

NORME
INTERNATIONALE

ISO
23977-2

Première édition
2020-11

**Plastiques — Détermination de la
biodégradation aérobie des matériaux
plastiques exposés à l'eau de mer —**

Partie 2:

**Méthode par mesure de la demande en
oxygène dans un respiromètre fermé**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Plastics — Determination of the aerobic biodegradation of plastic
materials exposed to seawater —*

*Part 2: Method by measuring the oxygen demand in closed
respirometer*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc33bb0c-cf11-4903-b145-d1e7c76364ca/iso-23977-2-2020>



Numéro de référence
ISO 23977-2:2020(F)

© ISO 2020

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23977-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc33bb0c-cf11-4903-b145-d1e7c76364ca/iso-23977-2-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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	3
5 Environnement d'essai	3
6 Réactifs	4
7 Appareillage	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Matériau d'essai	5
8.2 Matériaux de référence	6
8.3 Configuration d'essai	6
8.4 Phase de préconditionnement	6
8.5 Début de l'essai	7
8.6 Fin de l'essai	8
9 Calcul et expression des résultats	8
9.1 Calcul	8
9.2 Inspection visuelle	9
9.3 Expression et interprétation des résultats	9
10 Validité des résultats	9
11 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Exemple de système respirométrique	11
Bibliographie	13

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*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 23997 est disponible sur le site web de l'ISO.

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

Selon le Programme des Nations Unies pour l'environnement (PNUE), l'une des propriétés les plus notables des polymères synthétiques et des plastiques est leur durabilité qui, combinée à leur perte accidentelle, leur déversement délibéré ou une mauvaise gestion des déchets, a conduit à l'omniprésence des plastiques dans les océans (PNUE, 2015^[15]).

On sait, et cela a été documenté, que les déchets marins peuvent présenter des risques et avoir un impact négatif sur les organismes marins vivants et les êtres humains. La dégradabilité des matériaux plastiques exposés à l'environnement marin est l'un des facteurs ayant une incidence sur l'impact et la force des effets. 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 présentent un intérêt, car elles permettent de mieux caractériser le comportement des plastiques dans ces environnements très particuliers. Ainsi, le taux et le niveau de biodégradation présentent un intérêt majeur pour obtenir une indication de la biodégradabilité potentielle des matériaux plastiques lorsqu'ils sont exposés à différents habitats marins.

L'ISO/TC 61/SC 14 a mis au point plusieurs méthodes d'essai portant sur la biodégradation des matériaux plastiques dans des conditions de laboratoire couvrant différents compartiments environnementaux et différentes conditions d'essai, comme indiqué dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Méthodes d'essai sur la biodégradation des plastiques

Compartiment environnemental	Conditions	
	Présence/absence d'oxygène	Méthodes d'essai
Conditions de compostage contrôlées	Conditions aérobies	ISO 14855-1
	Conditions anaérobies	ISO 14855-2
Conditions de digestion anaérobie à teneur élevée en solides	Conditions anaérobies	ISO 15985
Système de boue anaérobie contrôlée	Conditions anaérobies	ISO 13975
Sol	Conditions aérobies	ISO 17556
Milieu aqueux	Conditions aérobies	ISO 14851
	Conditions anaérobies	ISO 14852
Interface eau de mer/sédiment sableux	Conditions aérobies	ISO 14853
	Conditions anaérobies	ISO 18830 ^a
Sédiment marin	Conditions aérobies	ISO 19679 ^a
	Conditions anaérobies	ISO 22404 ^a
Eau de mer	Conditions aérobies	ISO 23977-1 ^a
	Conditions anaérobies	ISO 23977-2 ^a

^a Méthode d'essai pour mesurer la biodégradation des matériaux plastiques exposés à des microbes marins.

Toutes les méthodes d'essai de biodégradation marine reposent sur une exposition des matériaux plastiques à des échantillons marins (eau de mer et/ou sédiment) prélevés dans des zones côtières. D'un point de vue quantitatif, ces méthodes ne sont pas équivalentes, car, par exemple, la densité microbienne dans l'eau de mer est généralement plus faible que la densité déterminée dans le sédiment. En outre, la composition et la diversité microbiennes peuvent être différentes. De plus, en règle générale, la concentration en nutriments trouvée dans le sédiment est normalement plus élevée que celle dans l'eau de mer.

