
**Plastiques — Détermination de la
biodégradation aérobie des matériaux
non flottants exposés aux sédiments
marins — Méthode par analyse du
dioxyde de carbone libéré**

*Plastics — Determination of the aerobic biodegradation of non-
floating materials exposed to marine sediment — Method by analysis
of evolved carbon dioxide*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22404:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-3c456700e341/iso-22404-2019)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-
3c456700e341/iso-22404-2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-3c456700e341/iso-22404-2019)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22404:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-3c456700e341/iso-22404-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

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	3
7 Appareillage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Matériau d'essai	3
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	5
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 Expression et interprétation des résultats	8
10 Validité des résultats	9
11 Rapport d'essai	9
Bibliographie	11

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

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

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 14, *Aspects liés à l'environnement*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Les produits en plastiques biodégradables et en d'autres matériaux 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. Pour concevoir le produit de manière appropriée, il est important de savoir si un matériau plastique est biodégradable par définition lorsqu'il est exposé à des inoculum marins.

Le présent document fournit une méthode d'essai permettant de calculer et de consigner le niveau de biodégradation obtenu dans des conditions de laboratoire à l'aide d'un inoculum marin. L'inoculum marin est un sédiment prélevé dans la zone tidale. Le matériau plastique est exposé à cette matrice environnementale et la biodégradation est obtenue en mesurant le CO₂ libéré.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 22404:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-3c456700e341/iso-22404-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-3c456700e341/iso-22404-2019>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22404:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-3c456700e341/iso-22404-2019>

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai en laboratoire permettant de déterminer le taux et le niveau de biodégradation aérobie des matériaux plastiques. Cette méthode d'essai peut également être appliquée à d'autres matériaux.

La biodégradation est déterminée en mesurant le CO₂ libéré par le matériau plastique lorsqu'il est exposé à des sédiments marins prélevés dans une zone tidale sableuse et maintenus humides dans de l'eau salée, dans des conditions de laboratoire.

Cette méthode d'essai est une simulation, dans des conditions de laboratoire, de l'habitat présent dans la zone tidale sableuse, connue sous le nom de «zone eulittorale» en sciences marines.

Les conditions décrites dans le présent document ne correspondent pas nécessairement aux conditions optimales permettant d'obtenir le taux maximal de biodégradation.

Les écarts par rapport aux conditions d'essai décrites dans le présent document sont justifiés dans le rapport d'essai.

2 Références normatives

ISO 22404:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-7c43b70c3417/iso-22404-2019>

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 10210, *Plastiques — Méthodes de préparation des échantillons pour les essais de biodégradation des matériaux plastiques*

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1

zone tidale

zone limite entre la mer et la terre qui s'étend de la ligne de marée haute, qui est rarement inondée, à la ligne de marée basse, qui est généralement toujours recouverte d'eau

Note 1 à l'article: La zone tidale est souvent une zone sableuse qui est maintenue constamment humide par le clapotis des vagues.

Note 2 à l'article: Le rivage peut aussi être rocailleux ou rocheux.

Note 3 à l'article: Est aussi appelée zone eulittorale, zone midlittorale, zone médiolittorale, zone intertidale, estran.

3.2
quantité théorique de dioxyde de carbone libéré

ThCO₂
quantité théorique maximale de dioxyde de carbone produite après oxydation complète d'un composé chimique, calculée à partir de la formule moléculaire ou à partir de la détermination du *carbone organique total (COT)* (3.3), et exprimée en milligrammes de dioxyde de carbone produit par milligramme du composé

3.3
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 milligrammes de composé.

3.4
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 ms⁻² pendant 15 min ou par filtration sur des membranes ayant des pores de 0,2 µm à 0,45 µm de diamètre

3.5
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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 22404:2019

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-3c456700e341/iso-22404-2019)

[3c456700e341/iso-22404-2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-3c456700e341/iso-22404-2019)

4 Principe

Cette méthode d'essai repose sur la détermination du dioxyde de carbone libéré et est dérivée de l'ISO 19679. Le milieu d'essai est basé sur un sédiment marin sableux posé au fond d'une fiole fermée; le sédiment est maintenu humide avec de l'eau de mer naturelle. Le matériau d'essai se présente de préférence sous forme de poudre.

