

Biodégradabilité et/ou Compostabilité ?

Aussois 20-24 janvier 2014

César, Guy
Président du SERPBIO
<http://serpbio.fr>

Avant-propos :

Mon matériau est biodégradable...est-il compostable?

Mon matériau est compostable...est-il biodégradable?

Nombre d'industriels se posent encore ce genre de question.

Tenter d'expliquer au mieux ce qu'est la biodégradabilité et le compostage est le sujet de l'article qui suit. Nous verrons ainsi que ces termes ne peuvent se comprendre qu'à la lumière de normes, véritables consensus d'actions des acteurs¹ des filières concernées. On comprendra pourquoi la biodégradabilité en conditions particulières de compostage n'est qu'un des éléments définissant la compostabilité.

I) La biodégradation

I.1) Introduction

Toutes les matières organiques (basées sur la chimie du carbone organique (liaisons -C-C- et -C-H)) sont susceptibles d'être progressivement dégradées par des voies diverses (physiques, chimiques, biologiques) jusqu'à se réduire à des molécules aussi simples que l'eau, le gaz carbonique, le méthane, et des minéraux divers (azote, phosphore, soufre etc...) constituants initiaux des matières organiques. A ce titre, on peut affirmer que toutes les matières organiques sont biodégradables...à condition qu'on y mette le temps nécessaires : de quelques jours à quelques semaines pour de l'amidon, de quelques semaines à quelques mois pour un PBAT ou un PHA, plusieurs centaines d'années pour un PET ou un PE

Sur un plan environnemental il est intéressant, pour éviter des accumulations et des dispersions de particules, d'utiliser des polymères dont la fin de vie est caractérisée par une biodégradation rapide.

La mesure « précise » du degré et de la vitesse de biodégradation d'un matériau² est toujours à ce jour un domaine très controversé. Le seul moyen de rester impartial dans ce domaine, est de se référer à des normes issues de la concrétisation des travaux de recherches des laboratoires.

¹ Scientifiques, industriels, distributeurs, consommateurs...

² Très dépendante de facteurs extérieurs tels que le type de milieu d'incubation, la température, l'oxygénation, l'humidité, les types de populations microbiennes, etc...

I.2) Les définitions de la biodégradation

Il existe un grand nombre de définitions de la biodégradation mais toutes reprennent les mêmes éléments principaux ³:

Au sens de la NFU 52001 « *Matériaux biodégradables pour l'agriculture et l'horticulture – Films de paillage – Afnor 2005* », la définition de la biodégradation est celle-ci:

« La biodégradation d'un matériau résulte d'une ensemble de phénomènes physiques, chimiques et biologiques successifs ou concomitants aboutissant dans tous les cas à une réorganisation de la biomasse et à un dégagement de CO₂ (et/ou de CH₄), d'H₂O, d'énergie (sous forme de chaleur), d'une éventuelle production de nouvelles molécules organiques et de possibles résidus minéraux »

I.3) Les étapes de la biodégradation

Rem.:

Pour une meilleure compréhension des phénomènes on considèrera des étapes successives bien que la plupart du temps ces étapes soient concomitantes

I.3.1) 1^{ère} étape : fragmentation du matériau⁴

Sous l'action de phénomènes érosifs anthropiques et/ou naturels plus ou moins sévères les matériaux en voie de biodégradation sont déchirés (brisés) en lambeaux (morceaux) de quelques décimètres à quelques millimètres, sans pertes importantes de leurs qualités physico-chimiques.



Figure 1 : Fragmentation de films plastiques de couverture (à droite PBAT-amidon) et de paillage (à gauche PE-amidon) utilisés en agriculture

³ Le « Guide pour le vocabulaire dans le domaine des polymères et des produits plastiques dégradables et biodégradables - CEN/TR 15351:2006 » propose les définitions suivantes :

- **biodégradation** : dégradation d'un système polymère due à un phénomène résultant de l'action de cellules
- **biodégradation aérobie** : biodégradation dans des conditions aérobies
- **biodégradation anaérobie** : biodégradation dans des conditions anaérobies
- **biodégradabilité** : aptitude à subir une biodégradation
- **biodégradable** : nature d'un système polymère pouvant être biodégradé
- **degré de biodégradation** : fraction d'un système polymère original qui est biodégradée, telle que mesurée via un phénomène ou des techniques spécifiées sensibles à la formation de minéraux et de biomasse
- **degré maximal de biodégradation** : valeur maximale du degré de biodégradation pouvant être atteinte dans des conditions expérimentales sélectionnées
- **degré théorique de biodégradation** : valeur théorique du degré de biodégradation correspondant à la conversion totale en minéraux et en biomasse de la matière organique initialement présente dans un système polymère

⁴ Selon CEN/TR 15351:2006, la fragmentation est la dissociation d'un objet polymère en petites particules quel que soit le mécanisme

I.3.2) 2^{ème} étape : dégradation du matériau⁵

Il s'agit d'une étape de modification des qualités physico-chimiques des matériaux suite à un clivage chimique de leurs macromolécules.

Six facteurs essentiels interviennent dans cette dégradation:

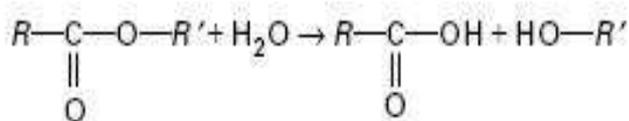
- l'humidité et le pH au sein du milieu de dégradation
- la lumière et plus particulièrement le rayonnement UV
- la température qui accélère la dégradation lorsque sa valeur augmente
- l'oxygène, indispensable à la dégradation oxydative⁶
- la présence d'enzymes exogènes

La dégradation peut être **abiotique** (si elle est purement physico-chimique) et/ou **biotique** (si à un moment quelconque elle fait intervenir des organismes vivants tels bactéries, champignons et/ou algues. Très généralement, en conditions naturelles, les deux types de dégradation vont de concert.

Cette dégradation est essentiellement hydrolytique ou (*photo /thermo*) - oxydative (*d'autres modes existent comme par exemple attaques acides par Thiobacillus*)

Exemple de dégradation hydrolytique pour un polyester

Ester + eau → acide + alcool(cas général)



et dans le cas d'un PLA on obtient : polylactide + eau → acide (alcool) lactique



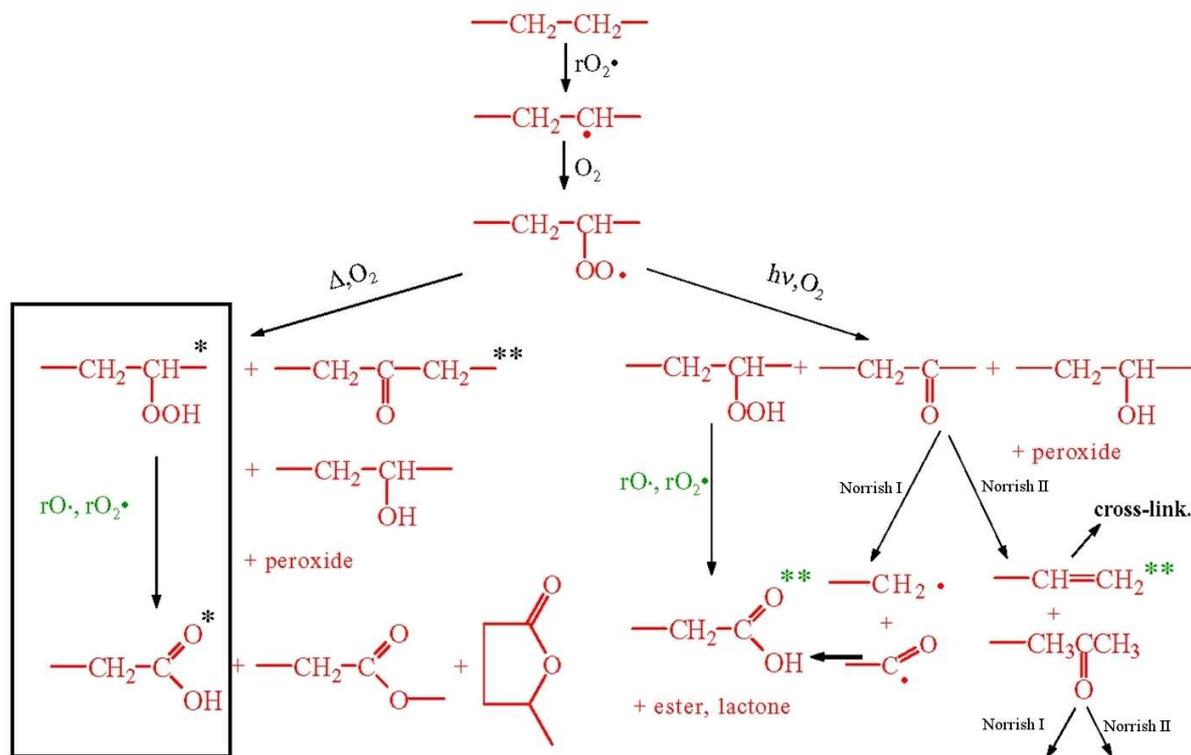
Figure 2: hydrolyse d'un polyester

Dans le cas du PLA la réaction est très lente à des températures basses (20-25°C par exemple) mais très rapide dès qu'on arrive aux alentours de 60°C

⁵ Selon CEN/TR 15351:2006, la dégradation est modification indésirable des propriétés originelles, due à un clivage chimique des macromolécules formant un système polymère, quel que soit le mécanisme de clivage de la chaîne

⁶ La combinaison de plusieurs facteurs définit des dégradations thermo-oxydatives, photo-oxydatives ou encore thermo-photo-oxydatives

Exemple de dégradation abiotique du PE: photo et thermo-oxydation



Selon Lemaire Jacques (CNEP)

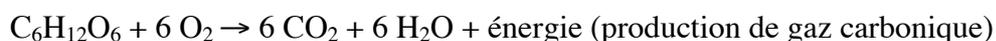
Figure 3 : exemple de dégradation abiotique du polyéthylène par photo et thermo oxydation. Cette dégradation se traduit par une diminution drastique des masses moléculaires, une perte des qualités mécaniques du matériau, une augmentation des indices carbonyles à 1713 cm^{-1} et une apparition progressive de molécules de dégradation, telles que des cétones, des alcools, des acides etc...

I.3.3) 3^{ème} étape : bioassimilation du matériau⁷

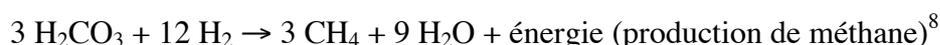
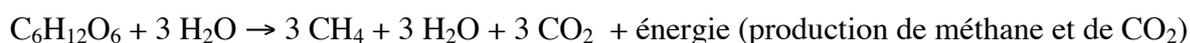
C'est la dernière étape du processus de biodégradation. Les macromolécules ont été réduites en molécules suffisamment petites pour pénétrer dans les cellules vivantes et être intégrées aux cycles physiologiques anaboliques (construction, maintien et réorganisation de la biomasse) et cataboliques (source d'énergie)

Les équations simplifiées de bioassimilation cataboliques peuvent s'écrire de la manière suivante :

a) En présence d'oxygène (milieu aérobie).



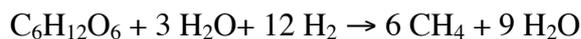
b) En absence d'oxygène (milieu anaérobie)



Soit au bilan:

⁷ Selon CEN/TR 15351:2006, la bioassimilation est la conversion d'un système polymère en biomasse

⁸ En anaérobiose stricte, les bactéries méthanogènes ont la capacité de réduire le CO_2 (ou HCO_3^-) en méthane



En pratique, la réaction n'est quasiment jamais complète et le résultat d'une bioassimilation en milieu anaérobie se traduit presque toujours par une production de CH₄ et de CO₂...le rendement en CH₄ étant plus ou moins élevé selon les circonstances

Trois caractéristiques essentielles illustrent le stade ultime de la biodégradation :

- La production de CO₂ (en milieu aérobie)
- La consommation d'O₂ (en milieu aérobie)
- La production de CH₄ et de CO₂ (en milieu anaérobie)

Il est important de constater que ces caractéristiques sont, au stade ultime, directement proportionnelles aux quantités de matières organiques bioassimilées

I.4) Les moyens de mesure de la biodégradation

I.4.1) Estimation « à priori » (méthodologie non normative)

En connaissant la nature précise du matériau concerné, il est possible de savoir « a priori » s'il va se biodégrader facilement ou non.

