015.

²⁵ Loi de programmation pluriannuelle des investissements (PPI électricité, chaleur et gaz, 2009), Plan d'action national en faveur des énergies renouvelables (2010) prévu par la Directive 2009/28/CE relative à la promotion de l'utilisation des énergies renouvelables, L'arrêté du 24 avril 2016 relatif à la programmation des capacités de production d'énergie renouvelable, Le plan Énergie Méthanisation Autonomie Azote (EMAA).

²⁶ ADEME, 2017, Méthanisation / Feuille de route stratégique.

²⁷ATEE, Club Biogaz, STATISTIQUES FILIÈRE BIOGAZ – JUILLET 2018



5.1. Revue et sélection des normes

Le Tableau 5 suivant présente l'ensemble des références identifiées pour le milieu méthanisation.

Tableau 5 : Liste des normes – milieu méthanisation

Référence	Date de parution/ révision	Titre	Type	Sélection
NF EN ISO 14853	2017	Plastiques - Évaluation de la biodégradabilité anaérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux - Méthode par détermination de la production de biogaz	Analyse et essais	Oui
ISO 14853	2016			Non
NF EN ISO 15985	2017	Plastiques - Évaluation de la biodégradation anaérobie ultime dans des conditions de digestion anaérobie à teneur élevée en solides - Méthode par analyse du biogaz libéré	Analyse et essais	Oui
ISO 15985	2014			Non
ISO 13975	2019	Plastiques - Évaluation de la biodégradabilité anaérobie ultime des matériaux plastiques dans des systèmes de digestion de boue contrôlés - Méthode par mesurage de la production de biogaz	Analyse et essais	Oui
ASTM D5526-18	2018	Determining Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Accelerated Landfill Conditions	Analyse et essais	Oui
ASTM D5511-18	2018	Standard Test Method for Determining Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials Under High-Solids Anaerobic-Digestion Conditions	Analyse et essais	Oui
ASTM D5210-92	2007 (withdrawn 2016)	Standard Test Method for Determining the Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials in the Presence of Municipal Sewage Sludge	Analyse et essais	Oui

Huit références apparaissent pour le milieu méthanisation, comprenant 2 normes NF, 3 normes ISO et 3 normes ASTM. Il ne s'agit que de normes d'analyses et essais.

Il est important de souligner que contrairement à d'autres milieux (compostage, sol), la méthanisation ne dispose que de normes d'essais afin d'évaluer la biodégradabilité des plastiques et **qu'il n'y a pas de normes de spécifications** précisant les exigences et les **seuils d'acceptabilité**. **Il n'existe aucune norme pour ce milieu pour l'évaluation de la désintégration et de l'écotoxicité.**

La norme ISO 14853 : 2016 a été reprise dans le référentiel français par la NF EN ISO 14853 de 2017 et a donc été écartée de la sélection.

La norme ISO 15985 : 2014 a été reprise dans le référentiel français par la NF EN ISO 15985 de 2017 et a donc été écartée de la sélection.

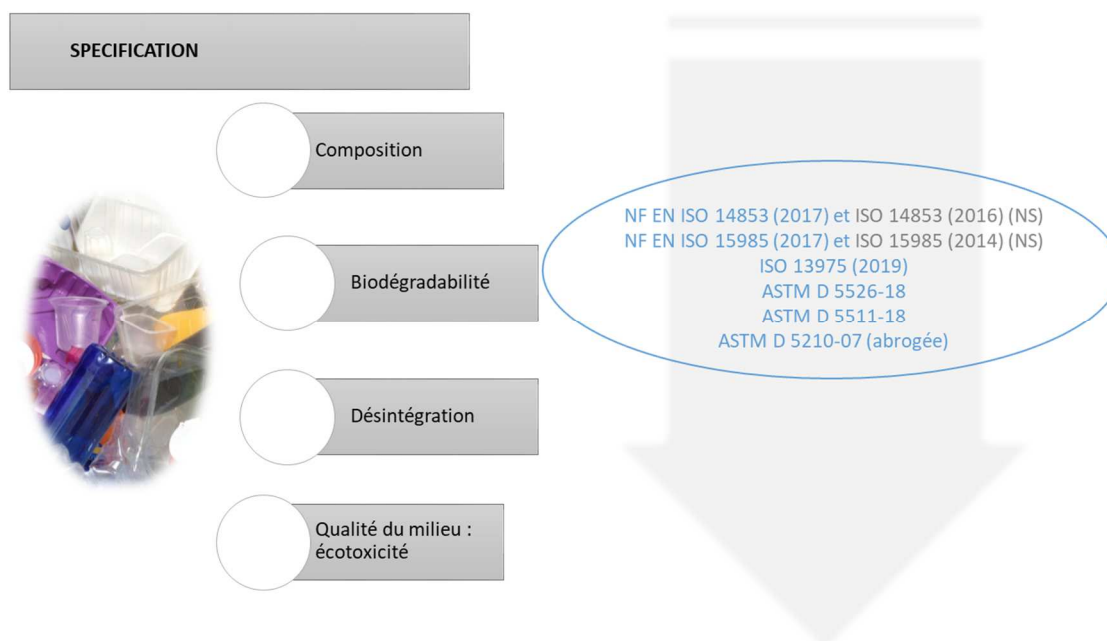
Les trois normes américaines ASTM D5526-18, ASTM D5210-92 et ASTM D5511-18 sont régulièrement citées dans les travaux scientifiques, il semble donc pertinent de les sélectionner. A noter que la norme ASTM D5210-92, équivalente de la NF EN ISO 14853, a été abandonnée en 2016, son étude pourra permettre de vérifier les différences et similitudes avec la NF EN ISO 14853. L'une des hypothèses de l'abandon de cette norme est liée à la faible teneur en matière sèche (1-3 % MS) qui simule un procédé liquide qui a peu de chance de voir des plastiques biodégradables incorporés au traitement. En effet, les plastiques biodégradables, même déchiquetés ne sont pas compatibles à leur incorporation dans des procédés de méthanisation en voie liquide. De plus, les filières susceptibles de recevoir des plastiques biodégradables sont celles traitant des biodéchets. Or, même broyés, ceux-ci présentent une teneur élevée en matière sèche de l'ordre de 30 %²⁸ qui exclue leur traitement en procédés liquides.

²⁸ ADEME, avril 2013, ESTIMATION DES GISEMENTS POTENTIELS DE SUBSTRATS UTILISABLES EN METHANISATION

Une autre possibilité de fin de vie des déchets en condition anaérobie est leur stockage en centre d'enfouissement. Le centre d'enfouissement technique (CET) a pour objectif de stocker les déchets ultimes, tout en limitant les risques de pollution et de contamination de l'environnement. Une norme américaine existe : ASTM D5526-18 "Determining Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Accelerated Landfill Conditions". L'objectif de cette norme est d'évaluer la biodégradabilité en condition représentative d'un centre d'enfouissement ayant une température de $35 \pm 2^\circ\text{C}$. Le test préconise une durée d'essai de 4 mois et une biodégradabilité d'au moins 70 % sur le contrôle cellulose pour être jugé valide. Cette norme est également présentée dans le *Tableau 6*.

5.2. Articulation des normes

Figure 6 : Articulation des normes – milieu méthanisation

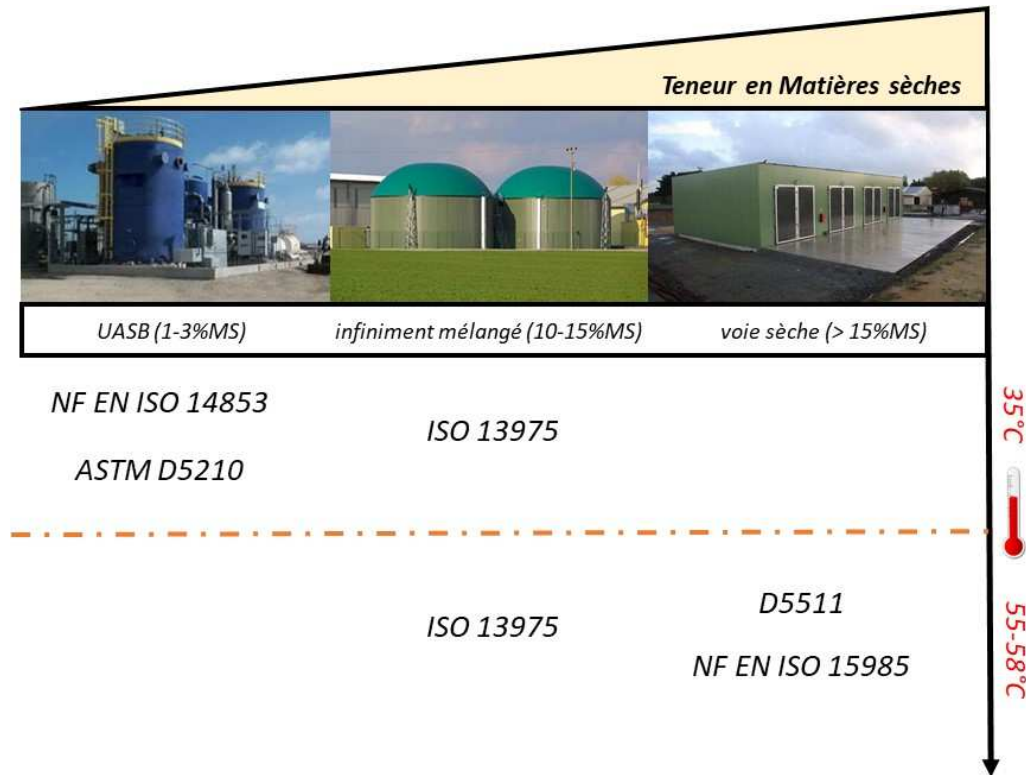


La Figure 7 représente les normes d'analyses et essais en fonction de la température du procédé de méthanisation et de sa teneur en matière sèches (MS). La Figure 7 répertorie :

- ⇒ Deux normes sur la biodégradabilité en milieu liquide (1-3 % MS) en condition mésophile : NF EN ISO 14853 et ASTM D5210-92 ;
- ⇒ Une norme sur la biodégradabilité pour les procédés en voie humide (< 15 % MS) applicable en mésophile et thermophile : ISO 13975.
- ⇒ Deux normes sur la biodégradabilité en voie sèche (> 15 % MS) en condition thermophile : ASTM D5511-18 et ISO 15985.



Figure 7 : Répartition des normes autour de la biodégradabilité en méthanisation en fonction de la teneur en Matières Sèches (% MS) et de la température (mésophile vs thermophile).



Si les différentes normes sont relatives à la **biodégradabilité** des plastiques en conditions anaérobies, l'une d'entre elles (ISO 15985) propose d'évaluer également la notion de **désintégration** en mesurant les pertes de masse par calcul du pourcentage de pertes de masse du matériau d'essai sur la base de la teneur en matières solides volatiles (Annexe B de la norme ISO 15985). Toutefois cette notion de désintégration est différente de celle de la norme EN 13432 en compostage industriel où les reliquats de ces plastiques ayant une taille > 2 mm sont mesurés.

Par ailleurs, la norme EN 13432 donne des indications pour une filière couplant le procédé de méthanisation et de compostage. Cette norme est discutée dans le paragraphe sur le compostage industriel (Paragraphe 6 : Biodégradation en compostage industriel).

5.3. Présentation synthétique des normes et comparaison

Tableau 6 : Comparaison des normes – milieu méthanisation

Normes	NF EN ISO 14853 (2017)	ASTM D5210-92 (2007)	ISO 13975 (2019)	NF EN ISO 15985 (2017)	ASTM D5511-18 (2018)	ASTM D5526-94 (1994)
Température (°C)	35 °C (± 2 °C)	35 °C (± 2 °C)	55 °C (± 5 °C) ou 35 °C (± 3 °C).	52 °C (± 2 °C)	52 °C (± 2 °C)	35 °C (± 2 °C)
Equivalence	avec ASTM D5210	avec ISO 14853		avec ASTM D5511	avec ISO 15985	
Teneur en MS (%PB) du milieu	1-3 %	1-2 %	< 15 %	> 20 %	> 20 %	> 30 %
Inoculum	Boue digérée d'une installation de traitement des eaux usées (traitant principalement des eaux domestiques). Possibilité d'utiliser aussi une boue anaérobie développée en laboratoire.	Provenant d'un digesteur traitant des eaux usées. Filtrer l'inoculum par tamis à 2 mm.	Digestat provenant d'une unité de méthanisation traitant de préférence des eaux usées. Méthaniseur traitant des ordures ou des matières fécales animales autorisé.	Provenant d'un digesteur anaérobie thermophile fonctionnant dans des conditions sèches (> 20 % MS) depuis 4 mois minimum à un temps de séjour de 30 jours avec des déchets ménagers prétraités. Il peut toutefois également être obtenu par un procédé de fermentation humide, en déshydratant les boues digérées.	Provenant d'un digesteur anaérobie thermophile fonctionnant dans des conditions sèches (> 20 % MS) depuis 4 mois minimum à un temps de séjour de 30 jours avec des déchets ménagers prétraités. Les rendements de production de gaz doivent être au moins 15 ml à température et pression standard de biogaz par gramme de MS dans le digesteur et par jour en moyenne pendant au moins 30 jours.	Provenant d'un digesteur laboratoire ou industriel anaérobie mésophile traitant la fraction fermentescible des déchets ménagers depuis 1 mois minimum à un temps de séjour de 30 jours. Les rendements de production de gaz doivent être au moins 15 mL à température et pression standard de biogaz par gramme de MS dans le digesteur et par jour en moyenne pendant au moins 7 jours et une concentration en méthane de 60 %.
	Pré-incubation : possible à 35 °C (± 2) pendant 7 jours. Possibilité d'acclimations de l'inoculum avec 2-20 mg CO/L du matériau de référence.	Pré-incubation : Stocké à 4 °C maximum deux semaines Possible à 35 °C (± 3) pendant 7-14 jours.	Pré-incubation : possible à 35 °C (± 3) pendant 5 jours. Si condition thermophile, shifter l'inoculum de 35 °C à 55 °C en un mois. Possibilité d'acclimation de l'inoculum au matériel testé mais le préciser dans le rapport. Possibilité d'ajouter des nutriments.	Pré-incubation : possible à 52 °C (± 2) pendant 7 jours.	Pré-incubation : possible à 52 °C (± 2) pendant 7 jours.	Pré-incubation : possible à 35 °C (± 2) pendant 7 jours à la même teneur en MS que le digesteur En plus de l'inoculum, des déchets ménagers fermentescibles sont incorporés dans le test. Tamisé à 40-80 mm et stabilisé en procédé aérobie 2 à 4 semaines à une teneur en MS de 50 ± 5 % et une température de 50 ± 10°C.
Analyses sur l'inoculum	Carbone inorganique < 20 mg/L	Pas d'analyses spécifiques	MS < 15 %; pH : 7,5-8,5	AGVs, pH, NTK, N-NH ₄ , MS, MV. pH : entre 7,5 et 8,5 AGVs: en dessous de 1 g/kg MS NH ₄ ⁺ -N : entre 0,5 et 2 g/kg MS	pH : entre 7,5 et 8,5 AGVs: en dessous de 1 g/kg MS NH ₄ ⁺ -N : entre 0,5 et 2 g/kg MS	pH : entre 7,5 et 8,5 AGVs: en dessous de 1 g/kg MS NH ₄ ⁺ -N : entre 0,5 et 2 g/kg MS

Volume des enceintes	de 0,1 à 1 L fermé hermétiquement et pouvant supporter la pression jusqu'à 2 bars. Volume d'espace de tête (10-30 % volume totale).	Fiole de capacité suffisante.	Fiole en verre de volume minimal de 1,5 L, 1 cm de ciel gazeux.	Fiole en verre de volume minimal de 750 mL.	Fiole de capacité suffisante et ouvertures d'au moins 7 cm de diamètre.	Fiole en verre de volume de 4 à 6 L.
Contrôle positif (substance de référence)	cellulose, poly-β hydroxybutyrate, poly (éthylène glycol) 400	cellulose ou amidon	Cellulose pour chromatographie sur couche mince de cellulose (Analytical-Grade Cellulose). Granulométrie : < 20 μm	Cellulose pour chromatographie sur couche mince de cellulose (Analytical-Grade Cellulose). Granulométrie : < 20 μm	Cellulose pour chromatographie sur couche mince de cellulose (Analytical-Grade Cellulose)	Cellulose pour chromatographie sur couche mince de cellulose (Analytical-Grade Cellulose)
Forme du matériau d'essai	Poudre (250 μm) ou sous forme de film, de morceaux, de fragments ou d'articles façonnés. Il convient d'utiliser, de préférence, des formes similaires si l'on doit comparer différents types de matériaux plastiques.	Sous forme de films, de morceaux, fragments, ou articles formés. Le préciser dans le rapport.	Sous forme de poudre ou de film	Sous forme de granulés, de poudre, de film ou d'haltères ²⁹ . Tout fragment individuel de matériau doit avoir une surface maximale d'environ 2 cm × 2 cm.	Sous forme de pellicules, poudre, pellets, articles façonnés. Le système doit pouvoir accepter des spécimens de 100 mm sur 50 mm sur 4 mm épais.	Sous forme de pellicules, poudre, pellets, articles façonnés. Le système doit pouvoir accepter des spécimens de 100 mm sur 50 mm sur 4 mm épais.
Proportion matériau d'essai et de référence	1-3 g MS / L d'inoculum + matériau 100 mg-200 mg CO/L. Ajout d'une solution nutritive. Si matériau toxique réduire jusqu'à 20 mg CO/L.	100 mL d'inoculum (1-2 % MS/L) Addition du matériau mais pas de précision. Ajout d'une solution nutritive.	1,4 L d'inoculum (< 15 % MS) + 10-15 g MO de matériau	Minimum 500 g de masse humide d'inoculum (au moins 200 % de MS) + 7,5-10 g MS de matériaux contenant 4 g COT	1 000 g d'inoculum (au moins à 20 % MS) + 15-100 g VS du matériau	600 g MS of déchets ménagers (fraction organique) + 100/150 g MS inoculum + 60-100 g MS du matériau d'essai. Trois conditions de MS sont testées : 35, 45 et 60 % MS
Calcul de la biodégradabilité	La biodégradabilité est calculée sur le biogaz produit 22,4 mL biogaz = 12 mg C comparé au carbone organique introduit. Prend en compte le carbone inorganique dissous.	Le pourcentage de biodégradabilité est obtenu en déterminant le pourcentage de conversion du carbone issu du test matière en carbone dans la phase gazeuse (CH ₄ et CO ₂). Ne considère pas le carbone inorganique dissous	La biodégradabilité est calculée sur le biogaz produit 22,4 mL biogaz = 12 mg C comparé au carbone organique introduit. Prend en compte le carbone inorganique dissous.	La biodégradabilité est calculée sur le biogaz produit 22,4 mL biogaz = 12 mg C comparé au carbone organique introduit. Ne considère pas le carbone inorganique dissous.	Le pourcentage de biodégradabilité est obtenu en déterminant le pourcentage de conversion du carbone issu du test matière en carbone dans la phase gazeuse (CH ₄ et CO ₂). Ne considère pas le carbone inorganique dissous	Le pourcentage de biodégradabilité est obtenu en déterminant le pourcentage de conversion du carbone issu du test matière en carbone dans la phase gazeuse (CH ₄ et CO ₂). Ne considère pas le carbone inorganique dissous
Réplicats	Triplicat	Triplicat	Triplicat	Triplicat	Triplicat	Triplicat

²⁹ Les haltères sont des formes spécifiques utilisées dans le cadre des mises en œuvre des plastiques.

Durée de l'essai	60 jours, maximum = 90 jours	Jusqu'à phase stationnaire. Pas de durée maximale.	60 jours, maximum = 90 jours	durée nominale de 15 jours	Jusqu'à phase stationnaire (plus de production de gaz net pendant au moins sept jours consécutifs sur le blanc) ou 70 % de biodégradation atteint sur la cellulose (témoin positif).	Durée de 4 mois d'essai dans le noir. Jusqu'à phase stationnaire (plus de production de gaz net pendant au moins sept jours consécutifs sur le blanc) ou 70 % de biodégradation atteint sur la cellulose (témoin positif).
Validité de l'essai	Taux de biodégradation témoin positif > 70 % à 60 jours Ecart entre les répétitions témoin positif < 20 % de la moyenne	Taux de biodégradation témoin positif > 70 %	Taux de biodégradation témoin positif > 70 % après 15 jours Ecart entre les répétitions témoin positif < 20 % de la moyenne	Taux de biodégradation témoin positif > 70 % après 15 jours Ecart entre les répétitions témoin positif < 20 % de la moyenne	Taux de biodégradation témoin positif > 70 % après 15 jours Ecart entre les répétitions témoin positif < 20 % de la moyenne	Taux de biodégradation témoin positif > 70 % après 4 mois

Dans ce paragraphe une étude comparative entre les normes du milieu méthanisation est proposée. Dans cette étude, ne sont pas inclus la norme NF EN 13432 intégrant le couplage méthanisation et compostage (discuté dans le paragraphe 6 sur le compostage industriel) ainsi que la norme ASTM D5526-94 relative à la dégradation anaérobie en décharge car seule norme dans le domaine (une note commente cette dernière en fin de paragraphe).

- ⇒ La **biodégradabilité des plastiques** en méthanisation est encadrée par diverses normes (ISO et ASTM) qui sont classifiées en fonction de la température du procédé (mésophile 35 °C vs thermophile 52-55 °C) et de la teneur en MS dans le milieu. Les normes NF EN ISO 14853 et ASTM D5210 sont en condition mésophile et milieu liquide (1-3 % MS). La norme ISO 13975 est en milieu infiniment mélangé (< 15 % MS) à la fois en condition mésophile et thermophile. Enfin les normes ASTM D5511 et EN ISO 15975 sont en condition thermophile et méthanisation en voie sèche.
- ⇒ Pour l'ensemble de normes proposées, un blanc³⁰, un contrôle positif³⁰ en plus du matériau d'essai sont réalisés en triplicat. L'ensemble des normes proposent comme contrôle positif l'utilisation de cellulose à l'exception de la norme ASTM D5210 qui autorise aussi l'amidon et de la norme ISO 14853 qui autorise le poly(éthylène glycol) et le poly-β hydroxybutyrate. La norme ASTM D5511 propose aussi un contrôle négatif³⁰ à savoir le polyéthylène.
- ⇒ En termes de protocole, les cinq normes appliquent sensiblement **les mêmes outils et méthodologies** basés sur le principe du **Biochemical Methane Potential (BMP)**. Les essais sont réalisés dans des fioles de volume variant de 0,1 à 6 litres pour les normes ISO, ce qui est cohérent au regard de ce qui est appliqué dans le domaine des BMP (Raposo et al., 2011³¹; Holliger et al., 2016³²). Pour les normes ASTM D5210 et D 5511, aucune spécificité n'est fournie par rapport au volume des fioles.

En parallèle, la norme la NF EN ISO 14853 et ASTM D5210 propose d'ajouter une solution de micro, macroéléments ainsi que de vitamine dans le milieu. Les inocula utilisés proviennent tous de site industriels ou de pilotes de laboratoires représentatifs du milieu d'essai.

- ⇒ Pour la plupart des normes **le taux de biodégradabilité** est calculé sur la base du carbone émis sous forme gazeuse dans le biogaz (CH₄, CO₂) en comparaison avec la quantité de carbone organique total du matériau d'essai. Seul les normes NF EN ISO 14853 et ISO 13975 prennent en compte le carbone inorganique dissous dans le milieu pour leurs calculs ce qui est plus précis. Le fait de ne pas comptabiliser le carbone inorganique dissous peut entraîner une sous-estimation de la biodégradabilité.
- ⇒ Concernant la forme du matériau d'essai, il y a une grande largesse dans l'intégralité des normes proposées à savoir sous forme de films, poudres, haltères, articles façonnés...
- ⇒ Les **critères de validité** de l'essai sont sensiblement les mêmes pour l'ensemble des normes à savoir un seuil de biodégradabilité de 70 % du matériau de contrôle positif sur des durées plus au moins courtes (de 15 jours à 4 mois). Quatre d'entre elles (NF EN ISO 14853, ISO 13975, ISO 15985 et ASTM D5511) précisent aussi que l'écart type des répétitions pour le témoin positif doit être inférieur à 20 %.

Note : la norme ASTM D5526-94 relative à l'évaluation de la biodégradabilité anaérobie en décharge est la seule existante. Du fait de la diminution de l'envoi des flux de déchets en décharge, cette norme ne sera probablement plus utilisée dans un futur proche (norme d'ailleurs retirée en 2016). Toutefois, une brève synthèse est fournie. Le protocole opératoire préconisé est similaire aux autres normes sur la méthanisation et est mené en conditions mésophiles (35 °C), en triplicats. Lors de l'essai trois conditions de matière sèche (35, 45 et 60 %) sont testées. Le seuil de biodégradabilité de 70 % du matériau de contrôle positif est préconisé comme critère de validité.

5.4. Analyse critique des normes relatives à la biodégradabilité des plastiques en milieu méthanisation

- ⇒ Il est important de souligner que toutes les normes sont relatives à la notion de biodégradabilité des plastiques en méthanisation. Au regard de la Figure 7, deux constats peuvent être faits : la présence des

³⁰ Un blanc ou témoin froid est une modalité d'essai contenant l'inoculum seul comme substance d'essai. Le témoin positif est une modalité contenant l'inoculum et une substance de référence dont on connaît le rendement théorique. On peut trouver des témoins négatifs dans lesquels une substance dont on sait qu'elle ne se biodégrade pas est ajoutée à l'inoculum.

³¹ Raposo, et al., 2011. Biochemical methane potential (BMP) of solid organic substrates: evaluation of anaerobic biodegradability using data from an international interlaboratory study, *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 86, 1088-1098.

³² Holliger, et al., 2016. Towards a standardization of biomethane potential tests, *Water Science and Technology*, 74, 2515-2522.

normes NF EN ISO 14853 et ASTM D5210 relatives à la méthanisation à faible teneur en MS (2 % MS). Ceci peut paraître surprenant du fait qu'il paraît peu probable de voir de la méthanisation de plastiques dans des filières à si faible taux en MS. Ces deux normes sont certainement amenées à disparaître dans le futur.

- ⇒ **Il y a aussi un manque normatif sur la biodégradabilité en condition mésophile et en milieu voie sèche.**
- ⇒ Toutes les normes sont basées sur l'évaluation de la biodégradabilité selon le protocole du Biochemical Methane Potential. Il serait intéressant d'harmoniser et de mettre à jour les protocoles proposés en tenant compte des résultats des travaux issus des études inter-laboratoires internationales sur le protocole du BMP³³.
- ⇒ Concernant la forme du matériau d'essai, il y a une grande largesse dans l'intégralité des normes proposées à savoir sous forme de films, poudres, haltères, articles façonnés... La biodégradabilité ou du moins la cinétique de biodégradation sera fortement impactée par la morphologie du produit testé : la poudre se dégradera plus vite qu'un haltère. A l'heure actuelle il n'existe pas de seuils de biodégradation déterminé par une norme de spécifications mais dans un avenir proche ce sera certainement le cas et le sujet de la morphologie pourra être un élément clé afin d'atteindre les seuils demandés.
- ⇒ La filière méthanisation est aujourd'hui moins mature que la filière de compostage industriel mais en pleine extension. **Il apparaît nécessaire dans un futur proche de définir au moins une norme de spécifications signifiant des seuils de biodégradabilité et des durées d'essais à atteindre** au même titre que la norme EN 13432 pour le compostage industriel et la norme NF T51-800 pour le compostage domestique.
- ⇒ Il est important aussi de mettre en place des tests permettant d'évaluer la désintégration des plastiques lors du procédé de méthanisation. Ces tests permettront de simuler de manière plus réelle et en échelle continue ce qui peut se passer au niveau industriel. Il faudra être capable de simuler à la fois les procédés infiniment mélangés et les procédés voie sèche. Un autre point important à prendre en compte lors de l'établissement de la filière simulée est l'étape de prétraitement couramment utilisée en méthanisation (broyage, gaz mix, cavitation, hygiénisation...) qui peut impacter aussi bien la vitesse de désintégration que de biodégradation.
- ⇒ Le développement d'une norme de spécifications devra aussi intégrer des tests afin de vérifier l'écotoxicité des digestats en mettant en place une analyse rigoureuse des métaux lourds et des contaminants organiques mais aussi par la réalisation de tests d'émergence et de croissance. Il faudra tenir compte, dans l'analyse écotoxicologique des digestats, des systèmes de séparation de phases solide/liquide (presse à vis, filtre presse, centrifugation) couramment mis en place au sein des unités de méthanisation. Il faudra peut-être prévoir dans ce cas des analyses spécifiques pour chaque phase. A l'issue du test de méthanisation, la recherche de micro-plastiques par microscopie ou autre technologie pourrait être aussi pertinente en vue de l'acceptation du digestat auprès du grand public dans le cas où ce dernier est utilisé à des fins agronomiques.

Note : En ce qui concerne la norme ASTM D5526-94 (relative au milieu de charge anaérobie), l'interrogation concernant la durée de l'essai (4 mois) est légitime au regard de la réalité industrielle. En effet, une fois enfouis, les déchets, fermentescibles ou non, seront amenés à être stockés pendant plusieurs années (parfois plus de 50 ans). En parallèle la norme ne tient pas compte de la phase aérobie observée en début d'enfouissement (consommation rapide de l'oxygène présent dans les pores des déchets par les bactéries aérobies) et durant laquelle une température de 60 °C peut être atteinte ce qui affectera *in fine* grandement la faculté de biodégradabilité. Enfin, l'inoculum retenu dans la norme est un inoculum venant d'une dégradation anaérobie de déchets fermentescibles. Dans la réalité, d'autres déchets non fermentescibles sont aussi envoyés en décharge et il aurait donc été préférable d'avoir un inoculum prenant en compte cette diversité car la rhéologie du milieu ne sera pas la même et les déchets non fermentescibles peuvent aussi affecter le rendement de biodégradation.

³³ Raposo et al., 2011; Holliger et al., 2016



5.5. Bilan milieu méthanisation

L'analyse de ces normes a montré que le milieu de dégradation anaérobie est un milieu assez complexe et la difficulté majeure est de prendre en compte de manière représentative la diversité des technologies existantes. Celles-ci se distinguent majoritairement par leur température et leur teneur en MS. Les normes existantes aujourd'hui pour ce milieu sont représentatives de l'évaluation de la biodégradabilité en méthanisation et une norme en condition « décharge ». Les protocoles opératoires appliqués d'une norme à une autre sont assez similaires et faciles à mettre en œuvre à l'échelle laboratoire.

Quelques commentaires toutefois :

- ⇒ Il apparaît difficile aujourd'hui de couvrir l'ensemble des typologies de méthaniseur existant sur le territoire. Toutefois, les normes ISO 13975 (condition infiniment mélangé en mésophile ou thermophile) et ASTM D5511 et NF EN ISO 15985 (condition voie sèche en thermophile) apparaissent comme les normes les plus utiles et représentatives de ce qui se fait à l'échelle industrielle afin de simuler et d'évaluer la biodégradabilité des plastiques en méthanisation. A noter l'absence de normes aujourd'hui pour évaluer la biodégradabilité des plastiques en condition de méthanisation voie sèche mésophile.
- ⇒ Les normes (ASTM D5210 ; NF EN ISO 14853, ASTM D5526) permettant d'évaluer la biodégradabilité en milieu anaérobie peu concentrés (1-3 % MS) ou en système décharge sont amenées à être peu exploitées à l'avenir du fait de l'incapacité à traiter les plastiques dans des systèmes peu concentrés (impossibilité d'incorporation) et de la réduction des flux de déchets fermentescibles partant en décharge.
- ⇒ Il est important de noter que l'ensemble des normes existantes pour le milieu anaérobie sont des normes d'analyses et essais permettant d'évaluer la biodégradabilité des plastiques dans diverses typologies (teneur en MS, température...). Toutefois, à l'heure actuelle, il n'existe pas de normes de spécifications ni aucun critère et normes d'analyses et essais permettant d'évaluer l'écotoxicité des digestats produits. Ces normes sont primordiales afin de valider la biodégradabilité des plastiques, au sens des normes, dans leur intégralité en condition anaérobie. Une norme de spécifications est primordiale afin de valider la biodégradabilité des plastiques dans leur intégralité, en condition anaérobie, et de prendre en compte l'écotoxicité des digestats.

Le Tableau 7 récapitule les principales conclusions de l'analyse des normes pour le milieu méthanisation.

Tableau 7 : Récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnés en milieu méthanisation

			Représentativité de l'essai	Facilité de mise en œuvre	Etude impact environnemental	Recommandations de révision
Analyses et Essais	biodégradation	NF EN ISO 14853	✓	✓	NC	- Méthodes similaires basées sur le BMP (Biochemical Methane Potential) → Harmonisation en fonction des études inter-laboratoire existantes (Nature et contrôle des inoculum, ...) → Harmonisation du calcul du taux de biodégradation (prise en compte du CID - Carbone Inorganique Dissous) - Forme du matériau : forte variabilité → Impact fort sur la cinétique - Manque pour le milieu voie sèche mésophile
		ASTM D5210	✓	✓	NC	
		ISO 13975	✓	✓	NC	
		ASTM D5511	✓	✓	NC	
		NF EN ISO 15985	✓	✓	NC	
		ASTM D5526	✓	✓	NC	
désintégration	Pas de référence	-	-	-	A mettre en place à échelle continue. Difficulté de prendre en compte les différentes technologies.	

✓ : Evaluation positive. (La norme constitue une base intéressante. Les recommandations de révision ne remettent pas en cause sa pertinence.)

✗ : Evaluation négative.

NC : Non concerné. Note : les protocoles d'analyse et d'essais relatifs à l'évaluation de la biodégradation n'ont pas vocation à la prise en compte de l'impact environnemental.

6. Biodégradation en compostage industriel

Le compostage est un processus entraînant la dégradation et l'humification de la matière organique par les micro-organismes en présence d'oxygène. L'activité de micro-organismes responsable du compostage est exothermique, entraînant une libération de chaleur.

Une différence est faite entre deux procédés de compostage : le **compostage industriel** et le **compostage domestique**. Ils divergent par :

- La taille de la structure où est réalisé le compostage : la taille des andains en compostage industriel et la quantité de déchets impliqués, permettant une augmentation de température plus importante et une certaine inertie dans le maintien de cette température. Les températures seront donc moins élevées en compostage domestique et les réactions plus lentes (la cinétique des réactions bactériennes étant favorisée par la température).
- Les fréquences d'apport des déchets : réguliers en compostage domestique, mise en andain initial pour les procédés industriels.
- Les niveaux de suivi des procédés : les pratiques industrielles impliquant une garantie de conduite minimale du compostage (retournements notamment), ce qui est plus aléatoire dans les pratiques des ménages en compostage domestique.

Ces deux milieux sont donc traités séparément.

6.1. Revue et sélection des normes

Le Tableau 8 présente l'ensemble des références identifiées pour le milieu compostage industriel.

Tableau 8 : Liste des normes – milieu compostage

Référence	Date de parution/ révision	Titre	Type	Sélectionné
NF EN 14995	2007	Matières plastiques - Évaluation de la compostabilité - Programme d'essais et spécifications	Spécifications	Oui
NF EN 13432	2000	Emballage - Exigences relatives aux emballages valorisables par compostage et biodégradation - Programme d'essai et critères d'évaluation de l'acceptation finale des emballages	Spécifications	Oui
ISO 17088	2012	Spécifications pour les plastiques compostables	Spécifications	Oui
NF EN ISO 14855-1	2013	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	Analyse et essais	Oui
ISO 14855-1	2012			Non
NF EN 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	Analyse et essais	Oui
ISO 14855-2	2018			Non
NF EN 14046	2003	Emballage - Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux d'emballage dans des conditions contrôlées de compostage - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré	Analyse et essais	Non
ISO 18606	2013	Emballage et environnement - Recyclage organique	Analyse et essais	Non
ASTM D5338	2015	Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Controlled Composting Conditions, Incorporating Thermophilic Temperatures	Analyse et essais	Non
PR NF EN ISO 16929	2018			Oui



ISO 16929	Octobre 2019*	Plastiques - Détermination du degré de désintégration des matériaux plastiques dans des conditions de compostage définies lors d'un essai à échelle pilote	Analyse et essais	et	Non
NF EN ISO 20200	2016	Plastiques - Détermination du degré de désintégration de matériaux plastiques dans des conditions de compostage simulées lors d'un essai de laboratoire	Analyse et essais	et	Oui
ISO 20200	2015				Non
NF EN 14045	2003	Emballage - Évaluation de la désintégration des matériaux d'emballage lors d'essais à usage pratique dans des conditions de compostage définies	Analyse et essais	et	Oui

*Au cours de cette étude, une révision de la norme ISO 16929 a été éditée en octobre 2019. C'est la version PR NF EN ISO 16929 de 2018 qui est étudiée et présentée. Celle-ci ne présente pas de différence significative avec la version éditée en 2019.

En milieu compostage, les programmes d'essais de certification privés ou les travaux scientifiques font très souvent référence à des normes du domaine des « emballages » et non des « plastiques ». Il semble indispensable de les étudier en comparaison dans le cadre de cette étude.

3 normes de spécifications sont identifiées :

- NF EN 14995 de 2007 et ISO 17088 : 2012 pour les plastiques en compostage : la NF EN 14995 est plus ancienne mais très souvent utilisée, il a donc été choisi d'analyser les deux.
- NF EN 13432 de 2000 porte sur la biodégradation des emballages et est ancienne mais est systématiquement utilisée en biodégradation des plastiques. Il est donc indispensable de l'analyser.

Les programmes d'essai sur la biodégradation des plastiques comportent différents essais : des essais de **biodégradabilité**, des essais de **désintégration** et des essais de qualité des composts, notamment la **phytotoxicité**. Ces trois étapes sont couvertes par les normes.

Pour l'évaluation de la **biodégradabilité**, on trouve 7 références dont deux sont des normes ISO reprises en référentiel NF (ISO 14855-1 : 2012 et ISO 14855-2 : 2018). Bien que plus récente, l'ISO 18606 : 2013 ne concerne que les emballages et elle est moins utilisée³⁴ que les NF EN ISO 14855-1 : 2012 et NF EN ISO 14855-2 : 2018. Elle n'est pas sélectionnée.

La NF EN 14046 est dédiée aux emballages et peu utilisée. De plus, elle est techniquement identique à l'ISO 14855 ; elle n'est pas sélectionnée.

L'ASTM D5338 est une norme d'analyse et d'essai souvent citée par les producteurs d'emballage plastique. Cependant, c'est une norme américaine et elle est de plus assez similaire à l'ISO 14855, elle n'a pas été sélectionnée.

Pour l'évaluation de la **désintégration**, on trouve 4 références, dont ISO 16929 : 2013 pour laquelle une version NF est en préparation. Cette version PR NF EN ISO 16929 sera étudiée. C'est la référence la plus utilisée par les laboratoires d'essais pour les essais de désintégration. La NF EN ISO 20200 de 2016 est souvent référencée par les normes de spécifications et programmes d'essais notamment en compostage domestique même si elle n'est pas dédiée à ce milieu. Elle est sélectionnée.

Enfin la NF EN 14045 de 2003 concerne les emballages mais est souvent référencée par les normes de spécifications et utilisée par les laboratoires. Elle sera étudiée.

Concernant les essais d'**écotoxicité**, il existe différentes normes d'essai dédiées à l'évaluation de l'impact d'un produit dans les sols, du point de vue de la détermination de son effet potentiel sur :

- i) La flore, c'est-à-dire la germination et la croissance foliaire ou racinaire des plantes,
- ii) Les vers de terre,
- iii) Ou encore la nitrification potentielle et inhibition de la nitrification.

³⁴ Cette norme a été publiée pour les pays non européens (essentiellement ceux d'Asie) et ne comporte pas d'annexe ZA comme présomption de conformité à la directive 94/62CE. Elle n'est pas revendiquée en France.

Le Tableau 9 présente l'ensemble des références identifiées pour l'évaluation de l'écotoxicité des composts dans les sols.