Le présent document fournit une méthode d'essai permettant de déterminer le niveau de biodégradation des matériaux plastiques exposés à la population microbienne présente dans l'eau de mer provenant d'une zone pélagique, dans des conditions de laboratoire. La biodégradation est obtenue en mesurant la demande en oxygène dans un respiromètre fermé.

L'essai est réalisé uniquement avec de l'eau de mer («essai avec eau de mer pélagique») ou avec de l'eau de mer à laquelle un peu de sédiment a été ajouté («essai avec eau de mer et sédiment en suspension»).

L'essai avec eau de mer pélagique simule les conditions présentes dans des zones au large des côtes avec de faibles courants et de faibles mouvements de marées, tandis que l'essai avec eau de mer et sédiment en suspension simule des conditions pouvant être présentes dans des zones côtières avec de plus forts courants et mouvements de marées.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 23977-2:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc33bb0c-cf11-4903-b145-d1e7c76364ca/iso-23977-2-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc33bb0c-cf11-4903-b145-d1e7c76364ca/iso-23977-2-2020>

Plastiques — Détermination de la biodégradation aérobie des matériaux plastiques exposés à l'eau de mer —

Partie 2:

Méthode par mesure de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé

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. La biodégradation des matériaux plastiques est déterminée en mesurant la demande en oxygène dans un respiromètre fermé lorsqu'ils sont exposés à de l'eau de mer prélevée dans des zones côtières, dans des conditions de laboratoire.

Les conditions décrites dans le présent document ne correspondent pas nécessairement aux conditions optimales permettant d'obtenir le taux maximal de biodégradation; cependant, cette méthode d'essai est conçue pour donner une indication de la biodégradabilité potentielle des matériaux plastiques.

NOTE Le présent document concerne les matériaux plastiques, mais il peut aussi être utilisé pour d'autres matériaux.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 23977-2:2020

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 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

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

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

ISO 10523, *Qualité de l'eau — Détermination du pH*

ISO 11261, *Qualité du sol — Dosage de l'azote total — Méthode de Kjeldahl modifiée*

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 pélagique

masse d'eau au-dessus du fond océanique

Note 1 à l'article: Est aussi appelée eau libre ou colonne d'eau.

Note 2 à l'article: La surface de la zone pélagique est mue par des vagues poussées par le vent, est en contact avec l'atmosphère et est exposée aux rayons du soleil. Au fur et mesure que la pression augmente en profondeur, la température diminue et la lumière et l'énergie des vagues en surface sont atténuées.

[SOURCE: ISO 22766:2020, 3.4]

3.2
demande biochimique en oxygène

DBO

concentration en masse de l'oxygène dissous consommé, dans des conditions spécifiées, lors de l'oxydation biologique aérobie d'un composé chimique ou de matières organiques contenues dans l'eau

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en milligrammes d'oxygène nécessaire par milligramme ou par gramme de composé soumis à essai.

[SOURCE: ISO 18830:2016, 3.1]

3.3
demande théorique en oxygène

DThO

quantité théorique maximale d'oxygène nécessaire pour oxyder complètement un composé chimique, calculée d'après la formule moléculaire

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en milligrammes d'oxygène nécessaire par milligramme ou par gramme de composé soumis à essai.

[SOURCE: ISO 18830:2016, 3.2] <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc33bb0c-cf11-4903-b145-d1e7c76364ca/iso-23977-2-2020>

3.4
carbone organique total

COT

quantité de carbone incluse dans un composé organique

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

[SOURCE: ISO 17556:2019, 3.14]

3.5
carbone organique dissous

COD

proportion du carbone organique contenu dans l'eau qui ne peut pas être éliminée par une séparation de phase spécifique

Note 1 à l'article: La séparation de phase peut être obtenue par exemple par centrifugation à 40 000 m·s⁻² pendant 15 min ou par une filtration sur membrane au moyen de membranes ayant des pores de 0,2 µm à 0,45 µm de diamètre.

[SOURCE: ISO 14852:—, 3.7]

3.6
phase de latence

durée écoulée à partir du début de l'essai jusqu'à l'obtention de l'adaptation et/ou de la sélection des micro-organismes qui provoquent la dégradation, et jusqu'à ce que le taux de biodégradation du composé chimique ou de la matière organique ait atteint environ 10 % du *niveau maximal de biodégradation* (3.8)

Note 1 à l'article: Elle est mesurée en jours.