Par exemple, les groupements de type NO₂, halogène, SO₃H₂, CF₃ et carbones quaternaires font chuter les taux de biodégradation, tandis que les groupements COOH et OH accroissent la biodégradabilité indépendamment de la structure moléculaire du composé. Les groupes ester et amide favorisent la biodégradation. Ils sont facilement hydrolysés dans l'environnement pour donner des acides carboxyliques et des amines (Scow, 1982; Alexander, 1994).

L'amidon, la cellulose, les sucres, sont très biodégradables (quelques jours ou semaines). Les (co) polyesters (PBAT, PBAT-amidon, PHA, PBS, PBSA) le sont moins (quelques mois) mais certains ne le sont quasiment pas (PET), comme pour les polyoléfines (PE, PP) et les PVC qui mettent plusieurs centaines d'années à se biodégrader. Le PLA est très biodégradable en compostage (quelques semaines) et ne l'est que peu à température ordinaire (plusieurs années).

Ce préalable de connaissance est très intéressant à savoir en préalable de tests plus précis. Ainsi, si un test de biodégradation répond négativement alors qu'il devrait « a priori » être positif pose immédiatement la question de la validité du test en cours, bien avant la fin de l'essai.

I.4.2) Estimation par mesure de la perte en poids

Le principe est simple. Les échantillons à tester, préalablement pesés à l'état initial, sont exposés aux conditions de biodégradation préalablement définies (enfouissement dans un sol, dans un compost ou dans une eau naturelle, exposition à l'air libre, etc...).

Les normes NF EN ISO 846 d'août 1997 et ISO 15985 de décembre 2004 (annexe B) proposent des méthodes de calcul de la perte en masse pour des échantillons mis en incubation aérobie et anaérobie dans des conditions de laboratoire.

Comme indiqué dans le préambule de l'ISO 846, ces méthodes « n'ont pas pour but de déterminer la biodégradabilité des plastiques ». Cependant elles peuvent, à notre avis, constituer une bonne approche ne demandant ni installations complexes, ni frais élevés. Les erreurs d'appréciations commises sont souvent dues à des surévaluations provenant de la difficulté à distinguer dégradation et biodégradation et/ou des difficultés de nettoyage correct

des échantillons avant les pesées finales et/ou à l'hétérogénéité des sols d'incubation. En outre, pour obtenir une appréciation de la dynamique de (bio)dégradation il est nécessaire de multiplier les répétitions pour pouvoir obtenir des points intermédiaires entre la phase initiale et finale de l'essai⁹

I.4.3) Estimation par analyse d'image (*méthodologie non normative*)

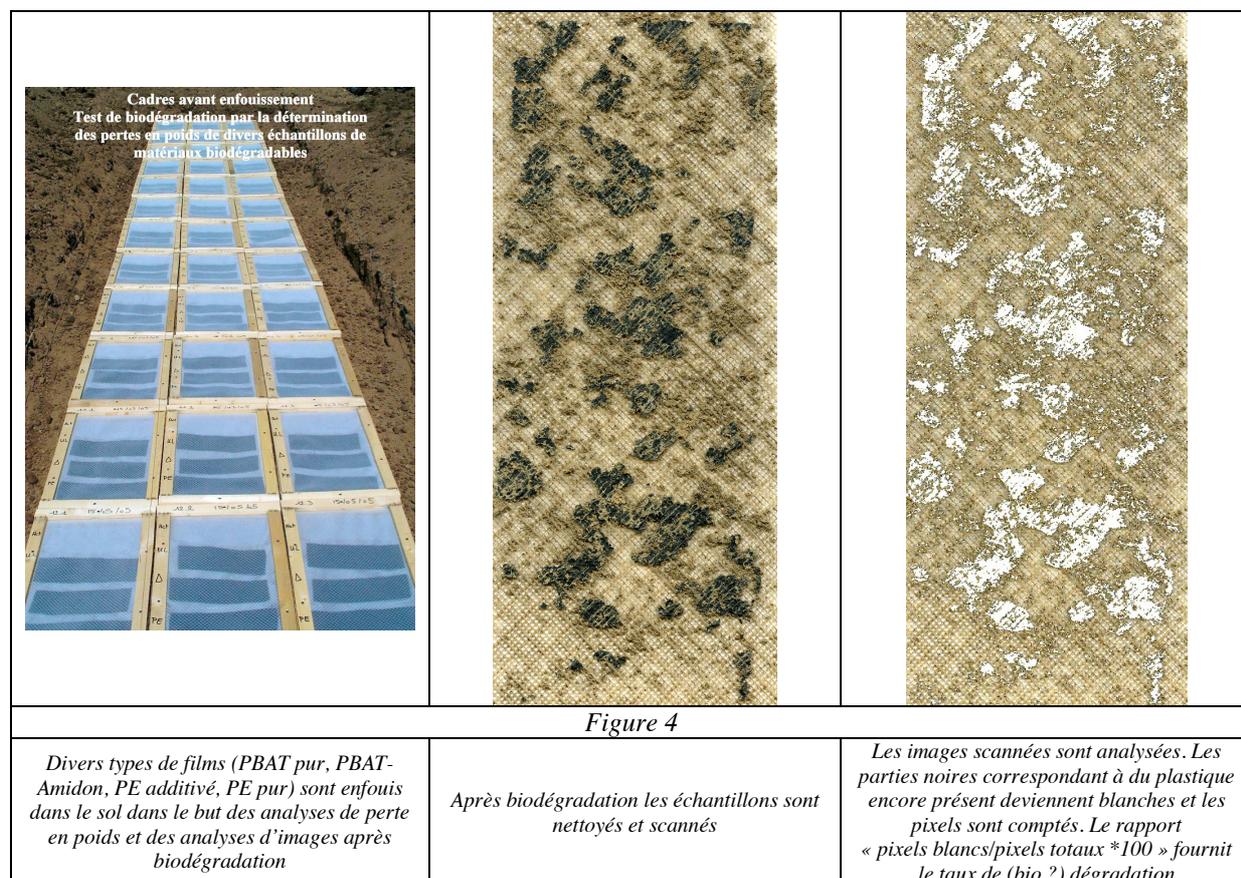
Cette méthode, uniquement valide pour des films (de préférence colorés), permet d'estimer la (bio)dégradation de ces derniers par analyse d'image.

Les échantillons sont exposés aux conditions de biodégradation selon les mêmes modalités que celles définies pour les estimations par mesure des pertes en poids.

Au moment des prélèvements, les échantillons sont scannés. Les images obtenues sont ensuite traitées via un logiciel de traitement d'image qui permettra de séparer les zones encore envahies par le plastique, de tout le reste.

La méthode est rapide mais se heurte à un certains nombre de difficultés :

- La qualité d'analyse de l'image obtenue dépendra grandement de la qualité de résolution du scanner
- La difficulté de nettoyer proprement les films sortis du sol d'incubation, induisant par le fait même des surévaluations des taux de (bio) dégradation
- L'obtention de points intermédiaires ne pourra se faire qu'en multipliant les essais⁹
- La difficulté de distinguer entre dégradation et biodégradation, surtout si la dégradation se fait en particules très fines évacuées au moment du nettoyage ou échappant au scanner



⁹ 1 seul matériau avec au minimum 3 répétitions et 10 points intermédiaires = 30 essais !

I.4.4) Estimation de la vitesse de (bio)dégradation de films de paillage (protocole par simulation en chambre humide) (*méthodologie non normative*)

Cette technique est préconisée par les Stations d'essais SERAIL (Brindas) et CTIFL (Balandran). Elle est uniquement réservée à des films utilisés en agriculture. Son objectif est de simuler en chambre humide la dégradation de films partiellement enterrés dans un sol et partiellement placés sur le sol. Les contrôles sont strictement visuels, au-dessus du sol, sous le sol et à l'interface sol-air.



Figure 5 : chaque bandelette de film est enterrée pour moitié dans le terreau humide et reste pour moitié en surface. Ce sont les parties en surface, les parties enterrées mais aussi les interfaces qui sont examinées au cours du temps

On vérifie l'état de l'échantillon tous les 10 jours selon une grille de notation de 0 à 5 allant de non dégradé à totalement dégradé

Si la méthode à l'avantage d'être très « démonstrative », les inconvénients de la méthode sont évidents :

- Les notations sont subjectives
- Il peut y avoir confusion totale entre « dégradation » et « biodégradation »

I.4.5) Estimation par observation du développement de microorganismes fongiques et /ou bactérien en surface d'un polymère

Des portions de polymères stérilisés (ou mieux des éprouvettes calibrées) sont placées sur milieu gélosé stérile inoculé au moyen de souches connues bactériennes et/ou fongiques. (*Il est aussi possible de simplement placer les polymères à tester en contact avec un sol agricole ou un compost*). Le développement bactérien et/ou fongique est ensuite observé ainsi que l'état des polymères¹⁰ par comparaison avec des éprouvettes sur milieu non inoculé et sur milieu stérile. Cette méthode strictement empirique n'a pas pour vocation de démontrer la biodégradabilité des matériaux en contact¹¹. La norme NF EN ISO 846 décrit cette méthodologie, mais ces genres d'essais sont insuffisants pour démontrer une quelconque biodégradabilité du matériau testé, car trop sujets à interprétations subjectives. Par contre ils peuvent être intéressants pour illustrer et conforter d'autres types de tests (respirométrie notamment).

¹⁰ Notation visuelle, calcul de la perte de masse, essais de traction etc...

¹¹ La NF EN ISO 846 précise elle-même que cette norme est empirique et n'a pas pour but de déterminer la biodégradabilité des plastiques