Référence	Date de parution/ révision	Titre	Type	Sélectionné
OCDE 208	2008	OECD GUIDELINE FOR THE TESTING OF CHEMICALS PROPOSAL FOR UPDATING GUIDELINE 208 Terrestrial Plant Test: 208: Seedling Emergence and Seedling Growth Test	Analyse et essais	Non
ISO 11269-2	2012	Qualité du sol - Détermination des effets des polluants sur la flore du sol - Partie 2 : effets des sols contaminés sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs	Analyse et essais	Non
NF EN ISO 11269-2	2013			Non
ISO 11269-1	2012	Qualité du sol — Détermination des effets des polluants sur la flore du sol — Partie 1: Méthode de mesurage de l'inhibition de la croissance des racines	Analyse et essais	Non
NF EN ISO 11269-1	2013			Non
ISO 22030	2005	Qualité du sol — Méthodes biologiques — Toxicité chronique sur les plantes supérieures	Analyse et essais	Non
ISO 14238	2012	Qualité du sol — Méthodes biologiques — Détermination de la minéralisation de l'azote et de la nitrification dans les sols, et de l'influence des produits chimiques sur ces processus	Analyse et essais	Non
ISO 15685	2012	Qualité du sol - Détermination de la nitrification potentielle et inhibition de la nitrification - Essai rapide par oxydation de l'ammonium	Analyse et essais	Non
NF ISO 15685	2012			Non
ISO 11268-1	2012	Qualité du sol - Effets des polluants vis-à-vis des vers de terre - Partie 1 : détermination de la toxicité aiguë vis à vis de <i>Eisenia fetida</i> / <i>Eisenia andrei</i>	Analyse et essais	Non
NF EN ISO 11268-1	2015			Non
ISO 11268-2	2012	Qualité du sol - Effets des polluants vis à vis des vers de terre - Partie 2 : détermination des effets sur la reproduction de <i>Eisenia fetida</i> / <i>Eisenia andrei</i>	Analyse et essais	Non
NF EN ISO 11268-2	2015			Non
ISO 17512-1	2008	Qualité du sol — Essai d'évitement pour contrôler la qualité des sols et les effets des produits chimiques sur le comportement — Partie 1: Essai avec des vers de terre (<i>Eisenia fetida</i> et <i>Eisenia andrei</i>)	Analyse et essais	Non
ISO/TS 10832	2009	Qualité du sol — Effets des polluants vis-à-vis des champignons mycorhizogènes — Essai de germination des spores	Analyse et essais	Non

Tableau 9 : Liste des normes – écotoxicité

Aucune de ces normes concernant l'écotoxicité n'est étudiée en détail dans le cadre de cette étude (hors champ de l'étude).



6.2. Articulation des normes

3 normes de spécifications existent pour le compostage industriel, qui définissent :

- Les exigences relatives à la biodégradation d'un produit en milieu compostage industriel ;
- Les essais et analyses à mettre en œuvre, en précisant les méthodes, c'est-à-dire les normes d'analyses et essais correspondantes avec parfois des modifications ;
- Les seuils.

La Figure 8 présente le panorama des normes existantes pour le compostage industriel. Certaines normes sont issues des commissions de normalisation « emballages » et d'autre des commissions de normalisation « plastiques ».

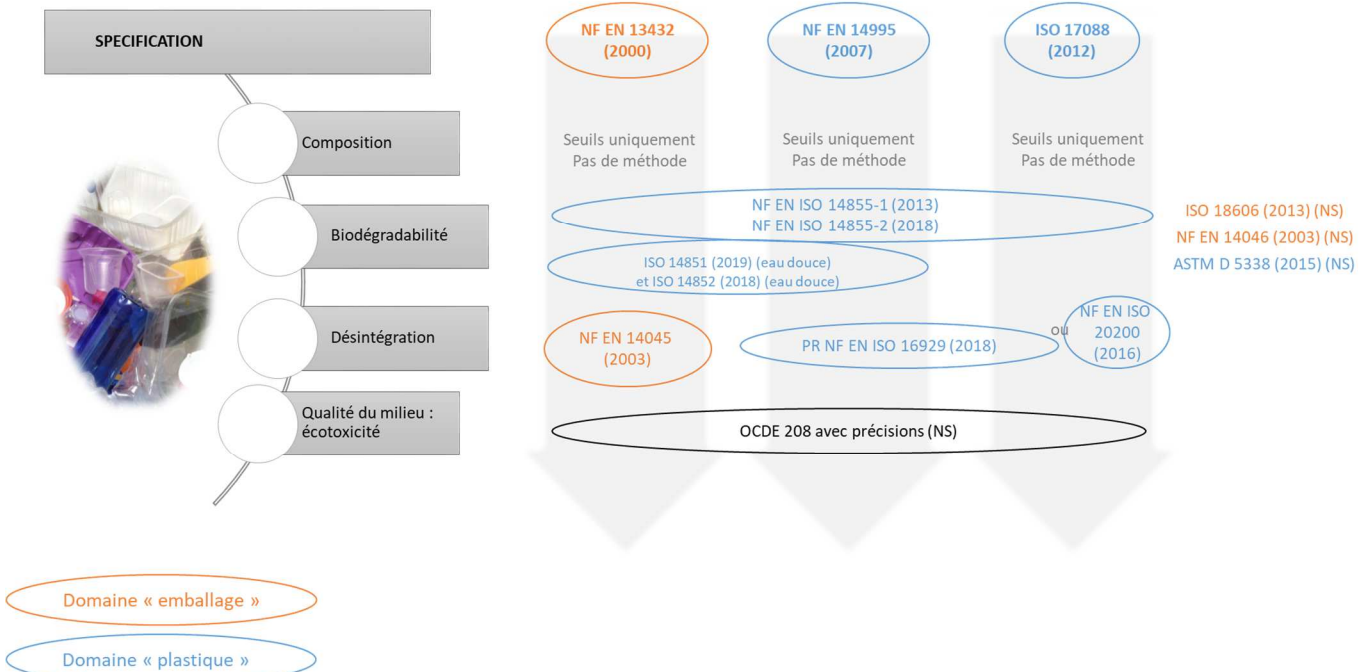


Figure 8 : Panorama des normes dans le domaine du compostage industriel (NS : Non Sélectionné pour l'analyse)

Concernant les exigences de composition, les trois normes de spécifications dressent la liste des éléments à analyser et les seuils associés sans définir de méthode ou de norme d'analyse et d'essais pour ces analyses.

La norme de spécifications NF EN 13432, la plus utilisée, est en fait prévue initialement pour les emballages. Il existe par contre deux normes de spécifications pour les plastiques qui sont relativement peu utilisées : NF EN 14995 et ISO 17088.

Ces trois normes font toutes référence aux mêmes normes d'analyse et d'essais pour les essais de biodégradabilité : NF EN ISO 14855-1 et 2. A noter que les normes NF EN 13432 et NF EN 14995 font également références aux normes NF EN ISO 14851 et 14852 qui sont relative au milieu eau douce ce qui peut porter à interrogation.

6.3. Normes de spécifications : Présentation synthétique et analyse critique

Tableau 10 : Comparaison des normes de spécifications – milieu compostage industriel

Domaine		Emballage		Plastique		
Normes		NF EN 13432 (2000)		NF EN 14995 (2007)		ISO 17088 (2012)
Objectif		Spécifie les exigences et les méthodes permettant de déterminer la possibilité de composter et de traiter en anaérobiose les emballages et les matériaux d'emballage.		Spécifie les exigences et les méthodes permettant de déterminer la compostabilité ou l'aptitude à la digestion anaérobie des matières plastiques.		Spécifie les procédures et exigences relatives à l'identification et à l'étiquetage des plastiques et des produits faits de plastiques aptes à être récupérés par compostage aérobie.
Matériel concerné		Emballage et matériaux d'emballage si séparable facilement manuellement.		Matières plastiques usagées		Plastiques et matières faites de plastiques Précision des cas pour des produits avec des charges et des catalyseurs en différentes quantités
Caractérisation	Solides volatiles	> 50 %				
	Niveaux d'acceptabilité des métaux lourds (en mg/kg MS)	Zn < 150 ; Cu < 50 ; Ni < 25 ; Cd < 0,5 ; Pb < 50 ; Hg < 0,5 ; Cr < 50 ; Mo < 1 ; Se < 0,75 ; A < 5 ; F < 100.				< 50 % des concentrations prescrites pour les boues, engrais et compost du pays de commercialisation
Biodégradabilité	Type de biodégradabilité	<u>Compostage industriel direct</u>	<u>Compostage suite à une méthanisation*</u>	<u>Compostage industriel direct</u>	<u>Compostage suite à une méthanisation (facultatif)*</u>	<u>Compostage industriel</u>
	Norme de référence pour l'essai	ISO 14855 (Si ne convient pas au matériel d'essai : ISO 14851 et ISO 14852)	ISO 14855 (Pour la biodégradabilité anaérobie, il est possible d'utiliser ISO 14853 ou ISO 11734)	ISO 14855 (Si ne convient pas au matériel d'essai : ISO 14851 et ISO 14852)	ISO 14855 (Pour la biodégradabilité anaérobie, il est possible d'utiliser ISO 14853 ou ISO 11734)	ISO 14855-1 et 14855-2
	Temps de l'expérience	Max. 6 mois	Max. 2 mois	Max. 6 mois	Max. 2 mois	Min. 45 jours Max. 6 mois
	Paramètres de validation	- Matériel d'essai ≥ 90 % de biodégradation totale en 6 mois maximum ; Ou - Matériel d'essai ≥ 90 % de biodégradation par rapport à la référence une fois un plateau atteint pour les deux ;	- % de la biodégradation fondé sur la production de biogaz ≥ 50 % de la valeur théorique applicable au matériau d'essai ;	- Matériel d'essai ≥ 90 % de biodégradation totale en 6 mois maximum ; Ou - Matériel d'essai ≥ 90 % de biodégradation par rapport à la référence une fois un plateau atteint pour les deux ;	- % de la biodégradation fondé sur la production de biogaz ≥ 50 % de la valeur théorique applicable au matériau d'essai ;	- 90 % du carbone organique converti en CO ₂ en 6 mois maximum ; Ou - 90 % (en terme absolu) du carbone organique converti en CO ₂ en 6 mois maximum ;
Désintégration	Type de désintégration	<u>Compostage direct</u>	<u>Compostage suite à une méthanisation</u>	<u>Compostage direct</u>	<u>Compostage suite à une méthanisation (facultatif)</u>	<u>Compostage</u>
	Norme de référence pour l'essai	WI 261 074** (ou essai dans une installation à taille réelle de traitement des déchets)		ISO 16929 (ou essai dans une installation à taille réelle de traitement des déchets)		ISO 16929 ou ISO 20200

	Type de matériau d'essai	Matériau d'emballage complet		Eprouvettes du matériau		Produit complet
	Temps de l'expérience	Max. 12 semaines	Max. 5 semaines (Digestion anaérobie + stabilisation aérobie)	Max. 12 semaines	Max. 5 semaines (Digestion anaérobie + stabilisation aérobie)	Max. 12 semaines
	Paramètres de validation	- Matériel d'essai ≤ 10 % MS initiale peut faire l'objet d'un refus pour une maille > 2 mm. - Pas de contamination visuelle du compost				
Ecotoxicité	Référentiel	OCDE 208				OCDE 208 + EN 13432 annexe E
	Quantité	25 % et 50 % (m:m ou v:v) entre compost et matériel de référence				
	Types d'essai	- Essai sur 2 plantes supérieures - ≥ 200 g d'échantillon et ≥ 100 graines par plateau - Ajout d'eau à 70-100 % de la capacité de rétention utile du sol				
	Nombre d'essai	3 essais par mélange				
	Paramètres de validation	Taux de germination et biomasse végétative des composts échantillons > 90 % des témoins				

* Les normes NF EN 13432 et NF EN 14995 prévoient la possibilité de test en compostage après une étape de méthanisation.

** La norme WI 261 074, « Évaluation de la désintégration des matériaux d'emballage lors d'essais à usage pratique dans des conditions de compostage définies », a été abandonnée et n'est plus référencée sur le site de l'organisation internationale de normalisation. Par son titre, elle semble se rapprocher de la norme NF EN ISO 14045 mais n'étant plus disponible, elle n'a pas pu être consultée.

- ⇒ Les trois normes se ressemblent beaucoup, elles font appel aux mêmes normes d'essai pour la biodégradabilité et pour la phytotoxicité et ont les mêmes niveaux d'exigences et de durée pour la validité des essais.
- ⇒ Malgré le fait qu'elles ne traitent pas du même domaine (emballage vs matériaux plastiques usagés), les exigences d'acceptabilité des essais et les durées maximales pour la biodégradabilité et la désintégration sont les mêmes pour les normes NF EN 13432 et NF EN 14995. Elles prennent toutes les deux en compte un procédé de compostage seul et un compostage advenant suite à un processus de méthanisation.
- ⇒ La principale différence entre les deux normes, NF EN 13432 et NF EN 14995, porte sur l'essai de **désintégration**. Les normes d'analyses et d'essais spécifiées ne sont pas les mêmes, la NF EN 14045 pour la première et la NF EN 16929 pour la deuxième. Ces normes d'essai seront expliquées en détail dans le paragraphe suivant. La **forme du matériau testée** n'est pas la même non plus, la norme NF EN 13432 exige un test sur le matériau d'emballage complet alors que la norme NF EN 14995 autorise la mesure de la désintégration sur le produit en format éprouvette³⁵. La norme ISO 17088 spécifie elle, deux normes d'analyse et d'essai possibles pour les tests de désintégration, la différence entre ces deux normes sera explicitée dans le paragraphe suivant : NF EN ISO 16929 ou NF EN ISO 20200.

⇒ **Caractérisation du matériau d'essai :**

La norme ISO 17088 est plus récente (en date de 2012), elle est plus précise que les deux autres normes sur la **caractérisation du matériau d'essai**. L'un des points forts de cette norme est d'encadrer précisément les essais nécessaires dans le cas où un matériau peut être fabriqué avec plusieurs charges et/ou plusieurs quantités de catalyseurs différentes. En effet, elle précise qu'il n'est pas nécessaire de tester toutes les variantes mais seulement les extrêmes (la plus basse et la plus haute). D'un point de vue économique et pratique, cette norme permet de gagner un temps important puisque pour un produit ayant 5 charges différentes (par exemple 3 %, 5 %, 10 %, 15 %, 20 %), seules deux sont à tester (3 et 20 %) permettant ainsi de limiter les coûts d'analyse. De plus, cette norme appuie fortement sur le respect de la réglementation propre à chaque pays, voir région, de commercialisation en ce qui concerne le niveau d'acceptabilité pour la concentration des métaux. Dans ce sens, elle est plus précise et en même temps moins complète que les deux autres normes de spécifications. En effet, les deux autres normes fixent des seuils pour une liste de métaux définis, cette norme laisse à la législation en place le soin de durcir les concentrations autorisées (en diminuant les seuils) et d'ajouter de nouveaux métaux lourds à surveiller non pris en compte dans les autres normes (comme le cobalt par exemple). Cependant le point négatif de cette structuration est que dans les pays où la réglementation n'est pas encore définie ou que les seuils sont à titre indicatif, aucune limite n'est appliquée.

⇒ **Exigence de biodégradabilité :**

Le seuil fixé pour la validation d'un test de biodégradabilité est supérieur à 90 % de carbone organique converti.

Ce seuil est élevé, il garantit que la population microbienne a assimilé le matériau et l'a minéralisé sous forme de dioxyde de carbone. D'un point de vue purement microbiologique, le phénomène de compostage implique un changement de la matière organique présente. Dans le cas idéal, un matériau « simple » à dégrader permet la croissance de la population microbienne, c'est-à-dire les micro-organismes présents se multiplient (augmentation du nombre) mais croissent également (augmentation de la masse, surtout pour les champignons). Une part du carbone du matériau n'est donc pas forcément émise par la respiration mais peut également être intégrée dans la biomasse microbienne. A ceci s'ajoute que le phénomène de compostage est une humification de la matière, donc les molécules facilement dégradables sont aussi transformées en composés plus difficilement dégradables, souvent de molécules complexes comprenant de nombreux carbones. Le taux de biodégradation calculé à partir de l'émission du CO₂ est donc sous-estimé. A ce titre, un seuil de 100 % serait complètement aberrant. Il n'est pas possible à ce jour de quantifier précisément la part de carbone utilisée pour la croissance des populations microbiologiques.

A travers une étude récente portant sur la biodégradation du PBAT (Poly Butylène Adipate-co-Terephalate) par les micro-organismes du sol, l'équipe de M. Sander de l'ETH de Zurich (Zumstein et al., 2018)³⁶ a démontré l'assimilation et la minéralisation du carbone en CO₂ en utilisant des polymères marqués au ¹³C à différents niveaux (B, A ou T). Cette détermination a été couplée à une analyse en NanoSIMS (nanoscale secondary ion mass

³⁵ Pièce ou partie d'un échantillon, utilisée pour un essai (NF EN ISO 472 - Janvier 2002).

³⁶ Zumstein et al., 2018. Biodegradation of synthetic polymers in soils: Tracking carbon into CO₂ and microbial biomass. Sci. Adv.;4: eaas9024.

spectrometry) permettant de visualiser le carbone marqué dans les hyphes fongiques après 6 semaines d'incubation sur sol quelle que soit sa position dans la molécule. Ceci constitue une preuve indiscutable que le PBAT est bien capable d'être assimilé par la biomasse du sol. Toutefois, dans la mesure où tous les atomes de carbone de ce polymère n'ont pas été marqués, il n'est pas possible, à partir des résultats obtenus, de déterminer le pourcentage de carbone libéré sous forme de CO₂ par rapport à celui utilisé pour la croissance microbienne. La détermination de ce pourcentage se heurte à un verrou méthodologique de taille, ce qui explique l'absence de preuve scientifique disponible actuellement.

La durée maximale de l'essai de biodégradation est de 6 mois ce qui est cohérent avec ce qui est rencontré sur les plateformes de compostage industriel (phase active et maturation).

Les méthodes préconisées reposent sur la norme d'analyse et d'essai NF EN ISO 14855 « Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans des conditions contrôlées de compostage – Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré ». Cependant, les normes NF EN 13432 et NF EN 14995 indiquent que les normes NF EN ISO 14851 et ISO 14852 peuvent être utilisées. Celles-ci quantifient le niveau de biodégradation par l'analyse de la respiration des micro-organismes en présence, soit par dosage du CO₂ soit par la détermination de la demande en oxygène (techniques robustes dont la pertinence est avérée) mais dans un environnement aqueux (cf. paragraphe 9.3), ce qui pose un véritable problème de représentativité, le compost domestique étant un milieu solide et non liquide.

Ces normes ne semblent donc pas adaptées à l'évaluation de la biodégradabilité en milieu compostage. Une révision des normes NF EN 13432 et NF EN 14995 semble nécessaire en ce sens.

⇒ Exigence de **désintégration** :

La durée maximale de l'essai est fixée à 12 semaines (3 mois), c'est moitié moins que pour la biodégradation. Cette différence est logique puisque cet essai teste la désintégration sans forcément aller jusqu'à la biodégradation ultime (étapes de bioassimilation finale). L'essai de biodégradation ayant permis de prouver préalablement que la biodégradation ultime est acquise pour des morceaux de plastiques de petite taille.

Les normes imposent que le produit ne doit pas être visible à l'œil nu, cette notion est floue. En effet, un matériau peut n'être plus distinguable dû à un changement de couleur ou de forme. Le compost étant une matière vivante, la matière change et se fragmente au cours du temps rendant plus difficile la visibilité de fragments du matériau testé.

Les normes imposent surtout qu'un maximum de 10 % du matériau d'essai (en masse sèche) soit retrouvé dans le compost après tamisage à 2 mm.

Ce seuil peut être discuté sur, d'une part la quantité de matériau résiduel et d'autre part la maille du tamisage. Le seuil de quantité de matériau résiduel est cohérent avec celui imposé pour les essais de biodégradation. La maille du tamisage à 2 mm peut sembler trop élevée dans le contexte de la problématique des micro-plastiques. Cependant un tamisage plus fin est irréalisable techniquement sur les volumes envisagés dans ces essais. La maille de 2 mm semble un bon compromis, sachant que les résidus retrouvés, dans un contexte réel, poursuivraient leur dégradation dans la suite du compostage puis par la suite lors de la valorisation agronomique de ces composts (si la biodégradabilité ultime a été prouvée par détermination du dégagement de CO₂).

⇒ **L'écotoxicité et qualité des composts** :

L'écotoxicité est appréhendée uniquement par des essais de **phytotoxicité**, testée en suivant la ligne directrice OCDE 208. Les exigences des 3 normes sont identiques. Deux espèces de plantes doivent être testées, une pour chaque règne. Deux doses de composts sont exigées et la quantité de graine à semées est (très) élevée (100 graines par répétitions, 3 répétitions), la représentativité de ces essais semble bonne, une quantité de graines plus faible seraient même suffisante pour privilégier des densités de plantation plus raisonnables. Par contre, seules les phases de germination et les premiers stades de croissance sont testés.

Ce test est pertinent mais il serait intéressant de prendre en compte les autres niveaux trophiques (faune du sol, microorganismes, champignons et mêmes organismes aquatiques, de façon à prendre en compte les phénomènes de lixiviations). Des normes existent pour ces tests (notamment parmi ceux identifiés au Tableau 9) mais n'ont pas été analysés dans le cadre de cette étude.

Un autre point manquant dans le contrôle de non-toxicité concerne la détection de **perturbateurs endocriniens** à activité oestrogénique ou androgénique. Le scandale sanitaire provoqué par le Bisphénol A, plastifiant longtemps utilisé en plasturgie devrait pousser à la recherche de telles molécules. La ligne directrice OCDE TG 455

(Performance-Based Test Guideline for Stably Transfected Transactivation In Vitro Assays to Detect Estrogen Receptor Agonists and Antagonists) peut être indiquée.

6.4. Normes d'analyses et d'essais pour la biodégradabilité : Présentation synthétique et analyse critique

Tableau 11 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais relatives à l'évaluation de la biodégradabilité en milieu compost

Normes	NF EN ISO 14855-1 (2013)	NF EN ISO 14855-2 (2019)
Titre	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	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
Matériel concerné	Plastiques sans autre précision	Polymères et copolymères naturels et/ ou synthétiques et mélanges des 2 ; matériaux plastiques contenant des additifs (plastifiants ou colorants) ; polymères solubles dans l'eau
Appareillage	- Récipients de compostage de 2 L - Système de production d'air	- Récipients de compostage de 500 mL - Système de production d'air - Appareillage de biodégradation à flux d'air perdu
Mesurage	Détermination du CO ₂ (directement par IR ou CPG ou après absorption dans une solution basique sous forme de carbone inorganique dissous CID)	Détermination du CO ₂ émis directement par pesée à partir du changement de masse du piège à CO ₂ (hydroxyde de sodium sur une base de talc)
Environnement d'essai	Incubation à l' obscurité (ou sous lumière diffuse) dans une enceinte à 58 ± 2 °C pendant une période ne dépassant pas 6 mois (généralement)	
	Autre température possible maintenue constante à ± 2 °C pendant l'essai	
	Conditions d'aération du système de production d'air à ajuster et contrôler (teneur en O ₂ en sortie ≥ 6 %)	Débit d'air entre 10 et 30 cc/min
Milieu d'incubation	- Compost bien aéré âgé de 2-4 mois et tamisé à 0,5-1 cm Teneur en MS 50 % et 55 % Teneur volatils ≥ 15 % (humide) pH compris entre 7,0 et 9,0 - Utilisation possible de Vermiculite type « béton » ensemencée avec une solution contenant des nutriments organiques et non organiques, et une solution d'inoculum obtenue à partir d'un compost mature (composition donnée dans la norme) Rapport vermiculite / solution d'inoculum de 1/3 (m/v)	- Compost industriel ou « fait maison » bien aéré âgé de 2 à 4 mois, tamisé à 3 mm et mélangé à du sable marin lavé et séché à 105 °C puis ajusté à 15 % d'humidité Rapport 1/5 (compost sec/sable humide) Rapport C / N = 15 et rapport C/P = 30 à ajuster à l'aide d'engrais azotés et phosphatés Teneur en eau = 65 % (MS = 35 % à 55 %) Teneur en volatils > 30 % de la MS pH compris entre 7,0 et 9,0 - Possibilité d'utiliser de la vermiculite à la place du compost en se référant à la NF EN ISO 14855-1
	Respiration du blanc comprise entre 50 à 150 mg de CO ₂ /g de solides volatils pendant les 10 premiers jours	
Matériau de référence	Cellulose microcristalline (qualité chromatographie) d'une granulométrie ≤ 20 µm Exigence : biodégradation ≥ 70 % en fin d'essai	
Matériau à tester	Forme des matériaux d'essai : poudres, granulés, films ou fragments	
	Taille max ≤ 2 x 2 cm	Taille max = 250 µm de diamètre
Réplicas	En triplicata pour le matériau d'essai, le matériau de référence, et le blanc	
Mélange matériau d'essai	Rapport inoculum compost / matériau d'essai = 6 : 1 (MS)	
	Rapport vermiculite activée / matériau d'essai = 4 : 1 (MS)	



ou référence avec le milieu d'incubation	<ul style="list-style-type: none"> - Quantité de matériau à utiliser : au minimum 20 g de COT pour 50 g de MS par récipient - Teneur en eau = 50 % - Rapport C / N entre 10 et 40 à ajuster si nécessaire avec de l'urée 	<ul style="list-style-type: none"> - Quantité de matériau à utiliser : au minimum 4 g de COT pour 10 g de MS par récipient - Teneur en eau = 80 – 90 % de la capacité de rétention - Si nécessaire des réensemencements peuvent être faits au cours des essais
Fréquence des dosages	Régulièrement en fonction de la vitesse de biodégradation du matériau ou automatiquement selon l'appareillage	
Arrêt	Lorsque la biodégradation de l'essai atteint un plateau ou après 6 mois max	
Calculs et expression des résultats	<ul style="list-style-type: none"> - Calcul de la teneur théorique en CO₂ susceptible d'être émise par le matériau : ThCO₂ - Calcul du % de biodégradation : D_i pour chacun des relevés effectués et chaque récipient résultant de la différence entre la quantité de CO₂ libéré par le récipient d'essai et celle émise par le blanc, divisé par la quantité théorique de CO₂ susceptible d'être émise par le matériau considéré multiplié par 100 (calcul du % moyen si les écarts entre les différentes valeurs de mesure sont ≤ 20%, sinon utiliser séparément les valeurs de chaque réplica) - Compléter le tableau indiquant les valeurs de mesurage et les valeurs calculées (réf, essai, blanc) par jour de mesurage - Porter sur un graphique les quantités cumulées de CO₂ émises (réf, essais, blancs) et des taux cumulés de biodégradation (réf, essai) avec les moyennes si les écarts à la moyenne de chaque série de triplicata ≤ 20 % sinon utiliser séparément les valeurs de chaque réplica - Indiquer le taux final de biodégradation en relevant le taux moyen obtenu à la phase stationnaire ou à la fin de l'essai (6 mois) si plateau n'est pas atteint 	
	- Calcul des pertes de masses	
Validité	<ul style="list-style-type: none"> - % biodégradation du matériau de référence ≥ 70 % en 45 jours ; - Écart en % de biodégradation du matériau de référence dans les 3 récipients ≤ 20 % à la fin de l'essai ; - Production de CO₂ par l'inoculum du blanc compris entre 50 et 150 mg/g de solides volatils en 10 jours ; - Essai non valide si pH >7. 	

Les normes NF EN ISO 14855-1 (2013) et NF EN ISO 14855-2 (2019) sont deux normes d'analyses et d'essais expliquant comment mettre en œuvre un test respirométrique pour évaluer la biodégradation des plastiques en conditions contrôlées de compostage, c'est-à-dire à l'échelle laboratoire. Les conditions préconisées dans ces deux normes sont des conditions thermophiles (58 °C) destinées à simuler un compostage industriel.

Toutes les deux mesurent les quantités de CO₂ émis et en déduisent les taux de biodégradation atteints au cours du temps. Elles diffèrent par le fait que dans le premier cas le taux de biodégradation s'évalue indirectement après absorption du CO₂ sur une solution basique ensuite titrée par un acide (ou directement dans le flux d'émission par analyse infrarouge ou chromatographie gazeuse) alors que dans le second cas la mesure se fait par pesée du CO₂ émis, capté préalablement sur une base à l'état solide.

Les exigences principales sont semblables et concernent :

- La température de travail : fixée à 58 °C quoique d'autres choix soient possibles dans le cadre de la 14855-1. Sur des installations industrielles, on rencontre souvent des températures plus élevées au démarrage (pouvant atteindre les 70 °C, ce qui dépasse les plages optimales de fonctionnement microbien) puis, on observe progressivement une diminution au cours du procédé et de la maturation. Le choix de température standard à 58 °C est pragmatique et cohérent car constitue la plage de température de fonctionnement optimal pour les micro-organismes thermophiles. Cependant, cette température pourrait être plus basse dans la deuxième moitié du test pour être plus représentatif de conditions industrielles.
- La durée maximum du test : fixée à 6 mois.
- Le taux de biodégradation à atteindre pour le matériau de référence (cellulose microcristalline) : au moins 70 % après 45 jours d'incubation.

⇒ **Nature et contrôle de l'inoculum :**

Les deux normes offrent la possibilité d'utiliser soit un compost industriel, soit de la vermiculiteensemencée d'une solution bactérienne provenant d'un filtrat de compost. Par ailleurs, les sources d'inoculum préconisées sont peu

précises (compost d'installation de traitement âgé de 2 à 4 mois). La nature des déchets traités et les conditions de mise en œuvre du compostage sur l'unité peuvent engendrer des activités microbiennes très différentes pour des composts de mêmes âges. Les critères de validé de l'inoculum sont par contre de bon indicateurs : *i*) le seuil de respiration de l'inoculum seul permet de garantir une activité minimale de cet inoculum et surtout une différence significative entre la production de CO₂ de l'inoculum seul et de l'inoculum avec le matériau d'essai. C'est d'ailleurs plus ce ratio qui serait pertinent à fixer comme seuil. A noter que dans le cas d'utilisation de vermiculite, le compost à utiliser est un compost dit « mûr ». Le critère exprimé par rapport à la matière sèche volatile, pour un matériau très minéral comme la vermiculite est difficile à atteindre. On peut se demander s'il est réellement pertinent dans ce cas-là. Une autre unité serait plus appropriée. *ii*) le taux de biodégradation à atteindre pour un matériau de référence permet de vérifier que les conditions d'activité microbienne du milieu sont bien satisfaisantes et suffisantes pour permettre la dégradation d'un matériau d'essai.

L'inoculum utilisé doit avoir été passé sur un tamis "d'environ 0,5 à 1 cm" selon la norme NF EN ISO 14855-1 contre un tamis "d'environ 3 mm" pour la norme NF EN ISO 14855-2. Ces dimensions impliquent donc que l'inoculum obtenu soit homogène et provienne d'un compost végétal mature. Les différences de mailles de tamisage font écho à la dimension des appareillages (cf. paragraphe suivant).

⇒ **Dimensions de l'appareillage de mesure et quantité de matière :**

Elles sont fixées à 2 L et 500 mL, respectivement. Les quantités de milieu d'incubation et de matériau mis en œuvre sont donc différentes sans qu'il n'y ait de raison apparente. On peut s'interroger sur la représentativité du protocole pour des volumes de milieu très faibles.

En revanche, le rapport inoculum compost / matériau d'essai = 6 : 1 (MS) ou vermiculite activée / matériau d'essai = 4 : 1 (MS) restent identiques dans les deux normes.

⇒ **Format du matériau d'essai :**

La taille des échantillons de matériau à tester peut atteindre, par réduction, 20 x 20 mm pour la 14855-1 alors qu'une taille maximale de particule de 0,25 mm est recommandée dans le cadre de la 14855-2. En revanche, la forme de poudre est privilégiée dans ces deux normes, ce qui augmente les surfaces de contact entre le matériau et le compost, et favorise la biodégradabilité ce qui est adapté à la mesure de la biodégradabilité ultime (bioassimilation). Les étapes de réduction du matériau d'essai en plus petits morceaux étant testées lors de tests de désintégration, la possibilité de tester le matériau sous forme de poudre est acceptable (d'autant que la réduction au format poudre ne modifie pas la nature des molécules à dégrader, on augmente simplement la surface de contact).

De telles différences entre les deux normes peuvent induire des différences de réponses. Le choix du milieu d'incubation, compost ou vermiculite ensemencée, peut également être un élément capable d'engendrer des différences de réponses significatives. Toutefois, le contrôle de ce milieu d'incubation par une substance de référence est un point très positif qui permet de contrôler et limiter les différences de réponses liées aux inocula.



6.5. Normes d'analyses et d'essais pour la désintégration : présentation synthétique et analyse critique

Tableau 12 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais relatives à l'évaluation de la désintégration en milieu compost

Référence	NF EN 14045 (2003)	PR NF EN ISO 16929 (2018)	NF EN ISO 20200 (2016)
Titre	Évaluation de la désintégration des matériaux d'emballage lors d'essais à usage pratique dans des conditions de compostage définies	Plastiques — Détermination du degré de désintégration des matériaux plastiques dans des conditions de compostage définies lors d'un essai à échelle pilote	Plastiques — Détermination du degré de désintégration de matériaux plastiques dans des conditions de compostage simulées lors d'un essai de laboratoire
Matrice concernée	Matériaux d'emballages	Plastiques	Plastiques
Objectifs	Détermination du degré de désintégration		
	lors d'un essai de compostage à l'échelle préindustrielle dans des conditions définies.	lors d'un essai de compostage aérobie à échelle pilote dans des conditions définies	dans un environnement de compostage en laboratoire
	influence du matériau d'essai sur le processus de compostage et la qualité du compost obtenu.		-
Réacteurs	bac de compostage ou filets placés dans le bac (apport d'air, drainage, auto-échauffement)	composteur à échelle pilote ou filets placés dans le bac (apport d'air, drainage, auto-échauffement)	Récipient de type boîte fermée avec ouvertures, mis en étuve
	> 140 L	> 35 L	5 à 20 L
Matériau d'essai : forme	forme identique (par exemple forme, épaisseur) à celle de son utilisation finale.		25 × 25 mm si épaisseur < 5 mm 15 × 15 mm si épaisseur > 5 mm
	100 × 100 mm.	100 × 100 mm pour les films 50 × 50 mm pour les autres produits.	
	si production de compost en vue d'essais d'écotoxicité : ajout en plus sous la forme de poudre fine ou de granulés (diamètre recommandé < 500 µm)		-
Milieu de biodégradation	Déchets biologiques + agent structurant/de gonflement - + broyage ou tamisage < 50 mm OU Déchets synthétiques + compost à maturation + plus un agent de gonflement (par exemple copeaux ou écorce).)		déchets synthétiques + compost < 4 mois, < 5 à 10 mm
Inoculum caractéristiques et contrôles	C/N entre 20 et 30 (possibilité de correction avec de l'urée)		C/N entre 20 et 40 (possibilité de correction avec de l'urée)
	Humidité > 50 % mais < CRE ;		Humidité = 55 %
	MSV < 50 % (m/m)	MSV > 50 % (m/m)*	-
	pH > 5		-
Témoin froid (ou blanc)	OUI		NON
Répétitions	= 2 Note : si production de compost pour essais de toxicité : possibilité dans la même modalité ou une modalité d'essai supplémentaire dédiée (2 répétitions) (si risque d'agglomération avec ajout de matériau au format poudre)		≥ 3
Quantité de milieu	environ 60 kg PB de déchets biologiques homogènes et représentatif	au moins 30 kg PB de déchets biologiques homogènes et représentatif	1 kg PB de déchets synthétiques
Quantité de matériau d'essai	1 % PB sous la forme définitive du matériau d'essai + 9 % PB sous forme poudre ou granulé si production de compost pour essai phytotoxicité sur une même série d'essai. Si production de compost pour essai phytotoxicité sur une série supplémentaire dédiée : 1 % PB sous la forme définitive du matériau d'essai + 9 % PB sous forme poudre ou granulé ou 10 % PB sous format poudre pour la modalité dédiée		5 g et 20 g de matériau d'essai par réacteur, soit 0,5 à 2 % PB par rapport au milieu synthétique.
Suivi de l'essai (opérations, fréquence,...)	Retournement, oxygénation et ventilation, Humidité et pH, température, observations		Mélange, Humidité, observations
	TEMPERATURE : Seuils : - < 75 °C ; - > 60 °C pendant au moins une semaine ; - puis > 40 °C pendant quatre semaines consécutives ;	TEMPERATURE : Seuils : — jour 2 à 7 : entre 60 °C et 75 °C — jour 8 à 28 : entre 55 (± 5) °C et 65 (± 5) °C — jour 29 à 56 : entre 50 (± 5) °C et 60 (± 5) °C — jour 57 à 84 : inférieure à 45 °C	-
Durée de l'essai	12 semaines		45 à 180 jours (soit environ 6,5 semaines à 26 semaines) : - 45 et 90 jours incubation en thermophile - Prolongation jusqu'à 90 jours en mésophile

Caractérisation milieu final	-Masse PB final avant criblage pour chaque répétition -Sur un échantillon homogène de la fraction «< 10 mm» : Mesure MS, MSV, pH, teneurs en NH ₄ -N, NO _x -N, Kj-N, des acides gras volatils (AGV) et de la maturité (rottegrad), le cas échéant autres essais d'écotoxicité.		-Masse PB final avant criblage pour chaque répétition -Mesure MS, MSV, pH
Mesure	Détermination du poids sec à 105 °C (ou à 40 °C pour les matériaux d'essai à température de fusion inférieure à 105 °C) de la fraction supérieure à 2 mm comparé au poids sec initial.	Détermination du poids sec à 105 °C (ou à 40 °C pour les matériaux d'essai à température de fusion inférieure à 105 °C) de la fraction supérieure à 2 mm comparé au poids sec initial.	Détermination du poids sec à 40 °C sous vide de la fraction complète supérieure à 2 mm comparé au poids sec initial.
criblage	-Si possible, tout le contenu du réacteur, mais au moins 50 % du contenu et tout le contenu du filet. - tamis successifs de 10 mm puis 2 mm - nettoyage des particules puis séchage à 105 °C (ou à 40 °C pour les matériaux d'essai dont les températures de fusion sont inférieures à 105 °C) puis MSV.		-Tout le contenu du réacteur -Tamisage après séchage à 58 ± 2 °C sur tamis successifs de 10 mm puis 5mm puis 2 mm. -Laver les fragments puis sécher sous vide à 40 °C
Prélèvement échantillons pour analyses et phytotoxicité	à partir de la fraction < 10 mm	à partir du compost restant après extraction du matériau d'essai	-
observation visuelle	En option		-
Critères de validité	Bon déroulement du processus de compostage (profils de température, évolution du pH) et maturité (rottegrad et AGV)		Bon déroulement du processus de compostage (réduction MSV ≥ 30 %)
Coefficient de variation	-		Les degrés de désintégration pour les trois répliques ne doivent pas différer de plus de 20 %.
Production de compost pour essais écotoxicité	Oui		Non

* Ce paramètre est exactement opposé dans les deux normes. Les auteurs de cette étude forment l'hypothèse que c'est une coquille qui sera à corriger dans la version finale de la NF EN ISO 16929.

Le principe général des trois normes d'analyses et d'essai décrivant les essais de désintégration est similaire : le procédé de compostage est simulé à une échelle plus ou moins importante en mélangeant un déchet biologique avec le matériau d'essai sous sa forme finale éventuellement réduite en morceaux conséquents. A la fin de l'essai, un criblage est réalisé sur une maille de 2 mm de façon à identifier les éventuelles particules de matériaux d'essai résiduelles. Celle-ci sont pesées (masses sèches) et leur quantité est comparée par rapport à la quantité de matériau d'essai introduite initialement.

La plus grande différence réside dans l'échelle des essais et leur **représentativité** du compostage industriel. La norme **NF EN ISO 20200** est la moins représentative des trois normes.

- ⇒ La norme NF EN ISO 20200 ne revendique pas de simuler un procédé industriel mais un compostage de laboratoire : La quantité de milieu de compostage est très faible (1 kg), l'augmentation de température est donc (forcément) obtenue par incubation en étuve et non par auto-échauffement. Aucun témoin positif sur une substance de référence n'est exigé. Le seul critère permettant de vérifier que l'inoculum de compostage utilisé a permis le bon déroulement d'un procédé de compostage est l'abattement de la MSV en fin d'essai. Par ailleurs, contrairement aux autres normes, l'inoculum (milieu de compostage) est constitué de déchets synthétiques. L'éventuel effet du matériau sur le (bon) déroulement du procédé de compostage ne peut être appréhendé et cet essai ne permet pas la production de compost pour la réalisation d'essais de phytotoxicité. La durée de l'essai est également beaucoup plus longue.

Les auteurs de cette étude jugent que cette méthode n'est pas adaptée pour l'évaluation de la désintégration en compostage industriel.

Les normes NF EN 14045 et PR NF EN ISO 16929 sont, elles, assez proches.

- ⇒ Les seules différences résident principalement dans le volume de milieu de compostage : 60 kg pour la NF EN 14045 et au moins 30 kg pour la PR NF EN ISO 16929. La simulation du procédé de compostage est plutôt représentative du fait de l'exigence d'un auto-échauffement avec des critères précis de température au cours des semaines. Ce contrôle de l'auto-échauffement garantit le bon déroulement du compostage lors de l'essai et permet de s'affranchir d'un témoin positif. Les auteurs de la présente étude sont toutefois septiques sur la possibilité de maintenir un auto-échauffement à plus de 50 ± 5 °C jusqu'à 56 jours d'essai pour des quantités de matière de 30 kg (exigence



de la NF EN ISO 16929). Le profil de température préconisé par la NF EN 14045, moins exigeant, semble pertinent et représentatif du bon déroulement d'un procédé de compostage.

