
**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**

Plastics — Determination of aerobic biodegradation of non-floating plastic materials in a seawater/sediment interface — Method by analysis of evolved carbon dioxide

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19679:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3cea6d2-b0b8-4e1e-b048-8fe6f7c625c8/iso-19679-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19679:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3cea6d2-b0b8-4e1e-b048-8fe6f7c625c8/iso-19679-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Environnement d'essai	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	3
8 Mode opératoire	4
8.1 Matériau d'essai.....	4
8.2 Matériau de référence.....	4
8.3 Préparation du sédiment.....	4
8.4 Configuration de l'essai.....	4
8.5 Phase de préconditionnement.....	5
8.6 Début de l'essai.....	5
8.7 Mesurage du dioxyde de carbone.....	6
8.8 Fin de l'essai.....	6
9 Calcul et expression des résultats	6
9.1 Calcul.....	6
9.1.1 Quantité de CO ₂ produit.....	6
9.1.2 Pourcentage de biodegradation.....	8
9.2 Inspection visuelle.....	8
9.3 Expression et interprétation des résultats.....	9
10 Validité des résultats	9
11 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Exemple de système respirométrique basé sur un mesurage du CO₂	11
Bibliographie	12

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: <http://www.iso.org/iso/fr/foreword.html>.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Introduction

Les produits en plastiques biodégradables sont conçus pour être valorisés par recyclage organique dans des installations de compostage ou dans des digesteurs anaérobies. La dispersion incontrôlée des plastiques biodégradables dans les environnements naturels n'est pas souhaitable. La biodégradabilité des produits ne peut pas être considérée comme une excuse pour épandre des déchets qui devraient être valorisés et recyclés. Cependant, les méthodes d'essai permettant de mesurer le taux et le niveau de biodégradation dans les environnements naturels (par exemple dans le sol ou en environnement marin) présentent un intérêt car elles permettent de mieux caractériser le comportement des plastiques dans ces environnements très particuliers. En effet, certains plastiques sont utilisés dans des produits qui sont utilisés dans la mer (par exemple le matériel de pêche) et ils peuvent parfois être perdus ou jetés volontairement dans le milieu marin. La caractérisation des matériaux plastiques biodégradables peut être élargie en appliquant des méthodes d'essai spécifiques permettant de réaliser une évaluation quantitative de la biodégradation des plastiques exposés aux sédiments marins et à l'eau de mer. Les produits en plastique sont directement jetés ou ils arrivent dans la zone pélagique (eau libre) avec les eaux douces. Ensuite, et en fonction de la densité, des marées, des courants et des salissures marines, les plastiques peuvent couler dans la zone sublittorale et atteindre la surface du fond océanique. De nombreux plastiques biodégradables ont une densité supérieure à 1 et ils ont donc tendance à couler. Lorsqu'ils passent de la surface (l'interface avec l'eau de mer) aux couches plus profondes, les sédiments passent de conditions aérobies à anoxiques, et enfin anaérobies, avec un très fort gradient d'oxygène.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 19679:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3cea6d2-b0b8-4e1e-b048-8fe6f7c625c8/iso-19679-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3cea6d2-b0b8-4e1e-b048-8fe6f7c625c8/iso-19679-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19679:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3cea6d2-b0b8-4e1e-b048-8fe6f7c625c8/iso-19679-2016>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer le taux et le niveau de biodégradation aérobie des matériaux plastiques lorsqu'ils se trouvent sur des sédiments sableux marins à l'interface entre l'eau de mer et le fond océanique, en mesurant le dioxyde de carbone libéré.

Cette méthode d'essai est une simulation, dans les conditions de laboratoire, de l'habitat rencontré dans différentes zones d'eau de mer/de sédiments en mer, par exemple dans une zone benthique où les rayons du soleil atteignent le fond océanique (zone photique) c'est-à-dire ce qu'on appelle, en science marine, la zone sublittorale.

La détermination de la biodégradation des matériaux plastiques enfouis dans les sédiments marins est hors du domaine d'application de la présente Norme internationale.

Le mesurage de la biodégradation aérobie peut également être obtenu en surveillant la consommation d'oxygène, comme décrit dans l'ISO 18830.