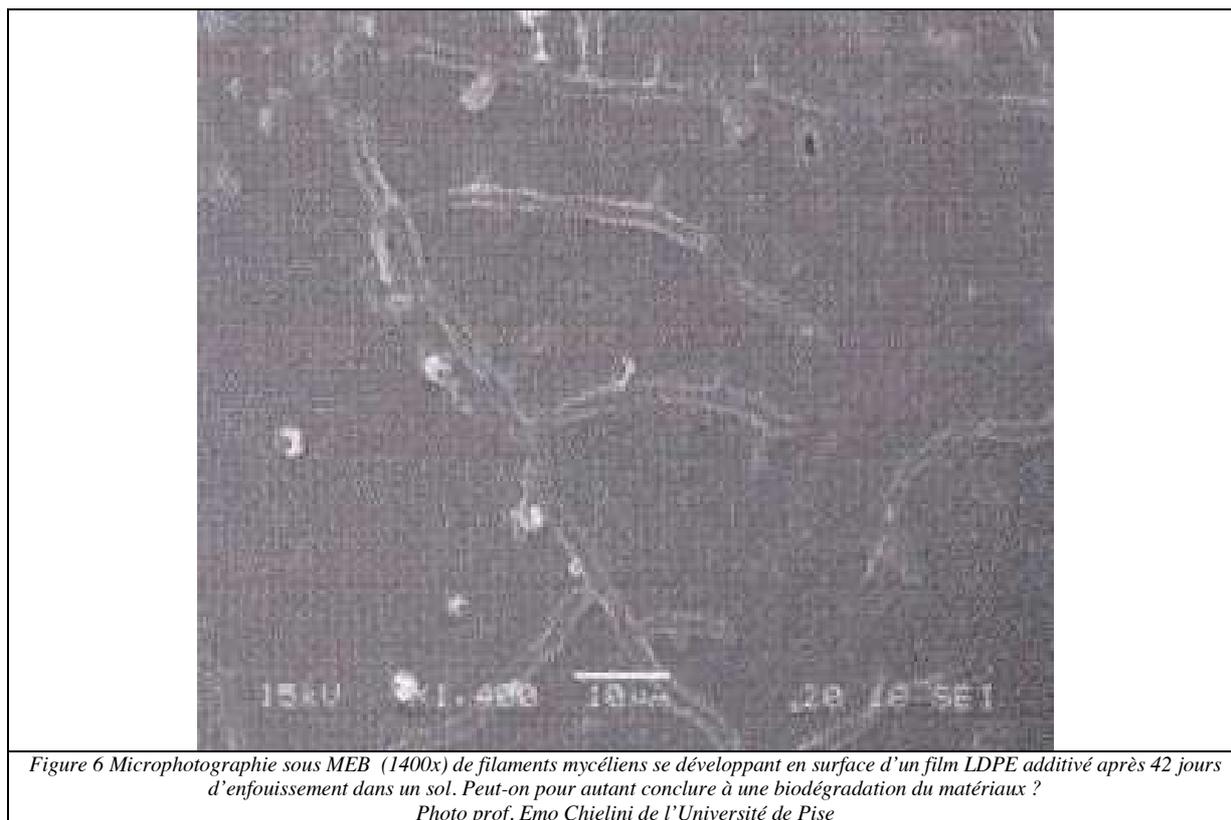


Figure 6 Microphotographie sous MEB (1400x) de filaments mycéliens se développant en surface d'un film LDPE additivé après 42 jours d'enfouissement dans un sol. Peut-on pour autant conclure à une biodégradation du matériaux ?
Photo prof. Emo Chielini de l'Université de Pise

I.4.6) Estimation par dosage de l'ATP (méthodologie non normative)

Le principe de la méthode, développée par BIOTHEMA et son "ATP Biomass Kit HS" consiste à évaluer contre témoin les populations de cellules actives de bactéries et/ou de champignons provenant de souches parfaitement identifiées.

La détermination de l'ATP se fait par dosage luminométrique selon l'équation suivante :



ATP : adénosine tri-phosphate
AMP : adénosine mono-phosphate
PPi : pyrophosphate inorganique

Le dénombrement les cellules actives par dosage de l'ATP est en relation étroite avec la consommation du substrat nutritionnel, en l'occurrence un polymère dans notre cas.

Le CNEP (Prof. Lemaire et coll.) a préconisé cette méthode afin de démontrer la biodégradabilité de polyoléfines additivées prétraitées. Il considère qu'il y a biodégradabilité si après 180 jours de test le dosage d'ATP donne une valeur au moins 100 fois supérieure à la teneur ATP déterminée lors de l'incubation initiale à l'aide de microorganismes de types *Rhodococcus*, *Nocardia*, *Aspergillus*, *Mortierella* et *Cladosporium*.

La méthode est très simple à appliquer mais nécessite de répéter les tests autant de fois que de prélèvements effectués pour les dosage d'ATP. Il est malheureusement impossible d'établir une dynamique et un taux final de biodégradation. D'autre part, des résultats curieux sont parfois obtenus semblant démontrer qu'un PE additivé prétraité permettrait une meilleure activité bactérienne et « donc ? » une meilleure biodégradation qu'un PBAT-amidon ou un PLA (Lemaire et coll. 2012)

I.4.7) Estimation par test enzymatique (*méthodologie non normative*)

Cette méthode consiste à mettre en présence, contre témoin, un échantillon de matériau polymère de poids initial connu avec une ou plusieurs enzymes préalablement choisies. Au bout d'un certain temps l'échantillon est prélevé, nettoyé, séché et pesé. La perte en poids permet d'estimer le degré « d'attaque » de la solution enzymatique sur l'échantillon. De nombreux auteurs, concluant à la dégradation des polymères testés, ont utilisé cette technique. Par exemple :

Auteur	Type de polymère étudié	Type d'enzyme utilisée
Alejandra Rodriguez-Contreras et coll. en 2012	PHA	Lipase AK issue de <i>Pseudomonas fluorescens</i> et Lipase Lipopan 50 BG issue de <i>Thermomices Lanuginosus</i>
Jiaqi Zhang et coll. en 2011	PHB	PHB dépolymérase issue de <i>Ralstonia pickettii</i>
Toshiba Tanaka et coll. en 2007	PHB	PHB dépolymérase issue de <i>Ralstonia pickettii</i>
G.H. Yem et coll. en 2005	PLA	α -amylase qui est une enzyme digestive constituant de la salive et du suc pancréatique, produite industriellement à partir de culture de <i>Bacillus subtilis</i>
Chang Sang Yoon et coll. en 2004	Viscose (Rayonne et Lyocell)	Cellulase issue de <i>Trichoderma viride</i>

Simple à mettre en œuvre, cette technique est cependant totalement dépendante de l'enzyme choisie et ne permet en aucun cas de conclure à la certitude d'une biodégradation de l'échantillon testé lorsqu'il est placé en conditions « naturelles ». La plupart des auteurs restent d'ailleurs prudents et parlent uniquement de dégradation.

En choisissant « la ou les bonnes enzymes » il est toujours possible de « démontrer » la (bio)dégradabilité de n'importe quel composé organique... il faut donc, à notre avis, rester très prudent quand aux conclusions que l'on pourrait tirer à partir de tels essais.

Les paragraphes 1.4.1 à 1.4.7 passent en revue une série de tests (non exhaustifs) susceptibles de nous conforter dans l'idée d'une possible biodégradation de tel ou tel polymère. Aucun de ces tests ne prouve la biodégradabilité du matériau concerné. Les paragraphes suivants s'attaquent à des méthodes permettant de mettre en évidence, si ce n'est des preuves absolues, au moins des arguments très probants permettant de conclure à des biodégradabilités.

I.4.8) Estimation par analyses respirométriques

Il s'agit méthodes dont l'objectif est de déterminer le taux et la vitesse de biodégradation de matériaux polymères.

Le dernier stade de la biodégradation, se traduit « in fine » en milieu aérobie par une consommation d'O₂ et un rejet de CO₂ et en milieu anaérobie par un rejet de CH₄ (méthane) Ces absorptions et ces rejets sont directement proportionnels à la quantité de nutriments carbonés mis à la disposition des (micro)organismes.

Connaissant la dose initiale de nutriments carbonés mis à la disposition de (micro)organismes, il suffira de mesurer précisément les doses de CO₂ (ou de CH₄) émis ou d'O₂ absorbé pour en déduire les taux de biodégradation.

Le principe est le suivant:

- les essais sont menés en triplicat et comprennent 1 test témoin ne comportant que le milieu d'incubation
- 1 test cellulose composé du milieu d'incubation + de la cellulose micronisée qui permettra entre-autre de vérifier la validité de l'essai en cours
- 1 test du matériau considéré composé du milieu d'incubation + le matériau

On « considère » que les quantités de gaz émis (ou absorbés) sont additives entre ce qui est fourni par le milieu d'incubation et le produit testé¹²

Dès lors, la quantité réelle de gaz émis (ou absorbé) pour le seul matériau testé sera égal à la différence entre l'observation faite sur le test diminuée de celle du témoin.

Enfin, la quantité nette de gaz sera comparée à la quantité théorique de gaz susceptible d'être émis (ou consommé) et le taux de biodégradation déduit.

La mesure est répétée régulièrement jusqu'à ce qu'aucun gaz ne soit émis (ou absorbé)¹³, phase généralement appelée « plateau »

¹² Ce qui n'est d'ailleurs pas toujours vrai car des effets synergiques ou écotoxiques peuvent être observés

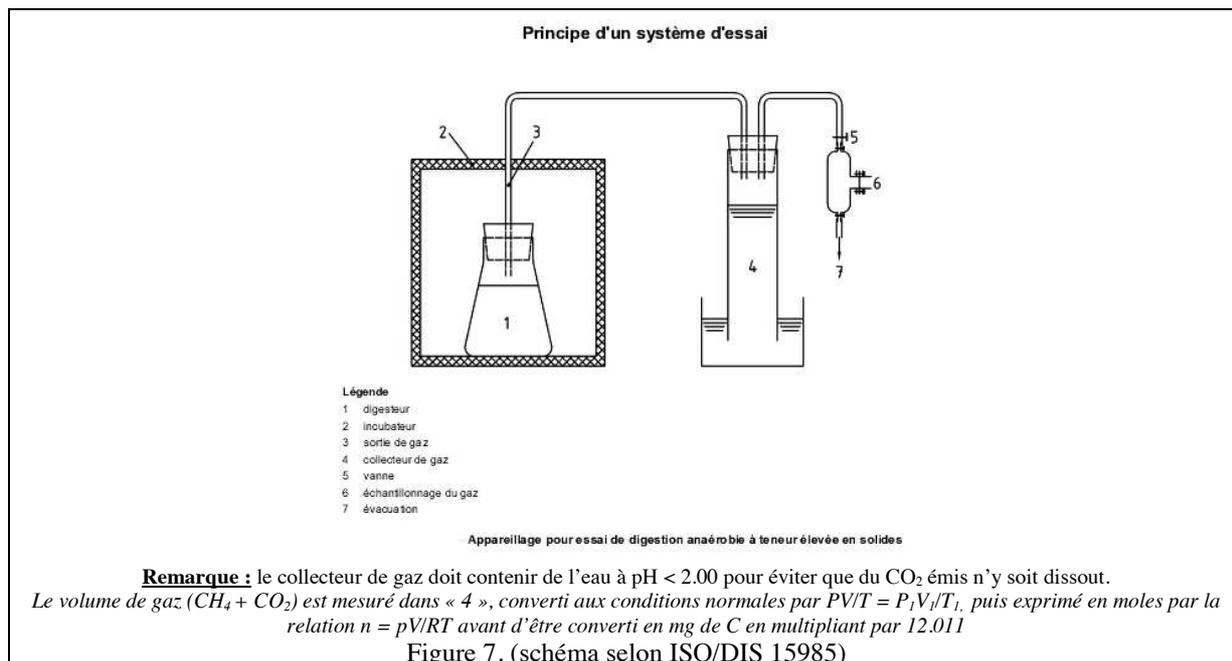
¹³ Par exemple, si le témoin émet 150 mg de CO₂, le test 225 mg de CO₂, et qu'il a été déterminé que la quantité théorique maximum de CO₂ susceptible d'être émis est de 1250 mg de CO₂, alors le % de biodégradation est égal à $(225\text{mg}-150\text{mg})/1250\text{ mg} * 100 = 6 \%$

Les courbes résultantes sont très généralement (sauf quelques exceptions) des sigmoïdes qu'il est possible de lisser au moyen de l'équation de Hill à 3 constantes $[y = ax^b/(c^b + x^b)]$, dont l'asymptote est déterminée par la constante « a », le temps de demi-biodégradation par le coefficient « c » et le rayon de courbure de la sigmoïde par le coefficient « b ». La fonction dérivée de cette courbe $[y = abc^b x^{(b-1)} / (c^b + x^b)^2]$, dont la forme est une cloche asymétrique passant par zéro, fournit la biodégradation par unité de temps et donc par analogie le degré d'activité microbienne instantané du milieu d'incubation. L'annulation de la dérivée seconde de l'équation de Hill $[x = ((c^b(b-1))/(b+1))^{(1/b)}]$ nous indique le moment ou la vitesse de biodégradation (donc d'activité bactérienne) est maximum