- ⇒ Le matériau est testé dans sa forme identique à son utilisation finale. Une réduction des gros morceaux est réalisée à 100 mm x 100 mm ou 50 x 50 mm selon la nature du matériau. Cette forme permet la réalisation de tests en conditions pilote mais reste suffisamment élevée pour être représentative de la dégradation du matériau dans sa forme initiale. En effet, l'accessibilité de la matière à dégrader, pour les micro-organismes, reste du même ordre aussi bien pour les morceaux réduits que pour le matériau initial.
- ⇒ Le compostage est simulé dans des réacteurs de compostage de type pilote de plus ou moins grande taille. Les matériaux peuvent être placés en vrac dans les composteurs ou dans des filets eux-mêmes positionnés dans ces composteurs. La solution en filet semble moins représentative (différences d'homogénéisation, de tassement, de diffusion de l'air), elle ne semble donc pas à privilégier.
- ⇒ Ces essais permettent la production de compost pour des essais d'écotoxicité.
- ⇒ Les résultats se font en comparaison d'un blanc (modalité ne contenant que le milieu inoculum) ce qui est une bonne chose et permet de vérifier l'impact du matériau d'essai sur le déroulement du compostage. Pour améliorer encore la méthode, le test d'une substance de référence comme témoin positif pourrait être envisagé, sans que ce soit indispensable cependant puisque le suivi de l'auto-échauffement permet de vérifier le bon déroulement du procédé de compostage, pour éviter la multiplication des séries d'essai et ainsi garder des méthodes réalisables d'un point de vue technique et économique.
- ⇒ **Les méthodes de ces deux normes sont jugées plutôt satisfaisantes et adaptées à une mise en place dans des conditions raisonnables.**
- ⇒ La durée de ces tests est de 3 mois et les particules de matériau d'essai sont recherchées sur une maille supérieure à 2 mm. Cette maille peut être jugée trop élevée au regard de la problématique des microplastiques. A noter que la durée est fixée à 3 mois, ce qui est plus court que les durées généralement observées en compostage industriel. Cette durée plus courte est probablement fixée pour que les essais restent techniquement et économiquement réalisables. Cette durée paraît toutefois suffisante, laissant le temps à la phase active de compostage et aux premières étapes de maturation de se dérouler. La majeure partie de la biodégradation devrait donc avoir eu lieu. Il est toutefois possible que le matériau d'essai n'ait pas tout à fait fini de se dégrader à la fin des 3 mois. Dans ce cas, le matériau (si sa biodégradation a bien été montrée par la mesure du CO₂, lors d'un test de respirométrie) aurait fini de se dégrader dans la suite du compostage ou lors de sa valorisation agronomique. La recherche de microplastiques par microscopie ou autre technologie pourrait être imaginée en complément.

6.6. Bilan milieu compostage industriel

L'analyse des normes en milieu compostage industriel a montré que :

- La biodégradation en compostage industriel est couverte par de nombreuses normes d'analyse et d'essais mais très peu de normes de spécifications. C'est le milieu le plus « riche » en quantité de textes normatifs.
- La norme de spécifications qui fait référence, bien que réservée au domaine « emballage » et non « plastique » et malgré son ancienneté (2000), est la NF EN 13432. C'est la norme de spécifications la plus utilisée, reconnue non seulement en Europe mais aussi partout ailleurs dans le monde. Elle est même parfois utilisée hors de son champ d'application pour évaluer la biodégradabilité dans d'autres milieux que le compostage, notamment en ce qui concerne les seuils, dans le cadre de certifications privées.
- 3 normes de spécifications cohabitent (NF EN 13432, NF EN 14995 et ISO 17088) et sont très similaires : les exigences en termes de nature d'essais, de durée et de seuil sont identiques. Les méthodes préconisées pour la biodégradabilité et l'écotoxicité sont les mêmes. Seules les méthodes exigées pour la désintégration sont différentes (NF EN 14045, ISO 16929 et NF EN ISO 20200), notamment par les volumes des réacteurs de compostage. A noter que la norme NF EN 14045 est une norme issue du domaine de l'emballage qui propose l'échelle (volume de réacteur) la plus importante pour la réalisation des essais de désintégration sans qu'il n'y ait de justification.
- Les méthodes proposées sont plutôt cohérentes et représentatives du compostage industriel même si des préconisations de révisions ont été formulées, notamment en ce qui concerne la caractérisation du matériau d'essai et l'évaluation de l'écotoxicité pour laquelle seule la phytotoxicité est demandée. Ce test est pertinent mais il serait intéressant de prendre en compte les autres niveaux trophiques (faune du sol, microorganismes, champignons et mêmes organismes aquatiques, de façon à prendre en compte les phénomènes de lixiviations). Des normes existent pour ces tests mais n'ont pas été analysés dans le cadre de cette étude. Enfin, il pourrait être également pertinent de réaliser l'analyse de composés à fort impact environnemental comme les perturbateurs endocriniens.

Le Tableau 13 récapitule les principales conclusions de l'analyse des normes en compostage industriel

Tableau 13 : Récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu compostage industriel

		Représentativité de l'essai	Facilité de mise en œuvre	Etude impact environnemental	Recommandations de révision	
Spécifications	NF EN 13432	✓	✓	✓ ✗	Norme ancienne : révision souhaitable pour faire une mise à jour des méthodes, notamment pour la désintégration, et pour revoir les exigences de caractérisations du matériau d'essai et d'écotoxicité. En terme d'écotoxicité, seule la phytotoxicité est prise en compte. Ce test est pertinent mais pourrait être complété par d'autres prenant en compte les différents niveaux trophiques du sol et également pas la mesure de composés à fort impact environnemental comme les perturbateurs endocriniens.	
	NF EN 14995	✓	✓	✓	En terme d'écotoxicité, seule la phytotoxicité est prise en compte. Ce test est pertinent mais pourrait être complété par d'autres prenant en compte les différents niveaux trophiques du sol et également pas la mesure de composés à fort impact environnemental comme les perturbateurs endocriniens.	
	ISO 17088	✓	✓	✓	Norme de désintégration préconisée ISO 20200 jugée non représentative et ne permettant pas la production de compost pour analyse d'écotoxicité. Point fort : plus de précision que les autres sur la caractérisation du matériau d'essai. En terme d'écotoxicité, seule la phytotoxicité est prise en compte. Ce test est pertinent mais pourrait être complété par d'autres prenant en compte les différents niveaux trophiques du sol et également pas la mesure de composés à fort impact environnemental comme les perturbateurs endocriniens.	
Analyses et Essais	biodégradation	NF EN ISO 14855-1	✓	✓	NC	Préciser les natures d'inoculum et les critères de contrôle.
		NF EN ISO 14855-2	✓	✓	NC	Préciser les natures d'inoculum et les critères de contrôle. Dimension d'appareillage plus faible que la NF EN ISO 14855-1 ce qui la rend moins représentative.
		NF EN ISO 14851	✗	✗	NC	Eliminer au profit de NF EN ISO 14855-1 et 14855-2.
		NF EN ISO 14852	✗	✓	NC	Eliminer au profit de NF EN ISO 14855-1 et 14855-2.
	désintégration	NF EN 14045	✓	✓	NC	Volume très élevé, plus représentatif mais plus contraignant à mettre en œuvre, tout en restant réaliste.
		PR NF EN ISO 16929	✓	✓	NC	Vérifier le seuil de MSV (Matière Sèche Volatile) de l'inoculum. Profil de température très exigeant.
NF EN ISO 20200		✗	✓	NC	Volume, inoculum et méthode jugés peu représentatifs. Nécessité d'un témoin positif. Pas de possibilité de produire un compost représentatif pour une analyse d'écotoxicité.	
<p>✓ : Evaluation positive. (La norme constitue une base intéressante. Les recommandations de révision ne remettent pas en cause sa pertinence.)</p> <p>✗ : Evaluation négative.</p> <p>NC : Non concerné. Note : les protocoles d'analyse et d'essais relatifs à l'évaluation de la biodégradation n'ont pas vocation à la prise en compte de l'impact environnemental.</p>						



7. Biodégradation en compostage domestique

Malgré une certaine proximité sémantique, « compostage domestique » et « compostage industriel » sont deux options distinctes pour la fin de vie des déchets et notamment des plastiques. La seconde option est une version optimisée et industrielle d'une pratique ancestrale qu'est le compostage, dont l'option « domestique » reste proche.

Le compostage domestique se différencie du compostage industriel par :

- La composition des déchets traités (principalement des déchets alimentaires dans le cadre "domestique", auquel il faut ajouter des déchets verts, des boues de stations d'épuration, des effluents d'élevage voire d'autres déchets organiques d'origine agricole ou industrielle en composteur "industriel").
- Leur volume : Le compost domestique est à l'initiative de particuliers (voire de groupements de particuliers, à l'échelle d'une résidence ou d'un quartier) et est réalisé dans des composteurs individuels ou collectifs, voire simplement en tas dans un jardin. Les plates-formes industrielles de compostage traitent des volumes de déchets journaliers comptés en tonnes, et les dimensions caractéristiques des andains sont de plusieurs mètres voire dizaines de mètres.
- Les opérations réalisées : systématiques en milieu industriel, plus aléatoire en fonction des utilisateurs en compostage domestique.
- Les conditions du milieu biologique : le niveau d'humidité et la qualité de l'oxygénation (entre autres choses) sont plus aléatoires dans le cas de composts gérés par des particuliers alors que dans les installations industrielles les conditions sont précisément ajustées. L'activité des micro-organismes présents dépendant justement de ces conditions, elle se retrouve donc moins intense dans un composteur domestique que dans un centre industriel de compostage.

Il en résulte une température de compostage plus faible dans le composteur domestique (et plus facilement sujette à des fluctuations en raison de la faible inertie du système) que dans un environnement de compostage industriel. Pour indication, une étude menée à l'Université Autonome de Barcelone révèle des températures moyennes en compost domestique de l'ordre de 40 °C pour des températures extérieures variant entre 5 et 20 °C³⁷ alors que les températures atteintes en installations industrielles peuvent dépasser 70 °C pendant plusieurs semaines sans discontinuer, représentant une source d'énergie substantielle en voie de valorisation³⁸.

Du fait de l'activité moindre des micro-organismes, le processus de biodégradation est plus lent. Ainsi un même déchet mettra plus de temps à être désintégré puis biodégradé dans un composteur domestique que dans un centre industriel.

Pour tenir compte de ces différences et coller au mieux aux deux réalités de terrain, les essais de biodégradation sont réalisés à des températures différentes (25 ± 5 °C en compostage domestique et 58 ± 2 °C en compostage industriel) et sur des durées différentes (12 mois et 6 mois, respectivement). D'autre part, la durée de la phase de désintégration est également supérieure en compostage domestique, comparée à celle des essais de désintégration pour un compostage industriel. En conséquence, un produit compostable industriellement peut être inapte au compostage domestique.

³⁷ Colón et al., 2010. Environmental assessment of home composting. Resources, Conservation and Recycling, 54.

³⁸ Smith and Aber, 2018. Energy recovery from commercial-scale composting as a novel waste management strategy, Applied Energy 211.

7.1. Revue et sélection des normes

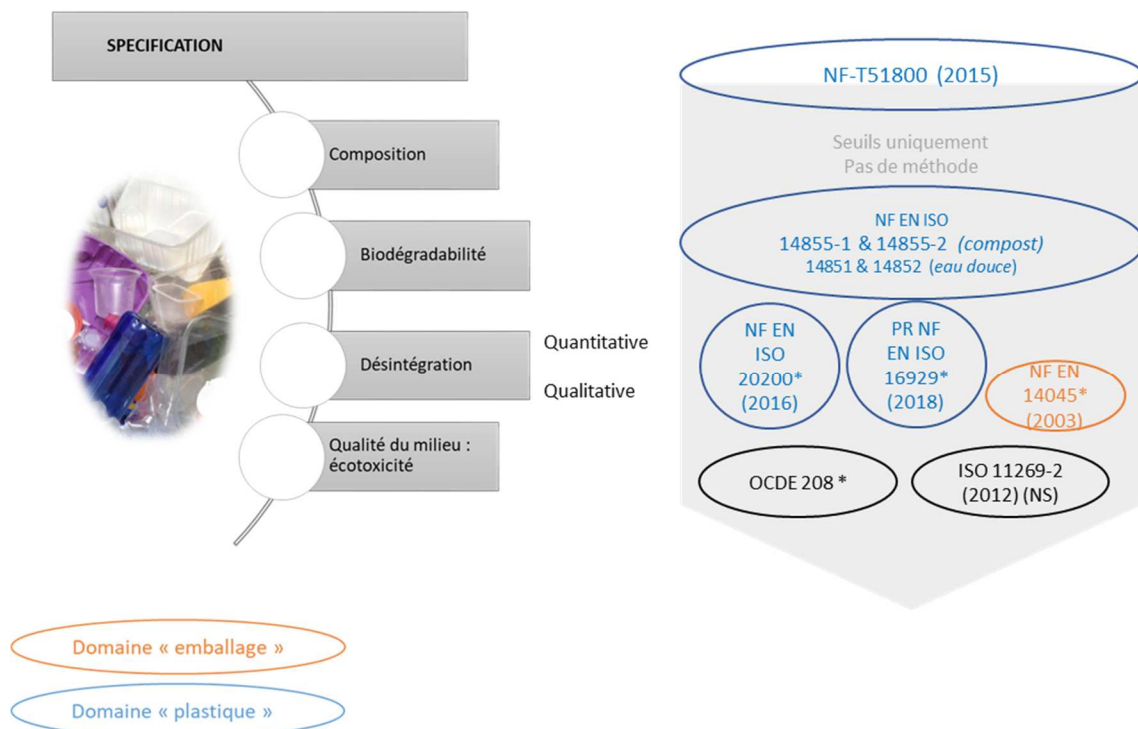
Pour l'évaluation de la biodégradabilité des matériaux plastiques en conditions de compostage domestique, il n'existe qu'une seule norme dédiée qui est une norme de spécifications ; la norme NF T51-800 (2015). Cette norme spécifie les exigences relatives aux produits en plastique aptes au compostage domestique en donnant notamment les préconisations en termes de seuils de performance et de durée d'essai. Au niveau méthodologique, la norme NF T51-800 s'appuie sur les mêmes normes d'analyse et d'essai que celles du compostage industriel avec des préconisations de modifications.

Le Tableau 14 présente l'ensemble des références identifiées pour le milieu compostage domestique.

Tableau 14 : Liste des normes – spécifiques milieu compostage domestiques

Référence	Date de parution/ révision	Titre	Type	Sélectionné
NF T51-800	2015	Plastiques - Spécifications pour les plastiques aptes au compostage domestique	Spécifications	Oui

7.2. Articulation des normes



NS : Non Sélectionné pour l'analyse *: norme appliquée avec modifications

Figure 9 : Panorama des normes domaine du compostage domestique



7.3. Présentation synthétique des normes et analyse critique

La norme de spécifications NF T51-800 spécifie les procédures et les exigences relatives aux produits en plastique aptes au compostage domestique en fixant les exigences relatives à *i)* la biodégradation, *ii)* la désintégration pendant le compostage, *iii)* les effets négatifs sur le processus biologique et *iv)* les effets négatifs sur la qualité du compost obtenu, notamment la présence de teneurs en éléments réglementés.

Il n'existe pas de norme d'analyse et d'essai dédiée pour le compostage domestique, la norme de spécifications fait référence à des normes d'analyses et d'essais issues du compostage industriel auxquels elle apporte des modifications (température et durée d'essai notamment).

Il a semblé pertinent de comparer la norme de spécifications pour le compostage domestique à la norme NF EN 13432, norme de spécifications la plus utilisée en compostage industriel. Le Tableau 15 propose une présentation synthétique et une comparaison des normes NF EN 13432 (2000) et NF T51-800 (2015).

Tableau 15 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais relatives à l'évaluation de la biodégradabilité en milieu compost

Normes		NF T51-800 (2015) (compostage domestique)	NF EN 13432 (2000) (compostage industriel)
Titre		Plastiques — Spécifications pour les plastiques aptes au compostage domestique	Emballage - Exigences relatives aux emballages valorisables par compostage et biodégradation - Programme d'essai et critères d'évaluation de l'acceptation finale des emballages
Domaine d'application		Produits en plastique. Ne concerne pas les constituants d'origine naturelle non modifiés chimiquement (bois, coton, amidon, papier, jute etc...) reconnus comme biodégradables à condition d'être caractérisés chimiquement et de satisfaire les critères de désintégration et de qualité du compost.	Emballage complet et/ou matériaux d'emballage si séparable facilement manuellement.
Caractérisation	Solides volatils	≥ 50 %	
	Éléments traces non organiques	Indications des concentrations maximales en As, Cd, Cr, Cu, F, Hg, Ni, Mo, Pb, Se, Zn	
		Indications de la concentration maximale en Co	
Substances organiques	Ne doit contenir aucun perturbateur endocrinien, aucune substance CMR et aucune substance extrêmement préoccupantes (SVHC) candidates en vue d'une autorisation		
Identification et marquage		1. Déclaration des constituants ; 2. Détermination de la teneur en carbone organique, de la teneur totale en solides secs et volatils.	
		3. épaisseur et masse surfacique ; 4. masse du produit ; 5. noms colorants, additifs ; 6. encres d'impression ; 7. spectre IR par composant ; En option : spectres DSC et ATG.	
		3. Détermination des substances dangereuses (ex : métaux lourds)	
		« Apte au compostage domestique selon la NF T51-800 ».	identifiable comme compostable ou biodégradable par l'utilisateur final "par des moyens appropriés"
Biodégradation	Normes de référence pour l'essai	Selon NF EN ISO 14855-1 ou -2 Si ne convient pas au matériel d'essai : NF EN ISO 14851 et NF EN ISO 14852 (eau douce)	
	Critères de validité du test	<ul style="list-style-type: none"> Biodégradation du témoin positif (cellulose) ≥ à 70 % en 90 jours Écart entre les % de biodégradation des différentes répétitions du matériau de réf < 20 % en fin de test Activité de l'inoculum (blanc) entre 10 et 50 mg de CO₂ /g de carbone de solides volatils en 10 jours 	
	Critères d'évaluation	Biodégradation ≥ 90 % en absolu ou en relatif par rapport à la cellulose (plateau atteint)	

	Durée du test et conditions de température	<ul style="list-style-type: none"> • Durée du test < 12 mois • Température incubation : 25 ± 5 °C (< 30 °C) • Obscurité 	<ul style="list-style-type: none"> • Durée du test < 6 mois • Température incubation : 58 ± 2 °C • Obscurité
Désintégration	Forme du matériau	<ul style="list-style-type: none"> • Test réalisé sur les produits dans leur forme d'usage ; si applicable choisir la forme la plus épaisse ou la plus dense du produit • Rapport matériau / compost : 1 % matériau d'essai (masse humide, forme finale) + 9 % matériau d'essai (masse humide, en poudre ou en granulés) 	<ul style="list-style-type: none"> • Test réalisé sur chaque emballage, matériau d'emballage ou composant d'emballage.
	Méthode	<ul style="list-style-type: none"> • Méthode quantitative (selon NF EN ISO 20200, ISO 16929 ou NF EN 14045 modifiées) • Méthode qualitative sur cadres de diapositives (10 minimum) et (sous réserve que le degré de désintégration ait été validé au préalable par la méthode quantitative (ISO 16929 ou NF EN 14045)) 	Méthode quantitative: selon WI 261 074 (proche de NF EN 14045) ou essai dans une installation à taille réelle de traitement des déchets
	Conditions	180 jours Température 25 ± 5 °C et dans l' obscurité	84 jours (12 semaines) Variations naturelles de température
	Critères d'évaluation	<p>Méthode quantitative :</p> <ul style="list-style-type: none"> ○ Moins de 10 % de la masse sèche initiale après tamisage (tamis de 2 mm) ○ Résidus de désintégration non distinguables du compost à l'œil nu (distance de 0,5 m) <p>Méthode qualitative :</p> <ul style="list-style-type: none"> ○ Surface disparue à l'intérieur des cadres ≥ 81 % (pour tous les cadres) ○ Résidus de désintégration non distinguables du compost à l'œil nu (distance de 0,5 m) <p>Si essai réalisé sur matériau complet (et non sur cadre), résultat considéré satisfaisant si à la fin de l'essai il est impossible de distinguer le matériau du compost à une distance de 0,5 m.</p>	
Ecotoxicité	Effet sur la croissance des plantes	<p>Selon OCDE 208 modifiée</p> <ul style="list-style-type: none"> • Préparation des échantillons : <ul style="list-style-type: none"> ○ 2 ratios compost/substrat de référence recommandés : 25 et 50 % (m/m ou v/v) avec compost témoin et compost obtenu après désintégration du matériau, soit 4 modalités. ○ Test sur 1 monocotylédone et 1 dicotylédone (exemples fournis), soit 2 modalités. ○ ≥ 200 g d'échantillon et ≥ 100 graines par plateau. ○ Ajout d'eau à 70-100 % de la capacité de rétention utile du sol. • Durée 14 à 21 jours max après émergence de 50 % des plantules témoins. • Critère de validation : taux de germination et biomasse végétale avec compost matériau ≥ 90 % aux valeurs atteintes avec le compost témoin. 	
	Effet sur la qualité du compost	<p>Aucun impact négatif de l'ajout du plastique testé sur la qualité du compost = pas d'effet nocifs sur la santé humaine, animale et sur l'environnement)</p> <p>Critères d'évaluation : paramètres physico-chimiques : masse volumique apparente sèche, teneur MST, solides volatils conductivité, pH, azote N et ammoniacal, P, Mg, K.</p>	

La norme de spécifications NF T51-800 de 2015 définit les procédures et exigences relatives au compostage de produits plastiques en conditions « domestiques ». Une analyse critique est proposée ci-dessous, ainsi qu'une comparaison avec la norme de spécifications en compost industriel NF EN 13432 lorsque c'est pertinent.

⇒ **Biodégradabilité :**

Les procédures retenues pour l'évaluation de la biodégradabilité en compostage domestique sont décrites dans les normes d'analyse et d'essai **NF EN ISO 14855-1 (2013)** et **NF EN ISO 14855-2 (2019)**. Comme détaillé précédemment (paragraphe 6.4), elles définissent la mise en œuvre d'essais respirométriques à l'échelle laboratoire. L'unique différence qui les caractérise consiste en la technique analytique choisie permettant de quantifier la respiration des micro-organismes. Le choix de l'une ou de l'autre de ces deux normes dépendra plus du matériel à disposition que d'une pertinence de protocole. En revanche, la méthode est « conçue pour se rapprocher des conditions de compostage aérobies caractéristiques de la fraction organique des déchets municipaux solides non triés ». De plus, le texte desdites normes propose également une variante utilisant « un lit minéral de vermiculite ensemencé par des micro-organismes thermophiles ». Ainsi, les normes d'analyse et d'essai NF EN ISO 14855-1 et -2 semblent simuler des conditions de compostage industriel par la nature des inocula choisis. Quelques commentaires semblent donc nécessaires vis-à-vis de la pertinence de ces protocoles définis pour le compost industriel et utilisés pour valider une utilisation en compostage domestique.



L'**inoculum** préconisé est un « compost bien aéré provenant d'une installation de compostage aérobie » et donc majoritairement constitué de bactéries thermophiles. Or les conditions rencontrées dans les composts domestiques sont de type mésophiles et les bactéries thermophiles ne sont donc pas placées dans des conditions favorables à leur croissance. Ainsi, leur nombre et leur diversité ne seront pas les mêmes que dans des installations industrielles. Pour pallier cette différence, des **inocula** plus représentatifs d'un composteur domestique pourraient être sélectionnés à condition que ces derniers soient disponibles de façon standardisée ce qui n'est pas le cas. Néanmoins, toutes les communautés bactériennes étant présentes dans les composts et se développant plus ou moins en fonction des conditions rencontrées, les bactéries mésophiles se développeront dans les conditions mésophiles de l'essai avec un temps de latence au démarrage.

Pour contrer cette faiblesse, des précautions sont cependant prises dans le protocole expérimental. En effet, la **température d'essai**, préconisée à 58 °C dans la double norme d'analyse et d'essai est réduite à 25 °C par la norme de spécifications dans le cadre du compostage domestique. A cette température réduite et plus représentative d'un composteur domestique³⁹, l'activité des micro-organismes sera moindre que lors des essais de compostage industriel. Dans le même sens, **la durée d'essai**, préconisée de 6 mois maximum dans la double norme d'analyse et d'essai est étendue dans la norme de spécifications à 12 mois, période plus représentative du milieu domestique simulé.

Ces différences de protocoles sont cohérentes avec les conditions spécifiques trouvées d'une part dans un composteur individuel et d'autre part dans une installation industrielle scrupuleusement régulée et où les processus de biodégradation sont optimisés.

Dans la même logique, il est intéressant de comparer ces conditions de durée et de température avec un autre milieu « voisin » du compostage domestique, mais dont l'agressivité est plus faible (cf. Figure 4). En effet, pour la biodégradation en sol, la norme de spécifications NF EN 17033 fixe une température identique de 25 °C, mais une durée deux fois plus longue, de 24 mois.

Logiquement, **les critères de validité** de l'essai de biodégradation ont également été adaptés à ce milieu moins « agressif » :

- La biodégradation de la référence doit être de 70 % en 90 jours (à comparer aux 45 jours exigés dans les normes d'analyse et d'essai de compostage industriel)
- La respiration du blanc après 10 jours d'incubation doit être comprise entre 10 et 50 mg de CO₂/g de carbone de solides volatils (à comparer à la fourchette 50–150 mg de CO₂/g exigée dans les normes d'analyse et d'essai du compost industriel). Ce point particulier indique bien que le compost domestique présente une activité plus faible, la respiration de l'inoculum seul devant être 3 à 5 fois plus faible que dans le cas d'un compost industriel.

Les commentaires précédents sur les temps d'essais pour des conditions empruntées aux normes du compost industriel ne sont valables que parce que le niveau de **biodégradation** exigé dans la norme de spécifications domestique est la même que pour les normes de spécifications industrielles. Ce seuil de 90 % n'appelle aucune critique particulière.

En comparaison avec la norme de spécifications NF EN 13432, la norme T 51-800 présente l'avantage d'exiger des critères de validité pour la biodégradabilité, critères qui sont cependant présents dans les normes d'analyse et d'essai et donc non repris par la NF EN 13432.

Dans la norme de spécifications NF T51-800, bien que « les essais en conditions de compostage aérobie contrôlé restent la méthode préférentielle », comme pour les normes relatives au compostage industriel NF EN 13432 et NF EN 14995, une alternative est offerte d'effectuer les essais de biodégradation selon la norme d'analyse et d'essai NF EN ISO 14851 ou la NF EN ISO 14852 relatives à l'eau douce, sans que soient précisées pour quelles raisons ce choix pourrait être fait. La nature liquide du milieu détaillé dans les normes NF EN ISO 14851 & 14852 pose un **véritable problème de représentativité**, le compost domestique étant un milieu solide et non liquide. Précisément il est légitime de se demander si les micro-organismes rencontrés dans ce milieu d'essai sont représentatifs des souches mésophiles rencontrées dans un compost domestique. Dans le cas de la NF EN ISO 14851, l'inoculum doit provenir de boues activées issues de station de traitement des eaux usées. Dans le cas de

³⁹ Environmental assessment of home composting, Colón et al., Resources, Conservation and Recycling, 54, 2010

la NF EN ISO 14852, l'**inoculum** peut provenir soit de boues activées, soit d'un extrait de sol ou d'un extrait de compost. C'est uniquement dans ce dernier cas que d'éventuelles déductions peuvent être faites sur le comportement d'un matériau dans un composteur domestique à partir du comportement de ce même matériau testé dans un milieu liquide. Cependant, le développement et l'activité de ces souches bactériennes en milieu liquide ne peut être comparable à un milieu solide.

Ces normes ne semblent donc pas adaptées à l'évaluation de la biodégradabilité en milieu compostage domestique. Une révision de la norme NF T51-800 semble nécessaire en ce sens.

⇒ Désintégration quantitative

La norme de spécifications NF T51-800 fait appel à différentes normes d'analyse et d'essai pour sa partie désintégration, avec quelques modifications. Ces normes ont été étudiées au paragraphe traitant du compostage industriel (paragraphe 0), les commentaires généraux sur ces normes s'appliquent dans le cadre du compostage domestique. Cependant, les principales caractéristiques de ces normes pertinentes à discuter au regard d'une application en compostage domestique, sont rapportées dans le Tableau 16.

Tableau 16 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais relatives à l'évaluation de la désintégration en compostage domestique

Normes	NF EN ISO 20200 (2016)	NF EN 14045 (2003)	ISO 16929 (2019)
Titre	Plastiques - Détermination du degré de désintégration de matériaux plastiques dans des conditions de compostage simulées lors d'un essai de laboratoire	Emballage - Évaluation de la désintégration des matériaux d'emballage lors d'essais à usage pratique dans des conditions de compostage définies	Plastiques - Détermination du degré de désintégration des matériaux plastiques dans des conditions de compostage définies lors d'un essai à échelle pilote
Volume réacteur	5 à 20 L	> 140 L	> 35 L
Dimensions échantillon d'essai	25 mm x 25 mm (si épaisseur < 5mm) 15 mm x 15 mm (si e > 5 mm)	Forme identique à celle de son utilisation finale (sinon, réduire à 10 cm x 10 cm)	10 cm x 10 cm pour films sinon 5 cm x 5 cm
Origine du milieu de dégradation	Milieu synthétique dont 10 % de compost provenant d'une installation industrielle ou municipale	Déchets biologiques homogènes et représentatifs	Déchets biologiques frais, prélevés à l'entrée d'un centre de compostage municipal ou provenant de maisons particulières ou magasin alimentation ou Déchets artificiels représentatifs (déchets frais fruits et légumes + aliments lapin + compost mature + écorces de bois + eau)
Retournement	Régulier pendant 2 premières semaines puis à 30 et 45 jours	Chaque semaine (4 fois) puis chaque 2 semaines	Chaque semaine (4 fois) puis chaque 2 semaines
Validité	Diminution de la teneur en solides volatils	Maturité du compost (par mesures de températures), pH et teneur en acide gras volatils	Maturité du compost (par mesures de températures), pH et teneur en acide gras volatils
Production de compost pour essais écotoxicité	Non	Oui	Oui

L'analyse de ces conditions expérimentales de désintégration permet de formuler quelques commentaires :

Les **volumes des réacteurs** préconisés dans la NF EN 14045 et l'ISO 16929 (2019) sont suffisamment importants pour être représentatif d'un compostage en composteurs domestiques (plusieurs centaines de litres), rapprochant ces essais normalisés des conditions réelles.

Par ailleurs, les **dimensions des matériaux d'essai** préconisées pour dans ces deux normes sont un compromis entre le comportement attendu pour un compostage domestique réel (format entier) et un aspect pratique pour l'essai. Sur ces deux points, la norme NF EN ISO 20200 se distingue défavorablement, du point de vue de la représentativité dimensionnelle.



Concernant le **milieu de dégradation**, cette dernière norme présente l'avantage d'une composition clairement définie mais l'origine des micro-organismes (10 % du milieu étant un compost provenant d'installation industrielle ou municipale) peut faire craindre une mauvaise représentativité. En effet, des bactéries thermophiles seront ainsi favorisées alors qu'en compostage domestique, les bactéries mésophiles sont prédominantes. A l'opposé, les déchets biologiques frais proposés dans la NF EN 14045 et dans l'ISO 16929 sont particulièrement intéressants pour simuler un composteur domestique mais la liberté de composition laissée à l'utilisateur peut également être perçue comme un risque et être défavorable à l'utilisation de la norme. L'alternative « déchets artificiels représentatifs » détaillée dans l'ISO 16929 pourrait être un compromis entre standardisation et représentativité, à condition que les micro-organismes apportés par la fraction de compost mature soient caractéristiques de ce qui est habituellement observé dans les composts domestiques.

Les étapes de **retournement** sont indispensables pour le processus de compostage aérobie. D'ailleurs, leurs fréquences sont précisément décrites dans les trois normes d'analyse et d'essai. En revanche, les rythmes proposés, allant d'un retournement quotidiennement à un minimum tous les quinze jours, paraissent éloignés des comportements du particulier dans la gestion de son composteur domestique.

Les **critères de validité** des normes (NF EN 14045 et ISO 16929) relatifs à la maturité du compost et notamment aux températures mesurées lors de la désintégration sont particulièrement intéressants du point de vue du compostage domestique. En effet, dans les versions non modifiées (compostage industriel) de ces normes d'analyse et d'essai les températures ne sont pas imposées mais c'est le processus naturel de compostage qui impose ses variations de température. Cette caractéristique est positive au regard de la représentativité de l'essai mais a cependant été écarté de la norme NF T51-800 dans laquelle les essais de désintégration sont à température régulée, ce qui est regrettable.

Enfin, la possibilité offerte par les normes NF EN 14045 et ISO 16929 de pouvoir mener les essais d'**écotoxicité** sur le même milieu d'essai que pour la désintégration est non négligeable et joue en faveur de ces deux essais, d'un point de vue pratique.

⇒ **Désintégration qualitative : méthode des cadres de diapositives**

Dans le cas où les matériaux à analyser **ont déjà fait l'objet d'essais de désintégration à haute température selon l'ISO 16929 ou la NF EN 14045**, une méthode qualitative est proposée dans le cadre de la norme NF T51-800. Cette alternative permet d'étendre le caractère « désintégrable » validé dans des conditions de compostage industriel à des conditions de compostage domestique, selon un protocole plus léger mais dont certains points sont cependant critiquables :

- Cette méthode se base sur l'utilisation de « cadres de diapositives standard » sur lesquels sont fixés les films à analyser. L'aspect anachronique de ce matériel expérimental prouve d'une part que cette méthode a été éprouvée de longue date, mais nécessite une mise à jour pour l'utilisateur qui ignorerait à quoi correspond un « cadres de diapositive ».
- La méthode permet d'évaluer uniquement les plastiques disponibles sous forme de film.
- La quantification de la surface restante est « visuelle » et doit être effectuée par « des moyens appropriés ». Le manque de détail sur ce point est regrettable, alors qu'il serait par exemple aisé de préciser les conditions de prise de vue et d'analyse d'image, évitant ainsi les biais de mesure.

⇒ **Caractérisation du matériau d'essai et qualité du compost obtenu**

Au niveau des exigences de **caractérisation**, deux différences sont à noter entre les deux normes de spécifications :

- sur les éléments traces non organiques : la norme NF T51-800 limite la teneur en **cobalt** en plus des éléments listés dans la norme NF EN 13432. Les connaissances en termes de toxicité et/ou l'évolution de la législation entre ces deux normes publiées à 15 ans d'intervalle peuvent expliquer cette différence. Les taux des éléments communs sont identiques.
- sur les substances organiques : dans la NF EN 13432 **aucune restriction** n'est faite au sujet de molécules pouvant avoir un effet sur la santé humaine (perturbateur endocrinien, substance CMR ou substance extrêmement préoccupantes). Là encore, l'évolution de la législation, et l'adoption de la réglementation REACH en 2006 peut expliquer cette différence.

A noter que la norme PR EN 17427 « Packaging — Requirements and test scheme for carrier bags suitable for treatment in well-managed home composting installations », en cours d'édition (phase d'enquête début 2020) traitera du contrôle des constituants. Il sera le document le plus récent traitant du sujet et préfigurera les évolutions sur le sujet. Il sera intéressant de suivre son contenu.

Du point de vue de l'évaluation de l'**écotoxicité**, les deux normes de spécifications NF T51-800 et NF EN 13432 s'appuient sur la ligne directrice OCDE 208, qui quantifie l'éventuelle toxicité du compost obtenu et mélangé à un compost témoin vis-à-vis de la croissance de plantes. Ce test est adapté aux conditions réelles, le compost obtenu chez le particulier étant destiné à retourner au sol.

Par ailleurs, les normes exigent que le compost ne présente « pas d'effet nocifs sur la santé humaine, animale ou sur l'environnement », sans pour autant faire référence à des protocoles et encore moins à des critères. Ce point est particulièrement regrettable, sachant que des tests d'écotoxicité sur les autres niveaux trophiques (faune du sol, microorganismes, champignons et mêmes organismes aquatiques, de façon à prendre en compte les phénomènes de lixiviations) existent (notamment parmi ceux identifiés au Tableau 9). L'analyse de ces textes n'a pas été réalisée dans le cadre de cette étude.

Un autre point manquant dans le contrôle de non-toxicité concerne la détection de **perturbateurs endocriniens** à activité oestrogénique ou androgénique. Le scandale sanitaire provoqué par le Bisphénol A, plastifiant longtemps utilisé en plasturgie devrait pousser à la recherche de telles molécules. La ligne directrice OCDE TG 455 (Performance-Based Test Guideline for Stably Transfected Transactivation In Vitro Assays to Detect Estrogen Receptor Agonists and Antagonists) peut être indiquée.

⇒ **Identification et marquage**

Du point de vue de l'**identification**, les deux normes indiquent une liste d'informations à fournir dans le rapport d'essai. Cette liste est plus étendue dans le cas de la NF T51-800, notamment du point de vue des additifs, colorants et encres éventuellement utilisées, et leurs spectres IR respectifs. Cette dernière information permet de garantir de manière solide la nature des composés déclarés. La différence entre les deux normes provient de l'évolution des considérations environnementales entre les deux dates de rédaction des textes. Particulièrement, la toxicité de constituants mineurs qui peut s'avérer négligeable quand ils sont présents à de faibles concentrations, peut devenir préoccupante s'ils ne se dégradent pas et finissent donc par s'accumuler dans le milieu. Cet aspect de la norme NF T51-800 est particulièrement pertinent pour une fin de vie des plastiques biodégradables en compostage, d'autant plus que les caractérisations IR exigées sont facilement accessibles.

Pour la gestion de la fin de vie des matériaux considérés, les deux normes indiquent que les produits plastiques doivent être identifiables par un **marquage**. En revanche, alors que la norme NF EN 13432 reste floue et propose le recours à « des moyens appropriés », la NF T51-800 précise que les produits qui répondent aux exigences peuvent être marqués comme suit : « Apte au compostage domestique selon la NF T51-800 ». La liberté laissée par la norme NF EN 13432 a pu conduire à la multiplication de labels et autres logos au fort impact marketing mais reposant sur des cahiers des charges parfois flous. Ce risque de confusion, intentionnel (greenwashing) ou non, est particulièrement fort dans le cas où l'utilisateur final est peu informé, notamment quand il s'agit de particuliers. Dans ce sens, le marquage indiqué dans la norme NF T51-800 semble plus pertinent mais pourrait encore gagner en lisibilité. Il ne peut cependant pas se substituer totalement à une éducation/information du grand public aux risques environnementaux desdits matériaux. A noter que l'ADEME⁴⁰ recommande que, pour les sacs à usage unique, compostables domestiquement, toute mention en lien avec le compostage du sac, telle que « *compostable en compostage domestique* » devrait être remplacée par la mention « *peut être utilisé pour le tri des biodéchets, sauf indication contraire de la collectivité* » et toute mention du terme « *biodégradable* » devrait être supprimée.

⁴⁰ Avis de l'ADEME - Impact environnemental des sacs fruits et légumes - Novembre 2019



7.4. Bilan milieu compostage domestique

La certification de biodégradabilité d'un matériau plastique en compostage domestique fait référence à une norme de spécifications (NF T51-800) qui fait appel à différentes normes d'analyse et d'essai, elles même prévues pour d'autres environnements (compostage industriel).

L'analyse des normes pour le milieu compostage domestique a montré que :

- Pour la quantification de la biodégradation ou de la désintégration, les milieux préconisés ne sont pas spécifiques d'un composteur domestique car ces types de milieu ne sont pas disponibles de façon standardisée. Dans la quasi-totalité des cas, l'utilisation (totale ou partielle) d'un compost issu d'une installation industrielle est indiquée. Même si les températures d'essai sont réduites pour mieux coller aux conditions réelles, la nature thermophile des bactéries pourra engendrer lors des essais des temps de latence dont il faut tenir compte.
- De plus, la simulation de la pratique réelle du compostage domestique pourrait être améliorée pour les essais de désintégration préconisés par la norme de spécifications NF T51-800. En effet, en plus des étapes de retournement qu'on peut imaginer peu fréquentes chez la plupart des utilisateurs, il est dommage que les essais de désintégration demandés dans la norme de spécifications soient effectués à température régulée ($\pm 25^{\circ}\text{C}$). Ceci est d'autant plus surprenant que les textes des normes de désintégration (NF EN 14045 et ISO 16929 rédigées pour le compostage industriel et utilisées par la norme NF T51-800 pour le compostage domestique avec des modifications) prévoient que le processus de biodégradation doit se dérouler naturellement, c'est-à-dire sans régulation de la température.
- Les exigences en termes de toxicité du compost final sont limitées à l'étude de la phytotoxicité comme pour le compostage industriel. Ce test est pertinent mais il serait intéressant de prendre en compte les autres niveaux trophiques (faune du sol, microorganismes, champignons et mêmes organismes aquatiques, de façon à prendre en compte les phénomènes de lixiviations). Des normes existent pour ces tests mais n'ont pas été analysés dans le cadre de cette étude. Enfin, il pourrait être également pertinent de réaliser l'analyse de composés à fort impact environnemental comme les perturbateurs endocriniens.
- Le manque de représentativité de la norme NF T51-800 par rapport aux conditions réelles de compostage domestique a bien été souligné dans une récente étude financée par l'ADEME⁴¹. Lors de ces essais, différents sacs ayant validé les critères définis dans la norme de spécifications NF T51-800 ont été mis en conditions de compostage domestique et industriel. Les résultats indiquent que le comportement de ces sacs en compostage industriel est satisfaisant mais que pour que la biodégradation dans un composteur domestique soit satisfaisante, les bonnes pratiques de compostage doivent être suivies de façon assidue. En effet, en cas de pratiques de compostage plus défavorables, le risque principal est de voir la durée de biodégradation s'allonger au-delà des douze mois testés en conditions de laboratoire, notamment en conditions hivernales avec des températures extérieures trop basses. A noter que cette étude a été réalisée en conditions semi-industrielles, c'est-à-dire que les déchets ont été introduits en une seule fois, initialement. Cette procédure peut d'une part engendrer des pics de températures initiaux susceptibles d'impacter les résultats, et d'autre part limiter les montées en température ultérieures liées aux apports normalement réguliers de déchets frais. Cela signifie qu'en conditions réelles, selon les pratiques, la durée de biodégradation du plastique peut être plus longue que celle mesurée au laboratoire. Des études complémentaires seraient intéressantes pour vérifier ces hypothèses et notamment évaluer en combien de temps (supplémentaire) ces plastiques résiduels seraient biodégradés dans l'environnement.