Les conditions décrites dans la présente Norme internationale ne correspondent pas nécessairement aux conditions optimales permettant d'obtenir le taux maximal de biodégradation.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 14852:1999, *Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré*

ISO 8245, *Qualité de l'eau — Lignes directrices pour le dosage du carbone organique total (COT) et du carbone organique dissous (COD)*

3 Termes et définitions

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

3.1

quantité théorique de dioxyde de carbone libéré

ThCO_2

quantité théorique maximale de dioxyde de carbone libéré après l'oxydation complète d'un composé chimique, calculée d'après la formule moléculaire ou à partir de la détermination du carbone organique total (COT)

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en milligrammes de dioxyde de carbone libéré par milligramme ou par gramme de composé soumis à essai.

3.2

carbone organique total

COT

quantité de carbone incluse dans un composé organique

Note 1 à l'article: Le carbone organique total est exprimé en milligrammes de carbone par 100 mg de composé.

3.3

carbone organique dissous

COD

proportion du carbone organique contenu dans l'eau qui ne peut pas être éliminée par une séparation de phase spécifique, par exemple par centrifugation à $40\,000\text{ ms}^{-2}$ pendant 15 min ou par filtration sur des membranes ayant des pores de $0,2\ \mu\text{m}$ à $0,45\ \mu\text{m}$ de diamètre

3.4

phase de préconditionnement

pré-incubation d'un inoculum dans les conditions de l'essai effectué ultérieurement, en l'absence de matériau d'essai, dans le but de consommer la matière organique potentielle présente en excès qui pourrait perturber le mesurage de la biodégradation et dans le but d'améliorer l'acclimatation des micro-organismes aux conditions d'essai

4 Principe

Cette méthode d'essai repose sur la détermination du dioxyde de carbone libéré et est dérivée de l'ISO 14852. Le milieu d'essai est basé sur une phase solide et une phase liquide. La phase solide est un sédiment marin sableux posé au fond d'une fiole fermée; la phase liquide est une colonne d'eau de mer naturelle ou artificielle, versée sur le sédiment. Le matériau d'essai se présente de préférence sous la forme d'un film qui doit être posé sur le sédiment, à l'interface entre la phase solide et la phase liquide. Il s'agit d'une simulation d'un objet qui a coulé et qui a fini par atteindre le fond océanique. Le système est contenu dans une fiole fermée.

Le dioxyde de carbone libéré au cours de la dégradation microbienne est déterminé par une méthode d'analyse appropriée. Le niveau de biodégradation est déterminé en comparant la quantité de dioxyde de carbone libéré avec la quantité théorique (ThCO_2) et en l'exprimant en pourcentage. Le résultat d'essai est le niveau maximal de biodégradation, déterminé à partir du plateau de la courbe de biodégradation. Le principe de fonctionnement d'un système d'essai permettant de mesurer le dioxyde de carbone libéré est présenté dans l'ISO 14852:1999, Annexe A.

Les détails des essais interlaboratoires basés sur la méthode d'essai spécifiée dans la présente Norme internationale sont disponibles dans la Référence [5].

5 Environnement d'essai

L'incubation doit avoir lieu dans l'obscurité ou sous une lumière diffuse dans une enceinte exempte de vapeurs susceptibles d'inhiber les micro-organismes, qui est maintenue à une température constante, de préférence entre 15 °C et 25 °C , sans toutefois dépasser 28 °C , avec une précision de $\pm 2\text{ °C}$. Tout changement de température doit être justifié et clairement indiqué dans le rapport d'essai.

NOTE Les résultats d'essai sont obtenus pour une température pouvant être différente des conditions réelles en environnement marin.

6 Réactifs

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

6.2 Eau de mer artificielle

Dissoudre:

Chlorure de sodium (NaCl)	22 g
Chlorure de magnésium hexahydraté (MgCl ₂ · 6 H ₂ O)	9,7 g
Sulfate de sodium (Na ₂ SO ₄)	3,7 g
Chlorure de calcium (CaCl ₂)	1 g
Chlorure de potassium (KCl)	0,65 g
Hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO ₃)	0,20 g

dans de l'eau (6.1), et compléter à 1 000 ml.

6.3 Eau de mer naturelle/sédiment

Prélever un échantillon de sédiment sableux et d'eau de mer avec une pelle en l'introduisant sous la ligne d'eau basse dans un seau. Transférer le sédiment humide et l'eau de mer dans des récipients scellés en vue du transport et de la livraison rapide au laboratoire. Après la livraison, conserver le sédiment à basse température (environ 4 °C) jusqu'à utilisation. Il convient que l'échantillon d'eau de mer/sédiment soit de préférence utilisé dans les 4 semaines suivant l'échantillonnage. Enregistrer la durée et les conditions de stockage.