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 (ThCO₂) 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 14852:2018, Annexe A.

5 Environnement d'essai

L'incubation doit avoir lieu dans l'obscurité 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 ± 2 °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 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. Avant utilisation, enlever les matériaux visibles de grande taille (comme les matières végétales, les coquillages).

NOTE 1 Il est possible d'obtenir du sédiment à partir de plusieurs échantillons recueillis à des endroits différents pour augmenter la variabilité microbienne.

NOTE 2 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. Il convient que la teneur en carbone organique total 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 prétraitement dans le rapport d'essai.

7 Appareillage

ISO 22404:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbd9bb9-c874-4e80-8c35-3c456700e341/iso-22404-2019>

7.1 Généralités

S'assurer que toute la verrerie de laboratoire a été soigneusement nettoyée et, en particulier, qu'elle est exempte de toute trace de substances organiques ou toxiques.

Est nécessaire le matériel courant de laboratoire, et ce qui suit.

7.2 Fioles d'essai. Des fioles biométriques d'un volume d'environ 2 l à 4 l conviennent. Les récipients doivent être placés dans une salle à température constante ou dans un appareil thermostaté (tel qu'un bain-marie). Des réacteurs de volumes supérieurs ou inférieurs peuvent être utilisés si cela n'influe pas sur les conditions environnementales.

7.3 Récipient pour l'absorbeur de CO₂. Un bécher en verre doit être placé dans l'espace de tête du réacteur et rempli avec 100 ml de Ba(OH)₂ à 0,025 N ou avec 30 ml de KOH à 0,5 N.

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

7.5 pH-mètre.

8 Mode opératoire

8.1 Matériau d'essai

Il convient de préférence que le matériau d'essai soit broyé. La préparation de poudre à partir de matériaux plastiques doit être effectuée conformément à l'ISO 10210. Sinon, introduire le matériau

d'essai sous forme de film ou de feuille. 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 25 mg/100 g de sédiment. Il convient que cette masse d'échantillon corresponde à un COT d'environ 15 mg/kg. 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 40 mg à 75 mg de matériau d'essai par 100 g 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 vitesse de biodégradation. Il convient d'utiliser, de préférence, des formes et épaisseurs similaires si l'on doit comparer différents types de matériaux plastiques. Une distribution granulométrique avec un diamètre maximal de 250 µm est recommandée.

Le matériau d'essai peut également être introduit sous forme de film. Lorsque le matériau d'essai sous la forme d'un film est enterré dans le 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 microcristalline ou de cellulose exempte 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 convient d'utiliser un polymère non biodégradable (par exemple du polyéthylène) sous la même forme que le matériau d'essai.

8.3 Préparation du sédiment (standards.iteh.ai)

Filter 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. De l'azote (par exemple sous forme de NH₄Cl ou de NaNO₃) peut être ajouté au sédiment si cela est considéré comme un facteur limitant la biodégradation. Il est suggéré d'ajouter 0,1 g de N par g de COT de l'élément d'essai ajouté au système d'essai. Ces ajouts doivent être consignés dans le rapport d'essai.

Il est recommandé que le rapport entre le carbone organique et l'azote (rapport C/N) du mélange d'essai soit optimisé pour assurer des conditions de biodégradation optimales. Il convient que le rapport C/N du mélange d'essai soit de préférence compris entre 10 et 40.

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

En outre, il est recommandé d'ajouter:

- d) trois fioles pour le témoin négatif (symbole F_N).

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.

1) La cellulose microcristalline «Avicel» produite par Merck ou le papier-filtre de laboratoire Whatman n° 42 ont été jugés satisfaisants pour cette utilisation. 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.