⁴¹ ADEME, OrgaNeo, RITMO Agroenvironnement, Microhumus, 2019/06. Compostage domestique et industriel des sacs plastiques compostables domestiquement et des sacs en papier – Synthèse. 13 pages.

Tableau 17 : Récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu compostage domestique

			Représentativité de l'essai	Facilité de mise en œuvre	Etude impact environnemental	Recommandations de révision
Spécifications		NF T51-800	X	✓	✓ X	<p>Préconiser une diminution du nombre de retournements du milieu pour se rapprocher des conditions réellement rencontrées à l'échelle domestique.</p> <p>Supprimer la possibilité d'utiliser le milieu eau douce comme alternative au milieu compost domestique car non représentatif des conditions de compostage.</p> <p>Revoir la méthode d'évaluation qualitative de la désintégration</p> <p>Améliorer la lisibilité du marquage selon les recommandations de l'ADEME.</p> <p>En terme d'écotoxicité, seule la phytotoxicité est prise en compte. Ce test est pertinent mais pourrait être complété par d'autres prenant en compte les différents niveaux trophiques du sol et également pas la mesure de composés à fort impact environnemental comme les perturbateurs endocriniens.</p>
Analyses et Essais	biodégradation	NF EN ISO 14855-1	✓	✓	NC	Préciser les natures d'inoculum et les critères de contrôle.
		NF EN ISO 14855-2	✓	✓	NC	Préciser les natures d'inoculum et les critères de contrôle Dimension d'appareillage plus faible que la NF EN ISO 14855-1 ce qui la rend moins représentative.
		NF EN ISO 14851	X	X	NC	Eliminer au profit de NF EN ISO 14855-2.
		NF EN ISO 14852	✓	✓	NC	Eliminer au profit de NF EN ISO 14855-2.
	désintégration	NF EN ISO 20200	X	X	NC	Eliminer au profit de NF EN 14045 ou ISO 16929.
		NF EN 14045	✓	✓	NC	Espacer les retournements.
		ISO 16929	✓	X	NC	Espacer les retournements.
<p>✓ : Evaluation positive. (La norme constitue une base intéressante. Les recommandations de révision ne remettent pas en cause sa pertinence.)</p> <p>X : Evaluation négative.</p> <p>NC : Non concerné. Note : les protocoles d'analyse et d'essais relatifs à l'évaluation de la biodégradation n'ont pas vocation à la prise en compte de l'impact environnemental.</p>						

8. Biodégradation dans le sol

Aucun plastique n'étant destiné à être jeté dans la nature pour s'y biodégrader, les normes de biodégradation en sol sont des normes qui s'adressent essentiellement aux plastiques agricoles (produits de paillages (films) destinés à l'agriculture et à l'horticulture) généralement enfouis volontairement dans la terre après avoir rempli leur fonction principale. Les paillages biodégradables sont des films assez minces dont l'épaisseur ne dépasse pas quelques dizaines de microns, essentiellement pour des raisons économiques (prix de revient 3 fois supérieur à celui des films en PE). D'autre part, comme ces films sont amenés à se biodégrader *in situ* après la culture, ils n'ont pas besoin d'être collectés. Ainsi, ils sont donc bien plus minces que leurs homologues en plastique conventionnel dont l'épaisseur plus élevée est supposée garantir leur extraction totale du champ après usage. Les films de paillage biodégradables ont également la capacité de se désintégrer au contact du sol qu'ils recouvrent pendant leur période



d'utilisation en champ⁴². Cette étape de désintégration du matériau est accentuée par la perte de ductilité du matériau engendrée par des réactions de photo oxydation sous l'effet des UV⁴³. Une étude conduite en champs sur le vieillissement de films de paillage en Mater-Bi® (Novamont) ayant une épaisseur comprise entre 25 et 75 microns a confirmé que cette perte d'intégrité était indépendante de l'épaisseur du film⁴⁴. En outre, le travail mécanique du sol effectué après la récolte (en préparation de la nouvelle culture à venir) vient compléter cette étape de désintégration et permet également d'enfouir le film dans le sol en le plaçant dans des conditions favorables à la poursuite de sa biodégradation en vue de sa bioassimilation.

Pour le milieu sol, il existe donc deux normes de spécifications (NF U52-001 et NF EN 17033) dont l'exécution se base, au moins partiellement, sur plusieurs autres normes d'analyse et d'essai, dont principalement les normes NF EN 17556, NF EN ISO 11268, ISO 15685 et l'OCDE 208, pour la norme NF EN 17033, tandis que la norme NF U52-001 s'appuie notamment sur les NF EN 13432, NF EN 14046, NF EN ISO 14851 et 14852.

Aucune exigence de désintégration n'est prévue dans les normes de spécifications relatives à ce milieu ce qui semble justifié. En effet, la mise en œuvre de ces films plastiques engendre de fait une désintégration *in situ* comme expliqué précédemment. D'autre part, comme le paramètre important est la surface du film en contact avec les biomasses microbiennes, cette surface ne sera pas significativement augmentée du fait d'une réduction encore plus poussée des morceaux de films, les épaisseurs des films étant déjà très faibles. Par contre, plus l'épaisseur des films sera faible, plus la cinétique de biodégradation sera impactée positivement.

8.1. Revue et sélection des normes

Le Tableau 18 présente l'ensemble des références identifiées pour le milieu sol.

Référence	Date de parution/ révision	Titre	Type	Sélectionné
ISO 17556:2019	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	Analyse et essais	Oui
PR NF EN ISO 17556	2018			Non
NF EN ISO 17556	2012			Non
ASTM D5988	2018	Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials in Soil	Analyse et essais	Non
NF U52-001	2005	Matériaux biodégradables pour l'agriculture et l'horticulture - Produits de paillage - Exigences et méthodes d'essai	Analyse et essais et Spécifications	Oui
NF EN 17033	2018	Plastiques - Films de paillage biodégradables thermoplastiques pour utilisation en agriculture et horticulture - Exigences et méthodes d'essai - Plastiques - Films de paillage biodégradables pour utilisation en agriculture et horticulture - Exigences et méthodes d'essai	Spécifications	Oui

Tableau 18 : Liste des normes – milieu sol

En milieu sol, 4 références sont identifiées pour les plastiques en général, dont 3 identiques : l'ISO 17556 a été traduite en référentiel NF EN ISO 17556 en 2012 et une nouvelle version en préparation est prévue en 2018 (PR NF EN ISO 17556), cependant une nouvelle version dans le référentiel ISO vient d'être publiée en mai 2019 (ISO 17556 : 2019), c'est donc cette version-là, plus récente, qui sera étudiée.

La norme américaine ASTM D5988 n'est pas étudiée puisqu'une référence existe en référentiel ISO et NF.

Deux références concernant les films de paillages (NF U52-001 de 2005 et NF EN 17033 de 2018) semblent intéressantes à analyser car la biodégradation des paillages, produits plastiques indissociables du milieu sol, a été fortement étudiée au niveau normatif.

⁴² Touchaleaume et al., 2016. Performance and environmental impact of biodegradable polymers as agricultural mulch films. *Chemosphere* 144, 433-439.

⁴³ Touchaleaume et al., 2018. How Performance and Fate of Biodegradable Mulch Films are Impacted by Field Ageing. *Journal of Polymers and the environment* 126 (6), 2588-2600.

⁴⁴ Gastaldi et al., 2019. Agronomic performances of biodegradable films as an alternative to polyethylene mulches in vineyards. *Acta Horticulturae ISHS* 1252.

8.2. Articulation des normes

La Figure 10 suivante représente les normes d'analyses et essais et de spécifications relatives à l'évaluation de la biodégradation aérobie des matériaux plastiques dans le sol.

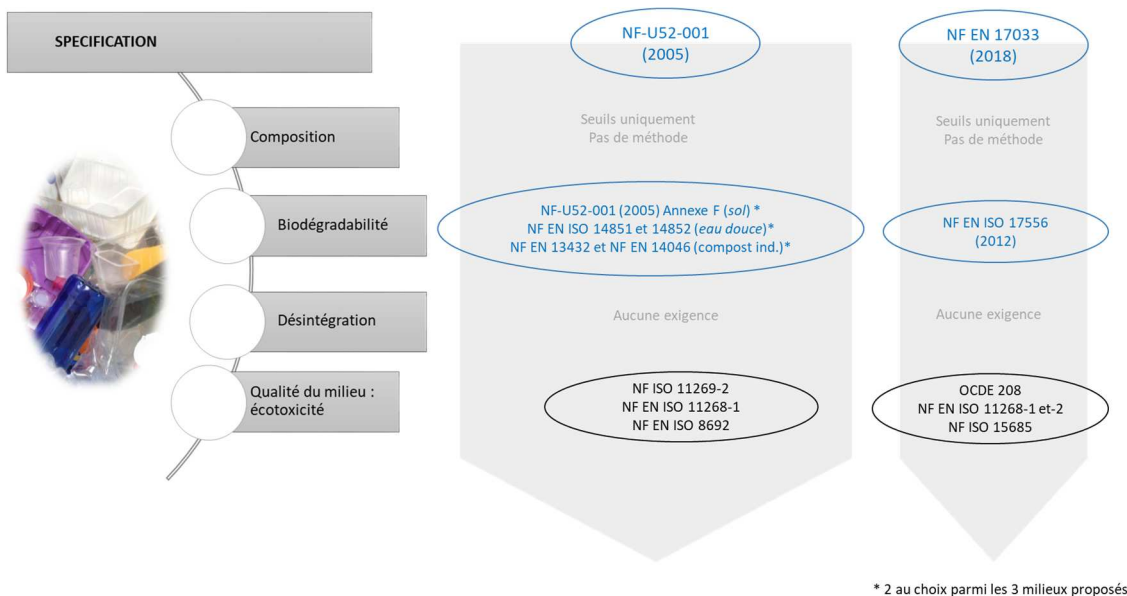


Figure 10 : Schéma illustrant l'articulation des normes utilisées pour évaluer la biodégradabilité des plastiques en sol

Les normes NF EN 17033 (2018) et NF U52-001 (2005) sont deux normes de **spécifications** qui concernent exclusivement les **produits de paillages** destinés à l'agriculture et à l'horticulture.

La norme NF EN 17033 (2018) concerne uniquement les **films thermoplastiques⁴⁵ de paillage** et en outre des aspects de constituants, de biodégradation et d'écotoxicologie, elle couvre aussi les caractéristiques des films qui définissent l'aptitude à l'usage. Ainsi, elle inclut une annexe informative qui traite de la durée de vie utile des films (§G.4), critère supplémentaire important qui permet d'attester l'aptitude du film à satisfaire ses propriétés d'usage. Cette norme s'appuie essentiellement sur la norme d'analyses et essais ISO 17556 (2019) qui spécifie le protocole opératoire à mettre en place (inoculum, température, durée de l'essai, matériels...), des recommandations sur la morphologie du produit à tester ainsi que des critères de validité de l'essai.

La norme NF U52-001 (2005) concerne **tout produit de paillage** et couvre uniquement les aspects constituants (composition), biodégradation et écotoxicologie. Elle présente également la particularité de faire appel à des tests de biodégradation menés dans **2 milieux à choisir parmi les trois** suivants: sol, compost industriel (selon NF EN 13432 ou NF EN 14046⁴⁶, et eau douce (selon NF EN ISO 14851 ou 14852). Le test de biodégradation dans le milieu sol n'est donc pas obligatoire. De plus, cette norme propose, dans son annexe F, un mode opératoire permettant l'évaluation de la biodégradation aérobie dans le sol des matériaux par dégagement du dioxyde de carbone. A ce titre, l'annexe F de cette norme peut donc s'apparenter à une norme d'analyses et d'essais.

Les deux normes ne sont donc pas comparables par leur champ d'application et les aspects traités.

Aucune exigence de désintégration n'est prévue dans les normes de spécifications relatives à ce milieu ce qui semble justifié. En effet, la mise en œuvre de ces films plastiques engendre de fait une désintégration in situ lors de leurs enfouissements (action mécanique). D'autre part, le paramètre important étant la surface du film en contact avec la biomasse microbienne, cette surface ne sera pas significativement augmentée du fait d'une réduction encore plus poussée des morceaux de films, les épaisseurs des films étant déjà très faibles. En revanche, plus l'épaisseur des films sera faible, plus la cinétique de biodégradation sera impactée positivement.

⁴⁵ ISO 472:2013 Plastiques — Vocabulaire – Définition 2.1177 : Thermoplastique : susceptible d'être, de manière répétée, ramolli par chauffage et durci par refroidissement dans un intervalle de température caractéristique du plastique considéré et, à l'état ramolli, d'être mis en forme par plasticité dans un moule, par extrusion ou formage.

⁴⁶ Norme non retenue dans le cadre de l'étude car la NF EN 14046 est dédiée aux emballages et peu utilisée. De plus, elle est techniquement identique à l'ISO 14855.



8.3. Norme de spécifications : présentation synthétique et analyse critique

Il n'existe que deux normes de spécifications permettant de tester la biodégradation d'un polymère enfoui volontairement dans un sol ; NF U52-001 et NF EN 17033. Elles concernent exclusivement les produits de paillages destinés à l'agriculture et à l'horticulture. Le Tableau 19 propose une analyse comparée de ces deux normes de spécifications.

Tableau 19 : Comparaison des normes de spécifications NF U52-001 et NF EN 17033 relatives aux matériaux biodégradables pour l'agriculture et l'horticulture

Normes	NF U52-001 (2005)	NF EN 17033 (2018)
Titre	Matériaux biodégradables pour l'agriculture et l'horticulture – Produits de paillage - Exigences et méthodes d'essai	Films de paillages thermoplastiques pour utilisation en agriculture et horticulture -Exigence et méthodes d'essai
Solides volatils	≥ 80 %	≥ 60 %
Eléments traces non organiques	Indications des concentrations maximales (mg/kg) et des flux maxima (g/ha/10 ans) en As , Cd, Cr, Cu, F , Hg, Ni, Mo , Pb, Se , Zn (Tableau 2)	Indication des concentrations maximales (mg/kg) en Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn (Tableau 1)
Substances organiques	Ne pas dépasser les indications des concentrations maximales (mg/kg) et des flux maxima (g/ha/10 ans) pour PCB et HAP Interdiction de toutes substances nocives à l'environnement, notamment carbamates, phtalates, amides aromatiques etc...selon directives européennes en la matière (Tableau 3)	La concentration en substances extrêmement préoccupantes (SVHC) ne doit pas dépasser 0,1 % en masse dans le matériau Interdiction des SVHC figurant sur la liste des substances candidates en vue d'une autorisation
Biodégradation	<p>2 tests à effectuer à choisir parmi les 3 propositions ci-dessous :</p> <p>-Test de biodégradation sur sol réel à 28 °C ± 2 °C en triplicata, une référence positive (cellulose micronisée) et une référence milieu sol en se référant à l'annexe F.</p> <p><i>Exigences :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Référence ≥ 70 % de biodégradation en 6 mois maximum • Test ≥ 60 % relativement à la cellulose au plateau ou à la fin de l'essai (≤ 1 an) <p>-Test de biodégradation à 37 °C ± 2 °C en milieu aqueux en se référant aux NF EN ISO 14851 ou 14852</p> <p><i>Exigences :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Référence ≥ 60 % de biodégradation en 45 jours maximum • Test ≥ 90 % relativement à la cellulose au plateau ou à la fin de l'essai ≤ 6 mois <p>-Test de biodégradation à 58 °C ± 2 °C sur compost en se référant à la NF EN 14046</p> <p><i>Exigences :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Référence ≥ 70 % de biodégradation en 45 jours maximum • Test ≥ 90 % relativement à la cellulose au plateau ou à la fin de l'essai ≤ 6 mois <p>Validation admise si la biodégradation de la référence et du produit ≤ 20 % de la valeur moyenne des répliqués</p>	<p>1 test à effectuer sur sol réel entre 20 °C et 28 °C (25 °C de préférence) en triplicata, avec une référence positive (cellulose micronisée, filtre en cellulose sans cendres ou PHB) et une référence milieu sol, en se référant à EN ISO 17556</p> <p><i>Exigences :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Référence ≥ 60 % au plateau ou à la fin de l'essai (2 ans maximum) • Test ≥ 90 % relativement à la référence à l'arrivée au plateau ou à la fin de l'essai (2 ans maximum) <p>Validation admise si DBO ou CO₂ libéré par les 3 blancs en fin d'essai sont ≤ 20 % de la valeur moyenne</p>

<p>Ecotoxicité</p>	<p>Tests réalisés sur un mélange matériau/sol à la dose de 100 m² de film pour 300 kg de sol sec Incubation 90 jours à une température ≤ 30 °C et une humidité constante</p> <p>-Evaluation des effets des produits sur l'émergence et la croissance des végétaux selon ISO 11269-2 Exigence : pas de différence significative par rapport au blanc</p> <p>-Evaluation des effets des produits vis-à-vis des vers de terre par détermination de la toxicité aiguë selon ISO 11268-1 Exigence : effet létal ≤ 10 % et pas d'effet inhibiteur significatif sur la masse des vers en fin d'essai</p> <p>-Evaluation de la toxicité chronique des eaux par inhibition de la croissance de l'algue d'eau douce selon NF EN ISO 8692 Exigence : pas de différence significative par rapport au blanc</p>	<p>Tests réalisés sur un mélange matériau/sol à la dose de 1 : 100 Incubation jusqu'à biodégradation de 90 % (respirométrie en parallèle)</p> <p>-Détermination des effets aigus des matériaux sur l'émergence et la croissance des plantes supérieures selon l'OCDE N°208 Exigence : valeurs ≥ 90 % de celles des témoins</p> <p>-Détermination des effets des matériaux des effets aigus et/ou sur la reproduction des vers de terre selon EN ISO 11268-1 et-2 Exigence : mortalité ≤ 10 % par rapport au témoin et/ou à 28 jours mortalité et biomasse des vers ≥ 90 % du témoin et à 56 jours le nombre de nouveaux nés ≥ 90 % du témoin.</p> <p>-Détermination de l'activité de nitrification des micro-organismes du sol (inhibition de la nitrification) selon ISO 15685 Exigence : au moins 80 % de la valeur observée avec le témoin.</p>
<p>Propriétés physiques</p>	<p>Néant</p>	<p>Exigences et tolérances reprises au tableau 3 de la norme auxquelles s'ajoutent les déterminations de :</p> <ul style="list-style-type: none"> • L'aspect des films • L'épaisseur, la largeur et la longueur • Les caractéristiques de traction, de résistance aux chocs et de transmission lumineuse • Les contrôles à la livraison, les désignations et (éventuellement) les marquages

Les normes NF U52-001 et NF EN 17033 parues respectivement en 2005 et 2018 sont des normes de spécifications relatives aux matériaux biodégradables pour l'agriculture et l'horticulture qui diffèrent à plusieurs niveaux comme listé ci-après :

1. Les **caractéristiques et la composition du matériau** qui entre dans le champ d'application de ces 2 normes :
 - i) une teneur élevée en solides volatils (≥ 80 %) comme préconisée dans la NF U52-001 limite considérablement la possibilité d'introduire des charges inorganiques dans la formulation du matériau ;
 - ii) La teneur en éléments trace est beaucoup plus contraignante dans la NF U52-001 que dans la NF EN 17033 en termes d'éléments soumis à la restriction (As, F, Mo, Se) et de flux maxima qui va avoir des répercussions directes sur la fréquence d'utilisation des plastiques agricoles (et leur épaisseur) ;
 - iii) les concentrations maximales en substances extrêmement préoccupantes (SVHC) imposées par la NF EN 17033 sont beaucoup plus restrictives que celles figurant dans la NF U52-001 en accord avec les exigences actuelles et futures de la réglementation REACH.
2. Les exigences en matière **d'identification et marquage** des films sont beaucoup plus contraignantes dans le cas de NF EN 17033 avec un niveau de détail requis bien supérieur à la NF U52-001.
3. Les exigences en matière de **biodégradation** avec des différences très marquées en termes de milieu et seuil. Alors que la norme NF EN 17033 ne demande qu'un test de biodégradation en milieu sol, la norme NF U52-001 exige que le matériau soit testé dans 2 milieux au choix parmi les 3 suivants : sol, eau douce et compost. Ce choix laissé à l'appréciation du demandeur introduit un doute sur l'aptitude à la biodégradation du matériau en sol si les 2 milieux sélectionnés sont le compost et l'eau douce. Une autre source de biais en défaveur de la NF U52-001 peut être introduite par le fait que le test de biodégradation en eau douce est prévu à 37 °C au lieu de la plage 20-25 °C préconisée dans les deux normes d'analyses et d'essais relatives à l'eau douce NF EN ISO 14851 et 14852. On notera également une différence entre les températures d'incubation en sol de ces 2 normes : 25 °C recommandée pour la NF EN 17033 contre 28 °C exigée pour la NF U52-001.

Une autre différence importante entre les 2 normes se situe au niveau de l'exigence de biodégradation du matériau d'essai fixée à 90 % en 2 ans dans la NF EN 17033 contre 60 % en 1 an pour la NF U52-001 ce qui



pourrait sembler moins sévère. Toutefois, cette différence est contre balancée par l'exigence de biodégradation du matériau de référence de la NF U52-001 qui est fixée à 70 % en 6 mois alors que la valeur de la NF EN 17033 n'est que de 60 % en 2 ans. Cette dernière paraît très basse et ce d'autant plus que la performance de biodégradation de 90 % demandée pour le matériau d'essai est exprimée par rapport à celle du matériau de référence. En outre, une durée de 2 ans peut sembler longue si le test doit finalement être invalidé du fait d'une insuffisance de biodégradation du matériau de référence.

Le dernier point pouvant être sujet à discussion concerne la façon dont est stipulé l'un des critères de validation des essais dans NF U52-001 : « la différence entre 2 résultats d'essai menés sur le produit ne doit pas excéder 20 % relatif ». La façon dont cette exigence est exprimée n'est pas claire et offre la possibilité à de multiples interprétations, ce qui va l'encontre de ce qui est attendu d'une norme de spécifications.

4. Les tests d'**évaluation d'écotoxicité** des 2 normes sont réalisées dans les mêmes conditions de mélange matériau/sol soit environ 1 % en masse sèche, ce qui correspond environ à 100 fois la dose annuellement appliquée sur le terrain. Cependant, dans la NF U52-001, le test est réalisé après 3 mois d'incubation alors que dans la NF EN 17033, c'est après avoir atteint 50 % de biodégradation que les tests d'écotoxicité devront être effectués. Aucune exigence en matière de degré de biodégradation n'est donc requise dans le cas de la NF U52-001. Compte tenu des remarques précédentes (voir ci-dessus), cette différence peut être significative en termes de pourcentage de biodégradation atteint, et il serait judicieux d'harmoniser les 2 méthodes au profit de la NF EN 17033.

Les tests d'écotoxicité prévus dans les 2 normes ne portent pas exactement sur les mêmes critères avec des niveaux d'exigence également différents. Les 2 normes exigent un test sur l'émergence et la croissance des végétaux ainsi qu'un test sur la toxicité aigüe sur les vers de terre avec des critères d'exigence légèrement différents quoique comparables dans les 2 cas avec la possibilité dans la NF EN 17033 d'ajouter ou de remplacer le test sur la toxicité aigüe sur vers de terre par un test sur la toxicité chronique (reproduction). Il est à noter que les tests sur vers de terre préconisés dans ces 2 normes sont basés sur *Eisenia foetida*, un vers spécifique des fumiers et composts, et non pas sur *Lumbricus terrestris* qui est un vers spécifique du sol. Il serait donc souhaitable de tenir compte de cette spécificité lors d'une prochaine révision de ces 2 normes.

Les 2 normes diffèrent cependant au niveau de l'évaluation de la toxicité chronique des eaux par inhibition de la croissance de l'algue d'eau douce pour la NF U52-001 qui est remplacée dans la NF EN 17033 par une détermination de l'activité de nitrification des micro-organismes du sol que le matériau pourrait impacter. La pertinence de ce dernier test est discutable car très fastidieux et onéreux à mettre en œuvre et donc peu applicable en test de routine.

5. Les caractéristiques en matière **de propriétés physiques et fonctionnelles** des films qui ne sont exigées que dans la norme NF EN 17033.

8.4. Normes d'analyses et d'essais : présentation synthétique et analyse critique

Les normes d'analyses et d'essais existantes ne traitent que de la biodégradabilité. Aucune ne traite de désintégration.

Le Tableau 20 propose une analyse comparée de la norme d'analyse et d'essai *NF EN ISO 17556 (2012)* et de l'annexe F de la norme de spécifications *NF U52-001 (2005)*.

Tableau 20 : Comparaison de l'annexe F de la norme de spécifications *NF U52-001* et de la norme d'analyses et d'essais *NF EN 17556* relatives à la détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans le sol

Normes	NF U52-001 (2005) Annexe F	NF EN ISO 17556 (2012)	
Titre	Évaluation de la biodégradation aérobie dans le sol des produits par dégagement du dioxyde de carbone	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	
		Mesure de l'O ₂ consommé DThO	Mesure du CO ₂ libéré ThCO ₂
Appareillage	Dessiccateurs (ou récipients) étanches à l'air de +/- 150 mm de diamètre	Respiromètre fermé avec absorbeur de CO ₂ (selon annexe A)	Flacons laveurs traversés par un flux d'air exempt de CO ₂ et se chargeant en CO ₂ en passant par le flacon d'essai. Le CO ₂ est ensuite capté par une solution basique puis dosé ou directement quantifié par IR (selon annexe B)
Mesurage	Manuelle par titrimétrie	Mesure manuelle ou automatique du volume ou de dépression	Mesure manuelle ou automatique du COT dissous ou titrimétrie ou analyseur IR ou gravimétrie (ISO 14855-2)
Environnement d'essai	Obscurité à 28 °C ± 2 °C	Obscurité ou lumière diffuse entre 20 et 28 °C ± 2 °C de préférence à 25 °C ± 2 °C	
Milieu d'incubation	Sol de culture tamisé à 2 mm avec pH 7±1, C ≤ 2 %, 10 ≤ C/N ≤ 20 et humidité à 80 % de la capacité de rétention.	Sol naturel ou normalisé tamisé (< 5 mm) de préférence à 2 mm avec pH 7±1, et humidité entre 40 % et 60 % de la capacité de rétention.	
Matériau de référence	Cellulose micronisée < 20 µm	Cellulose microcristalline, filtre en cellulose sans cendre ou Poly(β-hydroxybutyrate) (PHB)	
Matériau à tester	Poudre ou film découpé ≤ 20 x 20 mm	Poudre ≤ 250 µm ou fragments ≤ 5 x 5 mm	
Témoin négatif (éventuel)	Non prévu	Polyéthylène (poudre ≤ 250 µm) ou fragments ≤ 5 mm x 5 mm)	
Réplicats	Au moins 3 pour chaque série (blanc, référence, essai)	3 pour chaque série (blanc, référence essai) + éventuellement 1 pour vérifier la dégradation abiotique et 2 pour vérifier l'inhibition	
Rapport milieu d'incubation / matériau d'essai ou de référence	Environ 500 g de sol pour 200 mg à 1 000 mg de matériau à tester (rapport massique sol/carbone matériau ≈ 500 à 5 000)	Environ 100 g à 300 g de sol pour 100 mg à 300 mg de matériau d'essai (rapport massique sol/matériau ≈ 1 000)	Environ 100 g à 300 g de sol pour 100 mg à 300 mg de matériau d'essai (rapport massique sol/matériau ≈ 1 000) avec possibilité de diminuer ce rapport à 80 en utilisant 2500 mg de matériau pour 200 g de sol
Fréquence des dosages	Régulièrement et manuellement en fonction de la vitesse de biodégradation du matériau	Régulièrement en fonction de la vitesse de biodégradation du matériau ou automatiquement selon l'appareillage	
Arrêt	plateau de biodégradation atteint ou après 1 an au maximum	plateau de biodégradation atteint ou après 6 mois prolongeable à 2 ans au maximum	



Calculs et des expression des résultats	<ul style="list-style-type: none"> - Détermination de la quantité maximum théorique de CO₂ que chaque matériau pourrait émettre : ThCO₂ - Détermination de la quantité effective de CO₂ émis par l'essai d'une part (E_{CO2}) et le blanc d'autre part (B_{CO2}) à chaque intervalle de mesure - Taux de biodégradation $D_t (\%) = [(E_{CO2} - B_{CO2}) / ThCO_2] \times 100$ - Établissement de la courbe de biodégradation pour chaque réplicat (ou d'une courbe moyenne si les résultats des réplicats sont similaires) par la somme séquentielle des Dt en fonction du temps - Détermination du niveau maximum de biodégradation du matériau = valeur moyenne de la biodégradation à la fin de l'essai (plateau ou 1 an maximum) 	<ul style="list-style-type: none"> - Détermination de la quantité maximum théorique d'O₂ que chaque matériau pourrait consommer : DThO - Détermination de la quantité effective d'O₂ consommé par l'essai d'une part (DBO_e) et le blanc d'autre part (DBO_b) à chaque intervalle de mesure. - Taux de biodégradation $D_t (\%) = [(DBO_e - DBO_b) / DThO] \times 100$ - Établissement de la courbe de biodégradation pour chaque réplicat (ou d'une courbe moyenne si les résultats des réplicats sont similaires) par la somme séquentielle des Dt en fonction du temps - Détermination du niveau maximum de biodégradation du matériau = valeur moyenne de la biodégradation à la fin de l'essai (plateau ou 2 ans maximum) 	<ul style="list-style-type: none"> - Détermination de la quantité maximum théorique de CO₂ que chaque matériau pourrait émettre : ThCO₂ - Détermination de la quantité effective de CO₂ émis par l'essai d'une part (E_{CO2}) et le blanc d'autre part (B_{CO2}) à chaque intervalle de mesure - Taux de biodégradation $D_t (\%) = [(E_{CO2} - B_{CO2}) / ThCO_2] \times 100$ - Établissement de la courbe de biodégradation pour chaque réplicat (ou d'une courbe moyenne si les résultats des réplicats sont similaires) par la somme séquentielle des Dt en fonction du temps - Détermination du niveau maximum de biodégradation du matériau = valeur moyenne de la biodégradation à la fin de l'essai (plateau ou 2 ans maximum)
Validité	<ul style="list-style-type: none"> -Biodégradation du matériau de référence ≥ 70 % en 6 mois max -Différence entre réplicats ≤ 20 % de la moyenne en fin d'essai pour chaque essai mené simultanément 	<ul style="list-style-type: none"> - Biodégradation du matériau de référence ≥ 60 % en 2 ans max -Valeurs de DBO des réplicats du blanc doivent être comprises dans les 20 % de la moyenne en fin d'essai 	<ul style="list-style-type: none"> -Biodégradation du matériau de référence ≥ 60 % en 2 ans max -Quantités de CO₂ émises par les réplicats du blanc doivent être comprises dans les 20 % de la moyenne en fin d'essai

Les deux normes d'analyse et d'essai associées/indiquées/citées dans les deux normes de spécifications comparées ci-dessus (NF U52-001 et NF EN 17033) sont l'annexe F de la norme NF U52-001 et la norme NF EN ISO 17556. Ces deux normes diffèrent sur de nombreux points comme détaillé ci-après :

- **Principe de la mesure** : l'annexe F de la norme NF U52-001 propose une évaluation uniquement basée sur la mesure du CO₂ libéré alors que la norme NF EN ISO 17556 prévoit aussi de mesurer la consommation en oxygène. La méthode d'évaluation proposée pour mesurer le CO₂ libéré est uniquement la titrimétrie pour la norme NF U52-001 alors que la NF EN ISO 17556 propose aussi des mesures automatiques des gaz.
- **Température** : la température du test est fixée à 28 °C pour la NF U52-001 alors que le degré de liberté est plus grand dans le cas de la NF EN ISO 17556 puisqu'il est possible de se placer entre 20 à 28 °C avec une préférence pour 25 °C ± 2 °C. Compte tenu de l'influence significative de la température sur la cinétique de biodégradation, cette différence peut influencer les résultats des tests et rendre leur comparaison plus délicate. Pour ce qui est des valeurs de température retenues dans les tests de biodégradation des 2 normes étudiées, on notera qu'elles sont bien supérieures à la température moyenne annuelle en France qui est de l'ordre de 14 °C⁴⁷. Cela se justifie par le fait que les tests de biodégradation sont réalisés dans des conditions standardisées qui sont donc nécessairement accélérées. En réalité, dans le sol, les températures fluctuent énormément en raison d'amplitudes journalières et saisonnières importantes. Le choix d'une température moyenne annuelle (14 °C) n'aurait aucun sens et ne refléterait pas la réalité en phase culturale active. On s'attend en effet à ce que les mécanismes de biodégradation soient les plus actifs en période de production et croissance des végétaux. Or, cette période n'a pas lieu à basse température. D'autre part, en conditions réelles les phénomènes de biodégradation seront plus lents. A l'échelle laboratoire, les tests doivent donc être accélérés pour ne pas durer des années car ils sont réalisés en milieu fermé et qu'il est inconcevable de maintenir un test en milieu fermé pendant plusieurs années. Dans une publication récente, co-signée par Bruno De Wilde, il est même préconisé de

⁴⁷ METEO FRANCE - <http://www.meteofrance.fr/climat-passe-et-futur/bilans-climatiques/bilan-2019/bilan-climatique-de-l-annee-2019>

travailler à une température encore plus élevée 37 °C au lieu de 28 °C pour accélérer les tests⁴⁸. Cela ne veut pas dire que le matériau testé à 28 °C ne se biodégradera pas à 20 ou 14 °C mais juste que ce sera plus long pour atteindre l'assimilation complète du matériau testé.

- **Caractéristiques du sol d'incubation**

- La **granulométrie** du sol recommandée dans les 2 normes est pratiquement du même ordre de grandeur et se situe autour de 2 mm, ce qui est une valeur tout à fait conforme aux valeurs recommandées.
- En revanche, la **teneur en eau** demandée dans la norme NF EN ISO 17556 est deux fois plus faible que celle demandée dans la NF U52-001, ce qui peut être défavorable au développement microbien, et par suite, ralentir la cinétique de biodégradation du matériau testé. Sur ce point également, cette différence peut influencer les résultats des tests et rendre leur comparaison plus difficile.
- Les 2 normes spécifient des recommandations identiques en termes de **pH** avec une valeur qui se situe autour de la valeur de 7 ± 1 .
- Aucune exigence n'est requise concernant le **rapport C/N du sol** dans la norme NF EN ISO 17556 alors que la norme NF U52-001 recommande une valeur de C/N comprise entre 10 et 20 ce qui est conforme aux valeurs habituellement rencontrées dans les sols.
- La **teneur en carbone organique du sol** n'est pas non plus spécifiée dans la norme NF EN ISO 17556. Il est uniquement précisé que la teneur en matière organique, conformément à l'ISO 10694 qui est une norme expliquant seulement comment faire l'analyse du carbone. Elle devrait se situer autour de 3,5 et 4,5 %, taux extrêmement fréquent dans les sols. On peut en effet trouver des taux plus faibles dans les sols sableux et plus élevés dans des sols fortement organiques (sol noirs), qui sont nettement plus rares et dans des sols asphyxiques avec une vie microbienne ralentie voir dans certains cas anaérobiques (argiles des couches profondes). Une teneur en carbone organique élevée peut également être le signe d'une accumulation du carbone organique dans le sol attribuable à une pauvreté du sol en micro-organismes. Or, tester la biodégradabilité d'un matériau dans un sol pauvre en micro-organismes n'est pas recommandée et invaliderait le test dans la mesure où le taux de biodégradation du matériau de référence n'aurait pas atteint le seuil exigé dans le temps imparti (≥ 70 % de biodégradation en 6 mois). Le test devrait alors être reconduit avec un nouveau sol, synonyme d'une perte de temps qui aurait pu être évitée si cette exigence avait été prise en considération dans la norme.
- En revanche, une autre exigence (assez inattendue) est demandée dans la norme NF EN ISO 17556 ; il s'agit du **rapport C/N**, le carbone provenant du matériau et l'azote du sol, qu'il est demandé d'ajuster à la valeur de 40 pour 1. Pour atteindre un tel ratio, il est préconisé d'augmenter la teneur en azote du sol à l'aide d'une solution aqueuse de chlorure d'ammonium, ce qui suppose que le rapport C/N initial est toujours supérieur à 40. Or, l'impact du carbone ajouté dans le sol *via* le matériau est pratiquement négligeable par rapport au carbone contenu dans le sol. Le C/N d'un sol variant habituellement entre 10 et 20, il est donc difficile d'imaginer comment il va être possible d'atteindre ce rapport. En réalité, c'est la quantité de carbone qu'il faudrait augmenter. Cette situation n'est pas envisagée et par conséquent aucun moyen d'y parvenir n'est mentionné. Cette exigence est donc incompréhensible et totalement injustifiée.
- Enfin, aucune exigence en termes de **salinité du sol** n'est exigée dans les normes alors que ce critère peut fortement impacter négativement la vie du sol en favorisant le développement des espèces halophiles par exemple aux dépens des autres. Ce type de sol ne représente pas la généralité des sols mais il n'est pas rare, notamment en bord de côtes maritimes. Il serait donc

⁴⁸ Sera et al., 2020. Accelerated biodegradation testing of slowly degradable polyesters in soil. Polymer Degradation and Stability, vol. 171.



pertinent de rajouter une exigence sur ce critère dans une norme d'analyse et d'essai visant à spécifier les caractéristiques d'un sol destiné à des tests de biodégradabilité.

- **Caractéristiques du matériau testé :**

- **Choix du matériau de référence :** l'utilisation de poly(β -hydroxybutyrate) (PHB) est proposée comme matériau de référence, en plus de la cellulose et des filtres en cellulose sans cendres dans la norme NF EN ISO 17556. Il s'agit certes d'un matériau reconnu pour être biodégradable mais qu'il n'est pas toujours facile de se procurer, en petites quantités, auprès des différents fournisseurs de matières premières, ce qui n'est pas le cas de la cellulose microcristalline. En outre, ce matériau peut contenir des additifs tels que le nitrure de bore couramment utilisé comme agent nucléant dans le cas du PHB. Il est d'ailleurs précisé dans cette norme que « 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 ». Dans la mesure où il s'agit de matériaux commerciaux formulés et dont la composition exacte est confidentielle, cette information est pratiquement impossible à obtenir dans le cas de certains polymères appartenant à la famille des polyesters bactériens.

Un dernier point important à noter concerne la vitesse de biodégradation du PHB qui est inférieure à celle de la cellulose. Cette différence peut conduire à une invalidation du test dans le cas où le taux de biodégradation du matériau de référence n'aurait pas atteint le seuil exigé dans le temps imparti (≥ 70 % de biodégradation en 6 mois).

- **Granulométrie du matériau :** aucune exigence n'est formulée en termes de granulométrie pour le matériau testé lorsqu'il est sous forme de poudre dans la norme NF U52-001 alors qu'une granulométrie avec un diamètre maximal de 250 μm est recommandée dans la norme NF EN ISO 17556.

Dans le cas où le matériau d'essai ne serait pas sous forme de poudre mais de film, il convient que la taille des morceaux ne soit pas supérieure à 5 mm \times 5 mm pour la NF EN ISO 17556 alors que la norme NF U52-001 préconise des films découpés de taille inférieure à 20 \times 20 mm, soit 4 fois plus grands. Il serait souhaitable que la taille des échantillons testés soit la même dans les 2 normes. A noter que la taille des échantillons est tout à fait conforme à celle des produits de dégradation générés par le vieillissement des films en conditions réelles. La limite supérieure pour la taille d'un micro-plastique est de 5 mm.