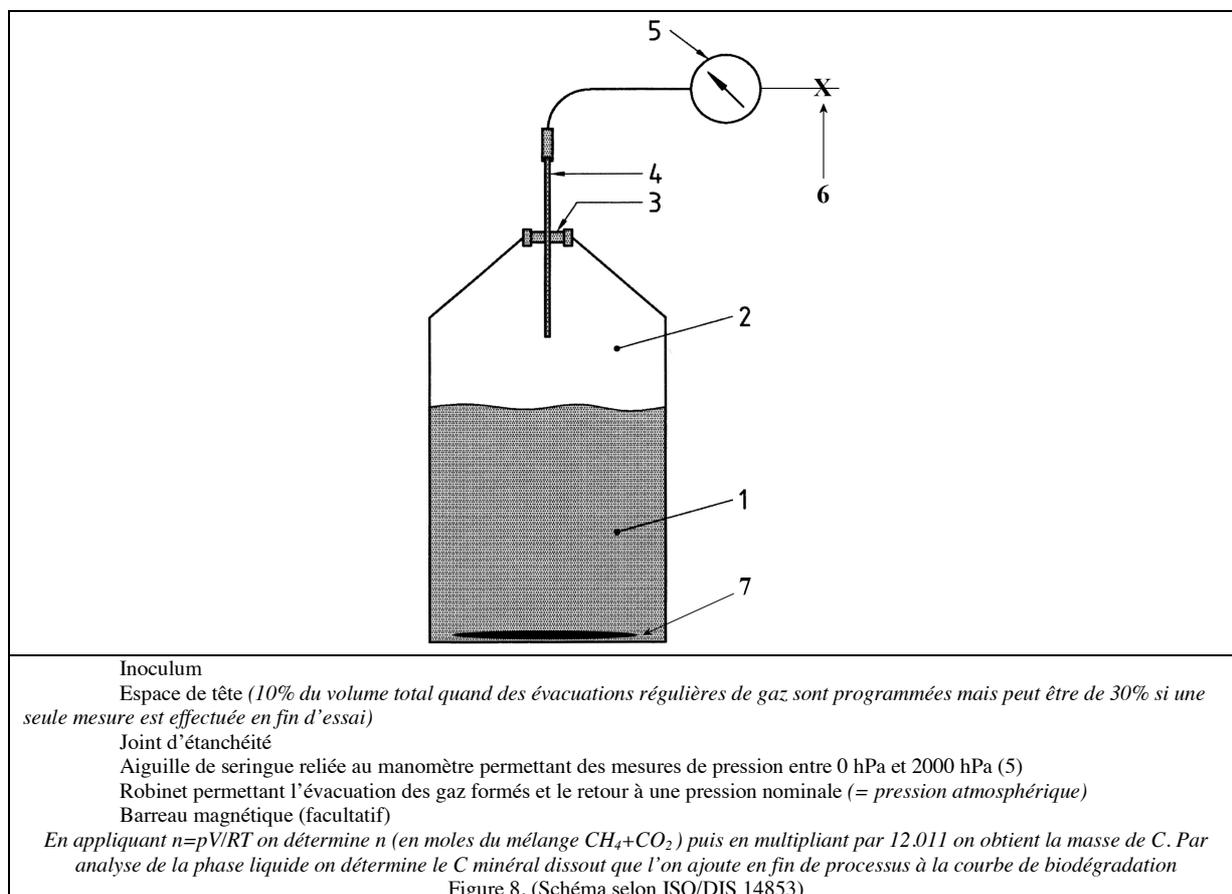
Il existe un grand nombre de normes qui définissent les conditions de mesure de la bioassimilation. Nous n'en citerons que quelques-unes parmi les principales (*voir bibliographie*)

Tests en milieu anaérobie		Tests en milieu aérobie		
Incubation en milieu liquide	Incubation en milieu solide	Incubation en milieu liquide	Incubation en milieu solide	
Eau + boues digérées issues de stations de méthanisation <i>ISO/DIS 14853</i>	Boues digérées issues de stations de méthanisation <i>ISO/DIS 15985</i> <i>ASTM D 5511-94</i>	Eau + bactéries réactivées issues de stations d'épurations <i>NF U 52001</i> <i>NF EN ISO 14851</i> <i>NF EN ISO 14852</i>	Sol réel <i>NF U 52001</i> <i>ASTM D5988-96</i>	Compost <i>NF U 52001</i> <i>NF EN 13432</i> <i>NF EN 14995</i> <i>NF EN ISO 14855</i> <i>NF EN 14046</i>
Mesure des biogaz dégagés (CH ₄ + CO ₂)	Mesure des biogaz dégagés (CH ₄ + CO ₂)	Mesure du CO ₂ dégagé ou de l'O ₂ consommé	Mesure du CO ₂ dégagé ou de l'O ₂ consommé	Mesure du CO ₂ dégagé
35°C +/- 2°C	52°C +/- 2°C	38°C +/- 1°C	28°C +/- 2°C	58°C +/- 2°C
Maxi 90 jours	Maxi 15 jours mais prolongation légère possible	Maxi 183 jours	Maxi 365 jours	Maxi 183 jours
Validation				
Cellulose ≥70% quand la phase stationnaire est atteinte	Cellulose ≥70% après 15 jours	Cellulose ≥70% après 45 jours	Cellulose ≥70% après 183 jours	Cellulose ≥70% après 45 jours
Interprétation				
Matériau ≥90% de la valeur cellulose en fin d'essai	Matériau ≥90% de la valeur cellulose en fin d'essai	Matériau ≥90% de la valeur cellulose en fin d'essai	Matériau ≥60% de la valeur cellulose en fin d'essai	Matériau ≥90% de la valeur cellulose en fin d'essai
Domaines d'application				
Polymères solides ou hydrosolubles susceptibles de passer en station méthanisation	Polymères solides susceptibles de passer en station de méthanisation ou d'être déposés en Centre d'Enfouissement Technique	Polymères solides ou hydrosolubles susceptibles de passer en station d'épuration (PVA par exemple)	Polymères destinés à l'enfouissement dans le sol (film agricoles par exemple)	Polymères dont la fin de vie passe par un Centre de Compostage Industriel (emballages par exemple)
Tests assez peu utilisés		Tests les plus utilisés (sauf O ₂ consommé qui lui est assez peu utilisé)		
<p><i>Tableau 1. En pratique seuls les tests aérobies par mesure du CO₂ dégagé sont pratiqués car dans la grande majorité des cas les fabricants de plastiques biodégradables demandent des adéquations aux normes EN 13432, EN 14995 et NF U 52001 et que ces dernières font essentiellement référence aux mesures aérobies par CO₂ dégagé.</i></p>				

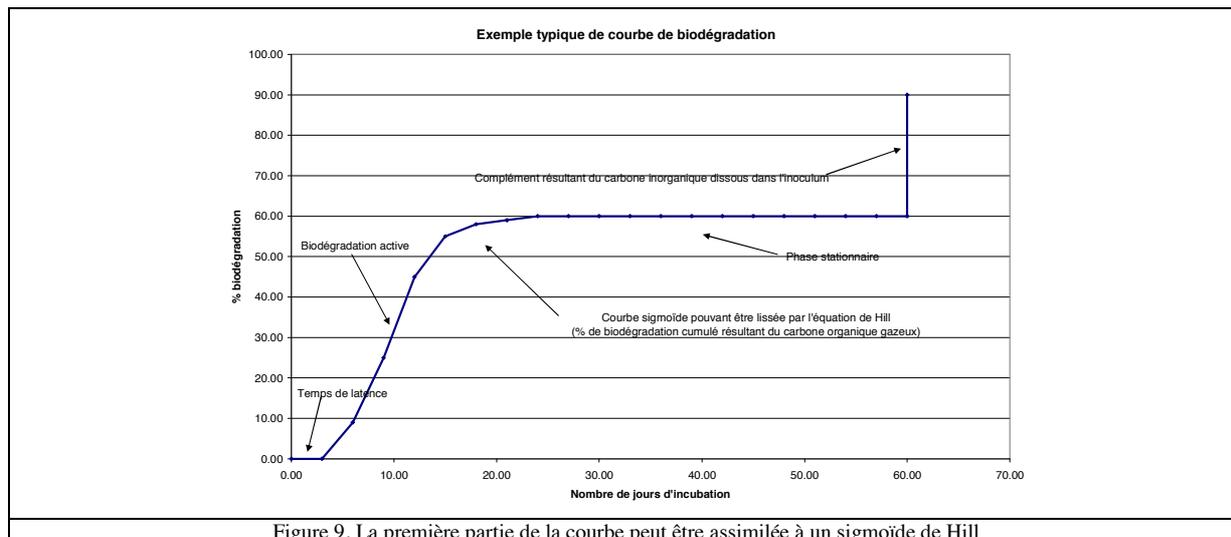
I.4.8.1) Test respirométrique en milieu anaérobie solide par mesure des biogaz dégagés



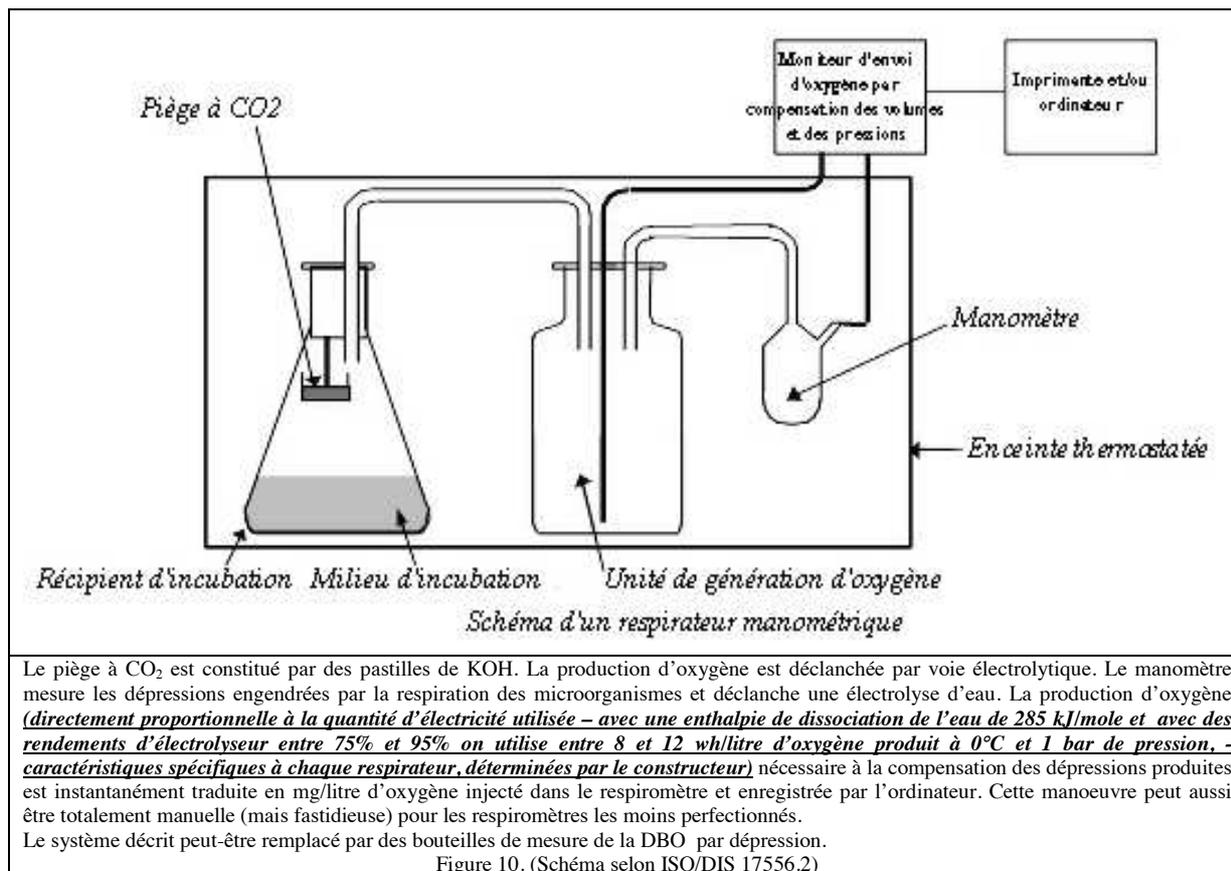
I.4.8.2) Test respirométrique en milieu anaérobie liquide par mesure des biogaz dégagés