[SOURCE: ISO 14852:—, 3.8]

3.7

phase de biodégradation

durée depuis la fin de la *phase de latence* (3.6) de l'essai jusqu'à ce que l'on ait obtenu la phase stationnaire

Note 1 à l'article: Elle est mesurée en jours.

[SOURCE: ISO 14852:—, 3.10]

3.8

niveau maximal de biodégradation

degré de biodégradation d'un composé chimique ou d'une matière organique lors d'un essai, au-dessus duquel la biodégradation ne se poursuit pas

Note 1 à l'article: Il est mesuré en pourcentage.

[SOURCE: ISO 14852:—, 3.9]

3.9

phase stationnaire

durée écoulée entre la fin de la *phase de biodégradation* (3.7) et la fin de l'essai

Note 1 à l'article: Elle est mesurée en jours.

[SOURCE: ISO 14852:—, 3.11]

3.10

préconditionnement

pré-incubation d'un inoculum dans les conditions de l'essai effectué ultérieurement, en l'absence de la matière organique ou du composé chimique à analyser, dans le but d'améliorer l'essai par acclimatation des micro-organismes aux conditions d'essai

[SOURCE: ISO 14852:—, 3.13]

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 23977-2:2020
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc33bb0c-cf11-4903-b145-d1e7c76364ca/iso-23977-2-2020>

4 Principe

Le présent document décrit deux variantes d'une méthode d'essai permettant de déterminer la biodégradabilité des matériaux plastiques par la population indigène de micro-organismes dans l'eau de mer naturelle à l'aide d'un système d'essai aqueux statique. L'essai est réalisé dans des conditions d'essai mésophiles, pour une durée allant jusqu'à deux ans, en incubant des matériaux plastiques uniquement avec de l'eau de mer («essai avec eau de mer pélagique») ou avec de l'eau de mer à laquelle une petite quantité de sédiment a été ajoutée («essai avec eau de mer et sédiment en suspension»), provenant du même site que l'eau de mer prélevée.

Le système est contenu dans une fiole fermée, à l'intérieur d'un respiromètre. Le dioxyde de carbone libéré est absorbé dans un absorbeur approprié placé dans l'espace de tête des fioles. La consommation d'oxygène (DBO) est déterminée, par exemple, en mesurant la quantité d'oxygène nécessaire pour maintenir un volume de gaz constant dans les fioles du respiromètre, ou en mesurant la variation de volume ou de pression (ou une combinaison des deux), automatiquement ou manuellement.

Le niveau de biodégradation est déterminé en comparant la DBO avec la quantité théorique (DThO) et en l'exprimant en pourcentage. L'influence des processus de nitrification éventuels sur la DBO doit être prise en compte. Le résultat d'essai est le niveau maximal de biodégradation déterminé à partir de la phase stationnaire de la courbe de biodégradation.

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 marins et qui est maintenue à une température

mésophile constante. Il convient de préférence qu'elle soit comprise entre 15 °C et 25 °C, sans toutefois dépasser 28 °C, avec une précision de ± 1 °C. Tout changement de température doit être justifié et clairement indiqué dans le rapport d'essai.

NOTE Les résultats d'essai sont obtenus pour des températures pouvant être différentes des conditions réelles en environnement marin.

6 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

6.1 Eau

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

6.2 Eau de mer naturelle/sédiment

L'échantillonnage, la préservation, la manipulation, le transport et le stockage de l'eau de mer naturelle et, le cas échéant, du sédiment recueilli sur le même site que celui de l'eau de mer prélevée, doivent être conformes à l'ISO 5667-3.

Avant utilisation, retirer les particules grossières de l'eau de mer et, le cas échéant, du sédiment par des moyens appropriés. Le mode opératoire utilisé doit figurer dans le rapport d'essai.

L'eau de mer peut être filtrée sur un papier-filtre pour éliminer les particules grossières. Il est recommandé de réduire la quantité de particules grossières dans le sédiment en réalisant au moins deux étapes de lavage avec de l'eau de mer filtrée sans particules grossières.

Mesurer le COT, le pH et la teneur en azote des échantillons d'eau de mer et, le cas échéant, de sédiment conformément à l'ISO 8245, l'ISO 10523 et l'ISO 11261, respectivement.