8.5. Cas des oxodégradables

Les plastiques oxodégradables sont des polyoléfines classiques, essentiellement des polyéthylènes, additivés de substances thermo et photo-oxydantes de formulations très variables qui agissent en permettant une accélération très rapide des phénomènes oxydatifs observés au sein de ces matériaux. La photo-oxydation de ces polyoléfines additivés se traduit par i) une diminution des masses molaires, ii) une augmentation des pics carbonyles détectés en analyse spectroscopique infrarouge, ces derniers étant normalement inexistantes dans les polyoléfines non additivées et/ou n'ayant pas subi d'oxydation préalable et iii) une fragilisation très conséquente des propriétés mécaniques conduisant à une perte de ductilité et des valeurs de résistance à la traction allant jusqu'à l'apparition d'un état poussiéreux.

La cinétique de ce procédé oxydatif dépend de la quantité d'oxygène, de la température du milieu et de la quantité de rayonnement lumineux reçu par le matériau. De ce fait, quand les films et objets ainsi élaborés sont exposés aux conditions climatiques naturelles, des phénomènes de fragmentation sont clairement observés. En revanche, les phénomènes oxydatifs et les fragmentations associées sont nettement moins avancés lorsque ces mêmes matériaux sont enfouis dans un sol.

Par ailleurs, l'oxydation des macromolécules entraîne un déplacement de la distribution des masses molaires vers les petites masses. Ainsi, certains fragments moléculaires atteignent une masse suffisamment faible (autour de 620 g/mol selon Pott et al., 1972⁴⁹) pour être bio-assimilée par la microflore (faune) du sol. Un matériau de ce type,

⁴⁹ Pott et al., 1972. The biodegradability of synthetic polymers. *Polymer*, 13:629-34.

suffisamment oxydé, peut donc subir une biodégradation partielle mais qui reste cependant limitée et trop faible pour répondre aux critères des normes de spécifications nationales et/ou internationales en vigueur à ce jour (paragraphe 8.3).

La très faible biodégradabilité des plastiques oxodégradables a été confirmée dans la plupart des études scientifiques publiées sur ces matériaux comme le souligne le rapport de la commission européenne sur l'impact des plastiques oxodégradables dans l'environnement paru en avril 2017⁵⁰. Ainsi, seule l'étude de Jakubowicz (2011)⁵¹ a pu mettre en évidence un taux de biodégradation avoisinant les 91% à 23°C dans un mélange sol/compost (50:50) et de 43% dans un compost à 58°C en 733 jours en travaillant sur des plastiques ayant subi un traitement oxydatif de 10 jours à 65°C et contenant un additif pro-dégradant à base de sel de manganèse fourni par la firme P-Life Japan Inc. Ce même auteur avait également rapporté en 2003⁵² un taux de minéralisation de 60 % en 200 jours dans un mélange de tourbe et de compost (90:10) incubé à 60 °C pour des films de PE de 30 microns additivés de stéarate de manganèse ayant préalablement été soumis à un traitement thermo-oxydant de 4 semaines à 70 °C en présence de 10 % d'oxygène.

A l'exception de ces deux études de Jakubowicz^{51,52} toutes les autres mettent en évidence un taux de biodégradation très limité avoisinant les 10-20 % malgré le fait que le matériau plastique ait préalablement été soumis à un traitement pro-oxydant d'intensité assez élevée si on le convertit en temps équivalent dans des conditions de vieillissement naturel. Nous rappellerons à cet effet que ce type de traitement photo et/ou thermo oxydant dit « traitement conditionnant » n'est pas autorisé dans le cadre des normes en vigueur (paragraphe 8.3).

A titre d'exemple, on notera les travaux de Chiellini (2003)⁵³ menés en conditions de compostage à 55°C sur un film de LDPE additionné de 2-3% d'additifs TDPA fourni par la société canadienne EPI et ayant préalablement été soumis à un traitement thermo et photo oxydant de 44 jours à 55°C (correspondant à 3 ans passés en environnement ouvert) ont conduit à un taux de biodégradation de 28 % en 420 jours.

Feuilloley⁵⁴ et ses collaborateurs ont également conduit un grand nombre de tests de biodégradation sur les films de paillage réalisé en plastique oxodégradable et n'ayant subi aucun traitement oxydatif préalable pour se rapprocher des conditions réelles, une partie du film étant enfouie dès son installation dans le champ. Les résultats obtenus montrent que dans ces conditions, aucune dégradation n'est observée quelles que soient les conditions, soit 840 jours passés en sol ou encore 50 jours en conditions de compostage. Ces résultats ont été par la suite confirmé par Briassoulis et ses collaborateurs⁵⁵ qui ont étudié le devenir de films de paillage préalablement photo-oxydés en champ pendant 15 semaines et ensuite, enfouis dans le sol ; aucun signe de dégradation n'a pu être observé après une période de plus de 8 ans.

Une autre étude de biodégradation a également été menée par Corti et al. (2010)⁵⁶ sur des films de PE-LLD additivés de pro-oxydant en utilisant un test respirométrique en présence d'une souche fongique à 23 °C sur un milieu synthétique à base d'agar et de glucose. Les résultats obtenus par ces derniers mettent en évidence un taux de biodégradation de 29 % pour le film préalablement exposé 93 jours aux rayonnements solaires et 4 % pour le film non pré-oxydé, les deux en présence de glucose. Une fois le plateau obtenu vers 50 jours, les tests ont été poursuivis 180 jours et aucun changement n'a été observé.

On citera enfin l'étude d'Abrusci et al. (2011)⁵⁷ qui porte sur des films en LDPE et LLDPE additivés de stéarates de calcium et de fer ayant été préalablement photo-oxydés. Les films ont été récupérés après utilisation en champ comme paillage, puis soumis à des tests respirométriques à 45 °C en présence de suspensions bactériennes

⁵⁰ Hann et al. 2017 The impact of the use of "oxo-degradable" plastic on the environment. Final Report for the European Commission DG Environment. Project conducted under Framework Contract No ENV.A.2/FRA/2015/0008 and 07.0201/2016/748104/ETU/ENV.B.3.

⁵¹ Jakubowicz et al., 2011 Kinetics of abiotic and biotic degradability of low-density polyethylene containing prodegradant additives and its effect on the growth of microbial communities. *Polymer Degradation and Stability*, 96 (5) 919–928

⁵² Jakubowicz, 2003. Evaluation of degradability of biodegradable polyethylene (PE). *Polymer Degradation and Stability* 80 39–43.

⁵³ Chiellini et al. 2003 Biodegradation of Thermally-oxidized, Fragmented Low-density Polyethylenes, *Polymer Degradation and Stability* 81 (2) 341–351

⁵⁴ Feuilloley et al. 2005 Degradation of Polyethylene Designed for Agricultural Purposes, *Journal of Polymers and the Environment* 13 (4) 349-355

⁵⁵ Briassoulis et al. 2014 Analysis of long-term degradation behaviour of polyethylene mulching films with pro-oxidants under real cultivation and soil burial conditions, *Environmental Science and Pollution Research*, 22 (4) 2584-2598

⁵⁶ Corti et al., 2010. Oxidation and biodegradation of polyethylene films containing pro-oxidant additives: Synergistic effects of sunlight exposure, thermal aging and fungal biodegradation. *Polymer Degradation and Stability* 95,1106-1114.

⁵⁷ Abrusci et al., 2011. Biodegradation of photo-degraded mulching films based on polyethylenes and stearates of calcium and iron as pro-oxidant additives. *International Biodeterioration & Biodegradation* 65, 451-459.



récupérées sur les films et préalablement amplifiées par PCR. Dans de telles conditions, les taux de biodégradation obtenus selon les modalités testées varient entre 2 et 10 % en 90 jours.

Certains travaux publiés sur ce sujet utilisent une seule et unique souche bactérienne. Comme dans l'accord AC T51-808, il s'agit le plus souvent de la souche tellurique *Rhodococcus rhodochrous*⁵⁸ qui a été testée pour assimiler les petits fragments issus du procédé oxydatif détaillé ci-dessus. Toutefois, la méthode préconisée dans cet accord, développé par le CNEP de Clermont Ferrand⁵⁹ n'est pas basé sur des mesures respirométriques mais sur un dosage de l'ATP.

8.5.1. Revue et sélection des normes

Pour être reconnus biodégradables dans le sol, les oxobiodégradables doivent donc respecter les prescriptions des normes en vigueur présentées précédemment (paragraphe 8.3). Or, nous venons de voir que ce n'est pas le cas puisqu'aucune norme spécifique n'encadre l'évaluation de la biodégradabilité de ce type de plastique en particulier. Seul un accord de spécifications (AC T51-808) qui n'a pas été soumis à la procédure d'homologation et ne peut être en aucun cas être assimilé à une norme française, a été spécialement mis en place pour ces produits afin de pouvoir revendiquer leur oxobiodégradabilité. Le sujet des plastiques oxobiodégradables étant fortement d'actualité, ce document est analysé dans la présente étude.

Le Tableau 21 présente l'ensemble des références identifiées pour le milieu sol concernant les oxobiodégradables.

Référence	Date de parution/ révision	Titre	Type	Sélectionné
AC T51-808	2012	Plastiques - Évaluation expérimentale de l'oxobiodégradabilité de matériaux polyoléfiniques sous forme de films - Méthodologie et exigences	Accord Eléments de spécifications	Oui
ASTM D6954	2018	Standard Guide for Exposing and Testing Plastics that Degrade in the Environment by a Combination of Oxidation and Biodegradation	Spécifications	Non

Tableau 21 : Liste des normes – milieu sol – norme spécifique à l'oxobiodégradabilité

La norme de spécifications américaine ASTM D6954 propose elle aussi une série de tests permettant d'éventuellement démontrer la biodégradabilité des polyoléfines additivées mais cette dernière n'entre pas dans le cadre de la présente étude qui a pour objectif de porter essentiellement sur les normes européennes.

8.5.2. Présentation synthétique et analyse critique de l'accord

L'accord de spécifications AC T51-808 (2012) mis en place pour spécifier les exigences des plastiques oxobiodégradables est présentée ci-dessous.

⁵⁸ Souche bactérienne Gram+ initialement isolée dans le sol par Nagasawa et al., 1988 (Archives of Microbiology 150, 89-94) et également isolée par De Wever dans la station de traitement des eaux de l'usine pharmaceutique Bayer en Belgique (De Wever et al., 1997. Appl Microbiol Biotechnol 47, 458-461).

⁵⁹ CNEP 2014 Evaluation of the oxobiodegradability of a LDPE film Ccontaining 1% DG 12.08 (R2014-222), Report for Symphony Environmental Ltd, May 2014

Tableau 22 : présentation de l'accord de spécifications AC T51-808 relatif à l'évaluation expérimentale de l'oxobiodégradabilité de matériaux polyoléfiniques sous forme de films

Accord	AC T51-808 -2012	
Titre	Accord concernant les plastiques – Évaluation expérimentale de l'oxobiodégradabilité de matériaux polyoléfiniques sous forme de films. Méthodologie et exigences	
Types de matériaux	Type I Matériaux sous forme de films thermostables ne pouvant subir que de courtes expositions à la lumière durant son usage. Oxydation photo-thermique rapide	Type II Matériaux sous forme de films pouvant subir une durée prolongée d'exposition à la lumière durant son usage. Oxydation photo-thermique retardé
	Films d'épaisseur $\leq 250 \mu\text{m}$	
Identification et marquage	Identification et la description du film ; matière, l'épaisseur, origine, référence commerciale, type et classe du film	
Appareillage	Spectromètre IRTF, appareil de traction, étuves ventilées, enceinte de photo-vieillessement accéléré, kit d'analyse ADP et ATP	
Dégradation abiotique sur éprouvettes prélevées au hasard sur le produit fini	-détermination des épaisseurs des films -spectrométrie IRTF à 1714 cm^{-1} en début, en temps intermédiaire et en fin de tests - éventuellement détermination des propriétés de traction en début et fin de test	
	-Essai 1 simulation d'un stockage à l'abri de la lumière. Thermo-oxydation d'éprouvettes neuves à $60 \text{ }^\circ\text{C}$ ou $70 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ pour des durées allant de 320 à 800 heures selon la durée (12 ou 24 mois) et la température de stockage (20 ou $30 \text{ }^\circ\text{C}$) prévues	
	-Essai 2 simulation de la phase d'utilisation. Photo-oxydation d'éprouvettes neuves en enceinte de photo-vieillessement à $60 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ et à sec durant 100 heures en climat tempérée et 150 heures en climat méditerranéen	- Essai 2 simulation de la phase d'utilisation. Photo-oxydation d'éprouvettes neuves en enceinte de photo-vieillessement à $60 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ et à sec. Selon le type de climat (tempéré ou méditerranéen), la durée d'usage (3, 6, 12 ou 18 mois) et le type d'exposition (lumière directe ou filtrée) ; les durées de tests varieront de 150 à 600 heures
Essai 3 simulation de la fin de vie. Thermo oxydation prévue sur films préalablement photo-oxydés c.à.d. ayant atteint une augmentation relative de l'absorbance à 1714 cm^{-1} d'au moins $e/100$ (e étant l'épaisseur en μm du films) puis exposition durant 300 heures à $60 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ (étuve aérée ventilée)		
Exigences Essai 1	Augmentation de l'absorbance à $1714 \text{ cm}^{-1} \leq e/1000$	
Exigences Essai 2	Augmentation de l'absorbance à $1714 \text{ cm}^{-1} \leq e/100$	Augmentation de l'absorbance à $1714 \text{ cm}^{-1} \leq e/1000$ en intermédiaire et $e/100$ en fin d'essai
Exigences Essai 3	Augmentation de l'absorbance à $1714 \text{ cm}^{-1} \leq 3 e/1000$	
Exigences concernant les tests éventuels de déformation à la rupture	-Essai 1 simulation d'un stockage à l'abris de la lumière : $R > 80$	
	-Essai 2 simulation de la phase d'utilisation : $R < 20$	-Essai 2 simulation de la phase d'utilisation : $R > 80$ en période intermédiaire et < 20 en fin d'essai
Biodégradation (évaluation de la biodégradabilité acquise)	-Utiliser uniquement des films à la concentration de $5 \text{ mg} \pm 0,25 \text{ mg/cc}$ ayant atteint une augmentation d'absorbance de $3 e/100$ fragmentés pour pouvoir passer au tamis de 1 mm -Incubation à $27 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ sur un milieu contenant la bactérie <i>Rhodococcus rhodochrous</i> ATCC@29672™ concentrée à $10^4 \text{ cellules/cm}^3$ -Déterminer les concentrations en ATP (kit commercial) à 0, 4, 8, 12, 30, 90, 120 et 180 jours sur le test et le blanc -A l'issue de l'essai mesurer l'ADP et le rapport ADP/ATP et tester la viabilité de <i>Rhodococcus</i> sur milieu gélosé à $27 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$	
Ecotoxicité	Référence à des « méthodes normalisées » non précisées	



Exigences	<p>-La concentration en ATP doit se maintenir à une valeur au moins 3 fois supérieure à la valeur observée dans les blancs entre 0 et 180 jours</p> <p>-Le rapport ADP/ATP sera ≤ 3 à 180 jours</p> <p>-Le test de viabilité doit être positif</p>
------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Représentativité des protocoles :

Compte tenu des temps de stockage et des temps d'usage simulés pendant lesquels les films sont exposés au rayonnement solaire, il semble évident que les films visés par le présent accord sont des films agricoles, et plus probablement des films de paillage, bien que cela ne soit pas clairement explicité dans le texte. Une raison de ce silence réside dans la non-représentativité du protocole détaillé par rapport aux conditions d'utilisation de tels paillages. En effet, la séquence proposée par le présent accord présente différents points de faiblesse :

Tout d'abord, **la dégradation abiotique**, dont les différentes étapes simulent les étapes de stockage (essai 1) et d'utilisation en champs avec exposition au rayonnement solaire (essai 2) :

- Les conditions (température et durée d'essai) choisies pour simuler le stockage des films à l'abri de la lumière sont indiquées sans aucune indication de pertinence quant à la représentativité de ce vieillissement accéléré. Les durées simulées sont pourtant clairement indiquées (12 ou 24 mois) et de nombreux modèles cinétiques ont été développés sur la thermo-oxydation des films en polyéthylène. Des précisions seraient bienvenues pour que le présent accord gagne en pertinence.
- Dans le protocole proposé, le devenir de la partie enterrée du plastique, qui permet son maintien au sol, n'est pas pris en compte. Cette partie non négligeable du matériau (entre 20 et 40 % de sa surface) ne subira par les étapes de thermo- et photo-oxydation, prérequis pourtant nécessaire à l'étape de "biodégradation acquise".
- La dernière phase de la dégradation abiotique (essai 3 : thermo-oxydation en étuve aérée et ventilée) pose des questions quant au phénomène simulé. Il s'agirait d'un milieu aéré mais dans l'obscurité dont on peine à identifier la nature, éventuellement un enfouissement à faible profondeur.
- Les critères alternatifs, définis en termes d'allongement à la rupture relatif posent également question. En effet, selon les exigences du présent accord, un film exposé aux conditions définies dans l'essai 2 et présentant encore 20 % de son élongation à la rupture initiale serait considéré comme ayant validé l'essai. Or, les valeurs d'élongation à la rupture initiales pour les films de paillage sont de l'ordre de 400 %. Ainsi un film ayant subi les prétraitements de photo- et thermo-oxydation et dont l'élongation à la rupture serait par exemple de 75 % serait considéré comme validant le critère de l'essai 2 et prêt pour l'enfouissement (essai 3) et l'étape de "biodégradation acquise" en présence de *Rhodococcus rhodochrous* (étape nécessitant des masses molaires inférieures à 620 g/mol selon Pott et al., 1972). Qu'un film en polyéthylène présente simultanément une masse molaire de 620 g/mol et une élongation à la rupture de 75 % est physiquement impossible, remettant en question la représentativité des critères énoncés dans le présent accord.

Pour les essais de « **biodégradabilité acquise**⁶⁰ », la méthode est remise en question sur les points suivants :

- Le milieu d'incubation du matériau pré-conditionné (ayant subi les photo- et thermo-oxydations) ne comporte qu'**une seule et unique souche bactérienne** : *Rhodococcus rhodochrous*. Aucune justification n'est fournie sur le choix unique de cette bactérie. Au-delà de ce flou existant sur le choix, il est légitime de se poser la question de la représentativité de cette souche bactérienne particulière dans l'environnement. Rien n'indique que « les films en polyoléfinés dispersés accidentellement dans l'environnement » se retrouveront en contact avec *Rhodococcus rhodochrous* et avec cette bactérie uniquement. Le test proposé ici est donc critiquable car il est réalisé en monoculture, condition très éloignée de la réalité. La preuve en est que lorsqu'on met un morceau de plastique oxodégradable (préalablement oxydé) dans un sol, il ne se biodégrade pas⁵⁴.

⁶⁰ Biodégradabilité acquise (AC T51-808, mars 2012, définition 3.1.4) : « aptitude d'un polymère non biodégradable à devenir biodégradable après une transformation chimique provoquée ou subie »

- De plus, le milieu d'incubation proposé est purement minéral et le **matériau testé représente donc la seule source de carbone organique**. Là encore se pose la question de la représentativité d'un tel milieu d'incubation, très éloigné des conditions réelles. En effet, de nombreuses études ont pu mettre en évidence des signes d'assimilation partielle de plastiques synthétiques par des souches de *Pseudomonas* isolées dans le sol et placées dans des conditions où le polymère constituait l'unique source de carbone⁶¹. Toutefois, il ne s'agit vraisemblablement que d'une sorte d'adaptation du micro-organisme pour faire face aux conditions extrêmes dans lesquelles il est placé, lui permettant alors de synthétiser des enzymes dégradantes du polymère pour survivre pendant un certain temps.
- La **méthode d'évaluation de la biodégradation** basée sur un dosage de la **concentration en ATP** qui reflète essentiellement l'activité métabolique de la bactérie présente dans le milieu en l'absence d'autre source de carbone que le matériau. En aucun cas elle ne permet de remonter au pourcentage de biodégradation. Elle indique juste qu'en absence de toute autre source de carbone et en présence d'un milieu contenant les éléments minéraux indispensables à sa croissance, cette bactérie est capable de survivre en utilisant le carbone de matériau oxodégradable comme source de carbone. La seule exigence est que la concentration en ATP du milieu d'incubation contenant le matériau soit trois fois supérieure à la concentration du blanc en 180 jours.

Selon le rapport de la commission européenne sur les plastiques oxodégradables⁵⁰, le test ATP ne peut pas être considéré comme un indicateur de biodégradabilité probant pour les 2 raisons suivantes :

- i) le test ne donne aucune indication du taux de biodégradation final du matériau car il n'est pas basé sur la conversion du carbone organique issu du matériau en carbone minéral.
- ii) le test requiert l'obtention d'un rapport ADP/ATP ≤ 3 qui n'est pas un critère suffisant pour constituer une preuve de biodégradation car très supérieur (d'un facteur 10 à 100) à ce qui est normalement mesuré dans la plupart des cellules. Un rapport de 3 ne reflète donc qu'une activité cellulaire minimale. Ceci implique que le test sera toujours validé. Pour rendre le test plus discriminant, il faudrait donc revoir la valeur maximale du rapport ADP/ATP.

Les travaux de Fontanella⁶² portant sur la biodégradation en sol à 25°C de films de LLDPE et HDPE additivés confirment l'absence de corrélation entre la mesure d'ATP et le taux de biodégradation (mesuré par respirométrie). En effet des taux de minéralisation de 12 et 5 % sont respectivement obtenus pour des rapports ADP/ATP de 0.3 et 5.8 après 352 jours d'incubation.

- Enfin, **aucun témoin positif** (comme la cellulose) n'est ici proposé et contrairement à l'ensemble des autres normes étudiées dans le présent travail, aucune mesure tangible du niveau de minéralisation du carbone organique, constituant le matériau, en carbone minéral (CO₂) n'est apportée dans l'actuel accord. Des compléments sont nécessaires pour crédibiliser l'actuel protocole et connaître l'état de biodégradation du matériau testé.

Facilité de mise en œuvre des protocoles :

Le paramètre principal utilisé lors des différentes phases de **dégradation abiotique**, l'augmentation de l'absorbance A à 1714 cm⁻¹, appelle plusieurs commentaires :

- Ce paramètre, habituellement dénommé « indice carbonyle », quantifie le degré d'oxydation des chaînes macromoléculaires de polyoléfines en différentes fonctions chimiques obtenues par réaction radicalaire en présence d'oxygène (cétones, aldéhydes, alcools, acides carboxyliques, céto-acides, esters, lactones...). L'apparition de ces différents produits d'oxydation se caractérise par une apparition de pics caractéristiques en analyse IRTF entre 1 750 cm⁻¹ et 1 650 cm⁻¹ environ. Le choix d'un seul nombre d'onde (1 714 cm⁻¹) pour quantifier l'état d'oxydation du matériau testé ne permet pas de prendre en compte l'ensemble des phénomènes mis en jeu.

⁶¹ Wilkes et Aristilde, 2017. Degradation and metabolism of synthetic plastics and associated products by *Pseudomonas sp.*: capabilities and Challenges. Journal of Applied Microbiology 123, 582-593.

⁶² Fontanella et al. 2010 Comparison of the biodegradability of various polyethylene films containing pro-oxidant additives, Polymer Degradation and Stability 95 (6) 1011–1021



- Le calcul du signal associé à ce pic situé à $1\ 714\ \text{cm}^{-1}$ est mal défini dans le présent accord ; il semblerait que ce soit la hauteur du pic et non pas sa surface qui soit prise en compte mais cette précision n'est pas clairement spécifiée. De plus, les critères « e/100 » ou « e/1000 » utilisés comme exigence pour l'évolution de cet indice carbonyle sont peu clairs et il est donc indispensable de se référer à la norme ISO 10640 pour pouvoir suivre le protocole défini dans le présent accord.
- La pertinence de l'indice carbonyle a été remise en cause quant à sa représentativité du niveau d'oxydation des polyoléfines, notamment à cause des fragments oxydés qui sont susceptibles de se détacher du matériau lors de sa manipulation et ne seraient donc non pris en compte lors de l'analyse (Rouillon et al., 2016⁶³).

Les matériaux oxodégradables sont des polyoléfines dont la fragmentation est facilitée. Dans ces conditions, évoquer la biodégradabilité des oxodégradables revient à évoquer la biodégradabilité des polyoléfines. Or aucune méthode classique de quantification de la biodégradation (respirométrie, ...) ne permet d'indiquer que les polyoléfines sont biodégradables, quel que soit le milieu considéré. Ceci étant unanimement partagé dans la communauté plasturgiste et au-delà compte tenu des problématiques environnementales actuelles, le terme de « **biodégradabilité acquise** » apparaît surprenant pour qualifier un matériau composé à plus de 99% de polyoléfines. Ce terme est d'ailleurs propre aux matériaux oxodégradables et n'est utilisé pour aucun autre type de matériau ou composite.

L'évaluation de la « biodégradabilité acquise » présentée ici implique une mesure de la concentration en ATP. Pour ce faire, un kit commercial est indiqué. Or parmi les différents composants du kit, la composition du « diluant B » n'est pas détaillée, pour cause de « confidentialité ». Cette imprécision volontaire remet en cause la pertinence du protocole et la viabilité de la mesure obtenue, qu'il est donc impossible de répéter en dehors de l'achat dudit kit commercial.

Aucune évaluation de la toxicité du matériau testé n'est envisagée, ni même de celle de ses produits de dégradation. Lors de la réalisation des différents tests décrits, seule la souche *Rhodococcus rhodochrous* aura été en contact avec le matériau, et dans des conditions extrêmement favorables car le matériau sert de substrat à la souche bactérienne en question. L'évaluation de la toxicité vis-à-vis de l'environnement est donc quasi inexistante dans le présent accord. De nombreuses méthodes normalisées existent pourtant pour l'évaluation de l'écotoxicité des matériaux plastiques et de leurs produits de dégradation, comme cela est proposé dans les autres normes de spécifications analysées dans le présent travail.

De plus, aucune exigence n'est formulée sur la composition des matériaux testés, contrairement aux autres normes de spécifications pour la biodégradation en sol des matières plastiques. Ainsi les additifs ajoutés à ces matériaux peuvent être considérés comme relativement peu (éco)toxiques (cas des stéarates de manganèse, de nickel et de fer, par exemple), alors que d'autres le sont nettement moins (cas du stéarate de cobalt par exemple) et d'autres enfin sont reconnus pour être toxiques (cas du dithiocarbamate de Fer III par exemple). Or, contrairement aux normes portant sur les polymères biodégradables, aucune exigence en termes de caractérisation des constituants n'est demandée dans le présent accord. Ceci est d'autant plus préjudiciable que dans le contexte actuel de mondialisation de l'économie, il est devenu très difficile d'accéder à la traçabilité des matières premières qui entrent dans la composition de ces matériaux oxodégradables (en particulier, lorsque ces matières premières proviennent d'Asie), le nom et la concentration en pro-oxydant étant en outre des informations que les industriels ne révèlent jamais. Par opposition aux oxodégradables, les matières premières provenant d'Asie utilisées dans la fabrication des matériaux biodégradables (produits finis) actuellement sur le marché font l'objet d'une connaissance précise des constituants et d'une traçabilité totale pour être en conformité avec les exigences des normes internationales actuellement en vigueur.

⁶³ Rouillon, et al., 2016. Is carbonyl index a quantitative probe to monitor polypropylene photodegradation ?. *Polymer degradation and stability*, 128, 200-208.

De manière plus préoccupante, aucun paramètre analytique de contrôle n'est proposé pour quantifier l'accumulation de fragments ou produits de dégradation susceptibles d'être relargués dans le sol par les matériaux « oxo-dégradables » visés par le présent accord. Ce point est d'autant plus préoccupant que la production de fragments ou micro-plastiques est fortement favorisée lors de l'utilisation de tels films en champs alors que leur minéralisation demeure questionnable, les méthodes et critères détaillés dans le présent accord ne permettant pas de démontrer la biodégradation ultime du matériau. L'arrêt du processus de biodégradation à l'étape de fragmentation, tel que favorisé par les présentes exigences, conduit à la dispersion de micro-plastiques **persistant** dans l'environnement, puisque contrairement aux plastiques biodégradables, la bioassimilation de ces plastiques s'avère très limitée avec de potentielles graves conséquences pour les écosystèmes.

Compte tenu des évolutions récentes de la législation française (article 77 de la LOI n° 2020-105 du 10 février 2020 relative à la lutte contre le gaspillage et à l'économie circulaire), il n'est pas pertinent de détailler des points de révision du présent accord au sujet de ces matériaux « oxodégradables » désormais interdits d'utilisation en France à compter du 1er janvier 2021.

En termes de comparaison inter-milieu, il n'est pas justifié de positionner le présent accord au même niveau que les autres normes de biodégradation en sol, car il s'en éloigne fortement en termes de :

- Méthode d'évaluation de la fragmentation originale basée sur des mesures IRTF voire de propriétés mécaniques.
- Méthode d'évaluation de la « biodégradabilité acquise » qui, dans le présent accord, est basée sur une mesure de concentration en ATP dans un milieu d'incubation particulier, laquelle est difficilement comparable aux méthodes respirométriques classiques.
- Seuils de biodégradation, qui sont ici non corrélés à des niveaux de minéralisation pourtant clairement établis dans les autres normes (essai quantifiable en respirométrie).

8.6. Bilan milieu sol

L'analyse critique des différentes normes relatives à l'évaluation de la biodégradabilité en sol montre que ce milieu est assez bien doté d'un point de vue normatif avec à la fois des normes de spécifications et d'analyse et d'essais.

- ⇒ Les deux normes de spécifications relatives à l'évaluation de la biodégradabilité en sol font apparaître quelques différences en termes d'exigences de composition, de dimensions maximales des échantillons testés quand il s'agit de films, de valeurs de seuil et d'écotoxicité qui ne portent pas exactement sur les mêmes critères : la NF U52-001 préconise des essais de phytotoxicité, toxicité aiguë sur vers de terre et des essais sur algues d'eau douce alors que la NF EN 17033 préconise des essais de phytotoxicité, des essais de toxicité aiguë et sur la reproduction des vers de terre et des essais de nitrification potentielle et inhibition de la nitrification. Toutefois, les quelques différences relevées se compensent, faisant finalement ressortir assez peu de faiblesses et beaucoup d'atouts pour ces 2 normes.
- ⇒ Les normes d'analyse et d'essais associées à ces normes de spécifications sont jugées plutôt satisfaisantes et adaptées à une mise en place dans des conditions raisonnables.
- ⇒ L'accord sur les plastiques oxodégradables AC T51-808, qui s'appuie sur un concept de biodégradation acquise, est en revanche jugé non adapté à l'évaluation de la biodégradabilité d'un plastique en sol, assez lourd à mettre en œuvre et peu soucieux de la prise en compte des impacts environnementaux.

Enfin, il est également important de souligner qu'il existe deux normes de spécifications relatives au milieu sol mais qu'une seule est une norme ISO. Il est donc prévisible qu'à brève échéance la norme NF U52-001 soit amenée à être abandonnée au profit de la NF EN 17033. On notera aussi qu'en matière d'exigences requises concernant les propriétés physiques et en matière d'écotoxicité, la norme NF EN 17033 s'avère nettement plus complexe et plus onéreuse à mettre en œuvre que la norme NF U52-001. Dès lors, il existe un grand risque qu'elle soit peu appliquée comme l'illustre le peu de demandes de certification la concernant en comparaison avec la NF U52-001⁶⁴ ; cette différence pouvant aussi s'expliquer par sa parution très récente (2018). Par ailleurs, il n'est pas du tout certain que

⁶⁴ Selon les chiffres communiqués par l'association SerpBio, depuis 2005, le nombre de demande de certifications pour la NF U 52001 correspond à 12 % contre 0 % pour la NF EN 17033.



les exigences de cette norme augmentent fortement la sécurité d'utilisation par rapport à un même type de film ayant subi la NF U52-001. L'analyse des normes d'écotoxicité n'a pas été réalisée dans le cadre de cette étude. Il serait nécessaire de réaliser une étude sur cette thématique pour déterminer les tests les plus adaptés et les plus pertinents, de façon à préconiser, dans les normes de spécifications, uniquement les tests suffisants et nécessaires pour ne pas alourdir les programmes d'essai plus que nécessaire. On soulignera également que la norme NF U52-001 pourrait tirer avantage à être révisée car elle ne l'a encore jamais été depuis sa parution en 2005.

Tableau 23 : tableau récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu sol

		Représentativité de l'essai	Facilité de mise en oeuvre	Etude impact environnemental	Recommandations de révision	
Spécifications	NF U52-001	X	✓	✓	Imposer le sol parmi les 2 milieux à tester au choix parmi les 3 proposés. Pour l'analyse de l'écotoxicité, se placer dans les mêmes conditions que la norme NF ISO 17033 en attendant d'avoir atteint un seuil de biodégradation de 50 % plutôt qu'un temps d'incubation de 90 jours comme préconisé dans la NF U52-001. En terme d'écotoxicité, plusieurs niveaux trophiques sont pris en compte. Une étude approfondie sur le sujet est à mener pour identifier les tests nécessaires et pertinents et homogénéisant avec les autres normes de spécification sol.	
	NF ISO 17033	X	✓	✓	Augmenter la taille des fragments de films à 20 x 20 mm comme recommandé dans la NF U52-001 pour les tests de biodégradation. En terme d'écotoxicité, plusieurs niveaux trophiques sont pris en compte. Une étude approfondie sur le sujet est à mener pour identifier les tests nécessaires et pertinents et homogénéisant avec les autres normes de spécification sol.	
	AC T51-808	X	X	X	Renforcer les restrictions en termes d'éléments traces (en incluant As, F, Mo, Se) et de flux maxima. Remplacer le dosage d'ATP par la méthode respirométrique sur un milieu plus représentatif de l'environnement comme le sol. Introduire des tests d'évaluation de l'écotoxicité. Etant données ses lacunes, il n'est pas préconisé d'utiliser cet accord pour démontrer la biodégradabilité d'un plastique.	
Analyses et Essais	biodégradation	NF U52-001	X	✓	NC	Elargir la gamme de température du test en sol à 20-28°C au lieu de 28 ± 2°C.
		NF ISO 17556	✓	X	NC	Revoir les exigences en matière de rapport C/N (C provenant du matériau et N du sol)
<p>✓ : Evaluation positive. (La norme constitue une base intéressante. Les recommandations de révision ne remettent pas en cause sa pertinence.)</p> <p>X : Evaluation négative.</p> <p>NC : Non concerné. Note : les protocoles d'analyse et d'essais relatifs à l'évaluation de la biodégradation n'ont pas vocation à la prise en compte de l'impact environnemental.</p>						

9. Biodégradation en eau douce

Les eaux douces ($\approx 3\%$ de l'eau totale sur terre) constituent l'eau des rivières, des fleuves, des lacs, de la pluie, des glaciers, des tourbières, etc. La mesure de la biodégradabilité en eaux douces est particulièrement importante à connaître. En effet, un matériau organique qui ne peut ou a des difficultés à se biodégrader en eaux douces se retrouvera fatalement à la mer.

La mesure de la biodégradabilité en eaux douces est particulièrement importante à connaître. En effet, un matériau organique qui ne peut ou a des difficultés à se biodégrader en eaux douces se retrouvera fatalement à la mer. Du fait de températures basses, de salinités élevées et de faibles concentrations en micro-organismes la poursuite de la biodégradation ne pourra se faire que très lentement avec les conséquences catastrophiques d'accumulations que l'on connaît aujourd'hui.

9.1. Revue et sélection des normes

Le Tableau 24 présente l'ensemble des références identifiées pour le milieu eau douce.

Tableau 24 : Liste des normes – milieu eau douce

Référence	Date de parution/ révision	Titre	Type	Sélectionné
ISO 14851	2019	Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux - Méthode par détermination de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé	Analyse et essais	Oui
PR NF EN ISO 14851	2016			Non
NF EN ISO 14851	2014			Non
NF EN ISO 14852	2018	Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré	Analyse et essais	Oui
ISO 14852	2018			Non
NF EN 14047	2003	Emballage - Détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux d'emballage dans un milieu aqueux - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré	Analyse et essais	Non
NF EN 14048	2003	Emballage - Détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux d'emballage dans un milieu aqueux - Méthode de mesure de la demande d'oxygène dans un respiromètre fermé	Analyse et essais	Non

Il n'existe que 2 normes internationales traitant de ce sujet : la NF EN ISO 14851 d'avril 2019 et la NF EN ISO 14852 d'octobre 2018. Toutes deux sont des normes d'analyses et d'essais et n'ont pas pour but la fixation de seuils à atteindre ou de certification de biodégradabilité à émettre. Elles ne diffèrent entre elles que par le principe analytique : l'une mesure les quantités d'oxygène consommé et l'autre les quantités de CO₂ émis.

En milieu eau douce, 7 documents sont identifiés :

- La norme n°14851 figure dans le référentiel ISO et dans le référentiel NF avec une version en préparation. La référence ISO 14851 : 2019 la plus récente sera analysée.
- La norme n° 14852 figure dans le référentiel ISO et dans le référentiel NF. La norme NF EN ISO 14852 la plus récente sera analysée.
- Les normes NF EN 14047 et NF EN 14048 portent sur les emballages et non sur les plastiques. Elles sont écartées de l'analyse car elles n'apportent pas d'éléments nouveaux sur la réalisation des essais du fait d'une matrice d'essai différente, en comparaison des normes concernant les plastiques (NF EN ISO 14851 et NF EN ISO 14852).



9.2. Articulation des normes

Il n'existe **pas de norme de spécifications** pour l'évaluation de la biodégradabilité en eau douce ce qui engendre l'absence de seuil notamment pour l'évaluation de la biodégradabilité dans ce milieu. Les normes existantes pour ce milieu ne portent donc que sur les méthodes pour la détermination de la biodégradation.

Les deux normes d'analyse et d'essais relatives à l'évaluation de la biodégradabilité aérobie en eaux douces sont sensiblement identiques, mis à part les techniques de quantification du degré de biodégradation, basées sur la demande en oxygène dans le cas de la NF EN ISO 14851 et sur la production de dioxyde de carbone dans le cas de la NF EN ISO 14852.

Figure 11 : Articulation des normes – milieu eau douce



9.3. Normes d'analyse et d'essai en eau douce : présentation synthétique et analyse critique

Tableau 25 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais ISO 14851 (2019) et ISO 14852 (2019) relatives à l'évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux

Normes	NF EN ISO 14851 (avril 2019)	NF EN ISO 14852 (octobre 2018)
Titre	Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux – Méthode par détermination de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé	Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux – Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré
Domaine d'application	Tous polymères et copolymères	
Appareillage	-Respiromètre fermé manuel ou automatique ou flacons à 2 phases	-Chaîne de flacons barboteurs permettant la capture du CO ₂ de l'air entrant, l'évacuation du CO ₂ émis par le test et sa récupération sur une solution alcaline de volume et de normalité connues
	-Appareillage de mesure du COT et du COD -Appareillage de mesure des nitrites et nitrates -Autre matériel classique de laboratoire	
Mesurage	DBO volumétrique ou par mesure de dépressions	Titrimétrie, mesure du CID, Analyseur IR
Environnement d'essai	En milieu agité , à l' obscurité ou lumière diffuse, à 20 °C- 25 °C ± 1 °C Durée : 2 mois , prolongeable à 6 mois maximum	
Milieu d'incubation	2 possibilités : milieu normal ou optimisé selon la concentration en matériau d'essai	

	Eau additivée d'un complexe minéral avec ajout éventuel d'oligoéléments et vitamines mélangée à 1 à 5 % (V/V) d'une suspension de boues activées de station d'épuration aérobie contenant entre 30 et 1000 mg/L de matières en suspension	
		le milieu optimisé ne contient pas de Mg, S, Fe, Ca, Cl
		Possibilité d'utiliser un inoculum provenant d'un extrait de sol ou de compost
Matériau de référence	Aniline, cellulose microcristalline ou filtres cellulose sans cendres ou Poly(β -hydroxybutyrate) (PHB)	
Matériau à tester	Poudre ($\leq 250 \mu\text{m}$) ou films ou fragments	
Témoin négatif (optionnel)	Polyéthylène (poudre $\leq 250 \mu\text{m}$) ou fragments	
Réplica	3 pour blanc et matériau d'essai + 2 pour le matériau de référence En option : 1 pour témoin de dégradation abiotique et 1 pour le témoin négatif	
Mélange matériau d'essai ou référence avec le milieu d'incubation	Concentration en matériau d'essai :	Concentration en matériau d'essai :
	- Milieu normal > 60 mg/L COT - Milieu optimisé < 2 000 mg/L de COT	- Milieu normal de 30 à 100 mg/L COT - Milieu optimisé de 100 à 2 000 mg/L de COT
	Rapport C/N entre matériau et milieu d'incubation de l'ordre de 40 : 1	
	Charge microbienne : 10^3 à 10^6 cfu/mL	Non précisée
Fréquence des dosages	Régulièrement en fonction de la vitesse de biodégradation du matériau ou automatiquement selon l'appareillage	
Arrêt	Lorsque la biodégradation de l'essai atteint un plateau ou après 6 mois maximum	
Calculs et expression des résultats	<ul style="list-style-type: none"> - Détermination de la quantité maximum théorique d'O₂ que chaque matériau pourrait consommer : DThO - Détermination de la quantité effective d'O₂ émis par l'essai d'une part (DBO_e) et le blanc d'autre part (DBO_b) à chaque intervalle de mesure - Taux de biodégradation $D_t (\%) = [(DBO_e - DBO_b) / DThO] \times 100$ - Établissement de la courbe de biodégradation pour chaque réplica (ou d'une courbe moyenne si les résultats des répliques sont similaires) par la somme séquentielle des Dt en fonction du temps - Détermination du niveau maximum de biodégradation du matériau = valeur moyenne de la biodégradation à la fin de l'essai (plateau ou 6 mois maximum) - Doser éventuellement les nitrites et nitrates formés et effectuer les corrections nécessaires relatives aux consommations d'oxygène lors de la formation de ces produits (risques très faibles pour des teneurs en matières en suspensions de l'ordre de 1%) 	<ul style="list-style-type: none"> - Détermination de la quantité maximum théorique de CO₂ que chaque matériau pourrait émettre : ThCO₂ - Détermination de la quantité effective de CO₂ émis par l'essai d'une part (E_{CO2}) et le blanc d'autre part (B_{CO2}) à chaque intervalle de mesure - Taux de biodégradation $D_t (\%) = [(E_{CO2} - B_{CO2}) / ThCO_2] \times 100$ - Établissement de la courbe de biodégradation pour chaque réplica (ou d'une courbe moyenne si les résultats des répliques sont similaires) par la somme séquentielle des Dt en fonction du temps - Détermination du niveau maximum de biodégradation du matériau = valeur moyenne de la biodégradation à la fin de l'essai (plateau ou 6 mois maximum)
Validité	La biodégradation du matériau de référence doit être $\geq 60 \%$ à la fin de l'essai (au plateau ou maximum 6 mois)	
	<ul style="list-style-type: none"> -Les valeurs de DBO des 3 répliques blancs et des 3 répliques essais doivent être contenu dans un intervalle de 20 % autour des moyennes au plateau ou en fin d'essai (6 mois) -La quantité de DBO du blanc à la fin de l'essai ne dépassera pas une valeur limite supérieur fixée par l'expérience (exemple proposé) 	<ul style="list-style-type: none"> -Les quantités de CO₂ libérées par les 3 répliques des blancs doivent être compris dans un intervalle de 20 % autour de la moyenne au plateau ou en fin d'essai (6 mois) -La différence de % de biodégradation entre les répliques de la référence doit être inférieure à 20 % au plateau ou en fin d'essai (6 mois) -La quantité de CO₂ libéré par le blanc au plateau ou en fin d'essai ne dépassera pas une valeur limite supérieure fixée par l'expérience



	<p><u>Eventuellement</u> (au plateau ou en fin d'essai) :</p> <ul style="list-style-type: none"> -une biodégradation abiotique sera constatée si le flacon concerné présente une DBO (ou une émission de CO₂) > 10 % -la quantité de DBO du témoin négatif ne devra pas être significative (c'est-à-dire > 10 % dans le cas du CO₂ libéré) -un effet inhibiteur sera constaté si le % de biodégradation de la fiole concernée est inférieure à 25 % et que la biodégradation du matériau d'essai n'est pas significative
--	---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Les normes d'analyses et d'essai NF EN ISO 14851 et NF EN ISO 14852 proposent un protocole d'évaluation de la biodégradabilité des plastiques en milieu eau douce et sont respectivement basées sur la mesure de la demande en oxygène et la mesure de la production de dioxyde de carbone. Il s'agit de deux normes d'analyses et d'essais ne fixant aucun **seuil de performance en termes de biodégradation aérobie** ce qui pourrait conduire à une surestimation (intentionnelle) de la performance réelle et donc à des conclusions erronées.

Pour pouvoir fixer un seuil, il faudrait que les conditions d'étude soient fixées de manière plus rigoureuse. On constate en effet un certain nombre de manques de précision au niveau du protocole qui sont autant de sources potentielles de biais et de variabilité des résultats. Les principales critiques sont listées ci-après :

- Le **choix de la température d'essai** est trop large et mériterait à être mieux précisé dans un souci de reproductibilité des mesures inter-laboratoire ; 20 à 25 °C, de même que la **durée du test** de 2 à 6 mois. Cette durée devrait tenir compte soit du temps moyen nécessaire pour qu'un matériau jeté dans un cours d'eau (rivière ou fleuve) arrive au niveau de l'estuaire et se retrouve dans le milieu marin ou du temps moyen de séjour dans une station d'épuration. La gamme de températures préconisées est volontairement non représentative des milieux réels sous les latitudes européennes pour répondre aux exigences des tests de biodégradation qui sont réalisés dans des conditions standardisées et accélérées. Ces tests n'ont pas vocation à refléter la réalité en termes de cinétique. En conditions réelles les phénomènes sont par conséquent plus lents. Les tests respirométriques sont réalisés en milieu liquide fermé et il est inconcevable, voire impossible, de maintenir un test dans de telles conditions pendant plusieurs années sans devoir supplémenter régulièrement le milieu d'incubation en éléments nutritifs indispensables à la croissance microbienne. En outre, il est fort probable que les communautés microbiennes se réorganisent avec le temps pour conduire à des équilibres de population très différents de ceux prélevés initialement dans l'environnement. Les milieux aqueux réels sont des milieux ouverts qui présentent un renouvellement constant de la matière organique, des éléments nutritifs et des micro-organismes. Or, il est très délicat de prendre en compte toutes ces modifications dans le cadre de tests normalisés.
- Le **choix de l'inoculum** prête également à discussion. En effet, la proposition d'utiliser une suspension de boues activées de station d'épuration aérobie laisse supposer que les normes en eaux douces ont été conçues pour refléter des conditions de biodégradation proches de celles d'une station d'épuration, ce qui peut paraître trompeur par rapport à la finalité affichée de ces 2 normes. Le choix de l'inoculum ne correspond pas à celui que l'on pourrait trouver dans des conditions environnementales naturelles comme un fleuve ou une rivière. Cependant, la charge microbienne de ces environnements naturels est probablement trop faible et c'est pour cette raison que ce choix a été réalisé même s'il est moins représentatif de la réalité. Un choix plus approprié serait d'utiliser soit directement de l'eau de rivière, soit de l'eau de rivière mélangée à de l'eau en sortie de station d'épuration ou encore de l'eau mélangée à un extrait de sol comme proposé dans la norme NF EN 14852 uniquement. Sur ce point aussi, on est en droit de se demander pourquoi du sol ou du compost peuvent être utilisés comme source d'inoculum dans seulement l'une de ces deux normes qui ne se différencient que par le mode d'évaluation de la biodégradation ; consommation d'O₂ vs libération de CO₂. Par ailleurs, le choix du compost n'est pas vraiment justifié, il est assez peu probable que de l'eau de rivière soit mélangée à du compost provenant d'une station de compostage industriel. Le choix d'un compost provenant d'une litière forestière contenant des souches mésophiles de micro-organismes serait probablement plus judicieux.
- Le **protocole de préparation de l'inoculum** réalisé à partir de boues activées de station d'épuration est rédigé de façon confuse.
 - La **concentration recommandée en inoculum** n'est pas assez précise ; il est en effet préconisé de rajouter une suspension de boues activées de station d'épuration aérobie contenant entre 30 et 1 000 mg/L de matières en suspension à hauteur 1 à 5 % (V/V) dans le milieu ce qui représente une variabilité d'un facteur 150 entre les situations extrêmes.
 - La **composition minérale du milieu d'incubation optimisé** présente des différences inexplicables entre les 2 normes ; la présence de certains éléments (magnésium, soufre, fer, calcium et chlore) est mentionnée dans la norme NF EN ISO 14851 alors que ces derniers sont

exclus dans la norme NF EN 14852. Dans la mesure où aucune justification n'est donnée, cela laisse penser à une erreur. En effet, il n'y a aucune raison pour que le milieu optimisé contienne moins d'éléments que le milieu normal.

- La **composition du mélange milieu d'incubation/matériau d'essai** (ou référence) est un autre point qui est sujet à discussion. Les concentrations en matériau d'essai (ou référence) sont non seulement différentes entre les 2 normes mais elles sont surtout peu clairement explicitées ce qui peut constituer une source de confusion. Dans la norme NF EN 14852, la concentration est fixée autour 30 mg/L COT pour le milieu normal et entre 100 et 2 000 mg/L COT pour le milieu optimisé. Au contraire, la norme NF EN ISO 14851 préconise une concentration > 60 mg/L COT pour le milieu normal, et une concentration < 2 000 mg/L de COT pour le milieu optimisé. La charge microbienne contenue dans l'inoculum n'est pas spécifiée pour la norme NF EN ISO 14852 alors qu'elle doit contenir entre 10^3 et 10^6 CFU/mL (unité formant colonie) dans la norme NF EN ISO 14851. Une variation importante de la charge microbienne du milieu peut fortement influencer la cinétique de biodégradation du matériau testé et ses performances à l'origine de biais conséquents. Cette différence entre les 2 normes est d'autant plus marquante que le protocole de préparation de l'inoculum à partir de boues activées de station d'épuration est très peu précis comme mentionné plus haut.

- **Choix du matériau de référence** : Le choix de l'aniline comme matériau de référence proposé dans la norme NF EN ISO 14851, pourtant parue en 2019, pose beaucoup d'interrogations sachant qu'il s'agit d'une amine primaire aromatique dont la toxicité pour l'homme et l'environnement est avérée.

Pour les deux normes, l'utilisation de poly(b-hydroxybutyrate) (PHB) est également proposée comme matériau de référence, en plus de la cellulose et des filtres en cellulose sans cendres. Il s'agit d'un polyester bactérien totalement biodégradable de la famille des polyhydroxyalcanoates qui sont les candidats actuels les plus sérieux à la substitution des polymères de commodité d'origine fossile. Même si les performances de la cellulose en termes de biodégradation sont connues, il est rassurant de pouvoir comparer un plastique d'essai à un autre plastique de référence. La possibilité d'utiliser ce matériau renforce la pertinence sociétale de la norme en question.

Néanmoins, ce matériau est globalement moins disponible en petites quantités auprès des différents fournisseurs de matières premières, ce qui représente un frein pour l'utilisateur, contrairement à la cellulose microcristalline. En outre, des précautions devraient être prises sur son éventuelle formulation car ce matériau peut contenir des additifs tels que le nitrure de bore couramment utilisé comme agent nucléant dans le cas du PHB. Il est d'ailleurs précisé dans cette norme que « 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 ». Or, cette information est pratiquement impossible à obtenir dans le cas de certains polymères appartenant à la famille des polyesters bactériens dans la mesure où il s'agit de matériaux commerciaux formulés et dont la composition exacte est confidentielle.

Un dernier point important concerne la vitesse de biodégradation du PHB qui est inférieure à celle de la cellulose. Cette différence peut conduire à une invalidation du test dans le cas où le taux de biodégradation du matériau de référence n'aurait pas atteint le seuil exigé dans le temps imparti (≥ 70 % de biodégradation en 6 mois).

- Au niveau de la section calcul et expression des résultats de la norme NF EN ISO 14851, il est indiqué de doser (éventuellement) les **nitrites et nitrates** formés et d'effectuer les corrections nécessaires relatives aux consommations d'oxygène lors de la formation de ces produits. Il est toutefois noté que les risques sont très faibles pour des teneurs en matières en suspensions de l'ordre de 1 %. La nécessité d'effectuer un tel dosage (fastidieux) est questionnable dans la mesure où le blanc réalisé en parallèle devrait permettre de corriger les consommations d'oxygène relatives à la formation de nitrites et nitrates consécutives à l'oxydation de l'ammoniac.
- Enfin, le **critère de validation** des résultats basé sur la quantité d' O_2 consommé ou de CO_2 libéré par le blanc au plateau ou en fin d'essai demanderait à être davantage explicité car pas assez clairement définie dans le texte. En effet, les deux normes stipulent que cette quantité ne doit dépasser une valeur limite supérieure fixée « par expérience » et qui dépend de la quantité d'inoculum. La quantité d'inoculum à introduire étant elle-même très peu clairement définie avec une variabilité pouvant aller jusqu'à un facteur 150 entre les deux extrêmes de la gamme proposée.

En termes de comparaison inter-milieu, ces deux normes d'analyse et d'essai ne peuvent pas être comparées à celles des autres milieux solides « sol » et « compost » car par définition elles définissent uniquement les protocoles opératoires et n'indiquent aucun seuil de biodégradation à atteindre en un temps donné. Pour remédier à cette situation, la mise en place d'une norme de spécifications relative au milieu eau douce s'avère nécessaire



pour les applications visées (matériel de navigation fluvial, de pêche en rivière, etc. qui pourrait se retrouver accidentellement perdus dans les cours d'eau). Cela permettrait de réduire dans le temps la pollution visuelle et limiter les toxicités induites par la dispersion de ces produits plastiques. Enfin, cela permettrait de tarir cette contribution à la contamination plastique des océans, dernière étape des plastiques non biodégradés et milieu qui présente les conditions de biodégradation les moins favorables.

La nature et la provenance de l'inoculum préconisé montre clairement que les normes en eaux douces n'ont pas été conçues pour refléter des conditions de biodégradation régnant dans un environnement naturel. Au contraire elles se rapprocheraient plutôt des conditions rencontrées en station d'épuration contrairement à ce que laisse supposer le titre de ces 2 normes. On peut donc conclure qu'il n'existe actuellement aucune norme de spécifications reflétant les conditions rencontrées en eaux de rivières, tout comme il n'en existe pas pour le milieu marin.

9.4. Bilan milieu eau douce

Il n'existe pas de norme de spécifications pour l'évaluation de la biodégradabilité en eau douce ce qui engendre l'absence de seuil notamment pour l'évaluation de la biodégradabilité dans ce milieu. Les normes existantes pour ce milieu ne portent donc que sur les méthodes pour la détermination de la biodégradation.

L'analyse critique des deux seules normes d'analyse et d'essai actuellement disponibles pour le milieu eau douce fait apparaître, malgré leurs dates récentes de révision (2018 et 2019), de nombreuses faiblesses tant au niveau de la représentativité du test, que de sa facilité de mise en œuvre et de sa prise en compte des impacts environnementaux (Tableau 26). Bien que récentes, il apparaît nécessaire de les réviser pour les rendre plus pertinentes. Ces deux normes ne font d'ailleurs pratiquement jamais l'objet de demande de certification.

Tableau 26 : tableau récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu eau douce

		Représentativité de l'essai	Facilité de mise en œuvre	Etude impact environnemental	Recommandations de révision
Analyse et essais biodégradation	NF EN ISO 14851 (2019)	X	X	NC	Fixer les conditions d'étude de manière plus rigoureuse (température, type d'inoculum, concentration en inoculum, matériau de référence). Mieux spécifier le protocole de préparation de l'inoculum. Mieux spécifier la composition du mélange milieu d'incubation / matériau d'essai. Fixer un seuil de performance en termes de taux de biodégradation et de durée.
	NF EN ISO 14852 (2018)	X	X	NC	
<p>✓ : Evaluation positive. (La norme constitue une base intéressante. Les recommandations de révision ne remettent pas en cause sa pertinence.)</p> <p>X : Evaluation négative.</p> <p>NC : Non concerné. Note : les protocoles d'analyse et d'essais relatifs à l'évaluation de la biodégradation n'ont pas vocation à la prise en compte de l'impact environnemental.</p>					

10. Biodégradation en eau de mer

Bien qu'aucun plastique ne soit destiné à être jeté dans la nature pour s'y biodégrader, la pollution du milieu marin par les plastiques est constatée partout dans le monde et reconnue comme un enjeu important. Le milieu eau de mer est très pourvu en normes : 14 références ont été trouvées. Les normes concernant le milieu « eau de mer » sont classifiées dans le Tableau 27. Ces normes font parfois référence à un environnement marin spécifique, on parle de « division océanique ». Ce paramètre a été ajouté au tableau de classification (Tableau 27). À noter qu'en fonction de l'influence "géographe" ou "biologiste marin" de la rédaction de la norme, les termes utilisés dans les normes ne font pas appel au même découpage du milieu océanique et différents noms peuvent être donnés pour une même zone. Lors de la suite de l'étude, il sera nécessaire d'analyser ces divergences.

10.1. Revue et sélection des normes

Le Tableau 27 présente les normes trouvées concernant le milieu eau de mer.

Référence	Date de parution/ révision	Titre	Zone (division océanique)	Type	Sélectionné
NF EN ISO 19679	2017	Plastiques - Détermination de la biodégradation aérobie des matières plastiques non-flottantes à l'interface eau de mer/sédiments - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré -	interface sédiments/eau de mer	Analyse et essais	Oui
ISO 19679	2016				Non
NF EN ISO 18830	2017	Plastiques - Détermination de la biodégradation aérobie des matières plastiques immergées à l'interface eau de mer/sédiments sableux - Méthode par mesurage de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé	interface sédiments/eau de mer	Analyse et essais	Oui
ISO 18830	2016				Non
ISO 16221	2001	Qualité de l'eau - Lignes directrices pour la détermination de la biodégradabilité en milieu marin - Water quality - Guidance for determination of biodegradability in the marine environment	Milieu marin	Spécifications	Non**
ASTM D6691	2017	Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials in the Marine Environment by a Defined Microbial Consortium or Natural Sea Water Inoculum	inoculum marin en conditions laboratoires	Analyse et essais	Non
ASTM D6692-01	2010	Standard Test Method for Determining the Biodegradability of Radiolabeled Polymeric Plastic Materials in Seawater (Withdrawn 2010)	inoculum marin en conditions laboratoires	Analyse et essais	Non
ASTM D7081	2005 Retirée en 2014	Standard Specification for Non-Floating Biodegradable Plastics in the Marine Environment (Withdrawn 2014)	eau de mer côtière, eau de mer pélagique et eau saumâtre	Spécifications	Oui
ISO/CD 23977 part 1	2019	Plastics—Determination of the aerobic biodegradation of plastic	eau de mer côtière, eau de mer pélagique et eau saumâtre	Analyse et essais	Oui
ISO/CD 23977 part 2	2019	Plastics—Determination of the aerobic biodegradation of plastic	eau de mer côtière, eau de mer pélagique et eau saumâtre	Analyse et essais	Oui



ISO/NP 23832	2019	Plastics -- Test method for degradation rate assessment of materials exposed to marine environmental matrices under laboratory conditions	inoculum marin en conditions laboratoires	Analyse et essais	Non
ISO DIS 22766	2019	Plastics - Determination of the degree of disintegration of plastic materials in marine habitats under real field conditions	estran et zone néritique	Analyse et essais	Oui
ISO FDIS 22404	2019	Plastiques - Détermination de la biodégradation aérobie des matériaux non flottants exposés aux sédiments marins - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré	estran (sédiments maintenus humides)	Analyse et essais	Oui
ISO DIS 22403	2019	Plastiques — Évaluation de la biodégradabilité intrinsèque de matériaux exposés à des inocula marins dans des conditions de laboratoire aérobies mésophiles — Méthodes d'essai et exigences	inoculum marin en conditions laboratoires	Spécifications	Oui

Tableau 27 : Liste des normes – milieu eau de mer

**** Contrairement à ce que son titre peut laisser supposer, la norme ISO 16221 est une ligne directrice relative à l'évaluation de la biodégradabilité en milieu marin de composés organiques solubles, peu solubles ou volatils.**

Il s'agit là de composés chimiques différents des macromolécules polymères qui constituent les matériaux plastiques. Cette différence de structure moléculaire (en taille et en nature) modifie ainsi leurs propriétés physico-chimiques (état physique, solubilité, volatilité...), leur utilisation industrielle et leur comportement en fin de vie. En effet, une analyse rapide du contenu de la norme ISO 16221 révèle par exemple que les durées d'essais sont de 60 jours et les concentrations du composé inférieures à 100 mg/l. Ces valeurs sont incomparables avec les durées et les quantités classiques dans le cas de biodégradation de matières plastiques en milieu marin.

Lors de l'étape de sélection des normes de biodégradation de plastiques en milieu marin, ce document aux allures de norme de spécifications paraissait particulièrement pertinent. La confusion induite par le titre "Lignes directrices pour la détermination de la biodégradabilité en milieu marin " et le domaine d'application "Composés organiques soluble, peu solubles et volatils" et le vide normatif actuel (entre l'ISO DIS 22403 qui est aujourd'hui encore en cours d'élaboration et de l'ASTM D7081, norme américaine qui a été retirée en 2014) expliquent cette erreur de sélection. Ce quiproquo n'a été révélé qu'à la lecture complète du document et il est probable que d'autres utilisateurs à la recherche d'une norme de spécifications de biodégradation de plastiques en milieu marin se trompent de la même manière.

Cela confirme donc l'urgence pour l'établissement d'une norme de spécifications de biodégradation de plastiques en milieu marin, à l'intitulé clair et aux méthodes et seuils clairement détaillés.

En milieu eau de mer, 14 références ont été trouvées.

Dans le référentiel NF, deux normes ont repris des normes ISO : NF EN ISO 19679 de 2017 et la NF EN ISO 18830 de 2017. Celles-ci sont incontournables.

3 références dans le référentiel américain ASTM ont été trouvées : une norme de spécifications ASTM D7081 datant de 2005 (mais retirée en 2014) qui sera étudiée et deux normes d'essais (ASTM D6691 et ASTM D6692-01) qui sont écartées, les normes NF existantes semblant être équivalentes.

6 normes ISO sont en préparation dont 2 normes au stade projet (ISO/CD 23977 part 1 et 2) et 4 normes à un stade plus finalisé (ISO/NP 23832, ISO DIS 22766, ISO FDIS 22404, ISO DIS 22403) qu'il semble indispensable de bien connaître car leur impact dans un avenir quasi immédiat sera particulièrement important. D'autre part, la norme ISO DIS 22403 s'avère être particulièrement intéressante car elle comporte à la fois une partie méthodologie et une partie spécifications. À ce titre, elle pourrait être considérée comme une norme de spécifications même si elle ne se revendique pas comme telle.

L'ISO/NP 23832 et l'ISO 22766 traitent toutes les deux de la désintégration, la première faisant référence à des conditions de laboratoire et la seconde à des conditions réelles. Il semble pertinent de privilégier les conditions réelles pour quantifier ce processus de désintégration, plutôt que des conditions simulées. L'ISO/NP 23832 a donc été écartée.

La norme américaine ASTM D7081-05 est la seule norme pouvant être considérée comme une norme de spécifications, c'est la raison pour laquelle elle a été retenue en dépit du fait qu'elle a été retirée en 2014 par les membres du comité ASTM pour être révisée et rétablie. À ce jour, aucune version révisée de cette norme ASTM n'a pourtant été publiée.

A noter que plusieurs textes sont à des stades précoces de rédaction. Les projets au stade CD (Committee Draft) sont antérieurs à celui de l'enquête (stade DIS, Draft International Standard), ces projets sont susceptibles d'être modifiés substantiellement sur le plan technique avant leur publication. L'analyse fait dans le présent rapport ne saurait valoir une analyse de la norme une fois publiée. Leur analyse a semblé toutefois pertinente car le contenu de ces textes préfigure le cadre normatif en vigueur dans un futur proche.

10.2. Articulation des normes

Le milieu marin présente une topographie diversifiée classée en divisions aux conditions environnementales variées (présence ou absence de sédiments, mouvements de l'eau plus ou moins forts, présence plus ou moins intense de rayonnement solaire, éventuels contacts avec l'atmosphère...) qui constituent autant d'habitats marins susceptibles d'abriter des micro-organismes propres.

Différentes zones d'incubation sont couvertes par les normes sélectionnées dans la présente étude. La Figure 12 précise la répartition de ces normes en fonction de la division étudiée (eulittorale, pélagique et sublittorale) et de la méthode de mesure (O_2/CO_2).

Les définitions des milieux d'incubation sont précisées ci-après :

⇒ Zone pélagique : le plan d'eau au-dessus du fond marin, également appelé colonne d'eau.

Note: La surface de la zone pélagique est déplacée par les vagues poussées par le vent, elle est en contact avec l'atmosphère et exposée aux rayonnements solaires. Avec l'augmentation de la pression en profondeur, la température diminue atténuant la lumière et l'énergie des ondes de surface. De même, la teneur en oxygène dissous peut varier selon les zones considérées et éventuellement se retrouver en condition anaérobie lorsque l'on se situe dans les sédiments.

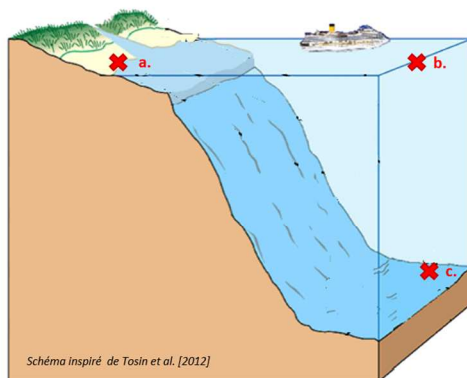
⇒ Zone sublittorale (également nommée benthique) : les fonds marins côtiers qui sont immergés en permanence et qui s'étendent de la ligne des basses eaux jusqu'au rebord du plateau continental à une profondeur de 200 m.

⇒ Zone eulittorale : frontière entre la mer et la terre qui s'étend de la ligne de marée haute, qui est rarement inondée d'eau, à la ligne de marée basse, qui est généralement toujours couverte d'eau. Les synonymes sont : zone littorale moyenne, zone médiolittorale, zone intertidale, estran.

Parmi les différentes normes d'analyse et d'essai de biodégradation en milieu marin retenues, trois traitent de la biodégradation de matériaux plastiques à l'interface de l'eau et des sédiments selon le principe de la mesure de demande en oxygène (NF EN ISO 18830) ou de la mesure de CO_2 produit (NF EN ISO 19679 ou ISO FDIS 22404) dans des environnements d'essai qui simulent la zone eulittorale à marée haute (NF EN ISO 18830 et NF EN ISO 19679) ou à marée basse (ISO FDIS 22404).

a. Zone eulittorale

- ISO/DIS 22403:2019 (spécification)
- ISO DIS 22 766 (désintégration)
- ISO FDIS 22 404 (CO_2)
- ISO CD 23977-1 (CO_2) et 23977-2 (O_2)



b. Zone pélagique

- ASTM D7081-05 (spécification)
- ISO/DIS 22403:2019 (spécification)
- ISO FDIS 22 404 (CO_2)
- ISO CD 23977-1 (CO_2) et 23977-2 (O_2)

c. Zone sublittorale (jusqu'à 200 m de profondeur)

- ISO/DIS 22403:2019 (spécification)
- ISO DIS 22 766 (désintégration)
- NF EN ISO 19 679 (CO_2)
- NF EN ISO 18 830 (O_2)

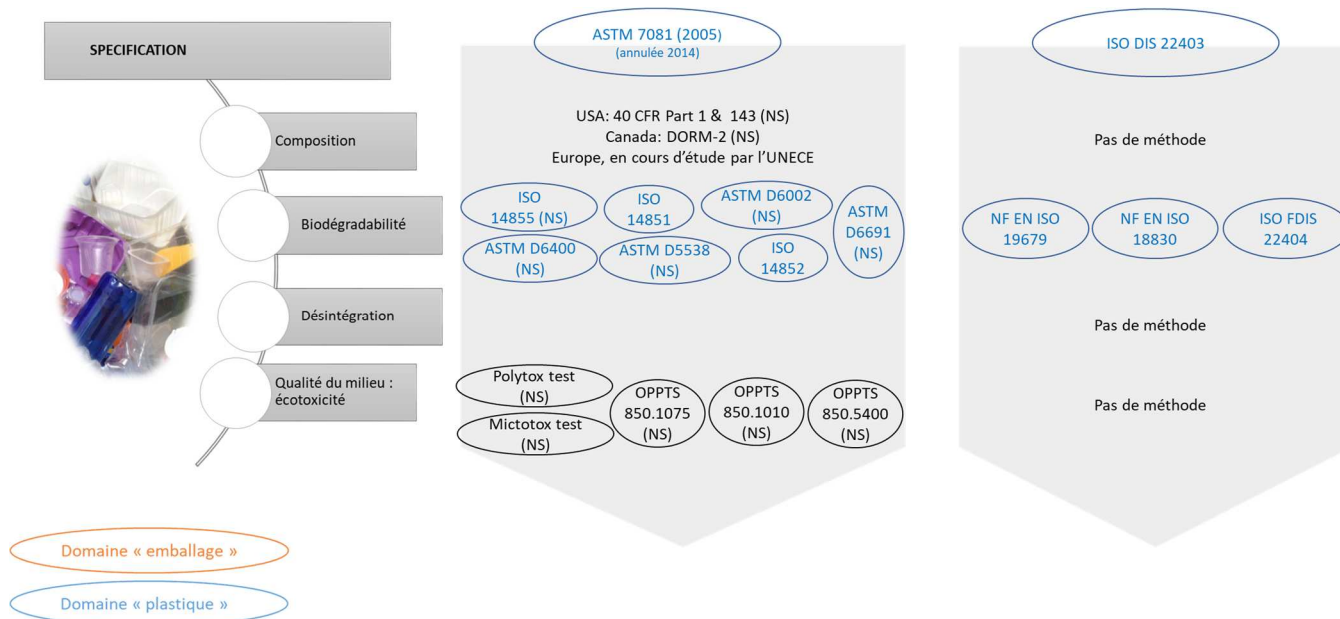
Figure 12 : représentation des différentes normes relatives au milieu marin en fonction du milieu d'incubation

La norme ISO DIS 22403 se base sur ces trois normes au niveau méthodologique (au choix) en proposant un seuil de performance pour le critère biodégradation.

Ci-dessous le schéma d'articulation des deux normes de **spécifications** ASTM D7081 et de ISO DIS 22403 avec leurs normes d'analyse et d'essai respectives (NS: non sélectionnées dans la présente étude).

Figure 13 : Schéma d'articulation des 2 normes de spécifications relatives au milieu marin





10.3. Normes de spécifications : présentation synthétique et analyse critique

8 normes d'analyses et d'essais ont été retenues pour la détermination de la biodégradabilité des polymères en milieu marin. Seule une norme américaine pouvait être considérée comme norme de **spécifications**, l'ASTM D7081 (2005) mais celle-ci a été retirée en 2014. Elle n'a pas d'équivalent en Europe hormis le projet de norme ISO DIS 22403. Ce dernier document n'apparaît pas formellement comme une norme de spécifications, faisant notamment impasse sur les critères et analyses de composition, de désintégration et d'écotoxicité. En revanche, il fait référence à plusieurs autres normes ISO pour la mesure de la biodégradabilité et fixe un seuil de performance sur ce critère.

Les principales informations regroupées dans les normes de spécifications ASTM D7081-05 et ISO DIS 22403 sont fournies dans le Tableau 28.

Tableau 28 : Principaux éléments des normes de spécifications en milieu marin

Norme	ASTM D7081-05	ISO DIS 22403
Titre	Standard specification for non-floating biodegradable plastics in the marine Environment (Norme de spécifications pour les plastiques biodégradables non flottants en milieu marin)	Plastics — Assessment of the inherent aerobic biodegradability and environmental safety of non-floating materials exposed to marine inocula under laboratory and mesophilic conditions — Test methods and requirements
Domaine d'application	Plastiques de densité $\geq 1,05$ g/cc biodégradables en milieu marin (y compris eaux saumâtres) aérobie ou/et dans les sédiments anaérobies afin de pouvoir affirmer <i>in fine</i> que le produit testé est « jetable/utilisable » en milieu marin. Pour des produits multi-couches à densités variables, seule la couche de densité la plus élevée devra être testée.	Biodégradation intrinsèque des matériaux plastiques et polymères vierges (indépendamment de la surface et de la forme) en conditions aérobies . La forme du matériau testé est définie dans la norme ISO 10210
Désintégration	Selon ASTM D6991 (matériau d'essai sous forme d'un film) Passage des particules au tamis de 2 mm est ≥ 70 % (en masse sèche) après 12 semaines de test	Pas de méthode Pas de seuil
Biodégradation intrinsèque	Atteindre 30 % de biodégradation relativement au matériau de référence en maximum 180 jours à $30 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ selon la méthodologie de la norme ASTM D6691 (milieu marin)	Biodégradation relative > 90 % en 2 ans ou biodégradation absolue du même niveau que la

	<p>Homopolymères Atteindre 60 % de biodégradation relativement au matériau de référence en maximum 180 jours à 58 °C ± 2 °C sur compost ou 20 °C à 25 °C ± 1 °C en milieu aqueux selon les méthodologies décrites dans l'une des normes qui suivent : ASTM D5538, ISO 14851, ISO 14852, ISO 14855</p>	<p>Non homopolymères Atteindre 90 % de biodégradation relativement au matériau de référence en maximum 180 jours à 58 °C ± 2 °C sur compost ou 20 °C à 25 °C ± 1 °C en milieu aqueux selon les méthodologies décrites dans l'une des normes qui suivent : ASTM D5538, ISO 14851, ISO 14852, ISO 14855</p>	<p>référence (pas de différence au regard du test t de Student)</p>
	<p>Tous les matériaux comportant des adjuvants homopolymères dont la masse est ≥ 1 % devront également démontrer une biodégradation d'au moins 60 % relativement au matériau de référence en maximum 180 jours à 58 °C ± 2 °C sur compost ou 20 °C à 25 °C ± 1 °C en milieu aqueux selon les méthodologies décrites dans l'uns des normes ci-dessus</p>		<p>Pour les composants représentant entre 1 et 10 % de la masse sèche, la biodégradabilité est caractérisée par les normes de spécifications ISO 17088, ISO 18606, ASTM D6400 ou le test OCDE 301</p>
Eléments traces minéraux	<p>Les concentrations en éléments traces devront être ≤ à 25 % de celles préconisées par la zone géographique où le matériau sera commercialisé « in fine » (<i>en cours d'étude en Europe</i>)</p>		<p>Pas de méthode Pas de seuil</p>
Ecotoxicité	<p>Les matériaux devront être en conformité avec un test parmi les suivants :</p> <ul style="list-style-type: none"> -Polytox (absorption biologique d'O₂) -Microtox (bioluminescence microbienne) -Toxicité aiguë sur poissons adultes -Toxicité aiguë sur Daphnies -Toxicité aiguë sur algues d'eau douce 		<p>Pas de méthode Pas de seuil</p>

La norme ASTM D7081-5 propose une analyse de la biodégradabilité d'un matériau plastique au travers de différents critères d'exigences qui sont également retrouvés dans les normes de spécifications couvrant d'autres milieux d'incubation (e.g. ISO 13432). Parmi les critères ciblés, analyse de la composition chimique, désintégration, biodégradation intrinsèque et écotoxicité, seul les exigences relatives à l'écotoxicité apparaissent insuffisantes. En effet, parmi les cinq essais proposés seul un d'entre eux doit être validé afin de satisfaire aux exigences de l'ASTM 7081-5. Dans la mesure où la sensibilité des organismes peut différer selon le niveau trophique visé, l'exigence requise laisse la possibilité au donneur d'ordre de choisir un organisme peu sensible et ainsi confirmer l'absence de toxicité. Il faudrait à minima réaliser les essais sur trois organismes appartenant chacun à un niveau trophique différent.

L'objectif de la norme est présenté comme suit "Products meeting the requirements outlined below are appropriate for labeling as "marine disposable". En aucun cas le fait qu'un matériau soit qualifié de biodégradable en milieu marin ne devrait mettre en avant la possibilité de le jeter en mer.

La norme ISO DIS 22403 ne préconise de seuil que vis-à-vis de la biodégradabilité intrinsèque du matériau. Ce dernier doit présenter une biodégradabilité relative de 90 % par rapport au témoin référence (après 2 ans) ou ne pas présenter de différence significative avec le taux de biodégradation absolu du témoin référence selon le test t de Student. En l'absence de norme de spécifications pour le milieu marin, il serait pertinent d'inclure à cette norme les exigences et seuils relatifs à la toxicité, la composition chimique (éléments traces minéraux) et la désintégration.



10.4. Normes d'analyses et d'essais pour la biodégradabilité : Présentation synthétique et analyse critique

Parmi les différentes normes d'analyse et d'essai de biodégradation en milieu marin retenues, trois traitent de la biodégradation de matériaux plastiques à l'interface de l'eau et des sédiments (NF EN ISO 19679, NF EN ISO 18830 et ISO FDIS 22404).

De manière générale, la biodégradation en milieu marin de matériaux plastiques repose sur **la mesure du CO₂ émis** ou **sur la demande biologique en oxygène (DBO)**. La comparaison des normes sur la base du paramètre mesuré a paru pertinente.

Ainsi, le Tableau 29 établit la comparaison des normes ISO 18830 et ISO CD 23977-2 dont le degré de biodégradation est déterminé par mesure de la DBO tandis que le Tableau 30 présente la comparaison des trois normes (NF EN ISO 19679 : 2017, ISO CD 23977-1 et ISO FDIS 22404) reposant sur le principe de mesure du dioxyde de carbone libéré.

Tableau 29 : Comparaison des normes d'analyse et d'essai – biodégradabilité en milieu marin par suivi de la DBO

Référence	ISO 18830 (2017)	ISO/CD 23977-2 (2019)	
Titre	Plastiques – Détermination de la biodégradation aérobie des matières plastiques immergées à l'interface eau de mer / sédiments sableux – Méthode par mesurage de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé	Plastiques — Détermination de la biodégradation aérobie de matériaux plastiques exposés à l'eau de mer — Part 1: Méthode par la détermination de la demande d'oxygène dans un respiromètre fermé.	
Domaine d'application	Plastiques	Plastiques	
Température	15 °C < T°C < 25 °C (précision +/- 1 °C)	15 °C < T°C < 25 °C (précision +/- 1 °C)	
Milieu	Zone sublittorale	Zone eulittorale ou zone pélagique	
Matériau d'essai	Film ou feuille ou poudre (plus difficile pour le maintien à la surface du sédiment)	Film (carrés de 0,2 à 0,5 cm de côté) ou poudre (granulométrie de distribution étroite et de préférence < 250 µm ; Pulvérisation selon ISO 10210)	
	Forme et épaisseur similaire à celle prévue pour l'utilisation finale du produit	masse > 100 mg/L d'eau de mer	
		DThO correspondant à 170 mg/L (ISO 14851) COT équivalent à 60 mg/L (ISO 8245)	
Milieu d'incubation	<ul style="list-style-type: none"> Mesurer le COT, le pH et la teneur en azote du sédiment et de l'eau de mer La teneur en carbone du sédiment doit être située entre 0,1 et 2 % Oxydation préliminaire possible pour réduire la respiration de fond 	<ul style="list-style-type: none"> Mesurer COT, pH, N de l'eau 	
	<p>Inoculum : Sédiments suspendus dans de l'eau de mer</p> <p>Sédiments :</p> <ul style="list-style-type: none"> Prélèvement sous la ligne de basse mer OU dans de grands aquariums publics entretenus. Filtration sur papier filtre pour éliminer l'eau de mer en excès <p>+ Eau de mer</p> <ul style="list-style-type: none"> Naturelle : prélèvement sous la ligne d'eau basse OU dans de grands aquariums publics entretenus ou Artificielle (composition chimique décrite dans la norme) 	<p>Inoculum : Sédiments suspendus dans de l'eau de mer</p> <p>Sédiments :</p> <ul style="list-style-type: none"> Prélèvement sur le même site que l'eau de mer à effectuer selon la norme NF EN ISO 5667-3 Élimination des particules grossières : pas d'indication sur la méthode à utiliser (filtration, tamisage...) <p>+ Eau de mer</p> <ul style="list-style-type: none"> Naturelle : prélèvement et conservation à effectuer selon la norme NF EN ISO 5667-3 	<p>Inoculum : Eau de mer naturelle</p> <p>Eau de mer</p> <ul style="list-style-type: none"> Naturelle : prélèvement et conservation à effectuer selon la norme NF EN ISO 5667-3
Appareillage	Verrerie minutieusement nettoyée et exempte de matière organique ou toxique	Verrerie minutieusement nettoyée et exempte de matière organique ou toxique	
	Appareillage habituel de laboratoire	Appareillage habituel de laboratoire	

	Respiromètre fermé avec fioles biométriques 300 mL dans une pièce thermostatée ou un bain marie	Respiromètre fermé avec fioles biométriques 300 mL dans une pièce thermostatée ou un bain marie
	Equipement analytique pour la mesure de la teneur en nitrates et nitrites	Equipement analytique pour la mesure de la teneur en nitrates et nitrites
	Balance analytique (sensibilité < 0,1 mg), agitateur magnétique, pH-mètre	Balance analytique (sensibilité < 0,1 mg), agitateur magnétique, pH-mètre
Témoins	Positif : filtre de cellulose exempt de cendres	Positif : cellulose microcristalline ou filtres de cellulose exempts de cendres
	Négatif : polymère non biodégradable (par exemple du polyéthylène)	Négatif : polymère non biodégradable (par exemple du polyéthylène)
	L'ensemble des matériaux utilisés en tant que témoin doivent être de la même forme que le matériau de l'essai	
Répétitions	3 réplicats pour l'ensemble des récipients de l'essai (matériau testé, témoins positif et blanc) 3 réplicats pour le témoin négatif (OPTIONNEL)	3 réplicats pour l'ensemble des récipients de l'essai (matériau testé, témoins positif et témoin négatif et blanc)
Technique de mesure	Demande biologique en oxygène (DBO)	Demande biologique en oxygène (DBO)
Calcul et expression des résultats	<ul style="list-style-type: none"> Formule de DBO spécifique (DBOs) fournie et % de biodégradation, Dt: $Dt = \text{DBOs}/\text{DThO} \times 100$ Tableau (DBO mesurée, % Biodégradation pour chaque intervalle de mesure et chaque fiole d'essai) <p>Courbe (DBO mesurée, % Biodégradation vs Temps) pour chaque récipient</p> <ul style="list-style-type: none"> Courbe moyenne 	<ul style="list-style-type: none"> Formule de DBO spécifique (DBOs) fournie et % de biodégradation, Dt: $Dt = \text{DBOs}/\text{DThO} \times 100$ Tableau (DBO mesurée, % Biodégradation pour chaque intervalle de mesure et chaque fiole d'essai) Courbe (DBO mesurée, % Biodégradation vs Temps) pour chaque récipient Courbe moyenne (optionnelle) % biodégradation max (moyenne phase stationnaire ou valeur max) = taux de biodégradation du matériau
	<p>Inspection visuelle : si l'échantillon d'essai est toujours présent, déterminer la masse</p> <p>Il peut s'avérer utile de disposer d'informations relatives à la toxicité du matériau d'essai pour interpréter les résultats d'essai qui indiquent une faible biodégradabilité</p>	
Critère de validité	<ul style="list-style-type: none"> Le taux de biodégradation du matériau de référence est > 60 % après 180 jours La DBO du blanc ne doit pas dépasser la valeur limite définie Les valeurs de DBO des 3 réplicats du blanc sont comprises dans les 20 % de la moyenne à la fin de l'essai La différence de pourcentage de biodégradation des 3 reliquats du matériau d'essai est inférieure à 20 % de la moyenne à la fin de l'essai 	<ul style="list-style-type: none"> Le taux de biodégradation du matériau de référence est > 60 % après 180 jours DBO < limite supérieure définie, qui dépend de l'inoculum. Cas type dans suspension sédimentaire dans eau de mer (1 g/l en masse humide) : DBO de 40-80 mg/l à 6 mois DBO des trois répétitions de blanc dans les 20 % de la moyenne (phase stationnaire ou fin d'essai) Différence de DBO entre réplicats < 20 % à la fin de l'essai ou sur la phase stationnaire Si témoin négatif : aucune DBO significative observée
Seuil recommandé pour le matériau testé	Pas de seuil défini	Pas de seuil défini
Durée de l'essai	2 ans (maximum)	Durée maximale typique : 1 an mais si plateau non atteint et biodégradation en cours : 2 ans
Arrêt précoce de l'essai	Lorsque la DBO atteint un niveau constant (phase stationnaire)	Quand la DBO atteint un niveau constant et que l'on présume que la biodégradation est maximale

L'ensemble des paramètres de l'essai pour les normes ISO 18830 et ISO/CD 23977-2 sont similaires (matériau d'essai, température de l'essai, critère de validité, durée...). Cependant, seul le milieu d'incubation présente une différence : zone sublittorale pour l'ISO 18 830 et zone eulitorale ou pélagique pour l'ISO/CD 29377-2. Ces deux normes, complémentaires, couvrent ainsi tous les milieux d'essai présentés sur la Figure 12.