En fin de test, les chiffres sont rassemblés et les taux de biodégradation intermédiaires et final sont déterminés. Un graphique est dessiné (voir exemple ci-dessous)



I.4.8.3) Test respirométrique en milieu aérobic solide par mesure de l'oxygène consommé

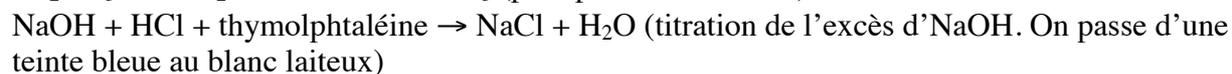
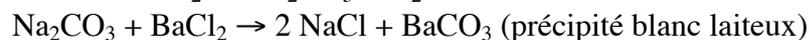
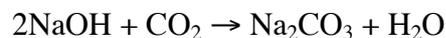


I.4.8.4) Test respirométrique en milieu aérobic liquide par mesure du CO₂ libéré¹⁴

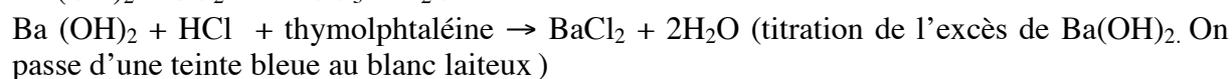
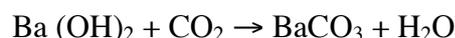
¹⁴ Aussi appelé « test de Stürm », du nom de son auteur qui a décrit la méthode pour la 1^{ère} fois en 1979 en l'appliquant à des dérivés pétroliers

Le CO₂ dégagé est capturé sur une base de titre connu. L'excès de base est titré en retour par un acide fort en présence d'un indicateur de virage.

Les équations chimiques mises en œuvre sont les suivantes :

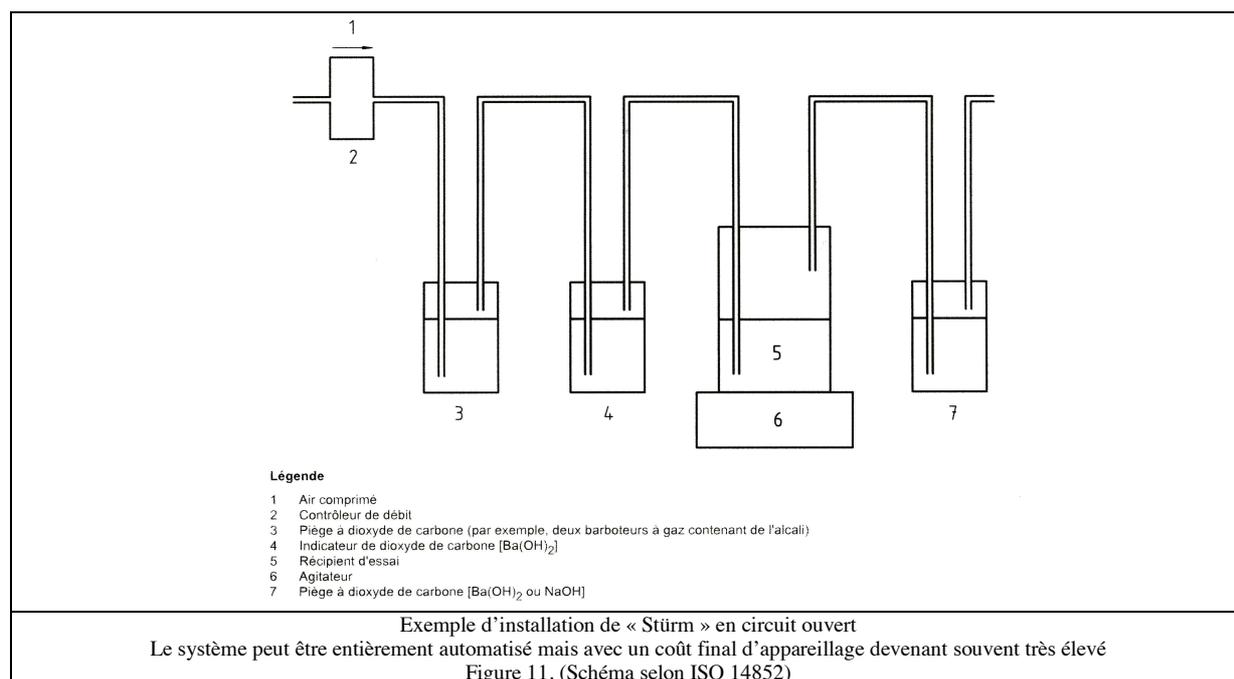


Ou bien



L'incubation a lieu à le plus souvent à 38°C +/- 1°C, bien que la norme préconise des températures situées entre 20°C et 25°C +/- 1°C

Le matériau de référence (qui permettra de faire un témoin positif) sera de la cellulose micronisée utilisable en chromatographie.



I.4.8.5) Test respirométrique en milieu aérobie solide par mesure du CO₂ libéré.

I.4.8.5.1) Le milieu d'incubation est un sol réel à une température de 28°C +/- 1°C¹⁵

¹⁵ Adaptation de la norme ASTM D5988-03 et de l'annexe F de la norme NF U52-001 permettant de limiter la consommation de réactifs en même que les surfaces de paillasses utilisées et les coûts tout en permettant la multiplication d'essais dans un même temps.

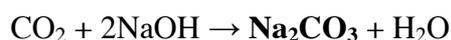
Domaine d'application:

Toutes matières organiques, destinées à un enfouissement dans le sol, dont on doit évaluer le degré et la vitesse de biodégradation. Par exemple, pour les polymères biodégradables ou considérés comme tels, il pourra s'agir de papiers, PLA, PBAT, PBS, PBSE, PHA, ...ou de combinaisons diverses entre ces polymères).

Principe:

Dosage titrimétrique du CO₂ dégagé, résultat de la respiration des microorganismes utilisant le composé carboné comme nutriment.

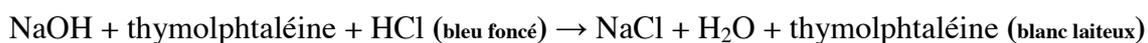
Le CO₂ est préalablement récupéré sur une solution connue de NaOH. Du Na₂CO₃ est formé.



Le Na₂CO₃ est ensuite précipité par une solution en excès de BaCl₂.



Le NaOH non utilisé est ensuite titré par HCl en présence de thymolphtaléine utilisée comme indicateur. Après chaque titrage, une solution fraîche d'NaOH est mise en place. L'intervalle de temps entre chaque titrage va dépendre de la vitesse de biodégradation du polymère testé.



Préparation des bocaux étanches et mise en incubation

On utilise des bocaux classiques propres de 1 litre utilisés pour des stérilisations ménagères (par exemple des bocaux "Le Parfait"). Chaque bocal contiendra 1 flacon contenant l'échantillon à tester intimement intégré au sol, 1 flacon d'humidification contenant de l'eau déminéralisée et 1 flacon contenant exactement une quantité de solution connue de solution titrée d'NaOH. Les essais sont réalisés en triplicat contre témoin zéro et contre cellulose micronisée.

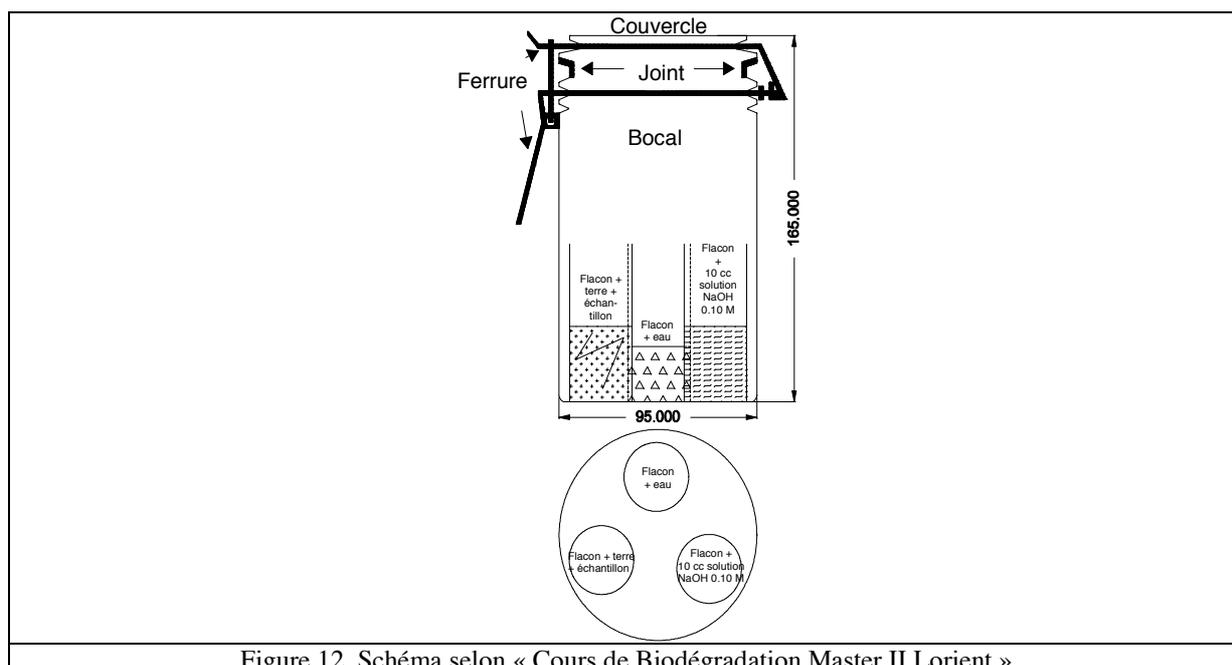


Figure 12. Schéma selon « Cours de Biodégradation Master II Lorient »

I.4.8.5.2) Le milieu d'incubation est un **compost** à une température de $58^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

Lorsque le milieu d'incubation n'est plus un sol mais un compost, la technique est similaire à celle qui vient d'être décrite avec les quelques différences qui suivent:

Le principe préconisé dans la norme n'est qu'en fait une adaptation du test de Stürm en circuit ouvert (voir schéma ci-dessous)