NOTE L'eau de mer et le sédiment peuvent aussi être prélevés dans de grands aquariums marins publics, bien entretenus.

Mesurer le COT, le pH et la teneur en azote du sédiment et de l'eau de mer naturelle si elle est utilisée à la place d'eau de mer artificielle. Il convient que la teneur en carbone du sédiment soit située entre 0,1 % et 2 %.

Une oxydation préliminaire peut être appliquée au sédiment afin de réduire la teneur en matière organique présente et la respiration de fond. Le sédiment et l'eau de mer sont fluxés avec de l'air et sont agités doucement (max. entre 20 r/min et 30 r/min) dans un grand récipient pendant la durée souhaitée. Consigner ce mode opératoire de prétraitement dans le rapport d'essai.

7 Appareillage

7.1 Fioles d'essai

Des fioles biométriques d'un volume d'environ 250 ml conviennent. Les récipients doivent être placés dans une salle à température constante ou dans un appareil thermostaté (par exemple bain-marie). L'agitation peut être utilisée sur l'eau de mer à condition qu'elle ne perturbe pas l'interface sédiment/eau de mer.

NOTE Un appareillage adapté est illustré à la [Figure A.1](#). Un exemple d'appareillage d'agitation est donné dans le document TG 308 de l'OCDE, Annexe 4[6].

7.2 Récipient pour l'absorbeur de CO₂

Un bécher en verre doit être placé dans l'espace de tête du réacteur et rempli avec 10 ml de Ba(OH)₂ à 0,025 N ou avec 3 ml de KOH à 0,5 N.

7.3 Balance analytique

La balance analytique doit avoir une sensibilité d'au moins 0,1 mg.

7.4 pH-mètre

8 Mode opératoire

8.1 Matériau d'essai

Il convient que le matériau d'essai se présente sous forme de film ou de feuille. Découper des échantillons de matériau d'essai en forme de disque. Les disques doivent avoir un plus petit diamètre que les fioles en verre, pour pouvoir être facilement posés au fond de la fiole.

L'échantillon doit avoir une masse connue et contenir suffisamment de carbone pour donner une quantité de CO₂ susceptible d'être mesurée de manière adéquate par le système utilisé.

Utiliser une concentration de matériau d'essai d'au moins 100 mg/l d'eau de mer et de sédiment. Il convient que cette masse d'échantillon corresponde à un COT d'environ 60 mg/l. La masse maximale d'échantillon par fiole est limitée par l'alimentation en oxygène de la fiole en verre. Il est recommandé d'utiliser de 150 mg à 300 mg de matériau d'essai par litre d'eau de mer et de sédiment.

Calculer le COT d'après la formule chimique ou le déterminer par une technique d'analyse appropriée (par exemple analyse élémentaire ou mesurage conformément à l'ISO 8245) et calculer la ThCO₂.

La consistance et la forme du matériau d'essai peuvent influencer sur sa biodégradabilité. Il convient d'utiliser, de préférence, des formes et épaisseurs similaires si l'on doit comparer différents types de matériaux plastiques.

NOTE 1 Le matériau d'essai peut également être introduit sous forme de poudre. Cependant, ceci peut être critique car l'expérience pratique a montré qu'il est difficile de maintenir la poudre au niveau de l'interface sédiment/eau de mer sans prendre de mesures spéciales. Se reporter à l'ISO 10210 pour la préparation de poudre à partir de matériaux plastiques.

NOTE 2 Lorsque le matériau d'essai sous la forme d'un film est posé sur la surface du sédiment, cela peut limiter l'échange gazeux entre l'eau et le sédiment et favoriser la formation de zones anaérobies sous le matériau d'essai. Afin de réduire cet effet, il est possible de perforer l'échantillon de film de manière homogène sur toute la surface.

8.2 Matériau de référence

Utiliser des filtres de cellulose exempts de cendres comme matériau de référence¹⁾. Il convient, si possible, que le COT, la consistance et la taille du matériau de référence soient comparables à ceux du matériau d'essai. Comme témoin négatif, il est éventuellement possible d'utiliser un polymère non biodégradable (par exemple du polyéthylène) sous la même forme que le matériau d'essai.