Les normes ISO 18830 (2017) et ISO/CD 23977-2 (2019) proposent une méthode d'essai pour la mesure de la biodégradation aérobie ultime par suivi de la DBO. Tandis que l'ISO 18830 propose un suivi pour la zone sublittorale, l'ISO/CD 23977-2 s'intéresse aux zones eulittorale et pélagique. Bien que les conditions environnementales et microbiologiques de ces milieux diffèrent, le protocole proposé par ces deux normes est, lui, identique. Or, cette non différenciation peut conduire à une surestimation de la capacité du matériau à se biodégrader.

ISO 18830 (2017) : La norme prévoit l'utilisation d'eau de mer et de sédiments issus du milieu naturel sans toutefois prévoir un prélèvement en accord avec la zone étudiée (pélagique, eulittorale ou sublittorale). Ainsi, pour un essai en zone sublittorale (qui s'étend de 20 à 200 m de profondeur), les sédiments utilisés seront identiques à ceux utilisés pour un essai en zone eulittorale. Cela peut avoir comme effet de ne pas représenter au mieux la biodégradation d'un matériau du fait de la diversité microbiologique pouvant exister selon la profondeur de prélèvement des sédiments.

Il est également prévu par la norme la possibilité d'utiliser de l'eau de mer artificielle à laquelle sera ajoutée un concentré de micro-organismes issus d'eau de mer naturelle ou de bassins et aquariums publics bien entretenus. Si l'on souhaite se rapprocher au plus près des conditions environnementales, il semble impératif d'utiliser exclusivement un milieu d'incubation naturel et non artificiel.

Enfin, le protocole prévoit la possibilité de réaliser l'essai sur un matériau sous forme de poudre, or il est très compliqué d'assurer le maintien du matériau sous cette forme à l'interface eau de mer-sédiments.

ISO 23977-2 (2019) : Dans la partie « préconditionnement » de la norme 23977-2 une phrase du protocole peut porter à confusion ; « The test is performed in batch by incubating the **test substances** with either 90 mL of natural seawater... » alors que les matériaux (essai ou référence) ne sont à introduire qu'après cette phase de préconditionnement, comme clairement détaillé plus loin : « After the pre-conditioning phase open the flasks and add the **test material** either as powder or in the form of a film to the test flasks. ». Il est probable que le terme « test substances » renvoie au milieu d'incubation dans ce cas précis mais cela n'est pas clairement défini.

Le critère « longue phase de latence », condition pour renouveler le milieu (eau et éventuels sédiments) n'est pas clairement explicité. Le démarrage de la phase de biodégradation n'est pas défini quantitativement.

Enfin, il est possible d'ajouter des nutriments favorables au maintien de l'activité bactérienne en début de l'essai et ce tout au long de la phase de latence si cette dernière est suspectée de s'étendre sur une longue période. Il est également fait mention de la possibilité de renouveler le sédiment et l'eau de mer afin de maintenir un milieu le plus favorable aux micro-organismes et ainsi ne pas impacter les mécanismes de biodégradation. Ces possibilités ont l'avantage de limiter l'accumulation de toxines produites par les micro-organismes et se rapprochent des mécanismes rencontrés dans le milieu naturel. Cependant, ces ajouts sembleraient plus pertinents dans le cadre d'un essai mené à des températures comprises sur une plage de 10 °C à 15 °C. En revanche, sur des essais réalisés entre 20 °C et 25 °C (températures les plus souvent demandées), cela pourrait mener à une surestimation de la biodégradabilité du matériau.

Tableau 30 : Comparaison des normes d'analyse et d'essai – biodégradabilité en milieu marin par suivi du CO₂

Normes	NF EN ISO 19679 (2017)	ISO CD 23977-1 (2019)	ISO FDIS 22404 (2019)
Titre	Plastiques – Détermination de la biodégradation aérobie des matières plastiques non-flottantes à l'interface eau de mer / sédiments – Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré	Plastiques — Détermination de la biodégradation aérobie de matériaux plastiques exposés à l'eau de mer — Part 1: Méthode par analyse de l'évolution du dioxyde de carbone	Plastiques – Détermination de la biodégradation aérobie des matériaux non-flottants exposés aux sédiments marins – Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré
Domaine d'application	Plastiques	Plastiques	Plastiques
Température (°C)	entre 15 et 25 °C (± 2 °C)	entre 15 et 25 °C, sans dépasser 28 °C (± 1 °C)	entre 15 et 25 °C, sans dépasser 28 °C (± 1 °C)
Milieu	Zone sublittorale	Zone eulittorale ou pélagique	zone eulittoral ou pélagique
Matériau d'essai	Film ou feillard perforé régulièrement sous forme de disque Diamètre des disques < diamètre fiole Quantité ≥ 100 mg/L et ≤ 300 mg/L d'EDM et sédiments soit environ 60 mg/L de COT Détermination du COT et de la ThCO ₂	Film : carrés de 0,2 à 0,5 cm de côté Poudre : granulométrie de distribution étroite et si possible < 250 µm Quantité ≥ 100 mg/L et ≤ 300 mg/L d'EDM et sédiments soit environ 60 mg/L de COT mmax limitée par l'apport d'oxygène dans la fiole	Poudre ≤ 250 µm de préférence ou film ou feuille perforés de manière homogène Prévoir une masse de matériau ≥ 25 mg et ≤ 75 mg/100 g sédiments
Milieu d'incubation	Inoculum : Sédiments suspendus dans de l'eau de mer - 30 g de sédiment humide : Prélèvement sous la ligne d'eau basse OU dans de grands aquariums publics entretenus. + - 70 mL d'eau de mer • Naturelle : prélèvement sous la ligne d'eau basse OU dans de grands aquariums publics entretenus ou • Artificielle (composition chimique décrite dans la norme) Le matériau étudié est déposé sur le sédiment et maintenu à l'aide d'un couvre objet possédant une maille de 1,8 mm x 1,6 mm → Possibilité d'ajouter des nutriments pour renforcer la diversité microbienne Pré-incubation : possible pendant 7 jours. Analyse de l'inoculum : mesure des paramètres COT, pH, teneur en azote du sédiment : la teneur en C comprise entre 0,1 % et 2 %	Inoculum : Eau de mer naturelle Prélèvement et conservation à effectuer selon la norme NF EN ISO 5667-3 Ou Inoculum : Sédiments suspendus dans de l'eau de mer • Sédiments : prélèvement sur le même site que l'eau de mer à effectuer selon la norme NF EN ISO 5667-3. Élimination des particules grossières : pas d'indication sur la méthode à utiliser (filtration, tamisage...) + • Eau de mer naturelle : prélèvement et conservation à effectuer selon la norme NF EN ISO 5667-3 Pré-incubation : agitation en conditions pendant une semaine Analyse de l'inoculum : Mesurer COT (mg/L), pH, N total (mg/L), salinité de l'eau et des éventuels sédiments	Inoculum : Eau de mer naturelle Prélèvement sous la ligne de basse mer OU dans de grands aquariums publics entretenus Ou Inoculum : Sédiments suspendus dans de l'eau de mer - Sédiments : prélèvement sous la ligne de basse mer (à plusieurs endroits possibles pour augmenter la variabilité microbienne) OU dans de grands aquariums publics entretenus. Avant utilisation, les sédiments seront ressuyés par filtration sur filtre grossier + Eau de mer naturelle Prélèvement sous la ligne de basse mer OU dans de grands aquariums publics entretenus ou Artificielle (composition chimique décrite dans la norme) Le rapport carbone organique et azote C/N du sédiment sera situé entre 10 et 40 (ajouter NH ₄ Cl ou NaNO ₃ si ce n'était pas le cas) → Des nutriments peuvent être ajoutés pour renforcer la diversité microbienne Pré-incubation : pré-traitement oxydatif par agitation douce Analyse de l'inoculum : Mesurer le COT, le pH et la teneur en azote du sédiment et de l'eau de mer
Appareillage	Flacons d'essais de 250 mL, en verre Bécher en verre placé en espace de tête, contenant une solution de capture de CO ₂ émis (10 mL de Ba(OH) ₂ à 0,025 N ou 3 mL de KOH à 0,5 N)	Fioles biométriques en verre de 300 mL ou autres si ne modifient pas les conditions environnementales Contenant pour absorption CO ₂ : bécher dans l'espace de tête (10 mL Ba(OH) ₂ 0,025 N ou 3 mL KOH 0,5 N) Dispositif analytique précis pour déterminer CO ₂ (analyseur de CO ₂ ou de CID ou titration après absorption dans une solution basique)	Flacons d'essais fermables de manière étanche (2 à 4 litres) mis à l'obscurité en salle thermostatée ou au bain-marie Contenants en verre pour le capteur de CO ₂ (100 cc de Ba(OH) ₂ 0,025 N ou 30 cc de KOH 0,5 N)



Contrôle positif	Filtre de cellulose sans cendre sous la même forme que le matériau d'essai si possible	Cellulose microcristalline ou filtre de cellulose sans cendres : COT, taille, consistance comparable au matériau de l'essai	Cellulose microcristalline ou filtre de cellulose sans cendres sous la même forme que le matériau d'essai si possible
Contrôle négatif	Polymère non biodégradable (ex PE) sous la même forme que le matériau d'essai	Matériau non biodégradable (e.g. PE) : taille, consistance comparable au matériau de l'essai	Polymère non biodégradable (ex PE) sous la même forme que le matériau d'essai
Répétitions	triplicats	triplicats	triplicats
Technique de mesure	Mesure de la quantité de CO ₂ libéré : À chaque mesure on détermine le % de biodégradation (D _t) résultant du quotient de la différence entre le CO ₂ produit par chaque fiole et celui produit par le blanc, divisé par le ThCO ₂ puis multiplié par 100	Mesure de la quantité de CO ₂ libéré : À chaque mesure on détermine le % de biodégradation (Dt) résultant du quotient de la différence entre le CO ₂ produit par chaque fiole et celui produit par le blanc, divisé par le ThCO ₂ puis multiplié par 100. En sommant chaque Dt de Dt à 0 jour (début d'essai) à Dt à n jours (fin d'essai) on obtient une courbe de biodégradation	Mesure de la quantité de CO ₂ libéré : Le taux de biodégradation maximum est déterminé par le rapport entre le résultat de la mesure et la quantité théorique de CO ₂ susceptible d'être libéré (ThCO ₂) Les quantités de CO ₂ libérés des 3 réplicats du blanc doivent être compris dans les 20% de la moyenne de la phase stationnaire ou en fin d'essai. La différence de biodégradation des 3 réplicats du matériau de référence doit être ≤ à 20 % de la moyenne à la fin de l'essai
Validité de l'essai	Témoin positif > 60 % biodégradation après 180 jours. Le CO ₂ libéré par les blancs à l'issue des 6 mois < 3,5 mg de CO ₂ /g de sédiment Ecart triplicat Biodégradation du matériau de référence n'est pas supérieur à 20 % de la moyenne.	Écart sur les mesures à la fin de l'essai < 20 % de la moyenne (< 100 mg CO ₂ /L en fin d'essai) Un minimum de 60 % pour le témoin positif après 180 jours et l'écart entre les répétitions de cellulose est inférieur à 20:% de la moyenne	La biodégradation du matériau de référence doit être ≥ 60 % après 180 jours Le CO ₂ émis par le blanc ne doit pas dépasser 3,5 mg CO ₂ /g de sédiment ressuyé après 6 mois et jusqu'à la fin du test
Seuil recommandé pour le matériel testé	Pas de seuil défini	Pas de seuil défini	Pas de seuil défini
Durée de l'essai	24 mois	12 mois, possibilité de poursuivre jusqu'à 24 mois	24 mois, ou avant si le plateau est atteint

Les normes ISO 19679 (2017) et ISO 23977-1 (2019) étant identiques (à la méthode de mesure près : DBO vs libération de CO₂) aux normes ISO 18830 et ISO/CD 23977-2, l'analyse critique de ces normes est identique à celle présentée ci-dessus.

ISO 19679 : Le système d'essai est présenté dans la norme ISO 14852. Il serait préférable que le système soit directement présenté dans la norme pour éviter l'achat de norme tierce.

ISO FDIS 22404 : Au même titre que la norme ISO/DIS 22403, la remarque sur l'ajout de nutriments favorables au maintien de l'activité bactérienne s'applique également dans le cadre de la norme ISO/FDIS 22404.

10.5. Normes d'analyses et d'essais pour la désintégration : présentation synthétique et analyse critique

Parmi toutes les normes d'analyse et d'essai de biodégradation en milieu marin retenues, une seule se situe dans un milieu naturel. La norme ISO/DIS 22766 décrit un test de désintégration et ne peut en aucun cas être utilisée dans la détermination d'une quelconque biodégradabilité du matériau testé (cet aspect étant traité dans la norme ISO 22403).

Les principales informations relatives à la norme ISO/DIS 22766 sont reportées dans le Tableau 31.

Tableau 31 : Principaux éléments de la norme ISO/DIS 22766

Référence	ISO / DIS 22766	
Date de Parution	Approuvé pour passage en FDIS (juin 2019)	
Titre	Plastiques : Détermination du degré de désintégration de matériaux plastique en milieu marin dans des conditions d'étude du milieu naturel	
Matrice concernée	Plastiques	
Objectifs	Détermination du degré de désintégration en conditions réelles dans deux milieux d'incubation : la zone eulittorale et la zone néritique. Remarque : la zone pélagique (colonne d'eau) et zones côtières peu profondes se sont pas concernées.	
Principe	Le matériau est fixé sur un cadre et maintenu par un filet sur ses deux faces. Les cadres sont placés : <ul style="list-style-type: none"> - dans la zone eulittorale : les matériaux sont soumis aux marées et à des conditions environnementales fortement fluctuantes - dans la zone néritique : à l'interface entre les sédiments et l'eau de mer où les conditions environnementales sont supposées être moins rudes <p>Quelle que soit la zone d'incubation, deux méthodes de détermination de la désintégration sont couvertes :</p> <ul style="list-style-type: none"> - la gravimétrie - l'analyse d'image (photogrammétrie) 	
	Gravimétrie Pesée des matières résiduelles retenues sur tamis de 2 mm de vide de maille Détermination du degré de désintégration Di par comparaison à la masse initiale de l'échantillon	
	Photogrammétrie Pesée des matières résiduelles retenues sur tamis de 2 mm de vide de maille Détermination du degré de désintégration Di par comparaison à la surface initiale de l'échantillon	
Matériau d'essai	De forme identique à celle de son utilisation finale, de préférence en film, et éventuellement en plaque ou mousse	
	Aucun prétraitement (thermique ou radiatif), qui pourrait amorcer ou accélérer la désintégration	
	Dimensions 260 mm x 200 mm et épaisseur 25 à 30 µm	
Milieu d'incubation	<u>Zone eulittorale</u> <ul style="list-style-type: none"> • Zone protégée des aléas météorologiques (tempêtes, vagues extrêmes) • Bien que protégée, la zone doit rester connectée à la haute mer • Absence de pollution (pétrole, pesticides...) • Éloigné des zones de rejets (e.g. traitement des eaux usées, rejets ferme aquacole...) • Zone soumise à la marée (alternance des conditions d'assèchement / humidification) 	<u>Zone néritique</u> <ul style="list-style-type: none"> • Absence de pollution (pétrole, pesticides...) • Éloigné des zones de rejets (e.g. traitement des eaux usées, rejets ferme aquacole...) • Présence de courants marins assurant un bon renouvellement de l'oxygène dissous, des nutriments qui interviennent dans les mécanismes de la désintégration • Fond marin à une profondeur située entre 20 et 200 m (recommandation : -20 à -40 m) • Le site de l'essai doit présenter des conditions d'érosion, d'exposition à la lumière et de variation de température les plus faibles possible
Appareillage	Bac de 90 L de type « pot » en plastique non dégradabile Voir Annexe normative A	Système d'ancrage sur le fond marin Voir Annexe normative B
	<ul style="list-style-type: none"> • Cadre : en matériau plastique non dégradabile et dimensions (en mm) extérieures 260 x 200 et intérieures 200 x 160 • Filet : de maille 2 mm (ASTM E11) en matériau plastique non biodégradable (e.g. PA, PE, PP) 	
	Gravimétrie <ul style="list-style-type: none"> • Étuves pour le séchage à 105 °C des résidus collectés • Tamis 10 mm et 2 mm de vide de maille 	
	Photogrammétrie <ul style="list-style-type: none"> • Scanner ou appareil photo • Logiciel de traitement d'image (e.g. ImageJ, Gimp) 	
	(Optionnel) Matériel nécessaire au suivi (manuel ou automatique) des paramètres physico-chimiques (pH, T°C, salinité, O ₂ , N, CT, total-P)	
Témoins	Témoin positif : PHBH : poly(3-hydroxybutyrate-co-hexanoate) Témoin négatif : PE-LD : polyéthylène basse densité	
Répétitions	Au moins en 5 exemplaires par matériau	



Analyse des échantillons	<ul style="list-style-type: none"> • Un suivi photographique (début et fin d'expérimentation) est réalisé pour chaque répliquats. • Suivi des paramètres physico-chimiques (OPTIONNEL) au début, à mi-parcours et à la fin de l'expérimentation. • Un échantillon doit être écarté de l'analyse si le cadre, et a fortiori le maillage protecteur, apparait endommagé • Avant analyse les échantillons sont rincés à l'eau de mer (prélevée sur site) puis stockés individuellement à 4 °C dans des récipients hermétiquement fermés contenant la même eau de mer. • La norme recommande l'analyse sous deux jours des échantillons.
Calcul et expression des résultats	<p style="text-align: center;">Gravimétrie</p> <p>L'impact du biofouling doit être pris en compte et un screening minutieux doit être réalisé avant l'étape de tamisage afin d'isoler le fouling du matériau</p> <p>Degré de désintégration $D_i = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$</p> <p>Avec m_1 la masse initiale du film et m_2 la masse finale retenue après tamisage</p> <hr/> <p style="text-align: center;">Photogrammétrie</p> <p>Degré de désintégration $D_i = \frac{ROI_{dis} - ROI_{fold}}{TEA} \times 100$</p> <p>avec ROI_{dis} : surface désintégrée, ROI_{fold} : surface du polymère et TEA : surface totale exposée à l'essai (320 cm² dans la présente norme)</p>
Critère de validité	néant
Preuve d'activité biologique	(<i>Optionnel</i>) Un degré de désintégration du témoin positif supérieur à 40 % démontre que l'environnement marin est biologiquement actif.
Durée de l'essai	La désintégration est déterminée après 3 ans. D'autres durées (plus courtes ou plus longues) peuvent être envisagées sur des échantillons supplémentaires (5 répliquats par analyse supplémentaire)
Arrêt précoce de l'essai	Si des analyses supplémentaires, avant l'issue de la période de 3 ans, révèlent une masse restante après tamisage à 2 mm inférieure à 10 % de la masse initiale ou que le pourcentage de surface perdue suite à l'analyse photogrammétrique est supérieur à 90 %, alors l'essai peut être arrêté.

Les essais étant réalisés en milieu naturel de nombreuses difficultés émergent sur les aspects de praticité des méthodes proposées pour le suivi de la désintégration.

Le milieu d'incubation pour la zone sublittorale est défini pour des profondeurs allant de 20 m à 200 m. Cela implique l'intervention d'une équipe de plongeurs pour la mise en place de l'essai puisque ces derniers doivent être fixés dans le plancher océanique. Si l'on ajoute à cela la possibilité de réaliser des observations intermédiaires aux deux points obligatoires (t_0 et t_{final}) les contraintes techniques s'intensifient. Il est important de noter que l'essai s'étend sur une durée de 3 ans et cela multiplie donc les risques que des facteurs non maîtrisables (perte des supports, faune, mouvement de sédiments...) ne viennent perturber voire invalider l'essai. Le côté optionnel d'observations intermédiaires devenant ainsi une quasi-obligation si l'on ne veut pas risquer de perdre 3 ans de travail.

De plus, il est précisé que si la désintégration du matériau de référence n'atteint pas 40 % après 3 ans d'essai, alors il est recommandé de reconduire l'essai dans une autre zone. Cela paraît peu réaliste.

Le matériau de référence présenté (PHBH, film de 25 à 30 µm d'épaisseur et fourni par Kaneka) s'avère, à notre connaissance, ne pas être commercialisé, ni facile à se procurer. Il serait donc approprié de noter une référence positive facilement disponible.

Le matériau testé doit, à l'issue des 3 ans de l'essai, présenter un taux de désintégration supérieur à 90 %. Comment justifier que le matériau de l'essai doit se désintégrer à hauteur d'au moins 90 % alors que la valeur seuil à atteindre pour la référence positive (e.g. poly(3-hydroxybutyrate-co-hexanoate)) est de 40 % seulement.

Bien qu'étant la seule norme proposant la réalisation d'essai de désintégration en milieu marin *in situ*, prenant en compte la zone sublittorale et eulittorale, il est pertinent de se demander ce qu'apporte de tels essais en comparaison avec la difficulté liée à la mise en place et au suivi.

Enfin, même si la nécessité de réaliser des essais de désintégration en milieu eau de mer est discutable, il apparaît important de travailler à la simplification de tels essais afin de répondre au mieux aux besoins des utilisateurs.

Enfin, la norme ne présente pas de rubrique « validité des résultats » bien qu'un seuil soit donné pour le matériau de référence et le matériau d'essai.

10.6. Bilan milieu marin

Le milieu marin est un milieu complexe à reproduire de par la diversité des environnements rencontrés : milieu solide avec le sable, milieu liquide avec l'eau de mer, milieu solide/liquide lorsque le test simule l'interface entre les sédiments et l'eau de mer... Or, en fonction du matériau testé (nature chimique, densité...), le choix du milieu d'incubation peut se révéler d'une importance primordiale sachant qu'il se doit d'être le plus représentatif des conditions de fin de vie supposées du matériau. Par exemple, selon que le matériau aura tendance à flotter ou à couler, le test sera réalisé en conditions de zone pélagique, qui simulent la colonne d'eau, ou en conditions de zone sublittorale. Dans la pratique, d'autres paramètres d'ordre biologique, comme le développement d'un biofilm à la surface du matériau va changer le comportement initial du matériau testé qui deviendra alors plus lourd et aura tendance à couler. Une norme de spécifications idéale devrait inclure ces deux cas de figure.

Un autre paramètre fondamental à prendre en considération est la présence ou non d'oxygène dans la zone considérée. Ainsi, les zones eulittorale et sublittorale (ou benthique) sont en réalité deux zones du milieu marin bien distinctes (voir Figure 12). La zone eulittorale, qui correspond à la zone d'estran du littorale, est en contact quasiment permanent avec l'oxygène. A l'inverse, dans la zone sublittorale, qui correspond à la zone des sédiments enfouis, la quantité d'oxygène est minime voire inexistante. Or, dans toutes les normes existantes et présentées dans ce rapport, aucune distinction n'est faite entre ces deux milieux, tous les tests étant réalisés en conditions aérobies alors que les essais sensés simuler la zone sublittorale devraient logiquement être réalisés en conditions anaérobies. Ceci remet fortement en question la représentativité des tests proposés dans les différentes normes existantes, y compris celles encore à l'état de projet.

Quelques commentaires généraux :

- L'utilisation d'eau de mer artificielle est préconisée dans la plupart des normes. Pourtant, la communauté scientifique s'accorde à dire qu'il est impératif d'utiliser de l'eau de mer naturelle qui contient un consortium complexe de microorganismes aptes à réaliser le processus de biodégradation pour tous les tests en milieu marin, permettant ainsi de se rapprocher des conditions environnementales. De plus, dans le cas d'eau de mer synthétique se pose la question de l'inoculum qui doit quant à lui toujours être issu de l'eau de mer naturelle. Aucune indication n'est apportée concernant la méthode de préparation de cet inoculum (centrifugation, filtration membranaire, etc.), ni le facteur de dilution utilisé pour réaliser les essais de biodégradation en eau de mer. Il s'agit là d'une lacune importante qui mérite d'être soulignée.
- La température de l'essai est également un paramètre clé pour la représentativité de l'essai et dans la majorité des cas, elle peut s'avérer trop élevée par rapport au milieu naturel. Cependant, la durée de l'essai dépend de la température et il n'est pas possible de maintenir des incubations en milieu liquide très longtemps. Il y a donc un compromis à trouver entre la température et la durée de l'essai en proposant par exemple deux plages de température en fonction du milieu étudié : de 15 à 25°C pour les zones eulittorales et pélagiques, et de 10 à 15°C pour la zone sublittorale.

Pour conclure, il est important de souligner qu'en dehors de l'ASTM 7081 qui a été annulée et de la norme à venir ISO DIS 22403 qui est la seule à fixer un seuil de performance pour le critère biodégradation mais sans aucun autre critère d'exigence, le milieu marin ne possède **aucune norme de spécifications** conforme aux attentes de ce type de norme. En plus du critère de biodégradation en milieu marin, une norme de spécifications en milieu marin devrait inclure des exigences supplémentaires comme dans le cas des normes de spécifications relatives au milieu compost ou sol (NF EN 13432, NF T51-800, NF U52-001), à savoir une analyse de la composition et un contrôle des constituants et des tests d'évaluation de l'écotoxicité marine sur différents niveaux trophiques.

Pour chaque norme étudiée dans cette étude, des recommandations sont proposées ci-dessous (Tableau 32). Des recommandations de révision sont également apportées.



Tableau 32 : tableau récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu eau de mer

		Milieu	Représentativité de l'essai	Facilité de mise en œuvre	Etude impact environnemental	Recommandations de révision
Spécifications	ASTM D7081-05	pélagique	✓	✓	✓ ✗	Ecotoxicité prise en compte mais l'évaluation pourrait être renforcée à trois niveaux trophiques pertinents au milieu marin.
	ISO/DIS 22403*	eulittorale	✓	✓	✗	Pour être considéré comme une norme de spécifications, il manque des exigences telles que l'analyse de la composition ainsi que le suivi de l'écotoxicité. Pour le test en zone sublittorale : baisser la température de l'essai et se placer en conditions anaérobies
		sublittorale	✗	✓	✗	
Analyses et Essais	ISO 18830:2016	sublittorale	✗	✓	NC	Baisser la température de l'essai et se placer en conditions anaérobies. Aucune précision sur la préparation de l'inoculum dans le cas d'utilisation d'une eau de mer synthétique
	ISO 19679:2016	sublittorale	✗	✓	NC	Baisser la température de l'essai et se placer en conditions anaérobies. Aucune précision sur la préparation de l'inoculum dans le cas d'utilisation d'une eau de mer synthétique
	ISO FDIS 22404:2019*	eulittorale	✓	✓	NC	Pas de recommandations particulières
		pélagique	✓	✓	NC	
	ISO/CD 23977-1*	eulittorale	✓	✓	NC	Pas de recommandations particulières
		pélagique	✓	✓	NC	
	ISO/CD 23977-2*	eulittorale	✓	✓	NC	Pas de recommandations particulières
		pélagique	✓	✓	NC	
ISO/DIS 22766*	eulittorale	✓	✗	NC	Pour le test en zone eulittorale : mise en œuvre rendue difficile par la possibilité d'accéder à une zone d'estran réservée à l'expérimentation. Pour le test en zone sublittorale : baisser la température de l'essai et se placer en conditions anaérobies.	
	sublittorale	✗	✗	NC		

*Les textes non finalisés, à des stades parfois précoces de rédaction sont susceptibles d'être modifiés substantiellement avant leur publication. Leur analyse a toutefois semblé pertinente car le contenu de ces textes préfigure le cadre normatif en vigueur dans un futur proche. CD : Comité draft (projet de comité), DIS : Draft for International Standard (projet de norme internationale), FDIS : Final Draft for International Standard (projet final de norme internationale).

✓ : Evaluation positive. (La norme constitue une base intéressante. Les recommandations de révision ne remettent pas en cause sa pertinence.)

✗ : Evaluation négative.

NC : Non concerné. Note : les protocoles d'analyse et d'essais relatifs à l'évaluation de la biodégradation n'ont pas vocation à la prise en compte de l'impact environnemental.

11. Bilan

L'étude sur la revue des normes relatives à la biodégradabilité des plastiques dans les filières de valorisation de déchets que sont le compostage industriel et domestique et la méthanisation, et dans les milieux naturels ouverts comme le sol, l'eau douce et l'eau de mer, a permis de dresser un panorama exhaustif **des normes existantes** dans le domaine et de clarifier leurs articulations parfois complexes et redondantes entre certaines normes. L'analyse critique de ces normes a permis de préciser les points forts de ces textes et les opportunités d'amélioration.

Rappelons que différentes normes permettent d'encadrer l'étude de la biodégradabilité des plastiques. Les normes de **spécifications**, lorsqu'elles existent, définissent les exigences requises pour les plastiques biodégradables. Pour chaque exigence, **la norme de spécifications** précise, en s'appuyant sur une ou plusieurs **normes d'analyses et d'essais**, la méthode et les seuils. **Les normes de spécifications** préconisent l'utilisation d'une méthode définie dans une norme d'analyse et d'essai et peuvent par ailleurs stipuler des compléments et/ou modifications (par exemple température ou durée différentes...) si les conditions particulières du milieu considéré le nécessitent.

Dans le cas de l'étude de la biodégradabilité des plastiques, les **exigences** que l'on retrouve sont les suivantes :

- **Caractérisation** du matériau d'essai, connaissance et maîtrise des constituants de ce matériau,
- **Biodégradabilité**,
- **Désintégration** (en composts uniquement actuellement),
- **Qualité du produit final** (caractérisation et écotoxicité).

L'ensemble de ces mesures et essais constituent le programme d'essais lié à l'évaluation de la biodégradabilité d'un matériau dans le milieu considéré (méthanisation, compostage, sol, eau douce, eau de mer).

L'inventaire des normes a permis de répertorier 58 références. Pour certaines références, il s'agit d'un même texte transposé de l'ISO en norme française, c'est ainsi en réalité 45 normes différentes répertoriées.

Comme le montre le Tableau 33, les textes existants sont principalement des normes d'analyses et d'essais à 73 %. Il y a peu de normes fondamentales et peu de norme de spécifications : pour les milieux eau douce et pour la méthanisation aucune norme de spécifications n'a été répertoriée.

Les domaines les plus pourvus sont très largement le compostage et l'eau de mer. Pour l'eau de mer, les références sont récentes et parfois encore en cours d'élaboration (cf. paragraphe 10) puisque près de la moitié des normes répertoriées sont en cours de conception.

La sélection a été réalisée par milieu de façon à cibler les textes jugés les plus pertinents. Au total, 29 normes ont été sélectionnées pour être analysées. La répartition du panel des 29 normes étudiées est présentée à la Figure 15 et respecte les proportions de répartition de l'inventaire réalisé (Figure 14).

Tableau 33 : Inventaire et sélection des normes – répartition par milieu et typologie de norme

Typologie	Inventaire				Sélection			
	F	S	A/E	Tot.	F	S	A/E	Tot.
Méthanisation	0	0	6	6	0	0	6	6
Compostage industriel et compostage domestique	0	4	9	13	0	4	5	9
Sol	0	3	3	6	0	2	2	4
Eau douce	0	0	4	4	0	0	2	2
Eau de mer	0	2	10	12	0	2	6	8
Tous milieux	3	0	1	4	0	0	0	0
TOTAL	3	9	33	45	0	8	21	29

Typologie des normes (cf. 3.1) : F : Fondamentale ; S : Spécifications ; A/E : Analyses et Essais



Figure 14 : Répartition des normes par milieu et type de norme

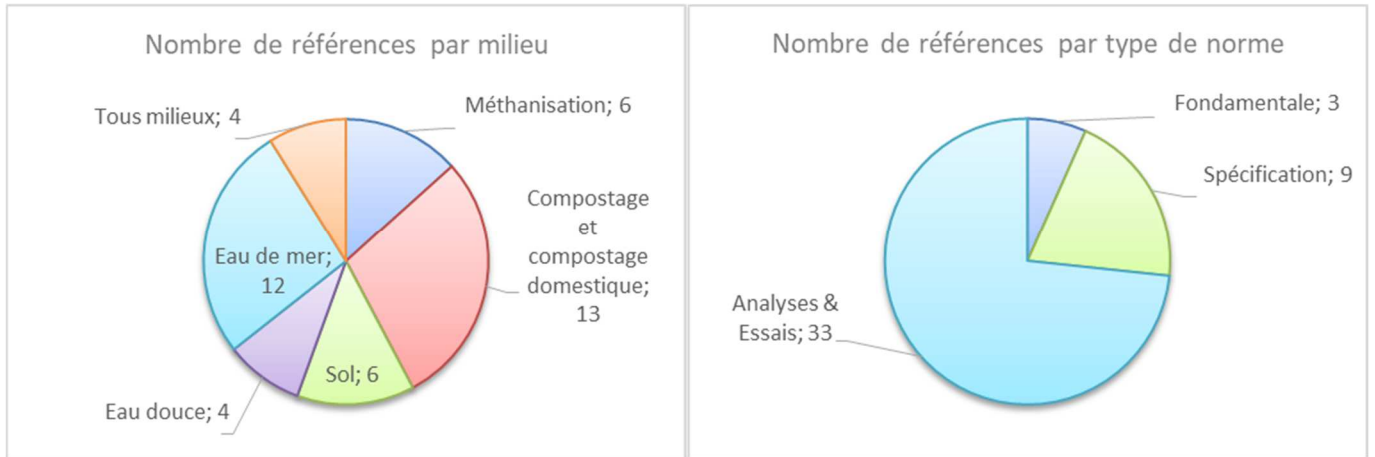
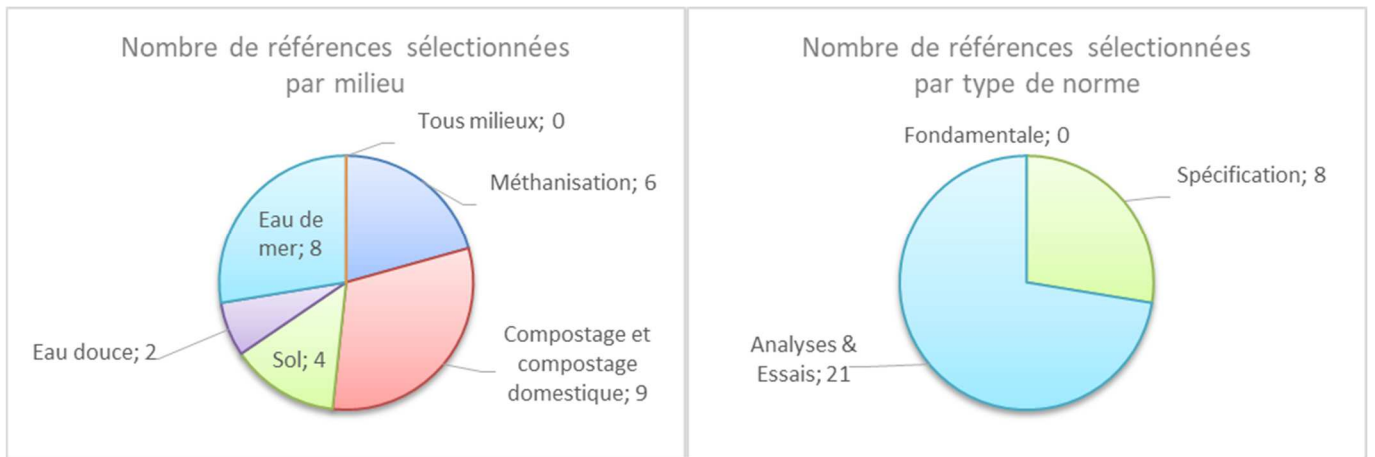


Figure 15 : Répartition des normes sélectionnées par milieu et type de norme



Il est important de noter que toutes ces normes sont d'application volontaire, aucune n'étant obligatoire.

A noter qu'en plus de ces références normatives, il existe également des certifications privées (marques de conformité), dont la plus répandue en France est celle délivrée par TÜV AUSTRIA qui propose cinq labels concernant la biodégradabilité (OK compost INDUSTRIAL, OK compost HOME, OK biodegradable SOIL, OK biodegradable WATER et OK biodegradable MARINE) ou DIN CERTCO. Ces certifications établissent leurs propres exigences (programmes d'essais) en se basant bien entendu sur les normes référencées ci-dessus. Ces certifications reposent sur l'instruction d'un dossier pour chaque produit demandant une certification comprenant la réalisation des essais par des laboratoires reconnus. Des contrôles peuvent être réalisés.

Il est difficile de savoir aujourd'hui quelles sont les normes les plus utilisées. En effet, la boutique en ligne de l'AFNOR propose un classement des normes les plus vendues lors des recherches mais cet indicateur se base uniquement sur les ventes de normes réalisées par le site AFNOR qui ne concerne que les ventes individuelles et ne comprend pas les ventes liées aux abonnements de grands comptes. Par ailleurs, les ventes ne sont pas forcément en lien avec l'utilisation (les producteurs de matériau n'achètent pas forcément les normes d'essai qu'ils font réaliser par des laboratoires qui eux ne les achètent qu'une fois).

En termes de popularité, la NF EN 13432 : 2000, norme de spécifications du milieu compostage industriel, est clairement la norme la plus importante. Elle est d'ailleurs parfois utilisée pour des domaines d'application hors de son champ d'application, le compostage industriel. D'ailleurs si on considère au sens strict son champ d'application, elle ne concerne que les emballages mais est utilisée dans les faits pour toutes sortes d'objets et dans différents milieux.