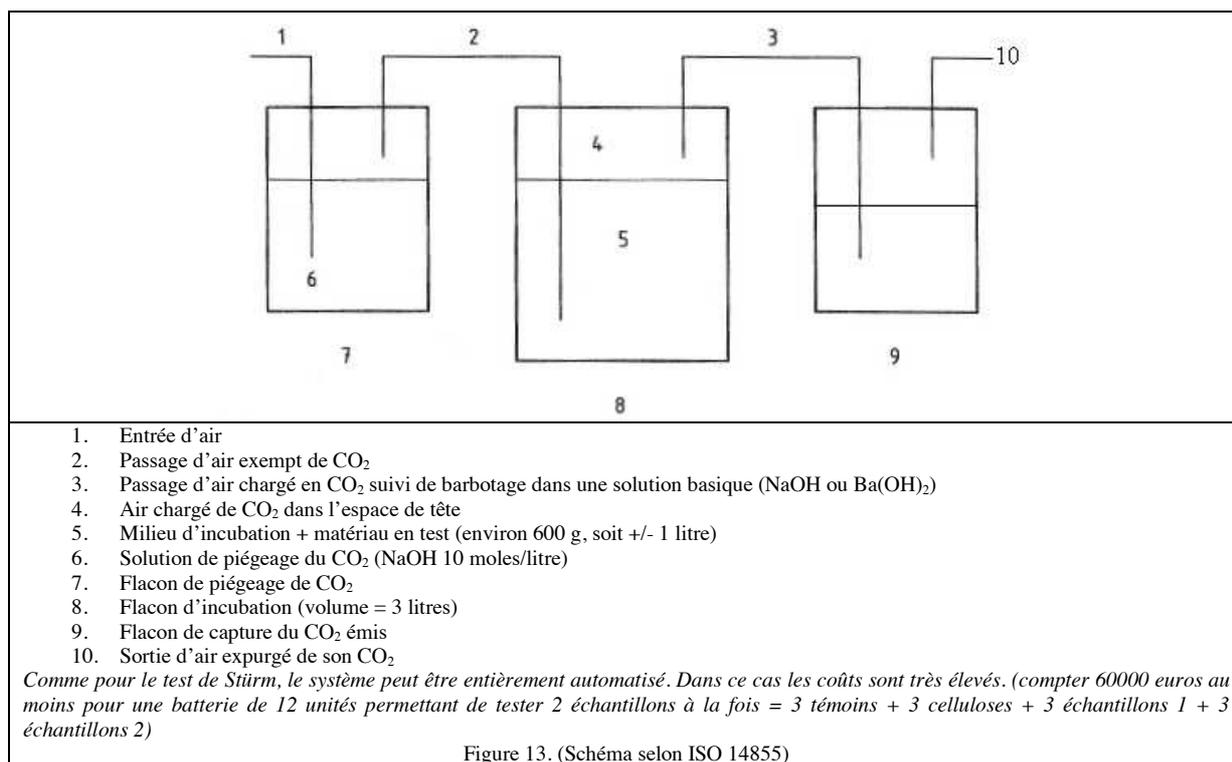
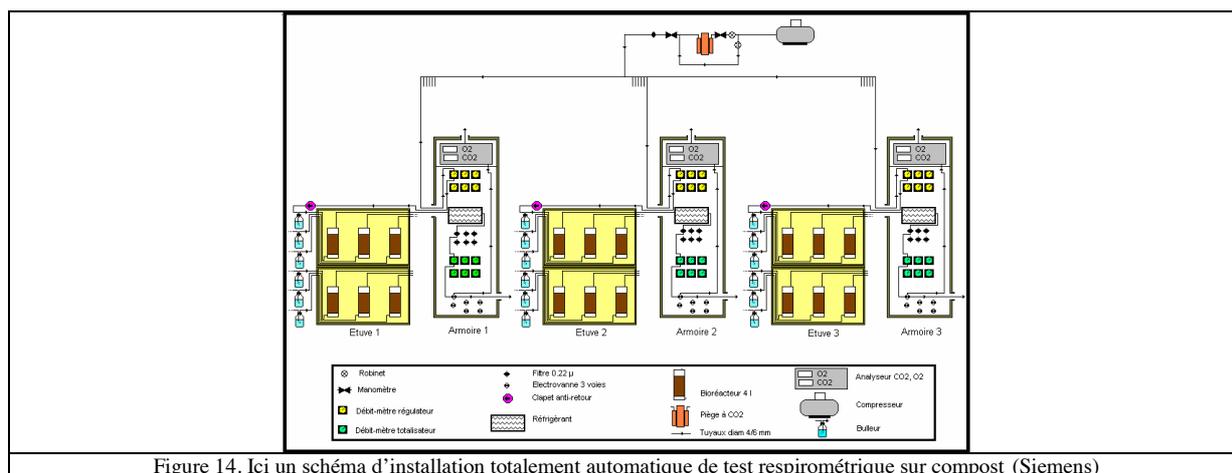


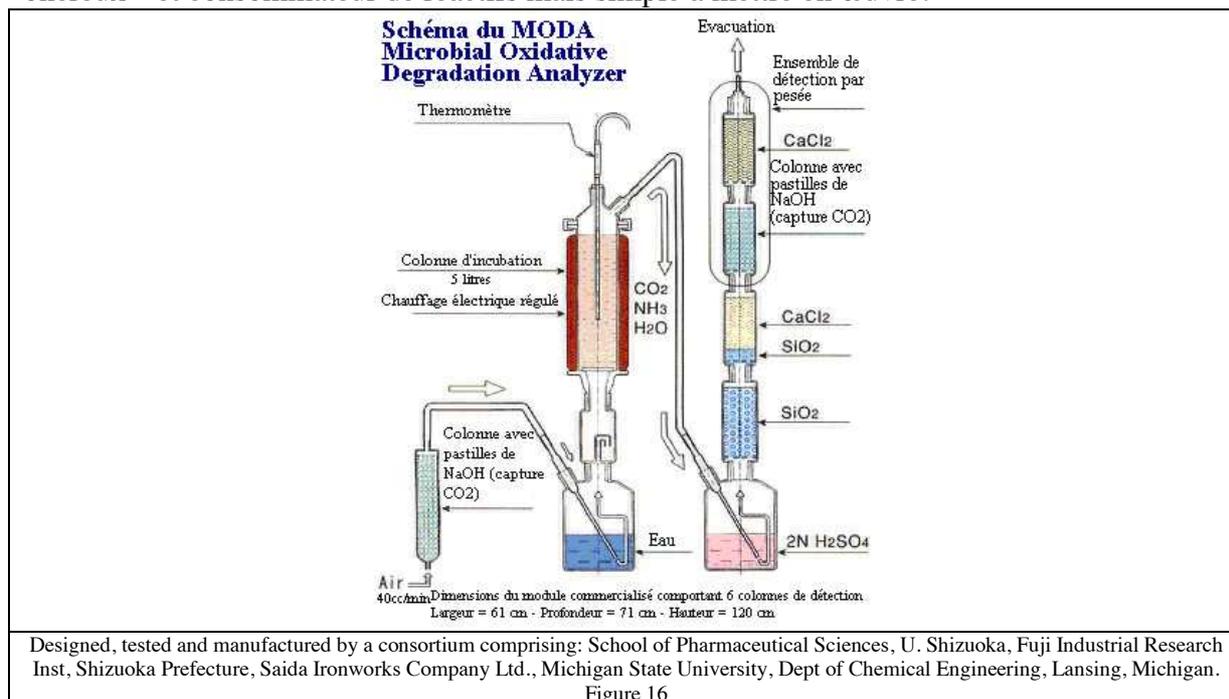
Figure 13. (Schéma selon ISO 14855)



Un autre système de mesure de la biodégradabilité par incubation sur compost, basé sur des pesées successives, est proposé par une entreprise Japonaise

La technique mise en œuvre est une adaptation de la norme ISO 14855-2

L'incubation se fait sur compost agité une fois par semaine, aéré (air exempt de CO_2 avec un débit de 2.40 litre/heure) à température définie ($58^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$). L'eau et l'ammoniac dégagé sont captés par la solution d' H_2SO_4 . Les colonnes de SiO_2 et de CaCl_2 servent de dessiccants complémentaires, éliminant toutes les traces d'eau, provenant soit de la charge en eau de l'air circulant, soit du résultat de la réaction chimique entre le NaOH et le CO_2 ($2\text{NaOH} + \text{CO}_2 = \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$). Le CO_2 est capté par une colonne remplie de pastilles d' NaOH dont le poids évolue à la hausse au fur et à mesure de la biodégradation du matériau. Les mesures intermédiaires du poids de la colonne permettent d'établir une dynamique d'évolution de la biodégradation. Le système, en triplica, est complété par un témoin positif contenant de la cellulose micronisée et un blanc ne comportant que le milieu d'incubation. Ce système est onéreux¹⁶ et consommateur de réactifs mais simple à mettre en œuvre.



Étude du cas particulier des polyoléfines additivées de prooxydants

L'oxydation d'une polyoléfine est un phénomène normal mais extrêmement lent.

Ces réactions peuvent être accélérées en ajoutant aux polymères des additifs prooxydants (*en général des métaux de transition*) comme des dérivés carbamiques de fer ou de nickel, des dérivés stéariques tels que des stéarates de cobalt ou de manganèse, etc...

En pratique, ces phénomènes se traduisent par une perte des propriétés mécaniques du polymère qui devient cassant. D'un point de vue analytique, on observe une chute des masses moléculaires et une augmentation des absorbances en IRTF à 1713 cm^{-1} caractéristiques de la présence de groupements carbonyles ($-\text{CO}$).

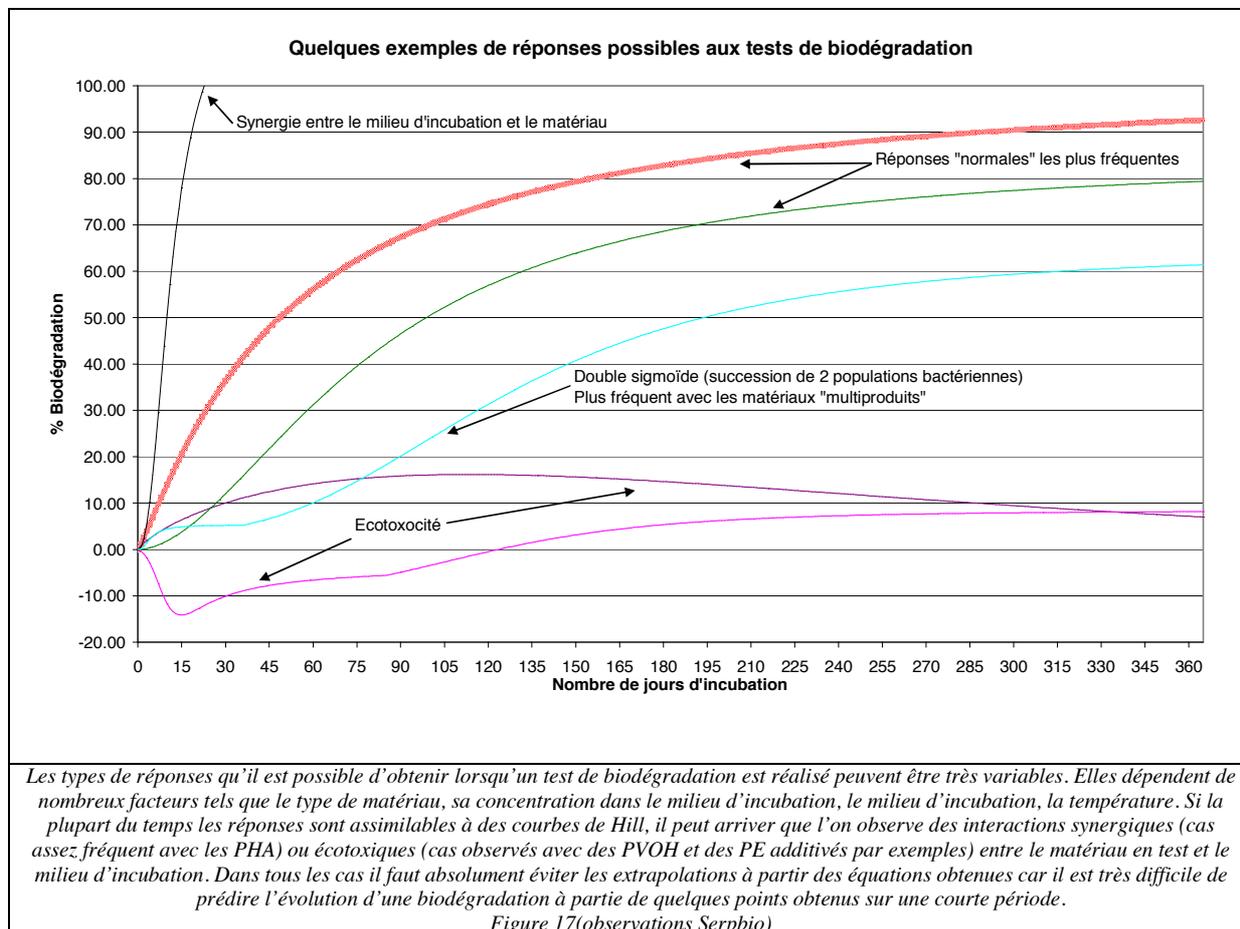
De nombreuses molécules organiques se libèrent dans l'environnement immédiat du polymère en voie de dégradation (acides carboxyliques, cétones, cétoacides, alcools...)¹⁷

Il est connu et admis que la biodégradation de tels matériaux ne peut intervenir qu'à partir du moment où la dégradation est suffisamment avancée (masses moléculaires suffisamment

¹⁶ Compter environ 50000 euros pour 6 colonnes = 2 témoins zéro, 2 témoins cellulose, 2 tests = 1 test en 2 répétitions

¹⁷ Sigbritt Karlson - 1996

petites ≈ 500 g/mol ou indices carbonyles¹⁸ à 1713 cm^{-1} supérieurs à 0.02). En fait en conditions « naturelles » la dégradation reste toujours trop faible pour que la biodégradation puisse se faire avec suffisamment de rapidité. **Ces matériaux ne sont pas « au sens des normes en vigueur » et au sens d'une « bonne gestion environnementale », biodégradables.**



Le tableau qui suit donne quelques exemples de biodégradations observées en laboratoire. Il faut attirer l'attention sur les fortes différences constatées selon les conditions de biodégradation mises en œuvre. Il faut aussi tenir compte du fait que les écarts-types des valeurs fournies peuvent être importantes d'un essai à l'autre et/ou d'un laboratoire à l'autre. Il n'est pas rare d'observer des déviations standards de l'ordre de 10 ou 15%

¹⁸ L'indice carbonyle est déterminé pour des films plastiques. Il est égal à [(Absorbance mesurée t_n - Absorbance initiale à t_0)/épaisseur du film en microns]. Notons qu'à l'indice 0.01 le matériau a perdu toutes ses propriétés mécaniques

Matériau	Milieu d'incubation	Température d'incubation	Temps nécessaire pour atteindre la 1/2 biodégradation en jours	Biodégradation atteinte en 183 jours en % (durée maximum de l'essai)	Biodégradation atteinte en 365 jours en % (durée maximum de l'essai)
Cellulose	Compost	58	10	96	---
Cellulose	Eau additivée de bactéries de station d'épuration	38	16	96	---
Cellulose	Eau de mer	25	139	---	51
Cellulose	Sol réel	28	50	---	93
PBAT	Sol réel	28	56	---	64
PBAT+amidon	Sol réel	28	80	---	80
PBAT+PLA	Eau additivée de bactéries de station d'épuration	38	14	100	---
PBAT+PLA	Sol réel	28	40	---	62
PCL	Sol réel	28	153	---	67
PCL + 10% nanomatériaux	Sol réel	28	153	---	79
PE	Sol réel	28	Pas de biodégradation	---	0
PE additivé de prooxydants avec préoxydation (<i>produit exposé plusieurs semaines aux intempéries</i>)	Sol réel	28	20	---	17
PE additivé de prooxydants avec préoxydation (<i>produit laissé plusieurs semaines à l'air libre et à température ordinaire Silvestre F.Agrice 2006</i>)	Eau additivée de bactéries de station d'épuration	37	80	30	---
PE additivé de prooxydants sans préoxydation	Sol réel	28	Pas de biodégradation	---	0
PHBV	Eau de mer	25	116	---	97
PHBV	Sable d'estran	25	102	---	100
PLA	Compost	58	37	100	---
PLA	Eau de mer	25	167	---	24
PPC	Compost	58	13	33	---
PU (type biodégradable)	Compost	58	11	100	---
Viscose Lyocell (<i>valeurs extrapolées de Chang Lang Yoon – 2004</i>)	Eau additivée de bactéries de station d'épuration	30	16	66	---
Viscose Rayonne (<i>valeurs extrapolées de Chang Lang Yoon – 2004</i>)	Eau additivée de bactéries de station d'épuration	30	13	88	---

Tableau 2 – Quelques valeurs relevées pour la plupart selon nos propres expériences

II) COMPOSTAGE

II.1) Définition

Le compostage consiste en l'action de fermenter des résidus agricoles et/ou urbain en mélange ou non avec de la terre végétale (Larousse)

II.2) Compostable, compostabilité

Les termes « compostable » et « compostabilité » ne sont pas définis par les divers dictionnaires de la langue française mais relèvent uniquement de normes techniques, notamment pour l'Europe, la NF EN 13432. Cette norme européenne de reconnaissance mondiale, définit de manière précise les conditions à satisfaire pour qu'un emballage (au sens large) puisse être déclaré compostable en conditions industrielles.

La compostabilité est la capacité qu'à un matériau d'être compostable.

La norme NF EN 13432 comporte 4 volets principaux :

II.2.1) Caractérisation du matériau, à savoir :

- l'identification des constituants (*chaque constituant organique, si sa proportion dépasse 1% masse de l'ensemble doit être en conformité avec la NF EN 13432 et la somme des proportions des constituants organiques inférieurs ou égaux à 1% masse ne peut être supérieure à 5% masse*)
- la détermination de substances dangereuses (*analyse des éléments traces par exemple qui doivent être conformes à des niveaux d'acceptabilité*)
- la détermination du carbone organique
- la détermination des solides secs
- la détermination des volatils (*max. = 50% masse*)

II.2.2) Biodégradabilité :

II.2.2.1) Aérobic : toujours exigée. Elle est effectuée dans des conditions de laboratoire par incubation du matériau considéré contre cellulose, sur compost à 58°C durant 6 mois au maximum. La validité du test est assurée si la cellulose atteint au moins 70% de biodégradation en 45 jours. Le matériau est considéré comme biodégradable s'il atteint au moins 90% de la valeur de la cellulose lorsque cette dernière a atteint son plateau ou au maximum après 6 mois.

II.2.2.2) Anaérobic : *test facultatif*, pratiquement jamais exigé par le demandeur. Le matériau est considéré comme biodégradable s'il atteint au moins 50 % de la valeur de la cellulose lorsque cette dernière a atteint son plateau ou au maximum après 2 mois à 35°C.

II.2.3) Désintégration :

II.2.3.1) Aérobic : toujours exigée. Elle est effectuée dans des conditions réelles de compostage industriel ou en unité pilote reproduisant au mieux les conditions de compostage industriel (à 1% masse ou volume dans le compost). Le matériau est exposé durant 12 semaines maximum aux conditions de compostage industriel. Au-delà de ces 12 semaines, on vérifie que les produits de désintégration passent à au moins 90% au travers d'un tamis à mailles de 2 mm. *Ce test est particulièrement discriminant car susceptible d'éliminer des matériaux constitués de matières bien connues pour leurs qualités de biodégradabilité (par exemple un PLA de 50 microns d'épaisseur se désintègrera sans problème mais un PLA de 1 cm d'épaisseur ne se désintègrera pas correctement)*

II.2.3.2) Anaérobic : *test facultatif*, pratiquement jamais exigé par le demandeur. Elle est effectuée dans des conditions réelles de digestion anaérobic ou en unité pilote reproduisant

au mieux ces mêmes conditions. Le matériau est exposé durant 5 semaines maximum à une combinaison de digestion anaérobie et de stabilisation aérobie. Au-delà de ces 5 semaines, on vérifie que les produits de désintégration passent à au moins 90% au travers d'un tamis à mailles de 2 mm.

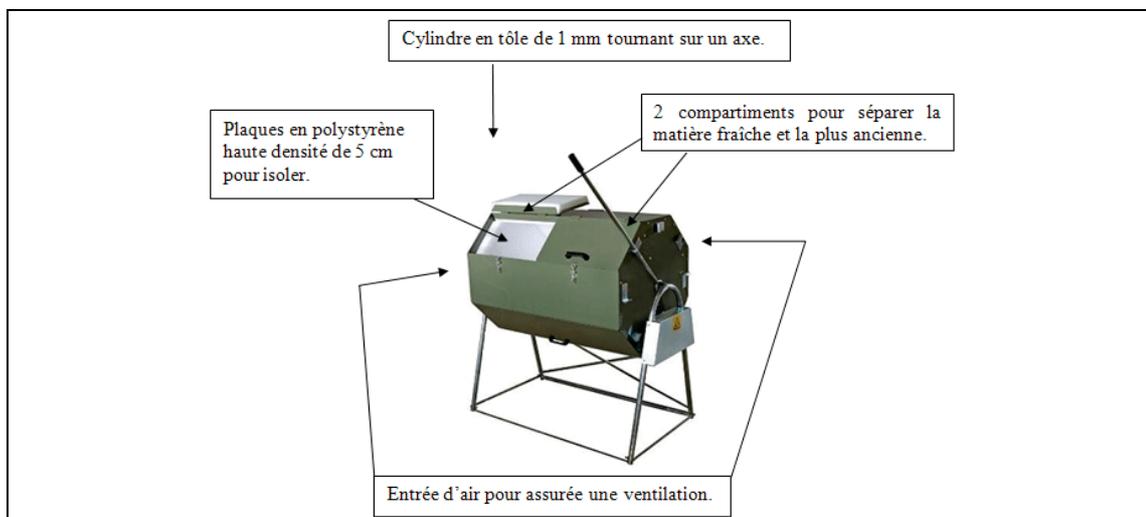


Figure 18
Exemple d'unité pilote manuelle de compostage JK 400 telle que proposée par le Sytevom en Franche Comté et installée au collège de Favorney <http://www.sytevom.org> (+/- 10000 euros/unité)

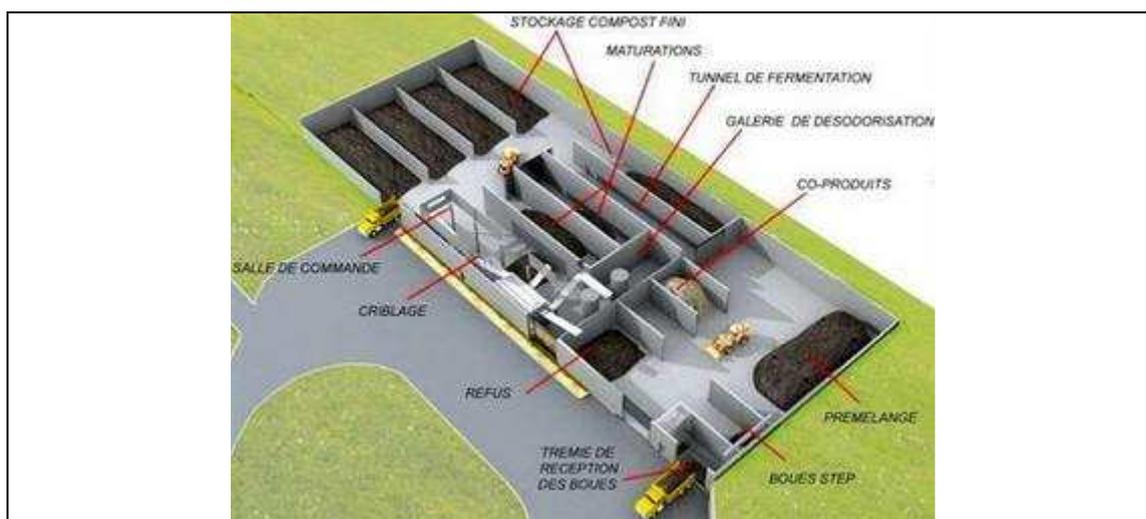


Figure 19 (selon Pôle technologique de l'Environnement au Pays de Chateaubriant) <http://www.pays-chateaubriant.fr/>
Exemple d'unité industrielle de compostage (+/- 4 000 000 euros)

II.2.4) Ecotoxicité :

Les tests sont effectués à partir d'un fermentat de mélange à 10% masse du matériau considéré dans le compost durant 12 semaines.

Le fermentat obtenu est alors mélangé à 25% et 50% volume ou masse dans un substrat de culture. Sur ces dernières préparations on sème 1 monocotylée (orge) et 1 dicotylée (laitue), puis on mesure les taux de germination et les biomasses. La conformité est obtenue à condition qu'on atteigne des valeurs au moins égale à 90% des valeurs obtenues avec le témoin réalisé à partir de compost pur

II.3) Des questions ? Des réponses !

Certains matériaux (polyoléfinés additivés) peuvent parfois être déclarés « compostables ». Est-ce exact ?	Non ! En fait ils peuvent éventuellement passer les divers tests exigés par la NF EN 13432 mais en aucun cas le test de biodégradabilité.
Est-il acceptable d'affirmer « Mon produit est biodégradable » ?	Non. D'un point de vue environnemental, ce genre d'affirmation n'a pas de sens. Il faut toujours que cette affirmation fasse référence aux conditions de détermination de cette « biodégradabilité » <i>Quel milieu d'incubation ? Quelle température ? Quel niveau de biodégradation a été atteint et en combien de temps ? Est-ce une biodégradation absolue ou une biodégradation relative à la cellulose ?</i>
Est-il acceptable d'affirmer « Mon produit est compostable » ?	Non, il faut toujours spécifier les conditions de compostabilité, par exemple en disant « <i>Mon produit est compostable selon la norme NF EN 13432</i> » ou encore « <i>Mon produit répond à la norme NF EN 13432 et peut être déclaré biodégradable par voie de compostage en conditions industrielles</i> » ou encore en faisant appel à une marque de conformité reconnue qui fait elle-même appel aux normes ad hoc.
Existe-t-il une norme de compostabilité en conditions « ménagères » ?	Non. Les marques de conformité distribuées sont uniquement basées sur des cahiers des charges « privés », non consensuels quoique basés sur les normes régissant la compostabilité en conditions industrielles
Les matériaux déclarés oxobiodégradables sont-ils réellement biodégradables ?	Non. Ils ne répondent à aucune norme de biodégradabilité en vigueur. Cependant, au-delà de leur phase oxydative (<i>qui ne peut se produire qu'à la condition qu'ils disposent de suffisamment d'oxygène, de chaleur et de lumière</i>) ils peuvent présenter une certaine biodégradabilité, lente, quoique plus rapide que des polyoléfinés non additivés
Mon matériau n'est pas un emballage, puis-je quand même obtenir une conformité à la NF EN 13432 ?	Non. La norme NF EN 13432 est strictement réservée aux emballages tels que définis par la directive européenne 94/62/CE. Vous ne pourrez obtenir de conformité qu'à la NF EN 14995, copie conforme de la NF EN 13432, mais réservée à tous matériaux autres que les emballages. Une non observance à cette règle pourra être passible de poursuites pour publicité mensongère.
Puis-je affirmer que mon matériau est conforme à la NF EN 13432 et/ou à la NFU 52001 sans passer par un organisme de certification ?	Oui. Ces normes ne sont pas d'application obligatoire. Vous vous heurterez cependant à la défiance de vos clients ainsi qu'à la répression des fraudes si votre matériau n'est en fait pas conforme à vos déclarations.
Puis-je déclarer « officiellement » que mon matériau est biodégradable sur la seule base d'un ou plusieurs tests respirométriques ou non, normés ou non de biodégradation	Non. Tous ces types de tests sont intéressants pour mettre en évidence des suspicions de biodégradation et souvent ne comportent aucun seuil minimum à atteindre. Selon le sens commun, il est facile de passer des résultats de ces tests à l'affirmation La déclaration « officielle » de biodégradation ne peut être validée qu'à la condition qu'elle résulte d'une batterie de tests normés, définissant des seuils à atteindre, notamment respirométriques mais aussi chimiques, écotoxiques etc... Par exemple, il sera alors possible de déclarer « <i>Mon produit est biodégradable par voie d'enfouissement dans le sol car il répond à la norme NF U 52001</i> » ou encore « <i>Mon produit est biodégradable par voie de compostage en milieu industriel car il répond à la norme NF EN 13432 ou NF EN 14995</i> » ou encore en faisant appel à une marque de conformité reconnue qui fait elle-même

	appel aux normes ad hoc.
Un matériau biodégradable est-il forcément compostable ?	Non car la compostabilité va dépendre notamment de l'épaisseur et ou de la forme du matériau considéré. Par exemple un PLA peut être parfaitement biodégradable en laboratoire par incubation sur compost à 58°C mais totalement incapable de passer le test de désintégration si son épaisseur est trop grande.
Un matériau compostable en conditions industrielles est-il forcément biodégradable ?	Oui , à la seule condition que l'on spécifie bien que le test de biodégradabilité a été réalisé sur compost à 58°C

Conclusions

Les seuls tests de biodégradation, de préférence normatifs, permettent de conclure à une biodégradabilité plus ou moins importante d'un matériau donné mais ne permettent en aucun cas de conclure à son éco-compatibilité. Pour tenter de s'en approcher, d'autres tests doivent venir compléter ceux qui déterminent la biodégradabilité des matériaux, comme par exemple des analyses chimiques et des recherches d'écotoxicité. Ceci fait l'objet d'autres normes qui reprennent celles qui sont consacrées à la recherche de la biodégradabilité et les complètent par de nouveaux tests. Ainsi, on répond à la question posée par le titre de l'article...en fait la biodégradabilité n'est finalement qu'un élément de la compostabilité.

Les tests de biodégradabilités sont nombreux, souvent longs, onéreux et leurs variabilités d'un laboratoire à l'autre, et parfois au sein d'un même laboratoire, peuvent être importantes.

Déclarer qu'un matériau est biodégradable sans spécifier précisément dans quelles conditions les tests ont été réalisés, n'a pas de sens. Ainsi, dire qu'un PE ou un PP est biodégradable sans autre précision est exact mais n'a aucune validité environnementale.

De nombreuses recherches sont en cours pour limiter les durées et les variabilités des tests et assurer des résultats plus généralisables¹⁹ mais n'ont pas encore abouti à des résultats très concrets.

En matière de compostage, les essais envisagés sur 12 semaines par les normes ne satisfont pas nombre d'industriels du compostage qui travaillent avec des méthodes permettant d'obtenir des composts au bout de 4 semaines seulement. Là aussi des recherches sont en cours pour limiter la durée des tests.

Les tests d'écotoxicités prévus par les normes sont criticables car ils ne balayent pas un champ d'essais suffisamment large.

Malgré leurs limites les exigences normatives actuellement en vigueur peuvent être considérées comme un bon compromis, évitant des coûts prohibitifs liés à des contraintes expérimentales importantes, tout en limitant au mieux le risque environnemental pris lors de la gestion de fin de vie des matériaux qualifiés de biodégradables ou compostables

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Alejandra Rodriguez-Contreras and coll. Polymer Degradation and Stability January 2012. *Enzymatic degradation of poly(3-hydroxybutyrate-co-4-hydroxybutyrate) by commercial lipases*
2. ASTM D 5209-92. *Standard Test Method for determining the aerobic biodegradation of plastic materials in presence of municipal sewage sludge*
3. ASTM D 5511-94. *Standard test method for determining anaerobic biodegradation of plastic material under high solid anaerobic digestion conditions*
4. CEN/TC 223, *Amendements du sol et supports de culture*.
5. César Guy 2008 -2012. *Cours de biodégradation pour les Master II de l'Université de Lorient*

¹⁹ Par exemple des cultures sur milieux inertes avec des cocktails microbiens normalisés

6. G.H. Yem and coll. Science Direct May 2005. *Water absorption and enzymatic degradation of poly(lactic acid)/rice starch composites*
7. ISO 10634:1995, *Qualité de l'eau — Lignes directrices pour la préparation et le traitement des composés organiques peu solubles dans l'eau en vue de l'évaluation de leur biodégradabilité en milieu aqueux.*
8. ISO 11074-1:1996, *Qualité du sol — Vocabulaire — Partie 1 : Termes et définitions relatifs à la protection et la pollution du sol.*
9. ISO 11734:1995, *Qualité de l'eau — Évaluation de la biodégradabilité anaérobie ultime des composés organiques dans les boues de digesteurs — Méthode par mesurage de la production de biogaz.*
10. ISO 14855-2. *Détermination de la biodégradabilité aérobique 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*
11. ISO 16929 - *Plastiques — Détermination du degré de désintégration des matériaux plastiques dans des conditions de compostage définies lors d'un essai à échelle pilote — Norme Internationale- Afnor novembre 2002*
12. ISO 846 :1997, *Plastiques-Evaluation de l'action des micro-organismes*
13. ISO/DIS 14853:1999, *Plastique — Évaluation de la biodégradabilité anaérobie ultime en milieu aqueux — Méthode par détermination de la production de biogaz.*
14. ISO/DIS 15985:1999, *Plastiques — Évaluation de la biodégradabilité anaérobie ultime et de la désintégration dans des conditions de digestion anaérobie à teneur élevée en solides — Méthode par analyse du biogaz libéré.*
15. ISO/DIS 17556.2. *Plastics — Determination of the ultimate aerobic biodegradability in soil by measuring the oxygen demand in a respirometer or the amount of carbon dioxide evolved*
16. ISO/TR 15462:1997, *Qualité de l'eau — Sélection des essais de biodégradabilité.*
17. Jiaqi Zhang and Coll. Polymer degradation and Stability. October 2011. *Mechanical properties, structure analysis and enzymatic degradation of uniaxially cold-drawn films of poly[(R)-3-hydroxybutyrate-co-4-hydroxybutyrate]*
18. Journal Officiel de l'Union Européenne, OJL, 219, 7.8.98, p. 39. *Décision de la Commission du 7 avril 1998 établissant les critères écologiques pour l'attribution de l'Éco-label communautaire aux amendements du sol.*
19. Lemaire et coll. Cahiers techniques –Plastiques et Caoutchoucs N° 898 de novembre 2012. *Hydrobiodégradables et oxobiodégradables*
20. NF EN 13432 *Exigences relatives aux emballages valorisables par compostage et biodégradation – Programme d'essai et critères d'évaluation de l'acceptation finale des emballages – Norme française et européenne homologuée- Afnor novembre 2000* **Cette norme comporte les techniques respirométriques à mettre en oeuvre, soit en explication directe soit en renvoi à d'autres normes**
21. NF U52-001. *Matériaux biodégradables pour l'agriculture et l'horticulture – Produits de paillage – Exigences et méthode d'essai* **Cette norme comporte les techniques respirométriques à mettre en oeuvre, soit en explication directe soit en renvoi à d'autres normes**
22. OECD *Guidelines for Testing of Chemicals 208 : Terrestrial Plants, Growth Test* ; Organisation for Economie Co-operation and Development, 2 rue André Pascal, F — 75775 Paris.
23. ONorm S 2201, *Compostable biogenic waste — Quality requirements.*
24. prEN 12578, *Amendements du sol et supports de culture — Spécifications — Liste de produits.*
25. prEN 12880, *Caractérisation des boues — Détermination des résidus secs et contenu aqueux.*
26. S. Fontanella et coll. Polymer Degradation and Stability January 2013. *Comparison of biodegradability of various polypropulene films containing pro-oxdyant additives based on Mn, Mn/Fr or Co*
27. Sigbritt Karlsson. *Macromolecules 1997,30, 7721-7728 Dicarboxylic acids and ketoacidsformed in degradable polyethylenes by zip depolymerisation through a cyclic transition state*
28. Toshihisa Tanaka and coll. Science Direct March 2007. *Mechanical properties and enzymatic degradation of poly[(R)-3-hydroxybutyrate] fibers stretched after isothermal crystallization near Tg*
29. W1 261 074, *Évaluation de la désintégration des matériaux d'emballage lors d'essais à usage pratique dans des conditions de compostage définies.*
30. W1 261 085, *Évaluation de la biodégradabilité aérobique ultime et de la désintégration des matériaux d'emballage dans des conditions contrôlées de compostage — Méthode d'analyse du dioxyde de carbone libéré.*