8.3 Préparation du sédiment

Filtrer le sédiment dans un entonnoir avec un papier-filtre grossier pour éliminer l'eau de mer en excès. Le sédiment est prêt pour l'essai lorsque l'eau de mer ne s'égoutte plus. Le sédiment après filtration est appelé «sédiment humide» dans le reste du document.

8.4 Configuration de l'essai

Prévoir plusieurs fioles pour que l'essai comprenne au moins ce qui suit:

- a) trois fioles pour le matériau d'essai (symbole F_T);
- b) trois fioles pour le blanc (symbole F_B);

1) Le papier-filtre de laboratoire Whatman n° 42 a été jugé satisfaisant pour cette utilisation et est un exemple de produit adapté disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

c) trois fioles pour le matériau de référence (symbole F_C).

Il est également possible d'ajouter trois autres fioles pour le témoin négatif (symbole F_N), si cela est nécessaire.

NOTE Il est possible d'utiliser deux fioles au lieu de trois pour le matériau d'essai, le blanc, le matériau de référence et le témoin négatif, à des fins de sélection.

8.5 Phase de préconditionnement

Dans un cas type, utiliser une fiole d'essai d'un volume de 250 ml. Déposer 30 g de sédiment humide au fond de la fiole. Verser avec précaution 70 ml d'eau de mer naturelle ou artificielle. Il convient que l'essai soit réalisé selon un rapport en volume d'eau/de sédiment compris entre 3:1 et 5:1 et avec une couche de sédiment d'environ 0,3 cm à 0,5 cm, en fonction de la granulométrie du sédiment.

NOTE En cas d'utilisation d'un sédiment très grossier, la couche peut être augmentée jusqu'à 1,5 cm.

Ajouter l'absorbant de dioxyde de carbone dans les compartiments d'absorption de la fiole d'essai, dans un cas type 3 ml de KOH à 0,5 N ou 10 ml de $Ba(OH)_2$ à 0,025 N. Placer les fioles dans un environnement à température constante et laisser tous les récipients atteindre la température voulue. Effectuer les relevés nécessaires et surveiller la libération du CO_2 .

Cette phase est réalisée pour vérifier que la respiration endogène est similaire dans les différents récipients et également pour obtenir une oxydation préliminaire de la matière organique en excès afin de démarrer l'essai avec une respiration endogène plus faible. L'inoculum peut être agité doucement afin d'accélérer la biodégradation de la matière organique en excès.

Cette phase dure généralement une semaine, mais il est possible de prolonger cette durée si une grande quantité de CO_2 libéré est mesurée.

En cas de libération différente du CO_2 dans un récipient, rejeter le récipient en question ou, si plusieurs anomalies sont observées, recommencer avec un nouveau sédiment.

8.6 Début de l'essai

Tremper l'échantillon de film plastique, découpé comme décrit en 8.1, sur le sédiment dans chaque récipient. Il convient que les échantillons (matériaux d'essai et de référence) aient une masse d'environ 20 mg chacun en cas d'utilisation d'une fiole de 250 ml, ce qui correspond à la concentration initiale de l'élément d'essai spécifiée en 8.1. Afin de garantir un contact homogène entre l'échantillon et le sédiment, il est recommandé de recouvrir l'échantillon avec un couvre-objet adapté. Les récipients de blanc doivent également comporter un couvre-objet pour garantir des conditions similaires.

NOTE Une moustiquaire courante en fibre de verre revêtue de vinyle non biodégradable, ayant un diamètre de fibre d'environ 280 μm et une maille de 1,8 mm \times 1,6 mm, peut constituer un couvre-objet adapté.

Pour un exemple, voir l'[Annexe A](#).

Répéter le mode opératoire pour le matériau de référence et pour le témoin négatif dans les fioles correspondantes. Consigner la masse de sédiment et d'échantillon et le volume d'eau de mer introduit dans chaque récipient.

Des nutriments peuvent être ajoutés si nécessaire pour renforcer la diversité microbienne et pour maintenir la capacité du matériau d'essai à se biodégrader. Le besoin en nutriments additionnels et le moment auquel ils sont ajoutés, ou d'autres mesures appropriées, peuvent être estimés par observation de l'évolution temporelle de la biodégradation de la cellulose de la substance de référence. Tout ajout doit être consigné dans le rapport d'essai avec la méthode utilisée.