Nous avons obtenu les statistiques de certification délivrées par TÜV AUSTRIA et PolyBioAid (l'APESA ne réalise aujourd'hui que les essais en milieu compostage industriel et compostage domestique).

Depuis le début d'activité de TÜV AUSTRIA (ex Vinçotte), ont été délivrées (il s'agit des certifications délivrées et non des demandes de certification) :

- En milieu compostage industriel (OK compost INDUSTRIAL) : 1900 certifications, soit 70 %,
- En milieu compostage domestique (OK compost HOME) : 800 certifications, soit 29 %,
- En milieu eau de mer (OK biodegradable MARINE) : 24 certifications, soit 1 %.

Depuis 2005, POLYBIOAID (SerpBio) a délivré les certifications suivantes :

- Compostage industriel : 88 % (NF EN 14995 = 49 % ; NF EN 13432 = 39 %),
- Compostage domestique : 0 % (NF T51-800) pour l'instant (Par contre réalisation fréquentes d'analyses partielles de respirométrie ou désintégration),
- Milieu sol : 12 % (NF U52-001 = 12 % ; NF EN 17033 = 0 %. A noter qu'Ecocert n'accepte la recommandation de films qui aurait la NF EN 17033, la demande devrait donc évoluer.)

Ces données sont une réponse partielle de l'utilisation des normes puisque beaucoup de demande d'essai concerne des parties de programme dans le cadre de développement R&D ou pour des questions de coût notamment.

Il apparait cependant que la majorité des demandes concernent aujourd'hui les milieux compostage industriel et compostage domestique.

La quantité de références normatives est donc très importante (Tableau 33) et mêlées aux certifications privées, il n'est pas simple de comprendre les garanties des différentes références que l'on peut voir indiquées sur les produits plastiques.

Le premier travail d'analyse des normes a été mené par milieu et a consisté à préciser l'articulation des normes entre elles, de façon à identifier les manques éventuels, notamment en ce qui concerne les normes de spécifications, ainsi que les relations entre les différents textes.

Le Tableau 34 récapitule le panorama global des normes ayant trait à la biodégradation des plastiques et leur répartition par milieu et par exigence.



Tableau 34 : Tableau récapitulatif du panorama des normes concernant la biodégradation des plastiques

	MILIEU	METHANISATION	COMPOSTAGE INDUSTRIEL	COMPOSTAGE DOMESTIQUE	SOL	EAU DOUCE	EAU DE MER	
SPECIFICATION		Néant	NF EN 13432 NF EN 14995 ISO 17088	NF T51-800	NF EN 17033 NF U52-001	Néant	ASTM D7081 (annulée) ISO DIS 22403	
ANALYSE ET ESSAIS OU LIGNES DIRECTRICES	CARACTERISATION	Néant	Paramètres et seuils fixés par les normes de spécifications	Paramètres et seuils fixés par les normes de spécifications	Paramètres et seuils fixés par les normes de spécifications	Néant	Paramètres et seuils fixés par les normes de spécifications	
	BIODEGRADABILITE	NF EN ISO 14853 NF EN ISO 15985 ISO 13975 ASTM D5511-18 ASTM D5526-18 ASTM D5210-07 (annulée)	NF EN ISO 14855-1 et 2 (compost) NF EN ISO 14851 et 14852 (eau douce)	NF EN ISO 14855-1 et 2 (compost) NF EN ISO 14851 et 14852 (eau douce)	NF U52-001 (annexe F) NF EN ISO 14851 ou 14852 NF EN 14046 (NS) EN ISO 17556	NF EN ISO 14851 NF EN ISO 14852	NF EN ISO 18830 NF EN ISO 19679 ISO FDIS 22404 ISO 14851 et 14852 ISO 14855 (NS) ASTM D6400 (NS) ASTM D5538 (NS) ASTM D6002 (NS) ASTM D6691 (NS)	
	DESINTEGRATION	Néant	NF EN 14045 PR NF EN ISO 16929 NF EN ISO 20200	NF EN 14045 PR NF EN ISO 16929 NF EN ISO 20200	Néant	Néant	Néant	ISO DIS 22766
	QUALITE DU MILIEU	Néant	Paramètres et seuils fixés par les normes de spécifications	Paramètres et seuils fixés par les normes de spécifications	Paramètres et seuils fixés par les normes de spécifications	Néant	Paramètres et seuils fixés par les normes de spécifications	
	ECOTOXICITE	Néant	OCDE 208 (NS)	OCDE 208 (NS) ISO 11269 (NS)	OCDE 208 (NS) ISO 11269 (NS)	OCDE 208 (NS) ISO 11268-1 et 2 (NS) NF EN ISO 8692 (NS) NF EN ISO 11268-1 (NS) NF 11269-2 (NS) NF ISO 15685	Néant	Polytox, microtox, toxicité aigue (NS)

En gris : les normes citées dans les normes de spécifications mais non étudiées dans l'étude.

Les différents milieux étudiés sont pourvus de façon très inégale en normes et notamment en norme de spécifications (cf. Tableau 34). **Les normes de spécifications sont pourtant indispensables pour définir les exigences définissant la biodégradabilité d'un plastique dans le milieu concerné : méthode, durée et taux de biodégradation notamment. Les normes d'analyses et d'essais ne sont que des méthodes d'analyse et ne sont pas suffisantes pour établir la biodégradabilité d'un plastique.**

Afin de cadrer au mieux l'étude de la biodégradabilité dans les différents milieux, il est donc impératif qu'il existe une norme de spécifications pour chaque milieu, ce qui n'est pas le cas aujourd'hui pour les milieux méthanisation, eau douce et eau de mer. Pour le milieu eau de mer, les seules normes de spécifications existantes ne sont pas aujourd'hui en vigueur : l'ASTM D7081 a été annulée et l'ISO DIS 22403 est en cours de préparation.

Par ailleurs, en l'absence de norme d'application obligatoire, il serait préférable, pour rendre plus simple la compréhension de l'organisation, qu'il n'existe qu'une seule norme de spécifications pour chacun des milieux (ou conditions). De façon générale, la multiplicité des références rend difficile, pour les utilisateurs (producteurs de plastiques, acheteurs, consommateurs), la compréhension des normes existantes ainsi que les exigences et garanties portées par ces normes.

Il est important que les exigences décrites dans les normes de spécifications soient adaptées à chaque milieu et qu'elles soient suffisantes pour prouver et garantir la biodégradation des plastiques dans le milieu considéré. Une observation peut être faite concernant le fait de veiller à ce que ces normes soient applicables d'un point de vue technique mais également économique, sans quoi elles seraient de fait non utilisées par les industriels et laboratoires. Rappelons d'ailleurs qu'elles sont toutes aujourd'hui d'application volontaire.

Ces **normes de spécifications** doivent impérativement définir :

- Préciser les termes techniques de façon claire et homogène d'une norme à l'autre, notamment « biodégradabilité » et « plastique biodégradable ».
- Des exigences en matière de caractérisation du matériau d'essai : spécifier les concentrations maximales pour les métaux lourds en se référant notamment aux réglementations en vigueur. Les exigences pour ce point peuvent être identiques quel que soit le milieu.
- Des exigences d'évaluation de la biodégradabilité ultime et également, pour les milieux présentant une contrainte de durée de traitement (compostage et méthanisation), d'évaluation de la désintégration, en s'appuyant sur des normes d'analyses et d'essais dédiées et adaptées au milieu considéré.
- Des exigences de qualité de milieu, notamment en termes d'écotoxicité qui, pour les filières de valorisation doivent prendre en compte les différentes valorisations de produits finis.
- Des durées d'essai cohérentes avec la biodégradation dans le milieu (certains milieux ont une activité microbienne moins importante et conduisent donc une vitesse de biodégradation plus lente).
- Des seuils permettant de garantir une biodégradation satisfaisante du matériau.

Les **normes d'analyses et d'essais** préconisées doivent être également adaptées à chaque milieu pour prendre en compte ses particularités. Les protocoles d'analyse et d'essais doivent être suffisamment représentatifs du procédé naturel de biodégradation (volume d'essai suffisant, format du matériau d'essai, nature et traitement des inocula...). Pour l'étude de la biodégradation des plastiques, le choix de l'inoculum est un enjeu majeur. Les protocoles doivent proposer systématiquement un contrôle du déroulement des essais avec des vérifications de l'activité de l'inoculum, un témoin sur une substance de référence (témoin positif). Il est également important de préciser la tolérance d'écart de résultat entre les répétitions et la réalisation d'essais en triplicata est à privilégier.

Par ailleurs, que ce soit pour **les normes de spécifications ou d'analyses et d'essais**, il est important que ces dernières soient révisées régulièrement (cas notamment de la norme de spécifications NF EN 13432 qui est la plus utilisée et qui date de 2000). Une révision régulière des normes permettrait de les faire évoluer en termes de méthodes et de réglementation au niveau International (seuils en métaux ou de biodégradabilité par exemple). Les créations et les révisions des normes se font dans le cadre de groupes de normalisation internationaux auxquels tous les experts d'un domaine peuvent participer. Les normes étant la résultante d'un consensus international, des concessions sont parfois nécessaires. Il est indispensable que des experts européens, et notamment français, s'impliquent activement dans ces groupes pour que ces normes évoluent pour mieux répondre aux attentes réglementaires et aux recommandations des acteurs et parties prenantes de la filière. Il serait judicieux d'engager des groupes de travail sur la normalisation intégrant les différentes parties prenantes ; associations, industriels, laboratoires, collectivités, pouvoirs publics.

Enfin, on peut se poser la question de l'application de ces normes, de leur affichage par les utilisateurs et des éventuels contrôles. Hormis pour les marques de conformité privées telles que les logos délivrés par la société autrichienne TÜV AUSTRIA ou encore DIN CERTCO, où un audit des résultats obtenus et des contrôles périodiques sont réalisés, aucun contrôle n'est réalisé de façon systématique sur ces affichages et sur les méthodes réellement appliquées. D'éventuels abus en la matière pourraient avoir des retombées négatives notamment en termes d'acceptabilité et de confiance vis-à-vis des plastiques biodégradables. Il semble donc important de faire évoluer ce cadre réglementaire autour de la biodégradation des plastiques et de communiquer sur ce que garantissent ou ne garantissent pas ces normes ainsi que les logos et affirmations affichés par les industriels sur leurs produits finis.

L'analyse des normes réalisée dans le cadre de cette étude a montré qu'en général (hormis pour le milieu eau douce), **les normes existantes sont plutôt pertinentes même si des recommandations de révision ont été proposées** : les protocoles existants de caractérisation, de biodégradation et de désintégration sont adaptés et jugés plutôt représentatifs ; pour les milieux pourvus de normes de spécifications, les seuils de biodégradation sont suffisamment élevés pour garantir la bio-assimilation intégrale du matériau plastique, ceci pour une durée définie, dans les conditions de l'essai.

Il est admis qu'en situation réelle, les conditions risquent d'être parfois plus défavorables (températures plus faibles notamment), ce qui pourrait engendrer un allongement de la durée nécessaire pour atteindre ce niveau de biodégradation totale par rapport à ce qui peut être obtenu en conditions de laboratoire, donnant lieu à la formation de micro-plastiques **biodégradables** de façon **transitoire**. L'étude de l'ADEME⁶⁵ sur la biodégradabilité de plastiques en compostage domestique l'illustre en montrant que, suivant les pratiques et les saisons, les résultats de biodégradation en conditions réelles de compostage ont pu être identiques aux résultats laboratoires (biodégradation des plastiques en un an quand les bonnes pratiques sont appliquées (brassage, humidité, etc.) en composteur fermé et avec des températures extérieures proches de celles définies dans la norme, soit 25°C environ (-/+ 5°C)) ou ont montré un allongement de la durée nécessaire à l'atteinte des résultats de laboratoire (absence ou lacunes dans les pratiques de compostage, températures basses), avec, dans les deux cas, l'observation de fragments de moins de 2mm tolérés dans les exigences de la norme NF T51-800. La preuve de biodégradation ultime faite pour les plastiques biodégradables permet de garantir le caractère transitoire d'éventuels résidus. La question est de savoir quel est le temps de persistance de ces micro-plastiques biodégradables dans l'environnement et quel est leur impact sur l'écosystème pendant ce laps de temps. A ce jour, il n'existe pas de références bibliographiques permettant de répondre à ces questionnements. Des études plus approfondies devront être menées de façon par exemple à définir un abaque de temps permettant de relier la biodégradabilité définie en milieu laboratoire à celle obtenue en conditions réelles. Ce type d'abaque existe par exemple pour la minéralisation du carbone où trois mois d'essai laboratoire correspondent à un an en conditions terrain. Il est important de mettre en regard le comportement et l'impact des micro-plastiques générés par la dégradation des plastiques conventionnels dont la persistance dans l'environnement ne peut pas être qualifiée de transitoire par rapport à ceux provenant de la dégradation/biodégradation des plastiques biodégradables. Leur aptitude à la bioassimilation (biodégradation ultime) limite ainsi leur accumulation dans l'environnement et donc les effets négatifs qui peuvent en découler.

Par ailleurs, la problématique de l'éventuelle écotoxicité résultant de la biodégradation des plastiques biodégradables est prise en compte dans toutes les normes de spécifications existantes (cf. Tableau 34) mais de façon inégale en fonction des milieux. En effet, en milieu compostage par exemple, l'évaluation de l'écotoxicité se limite à une mesure de phytotoxicité (germination et croissance) alors qu'en milieu sol, d'autres tests sont proposés en complément comme des essais sur vers de terre (toxicité aiguë ou chronique), sur la nitrification dans les sols et sur la croissance algale dans l'eau. En milieux aqueux de nombreux tests existent également et pourraient être intégrés. Ces essais ne sont pas toujours détaillés dans des normes mais plutôt dans des lignes directrices (guidelines OCDE). De manière générale, les guidelines OCDE sur l'écotoxicité proposent des cadres méthodologiques pour la réalisation des essais mais doivent être complétées (par la norme de spécifications) pour ce qui est des modalités d'essai (modalités, répétitions, doses...). Les normes ISO ou CEN sont beaucoup plus complètes et sont à privilégier.

L'analyse des normes d'écotoxicité existantes n'a pas été réalisée dans le cadre de cette étude. Il serait nécessaire de réaliser une étude sur le sujet de façon à identifier les tests les plus adaptés à l'étude de l'écotoxicité dans les différents milieux, en prenant en considération les différents niveaux trophiques de chacun des milieux. A noter que ces tests sont souvent onéreux, il est donc important de vérifier que les essais sont suffisamment sensibles pour justifier leur utilité et ne pas gonfler inutilement les budgets des programmes d'essai. Par ailleurs, il serait pertinent

⁶⁵ ADEME, OrgaNeo, RITMO Agroenvironnement, Microhumus, 2019/06. Compostage domestique et industriel des sacs plastiques compostables domestiquement et des sacs en papier – Synthèse. 13 pages.

d'homogénéiser les tests préconisés en fonction des milieux : les composts et digestats étant valorisés par épandage sur les sols, les mêmes tests pourraient être envisagés pour ces milieux et le milieu sol, voire même le milieu aqueux pour prendre en compte la lixiviation. Les tests pour le milieu eau de mer sont par contre spécifiques. Enfin, ces essais d'évaluation de l'écotoxicité pourraient être complétés par des analyses de composés à fort impact environnemental comme par exemple les perturbateurs endocriniens.

La recherche doit permettre d'améliorer les protocoles normés tout en gardant à l'esprit qu'il est illusoire de parvenir à simuler parfaitement les conditions environnementales complexes et infiniment variées des différents milieux, de façon à obtenir une réponse de la biodégradabilité « parfaite ».

Le rôle des normes est de proposer des conditions normalisées, reproductibles et comparables qui permettent, à partir d'un référentiel de consensus, de fixer des garanties concernant l'évaluation de la biodégradabilité des plastiques dans les différents milieux. On observe également la nécessité que ces protocoles et exigences soient raisonnablement réalisables techniquement et économiquement, faute de quoi ils seraient de fait non utilisés, rappelons que toutes ces normes sont à ce jour d'application volontaire.

Il ressort de cette étude que, malgré les recommandations de révision formulées dans ce document, lorsqu'elles existent, les normes de spécifications qui encadrent l'évaluation de la biodégradation des plastiques sont pertinentes, exigeantes (notamment en terme de seuil) et globalement adaptées aux différents milieux.

L'évaluation de l'écotoxicité est prise en compte systématiquement par ces normes bien que de façon partielle et non homogène. L'analyse des normes d'écotoxicité existantes n'a pas été réalisée dans le cadre de cette étude et une étude complémentaire serait nécessaire de façon à identifier les tests les plus adaptés.

Les normes d'analyses et d'essais décrivant les méthodes d'essai, notamment pour les essais de biodégradabilité, existent pour tous les milieux, et hormis pour le milieu eau douce, sont jugées pertinentes et adaptées.

Même s'il doit encore être amélioré (normes de spécification manquantes et évaluation de l'écotoxicité plus complète et homogène), ce cadre normatif fixe un cadre sérieux pour l'évaluation de la biodégradabilité des plastiques et peut être un bon référentiel pour mettre au point les normes de spécifications manquantes. La validation des exigences des normes de spécifications existantes garantit l'atteinte des seuils concernant la mesure, en conditions de laboratoire, de la biodégradation et de l'écotoxicité (même partielle), que tous les plastiques, en particulier conventionnels, ne peuvent pas valider.

Aujourd'hui, les preuves de la pollution due au plastique proviennent exclusivement des plastiques non biodégradables. Les efforts pour les collecter et les valoriser, par recyclage en particulier, s'intensifient. Pour certains secteurs, des mesures ont été prises ou sont en train d'être renforcées pour limiter les impacts négatifs des produits en plastique et fragments persistants dans l'environnement. Dans les mesures les plus récentes, on peut ainsi citer les travaux pour la mise en place d'un « socle commun d'innocuité » dans le cadre du volet agriculture de la Feuille de Route pour l'Economie Circulaire, permettant d'encadrer les polluants dans les matières fertilisantes, dont les microplastiques.

Depuis 2002, la mise sur le marché européen de certains plastiques (notamment les pièces entrant dans les équipements électriques et électroniques) est couverte par la directive « *Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronic equipment* » RoHS⁶⁶ qui indique des seuils de concentration en cadmium, plomb ou retardateurs de flammes bromés sont proposés. En dehors du périmètre géographique et temporel d'application de la directive RoHS, les plastiques conventionnels peuvent contenir des additifs reconnus pour être toxiques qui, en se désorbant du matériau, peuvent causer des effets potentiellement écotoxiques, nocifs pour les organismes marins et la santé humaine comme le montre les études récentes^{67,68}. Toutefois, ces plastiques ne sont pas destinés à une fin de vie dans l'environnement, même s'ils peuvent s'y retrouver.

⁶⁶ [Directive 2002/95/CE](#) du Parlement européen et du Conseil relative à la limitation de l'utilisation de certaines substances dangereuses dans les équipements électriques et électroniques

⁶⁷ Cormier et al. 2019. Multi-laboratory hazard assessment of contaminated microplastic particles by means of enhanced fish embryo test with the zebrafish (*Danio rerio*). *Frontiers in Environmental Science*, 7 | Article 135 doi: 10.3389/fenvs.2019.00135

⁶⁸ Rodriguez et al. 2019. Impacts of plastic products used in daily life on the environment and human health: What is known? *Environmental Toxicology and Pharmacology* 72 (2019) 103239



Rendre tous les plastiques possédant un risque de se retrouver dans l'environnement biodégradables n'est pas la solution actuellement envisagée ni par l'Europe et ni par la France⁶⁹. Une réflexion est menée sur les typologies de produits pour lesquelles le matériau plastique est le plus pertinent et pour lesquelles l'aptitude à la biodégradabilité possède un intérêt (et dans quel(s) milieu(x)).

La présente étude éclairera donc les producteurs, les utilisateurs et les donneurs d'ordre sur les garanties liées à l'appellation « plastiques biodégradables » et sur les pistes d'amélioration concernant les méthodes et les exigences présentes dans les normes existantes.

12. Références bibliographiques

Normes ASTM (ordre chronologique) :

ASTM D7081-05, 2005, Standard Specification for Non-Floating Biodegradable Plastics in the Marine Environment (Withdrawn 2014), ASTM International

ASTM D5210-92, 2007, Standard Test Method for Determining the Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials in the Presence of Municipal Sewage Sludge (Withdrawn 2016), ASTM International

ASTM D 5338, 2015, Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Controlled Composting Conditions, Incorporating Thermophilic Temperatures, ASTM International

ASTM D6691-17, 2017, Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials in the Marine Environment by a Defined Microbial Consortium or Natural Sea Water Inoculum, ASTM International

ASTM D5526-18, 2018, Standard Test Method for Determining Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Accelerated Landfill Conditions, ASTM International

ASTM D5511-18, 2018 Standard Test Method for Determining Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials Under High-Solids Anaerobic-Digestion Conditions, ASTM International

ASTM D6954-18, 2018, Standard Guide for Exposing and Testing Plastics that Degrade in the Environment by a Combination of Oxidation and Biodegradation, ASTM International

ASTM D5988-18, 2018, Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials in Soil, ASTM International

Normes NF, NF EN et NF EN ISO (ordre chronologique) :

FD CEN/TR 15351, 2007, Plastiques - Guide pour le vocabulaire dans le domaine des polymères et des produits plastiques dégradables et biodégradables, Editeur AFNOR

NF EN ISO 846, 1997, Plastiques - Évaluation de l'action des micro-organismes. Editeur AFNOR

NF EN 13432, 2000, Emballage - Exigences relatives aux emballages valorisables par compostage et biodégradation - Programme d'essai et critères d'évaluation de l'acceptation finale des emballages. Editeur AFNOR

NF EN 14046, 2003, Emballage - Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux d'emballage dans des conditions contrôlées de compostage - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré, Editeur AFNOR

NF EN 14045, 2003, Emballage - Évaluation de la désintégration des matériaux d'emballage lors d'essais à usage pratique dans des conditions de compostage définies, Editeur AFNOR

NF EN 14047, 2003, Emballage - Détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux d'emballage dans un milieu aqueux - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré, Editeur AFNOR

NF EN 14048, 2003, Emballage - Détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux d'emballage dans un milieu aqueux - Méthode de mesure de la demande d'oxygène dans un respiromètre fermé, Editeur AFNOR

NF U52-001, 2005, Matériaux biodégradables pour l'agriculture et l'horticulture - Produits de paillage - Exigences et méthodes d'essai, Editeur AFNOR

NF EN 14987, 2007, Plastiques - Évaluation de l'aptitude des plastiques à être éliminés dans des stations de traitement des eaux usées - Plan d'essai pour acceptation finale et spécifications. Editeur AFNOR

NF EN 14995, 2007, Matières plastiques - Évaluation de la compostabilité - Programme d'essais et spécifications, Editeur AFNOR

NF EN ISO 14855-1, 2013, 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. Editeur AFNOR

⁶⁹ Loi AGECE du 10 février 2020 <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000041553759&categorieLien=id>

NF T51-800, 2015, Plastiques - Spécifications pour les plastiques aptes au compostage domestique, Editeur AFNOR

NF EN ISO 20200, 2016, Plastiques - Détermination du degré de désintégration de matériaux plastiques dans des conditions de compostage simulées lors d'un essai de laboratoire, Editeur AFNOR

NF EN ISO 10210, 2017, Plastiques - Méthodes de préparation des échantillons pour les essais de biodégradation des matériaux plastiques, Editeur AFNOR

NF EN ISO 14853, 2017, Plastiques - Évaluation de la biodégradabilité anaérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux - Méthode par détermination de la production de biogaz, Editeur AFNOR

NF EN ISO 15985, 2017, Plastiques - Évaluation de la biodégradation anaérobie ultime dans des conditions de digestion anaérobie à teneur élevée en solides - Méthode par analyse du biogaz libéré, Editeur AFNOR

NF EN 13592, 2017, Sacs en plastique pour la collecte des déchets ménagers - Types, exigences et méthodes d'essai, Editeur AFNOR

NF EN ISO 19679, 2017, Plastiques - Détermination de la biodégradation aérobie des matières plastiques non-flottantes à l'interface eau de mer/sédiments - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré - Plastiques - Détermination de la biodégradation aérobie des matières plastiques non flottantes dans une interface eau de mer/sédiments - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré, Editeur AFNOR

NF EN ISO 18830, 2017, Plastiques - Détermination de la biodégradation aérobie des matières plastiques immergées à l'interface eau de mer/sédiments sableux - Méthode par mesurage de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé, Editeur AFNOR

NF EN ISO 14852, 2018, Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré, Editeur AFNOR

NF EN 17033, 2018, Plastiques - Films de paillage biodégradables thermoplastiques pour utilisation en agriculture et horticulture - Exigences et méthodes d'essai - Plastiques - Films de paillage biodégradables pour utilisation en agriculture et horticulture - Exigences et méthodes d'essai. Editeur AFNOR

NF EN 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 - 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. Editeur AFNOR

NF EN ISO 14852, 2018, Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux - Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré, Editeur AFNOR

NF T54-981, 2019, Plastiques - Films de routage en plastique pour la confection de plis pour traitement automatique dans le réseau postal - Spécifications de fabrication et préconisations d'utilisation, Editeur AFNOR

NF EN ISO 16929, 2019, Plastiques - Détermination du degré de désintégration des matériaux plastiques dans des conditions de compostage définies lors d'un essai à échelle pilote, Editeur AFNOR

NF EN ISO 14851, 2019, Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux - Méthode par détermination de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé, Editeur AFNOR

PR NF EN ISO 16929, 2019, Plastiques - Détermination du degré de désintégration des matériaux plastiques dans des conditions de compostage définies lors d'un essai à échelle pilote

Normes ISO (ordre chronologique) :

ISO 16221, 2001, Qualité de l'eau — Lignes directrices pour la détermination de la biodégradabilité en milieu marin

ISO 17088, 2012, Spécifications pour les plastiques compostables

ISO 472, 2013, Plastiques — Vocabulaire

ISO 18606, 2013, Emballage et environnement — Recyclage organique

ISO 15314, 2018, Plastiques. Méthodes d'exposition aux intempéries marines - Plastics. Methods for marine exposure

ISO 13975, 2019, Plastiques - Évaluation de la biodégradabilité anaérobie ultime des matériaux plastiques dans des systèmes de digestion de boue contrôlés - Méthode par mesurage de la production de biogaz

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

ISO/FDIS 23977-1, 2019, Plastics — Determination of the aerobic biodegradation of plastic materials exposed to seawater — Part 1: Method by analysis of evolved carbon dioxide

ISO/FDIS 23977-2, 2019, Plastics — Determination of the aerobic biodegradation of plastic materials exposed to seawater — Part 2: Method by measuring the oxygen demand in closed respirometer



ISO/DIS 22766, 2019, Plastics — Determination of the degree of disintegration of plastic materials in marine habitats under real field conditions

ISO FDIS 22404, 2019, Plastiques — Détermination de la biodégradation aérobie des matériaux non flottants exposés aux sédiments marins — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré

ISO DIS 22403, 2019, Plastiques — Évaluation de la biodégradabilité aérobie inhérente et de la sécurité environnementale des matériaux non flottants exposés à des inocula marins dans des conditions de laboratoire et mésophiles — Méthodes d'essai et exigences

Autre :

AC T51-808, 2012, Plastiques - Évaluation expérimentale de l'oxobiodégradabilité de matériaux polyoléfiniques sous forme de films - Méthodologie et exigences, Editeur AFNOR

INDEX DES TABLEAUX ET FIGURES

TABLEAUX

Tableau 1 : Exemple de composition d'un matériau à base de polypropylène (polymère non biodégradable).....	10
Tableau 2 : Exemple de composition d'un matériau à base de PVC (polymère non biodégradable).....	11
Tableau 3 : Résultats de la recherche des normes sur le site AFNOR, par mots clés.	20
Tableau 4 : Liste des normes fondamentales.....	22
Tableau 5 : Liste des normes – milieu méthanisation	24
Tableau 6 : Comparaison des normes – milieu méthanisation	27
Tableau 7 : Récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnés en milieu méthanisation	32
Tableau 8 : Liste des normes – milieu compostage	33
Tableau 9 : Liste des normes – écotoxicité	35
Tableau 10 : Comparaison des normes de spécifications – milieu compostage industriel	37
Tableau 11 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais relatives à l'évaluation de la biodégradabilité en milieu compost	41
Tableau 12 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais relatives à l'évaluation de la désintégration en milieu compost	44
Tableau 13 : Récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu compostage industriel	47
Tableau 14 : Liste des normes – spécifiques milieu compostage domestiques	49
Tableau 15 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais relatives à l'évaluation de la biodégradabilité en milieu compost	50
Tableau 16 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais relatives à l'évaluation de la désintégration en compostage domestique	53
Tableau 17 : Récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu compostage domestique	57
Tableau 18 : Liste des normes – milieu sol	58
Tableau 19 : Comparaison des normes de spécifications NF U52-001 et NF EN 17033 relatives aux matériaux biodégradables pour l'agriculture et l'horticulture	60
Tableau 20 : Comparaison de l'annexe F de la norme de spécifications NF U52-001 et de la norme d'analyses et d'essais NF EN 17556 relatives à la détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans le sol	63
Tableau 21 : Liste des normes – milieu sol – norme spécifique à l'oxobiodégradabilité	68
Tableau 22 : présentation de l'accord de spécifications AC T51-808 relatif à l'évaluation expérimentale de l'oxobiodégradabilité de matériaux polyoléfiniques sous forme de films	69
Tableau 23 : tableau récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu sol	74
Tableau 24 : Liste des normes – milieu eau douce	75
Tableau 25 : Comparaison des normes d'analyses et d'essais ISO 14851 (2019) et ISO 14852 (2019) relatives à l'évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux	76
Tableau 26 : tableau récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu eau douce	80
Tableau 27 : Liste des normes – milieu eau de mer	82
Tableau 28 : Principaux éléments des normes de spécifications en milieu marin	84
Tableau 29 : Comparaison des normes d'analyse et d'essai – biodégradabilité en milieu marin par suivi de la DBO	86
Tableau 30 : Comparaison des normes d'analyse et d'essai – biodégradabilité en milieu marin par suivi du CO ₂	89
Tableau 31 : Principaux éléments de la norme ISO/DIS 22766	91
Tableau 32 : tableau récapitulatif de l'analyse des normes sélectionnées en milieu eau de mer	94
Tableau 33 : Inventaire et sélection des normes – répartition par milieu et typologie de norme.....	95
Tableau 34 : Tableau récapitulatif du panorama des normes concernant la biodégradation des plastiques	98
Tableau 35 : Codification des normes : organisme	108
Tableau 36 : Codification des normes : zone géographique	108
Tableau 37 : Codification des normes : type de document	109
Tableau 38 : Codification des normes : étape de validation	109
Tableau 39 : Codification des normes : autres abréviations	109



FIGURES

Figure 1 : Processus de biodégradation des plastique.....	13
Figure 2 : Infographie « des océans de plastiques ».....	15
Figure 3 : Système de classification des polymères en fonction de son origine et de sa biodégradabilité ou non.....	16
Figure 4 : Répartition des différents milieux dans lesquels la biodégradation des plastiques peut avoir lieu selon l'agressivité du milieu (activité de biodégradation). Source : adapté d'OWS.....	17
Figure 5 : Architecture des normes selon leur typologie.....	18
Figure 6 : Articulation des normes – milieu méthanisation	25
Figure 7 : Répartition des normes autour de la biodégradabilité en méthanisation en fonction de la teneur en Matières Sèches (% MS) et de la température (mésophile vs thermophile).....	26
Figure 8 : Panorama des normes dans le domaine du compostage industriel (NS : Non Sélectionné pour l'analyse)	36
Figure 9 : Panorama des normes domaine du compostage domestique.....	49
Figure 10 : Schéma illustrant l'articulation des normes utilisées pour évaluer la biodégradabilité des plastiques en sol	59
Figure 11 : Articulation des normes – milieu eau douce.....	76
Figure 12 : représentation des différentes normes relatives au milieu marin en fonction du milieu d'incubation	83
Figure 13 : Schéma d'articulation des 2 normes de spécifications relatives au milieu marin	83
Figure 14 : Répartition des normes par milieu et type de norme	96
Figure 15 : Répartition des normes sélectionnées par milieu et type de norme	96

SIGLES ET ACRONYMES

ADEME	Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie
ADP	Adénosine DiPhosphate
ATEE	Association Technique Energie Environnement
ATP	Adénosine TriPhosphate
BMP	Biochemical Methan Potential
BNPP	Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie
CD	Comitte draft (projet de comité)
CET	Centre d'Enfouissement Technique
CID	Carbone Inorganique Dissous
CPG	Chromatographie en Phase Gazeuse
CRE	Capacité de Rétention en Eau
DIS	Draft for International Standard (projet de norme internationale)
EN	European Norm
FDIS	Final Draft for International Standard (projet final de norme internationale)
IRTF	InfraRouge à Transformée de Fourier (spectroscopie)
ISDND	Installation de Stockage des Déchets Non Dangereux
ISO	International Organization for Standardization
JORF	Journal Officiel de la République Française
MS	Matière Sèche
MSV	Matière Sèche Volatile
NC	Non Concerné
NF	Norme Française
OCDE	Organisation de coopération et de développement économiques
PB	Produit Brut
PHB	poly(b-hydroxybutyrate)
POLYBIOAID	Polymères Biodégradables - Aide
STEP	Station d'Épuration



ANNEXE : Système de codification des normes

Source : PROME Guillaume. Signification des Références dans les Titres de Norme. In : Qualitiso.com [en ligne]. (modifié le 07/04/2014). Disponible sur <<https://www.qualitiso.com/normes-nom-abreviations/>> (Consulté le 08/08/2019).

Le code d'une norme comporte des abréviations relatives à différentes informations : l'organisme à l'origine de la rédaction, la zone géographique concernée par le document, le type document, l'étape courante dans le cycle de rédaction.

- Organismes à l'origine de la norme (ou du document) :

Abréviation	Signification	Exemple
CEN	Comité Européen de Normalisation	FD CEN /TR 14739
ETSI	European Telecommunication Standards Institute	AC ETSI /TS 101456
IEEE	Institute of Electrical and Electronics Engineers	ISO/ IEEE 11073
IEC	International Electrotechnical Commission	ISO/ IEC 11801
ISO	International Organization for Standardization	ISO 14001
UTE	Union Technique de l'Electricité	UTE C18-510

Tableau 35 : Codification des normes : organisme

On constate que des « **combinaisons** » sont possibles, par exemple avec l'IEEE 11073 (qui concerne la communication entre dispositifs médicaux sur le site des soins) a été rédigée par l'**IEEE**, adoptée par l'**ISO** et ses membres (ISO/IEEE 11073), puis par le **CEN** (CEN ISO/IEEE 11073).

- Zone géographique d'applicabilité

Avoir une indication sur la zone géographique ne veut pas forcément dire que la norme devient d'application obligatoire, simplement qu'elle a été adoptée dans la zone décrite. Cela peut également vouloir dire que la norme est spécifique à un pays (auquel cas il n'y a pas d'autre référence géographique dans le titre).

Abréviation	Signification	Zone	Exemple
BS	British Standards	Royaume uni	BS EN 1024
DIN	Deutsches Institut für Normung	Allemagne	DIN EN ISO 9001
EN	European Norm	Europe	EN ISO 14122-3
NBN	Bureau de Normalisation	Belgique	NBN EN ISO 6946
NF	Norme Française	France	NF C 15-100
SN	Schweizerische Normen	Suisse	SN EN 206-1

Tableau 36 : Codification des normes : zone géographique

- Type de document

Tous les documents ne sont pas des normes, on trouve également :

Abréviation	Signification	Exemple
AC	Accord	AC X50-178
BP	Bonne Pratique	BP X30-120
CWA	CEN Workshop Agreement (accord d'atelier du CEN)	CWA 14169
FD	Fascicule de Documentation	FD X50-176

GA	Guide d'Application	GA A36-355
IWA	ISO Workshop Agreement (accord d'atelier de l'ISO)	IWA 2:2007
PR	PRojet de norme	PR NF s70-003-3
XP	norme eXPerimentale	XP CEN TS 16165

Tableau 37 : Codification des normes : type de document

- L'étape dans le cycle de validation d'une norme internationale (ou d'un document)

Les informations sont présentées dans l'ordre chronologique des étapes de rédaction d'une norme internationale :

Abréviation	Signification	Exemple
WD	Working Draft (projet de travail)	ISO/WD 16245
CD	Comitte draft (projet de comité)	ISO/CD 9001
PAS	Publicly Available Specification (spécifications disponible publiquement)	ISO/PAS 28007
DIS	Draft for International Standard (projet de norme internationale)	ISO/DIS 15686-5
FDIS	Final Draft for International Standard (projet final de norme internationale)	ISO/FDIS 13485
TR	Technical Report (rapport technique)	ISO/TR 16982
TS	Technical Specification (spécifications technique)	ISO/TS 16949

Tableau 38 : Codification des normes : étape de validation

Remarque: certains documents complètent ou se substituent à d'autres : ISO/**PAS** au lieu d'un **CD**, ISO/**TS** ou ISO/**TR** (pour un document non normatif) en complément d'un **DIS**.

D'autres règles sont appliquées pour construire le titre d'une norme, voici les plus courantes:

Information	Format	Exemple
Amendement	titre/Amendement	NF EN 1970/A1
Date de validation	titre:date	NF EN 60601-1:2007-01
Partie(s) de norme	titre-partie-sous partie	NF EN 60601-2-38
Correctif	AC:date	EN ISO 10993-1:2009 AC:2010

Tableau 39 : Codification des normes : autres abréviations



L'ADEME EN BREF

L'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) participe à la mise en œuvre des politiques publiques dans les domaines de l'environnement, de l'énergie et du développement durable. Elle met ses capacités d'expertise et de conseil à disposition des entreprises, des collectivités locales, des pouvoirs publics et du grand public, afin de leur permettre de progresser dans leur démarche environnementale. L'Agence aide en outre au financement de projets, de la recherche à la mise en œuvre et ce, dans les domaines suivants : la gestion des déchets, la préservation des sols, l'efficacité énergétique et les énergies renouvelables, les économies de matières premières, la qualité de l'air, la lutte contre le bruit, la transition vers l'économie circulaire et la lutte contre le gaspillage alimentaire.

L'ADEME est un établissement public sous la tutelle conjointe du ministère de la Transition Ecologique et Solidaire et du ministère de l'Enseignement Supérieur, de la Recherche et de l'Innovation.

<https://www.ademe.fr/>

LES COLLECTIONS DE L'ADEME



ILS L'ONT FAIT

L'ADEME catalyseur : Les acteurs témoignent de leurs expériences et partagent leur savoir-faire.



EXPERTISES

L'ADEME expert : Elle rend compte des résultats de recherches, études et réalisations collectives menées sous un regard.



FAITS ET CHIFFRES

L'ADEME référent : Elle fournit des analyses objectives à partir d'indicateurs chiffrés régulièrement mis à jour.



CLÉS POUR AGIR

L'ADEME facilitateur : Elle élabore des guides pratiques pour aider les acteurs à mettre en œuvre leurs projets de façon méthodique et/ou en conformité avec la réglementation



HORIZONS

L'ADEME tournée vers l'avenir : Elle propose une vision prospective et réaliste des enjeux de la transition énergétique et écologique, pour un futur désirable à construire ensemble.



REVUE DES NORMES SUR LA BIODEGRADABILITE DES PLASTIQUES

L'évaluation du caractère biodégradable des plastiques est encadrée par des normes, nombreuses et variées. Cette multitude de références normatives très techniques rend difficile l'identification des exigences et donc des garanties liées à l'appellation « plastiques biodégradable ».

Cette revue des normes sur la biodégradabilité des plastiques a pour objectif de faire l'inventaire des normes existantes et d'analyser les textes les plus pertinents de façon notamment à identifier les préconisations d'amélioration.

Le périmètre de l'étude couvre toute la gamme de normes, internationales ISO, européenne CEN et française NF, en lien avec la biodégradabilité des plastiques et de leurs composants, quelle que soit l'origine des polymères (bio-sourcés ou pétro-sourcés).

Les milieux étudiés sont les filières de traitement de déchets que sont le compostage industriel, le compostage domestique et la méthanisation, et les milieux naturels : sol, eau douce et eau de mer.

Les normes de spécifications sont indispensables pour définir les exigences définissant la biodégradabilité d'un plastique dans le milieu concerné : méthode, durée et taux de biodégradation notamment.

Seuls les milieux compostage industriel, compostage domestique et sol sont pourvus en normes de spécifications. Elles sont manquantes pour les milieux méthanisation, eau douce et eau marine.

Les normes d'analyses et d'essais pour tous les milieux hormis eau douce et les normes de spécifications existantes sont globalement pertinentes et des pistes d'amélioration sont fournies dans ce rapport pour aller plus loin.

L'évaluation de l'écotoxicité est prise en compte de façon partielle et non homogène et une étude complémentaire serait nécessaire de façon à identifier les tests les plus adaptés pour chaque milieu.