Si la teneur en COT de l'échantillon d'eau de mer est trop élevée, il convient de préconditionner l'eau de mer pendant environ une semaine avant utilisation. Si, par exemple, la concentration de fond du COT dépasse d'environ 20 % le COT total après ajout de l'élément d'essai, alors préconditionner l'eau de mer et, le cas échéant, le sédiment par agitation dans des conditions aérobies à la température d'essai et dans l'obscurité ou sous une lumière diffuse, afin de réduire la teneur en matière organique facilement dégradable.

Fournir les informations suivantes sur l'échantillon d'eau de mer et, le cas échéant, de sédiment:

- date de collecte;
- profondeur de collecte (m);
- aspect de l'échantillon - trouble, clair, etc.;
- température au moment de la collecte (°C);
- salinité (PSU);
- carbone organique total (COT; mg/l);
- azote (N total; mg/l);
- pH;
- description du processus de préconditionnement, le cas échéant.

7 Appareillage

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:

7.1 Respiromètre fermé.

Des fioles d'un volume d'environ 300 ml conviennent. Les récipients doivent être placés dans une salle à température constante ou dans un appareil muni d'un thermostat (par exemple bain-marie).

Des réacteurs de volumes supérieurs ou inférieurs peuvent être utilisés si cela n'influe pas sur les conditions environnementales.

Un appareillage adapté est illustré dans l'[Annexe A, Figure A.1](#).

Tout respiromètre permettant de déterminer avec une précision suffisante la demande biochimique en oxygène est approprié: utiliser, de préférence, un appareil qui mesure et remplace automatiquement et en continu l'oxygène consommé de telle sorte qu'il ne manque pas d'oxygène et qu'il ne se produise pas d'inhibition de l'activité microbienne pendant le processus de dégradation. L'appareillage analytique pour le mesurage du carbone organique total (COT) et du carbone organique dissous (COD) est décrit dans l'ISO 8245.

7.2 Appareillage analytique pour le mesurage des concentrations en nitrate et nitrite.

Il est tout d'abord recommandé d'effectuer un essai qualitatif (par exemple des bandes d'essai ou des essais photométriques pour le nitrate et le nitrite) pour décider s'il s'est produit une nitrification. Si l'on a la preuve qu'il existe du nitrate/nitrite dans le milieu, il est nécessaire de procéder à une détermination quantitative à l'aide d'une méthode d'essai appropriée (par exemple, par chromatographie par échange d'ions).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc33bb0c-cf11-4903-b145-d1e7c76364ca/iso-23977-2:2020>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc33bb0c-cf11-4903-b145-d1e7c76364ca/iso-23977-2:2020>

7.3 Balance analytique, devant avoir une sensibilité d'au moins 0,1 mg.

7.4 Agitateur magnétique.

7.5 pH-mètre.

8 Mode opératoire

8.1 Matériau d'essai

L'échantillon doit avoir une masse connue et contenir suffisamment de carbone pour donner une DBO susceptible d'être mesurée de manière adéquate par le système choisi [respiromètre fermé ([7.1](#))].

Utiliser une concentration de matériau d'essai d'au moins 100 mg/l d'eau de mer et de sédiment. Il convient que la masse des échantillons corresponde à une DThO d'environ 170 mg/l ou à un COT d'environ 60 mg/l. La masse maximale d'échantillon par fiole est limitée par l'alimentation en oxygène du respiromètre.

Calculer la DThO (voir l'ISO 14851:2019, Annexe A) et le COT (à l'aide de l'ISO 8245 ou d'après la formule chimique ou déterminer par des analyses élémentaires).

Introduire le matériau d'essai dans une fiole d'essai sous forme de poudre ou de film. Si le matériau d'essai est utilisé sous forme de poudre, il est recommandé d'utiliser des particules ayant une distribution granulométrique étroite connue. Une distribution granulométrique avec un diamètre maximal de 250 µm est recommandée. La préparation de la poudre doit être réalisée conformément à l'ISO 10210. Si le matériau d'essai est utilisé sous forme de film, il peut être ajouté soit sous forme de morceaux mesurant de 0,2 cm × 0,2 cm à 0,5 cm × 0,5 cm, soit sous la forme d'une bande de plastique (largeur: