

www.afnor.org

Ce document est à usage exclusif et non collectif des clients Normes en ligne. Toute mise en réseau, reproduction et rediffusion, sous quelque forme que ce soit, même partielle, sont strictement interdites.

This document is intended for the exclusive and non collective use of AFNOR Webshop (Standards on line) customers. All network exploitation, reproduction and re-dissemination, even partial, whatever the form (hardcopy or other media), is strictly prohibited.



**DOCUMENT PROTÉGÉ
PAR LE DROIT D'AUTEUR**

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans accord formel.

Contacteur :
AFNOR – Norm'Info
11, rue Francis de Pressensé
93571 La Plaine Saint-Denis Cedex
Tél : 01 41 62 76 44
Fax : 01 49 17 92 02
E-mail : norminfo@afnor.org

Boutique AFNOR

Diffusé avec l'autorisation de l'éditeur

Distributed under licence of the publisher

Plastiques

Évaluation expérimentale de l'oxobiodégradabilité de matériaux polyoléfiniques sous forme de films

Méthodologie et exigences

Plastics — Assessment of oxobiodegradability of polyolefinic materials
in the form of films — Methodology and requirements

Avertissement

Ce document n'a pas été soumis à la procédure d'homologation et ne peut être en aucun cas assimilé à une norme française. Son utilisation est volontaire.

Le présent document représente le consensus obtenu par un groupe d'acteurs individuels ou collectifs, définis et identifiés dans ce document. Ce document, présenté, rédigé et mis au point à l'initiative d'AFNOR, constitue une œuvre collective au sens du Code de la Propriété Intellectuelle.

Le présent document bénéficie de la protection des dispositions du Livre 1^{er} du Code de la Propriété Intellectuelle relatif à la propriété littéraire et artistique. Toute reproduction sous quelque forme que ce soit est une contrefaçon et toute contrefaçon est un délit.

afnor

<http://www.afnor.org>

Liens avec des documents existants

À la date de publication du présent document, il n'existe pas de travaux européens ou internationaux traitant du même sujet.

Avant-propos

Le présent accord est basé sur la méthodologie d'évaluation de l'oxobiodégradabilité développée par le CNEP et le SEESIB.

Ont participé à l'élaboration collective de cet accord :

| | | |
|-----|-----------|---|
| M | ABITEBOUL | CEISA PACKAGING |
| M | BROUILLAT | LEYGATECH |
| MME | CROVISIER | ECOFRANCE |
| M | DANIEL | SPOPACK |
| MME | DELORT | LABORATOIRE SYNTHÈSE ET ÉTUDE DE SYSTÈMES À INTÉRÊT BIOLOGIQUE (SEESIB) |
| MME | DEWAMIN | CGP FILM |
| M | DUTEURTRE | CONSULTANT |
| M | FAYARD | ASSOCIATION FRANÇAISE DES FABRICANTS DE FILMS PLASTIQUES (A3FSP) |
| MME | FROMAGEOT | CENTRE NATIONAL D'ÉVALUATION DE PHOTOPROTECTION (CNEP) |
| M | GENTY | BNPP |
| M | GARNIER | DODY PLAST |
| M | LEMAIRE | CENTRE NATIONAL D'ÉVALUATION DE PHOTOPROTECTION (CNEP) |
| M | MARTIN | CGP FILM |
| M | MICHON | ALTERNATIVE PLASTICS |
| M | MILHE | MILHE ET AVON |
| M | PICHON | GROUPE BARBIER |
| M | SAMUEL | RIBEYRON |

Table des matières

| | <i>Page</i> |
|--|-------------|
| Avant-propos | 2 |
| Introduction | 4 |
| 1 Domaine d'application | 4 |
| 2 Documents de référence | 5 |
| 3 Termes, définitions et abréviations | 5 |
| 3.1 <i>Termes et définitions</i> | 5 |
| 3.2 <i>Abréviations</i> | 7 |
| 4 Principe | 7 |
| 4.1 <i>Principe général</i> | 7 |
| 4.2 <i>Dégradation abiotique</i> | 7 |
| 4.3 <i>Biodégradation</i> | 9 |
| 5 Classification des films | 9 |
| 6 Méthode d'évaluation de la dégradation abiotique | 9 |
| 6.1 <i>Généralités</i> | 9 |
| 6.2 <i>Préparation et conditionnement des éprouvettes</i> | 9 |
| 6.3 <i>Mesurage des épaisseurs de films</i> | 9 |
| 6.4 <i>Analyse par spectrophotométrie IRTF</i> | 10 |
| 6.5 <i>Propriétés en traction des films</i> | 10 |
| 6.6 <i>Essai 1 — Thermo-oxydation</i> | 10 |
| 6.7 <i>Essai 2 — Photo-oxydation</i> | 10 |
| 6.8 <i>Essai 3 — Thermo-oxydation du film préalablement photo-oxydé</i> | 12 |
| 6.9 <i>Exigences</i> | 12 |
| 7 Méthode d'évaluation de la biodégradabilité acquise | 14 |
| 7.1 <i>Généralités</i> | 14 |
| 7.2 <i>Précautions pour la réalisation des essais</i> | 14 |
| 7.3 <i>Essais</i> | 15 |
| 7.4 <i>Exigences</i> | 19 |
| 8 Rapport d'essai | 20 |
| Annexe A (informative) Information sur la détermination de l'ATP | 21 |
| Annexe B (informative) Exemples d'évolutions de la concentration en ATP en fonction du temps | 22 |
| Bibliographie | 24 |

Introduction

AVERTISSEMENT La publication du présent accord ne saurait être considérée en aucun cas comme visant à promouvoir la dispersion de films ou d'autres produits en plastique dans l'environnement. Elle vise à rendre accessible une méthodologie d'évaluation développée par des équipes de scientifiques dont les travaux ont fait l'objet de reconnaissance par la communauté scientifique, notamment sous forme de publications [1,2]. Cette méthodologie apporte un éclairage nouveau sur l'évaluation des mécanismes de dégradation et d'oxobiodégradation de matériaux polymères.

Il y a une vingtaine d'années, il s'agissait d'abord de prévenir les pollutions visuelles et surtout les macro-toxicités dues aux films dans les milieux marins et continentaux. Ces problèmes sont résolus en provoquant la désintégration des films par une oxydation des systèmes macroscopiques. Maintenant il s'agit surtout d'éviter l'accumulation des particules oxydées issues de cette désintégration dans les milieux naturels. Il faut donc qu'une bioassimilation des particules intervienne dans un temps relativement court et programmé et que ces particules soient suffisamment oxydées pour être bioassimilables.

La présente méthodologie s'inscrit dans le domaine de l'étude des conjugaisons entre la dégradation abiotique et la biodégradation des matériaux polyoléfiniques sous forme de films lorsque ceux-ci sont soumis à des contraintes physico-chimiques environnementales. Les contraintes physico-chimiques (lumière, chaleur, oxygène atmosphérique, humidité, etc.) peuvent être considérées comme appliquées sans discontinuité autre que l'alternance entre le jour et la nuit, alors que les contraintes biologiques environnementales sont à considérer comme plus aléatoires ; ces dernières sont variables par nature selon l'activité et la concentration des microorganismes ainsi que les caractéristiques physico-chimiques des compartiments environnementaux. Ces conjugaisons ont nécessairement un caractère complexe et l'évaluation de ces phénomènes dans des conditions de laboratoire est nécessairement simplifiée.

La présente méthodologie évalue dans un premier temps les conséquences de l'application des contraintes physico-chimiques abiotiques sur le matériau polyoléfinique et dans un deuxième temps les conséquences de l'action des microorganismes.

La présente méthodologie a pour objectif de prévoir le devenir de films en polyoléfines dispersés accidentellement dans l'environnement.

NOTE Les principes de cette méthodologie sont également applicables à d'autres polymères que les polyoléfines et à des produits autres que des films. Néanmoins, des essais préalables en laboratoire sont nécessaires pour valider les conditions et les paramètres d'essai ainsi que les critères de validation avant d'envisager d'étendre le domaine d'application du présent accord. Cette méthodologie peut également s'appliquer à des films dispersés dans l'environnement à petits flux sans qu'il soit possible de les collecter.

1 Domaine d'application

Le présent accord fournit une méthodologie d'évaluation expérimentale de l'oxobiodégradabilité de matériaux polymères sous forme de films. Il prescrit également des exigences à satisfaire pour que ces matériaux puissent être qualifiés d'oxobiodégradables.

Il s'applique à des films en polyoléfines (polyéthylène, polypropylène) d'épaisseur inférieure ou égale à 250 µm qui, en fin d'usage, sont susceptibles d'être dispersés accidentellement dans l'environnement.

Le présent accord définit deux types de matériaux oxobiodégradables (4.2.2) et quatre classes de films selon leur durée et température de stockage et lieu d'usage (Article 5).

Le présent accord traite de la microtoxicité des matériaux polymères et de leurs produits de dégradation vis-à-vis de la souche bactérienne *Rhodococcus rhodochrous* ATCC ® 29672^{TM 1)}.

NOTE 1 Le genre *Rhodococcus* est présent dans l'environnement terrestre et marin [3 à 5].

NOTE 2 Pour l'évaluation de l'écotoxicité des matériaux oxobiodégradables couverts par le présent accord, les méthodes normalisées s'appliquent.

2 Documents de référence

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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).

NF T 51-195-5, *Plastiques — Méthode d'exposition à des sources lumineuses de laboratoire — Partie 5 : Lampes à vapeur de mercure moyenne pression.*

NF EN ISO 527-1, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 1 : Principes généraux* (indice de classement : T 51-034-1).

NF EN ISO 527-3, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 3 : Conditions d'essai pour films et feuilles* (indice de classement : T 51-034-3).

NF ISO 10640:2011, *Plastiques — Méthodologie d'évaluation du photovieillissement des polymères par spectroscopie IRTF et UV/visible* (indice de classement : T 51-182).

ISO 4591, *Plastiques — Film et feuille — Détermination de l'épaisseur moyenne d'un échantillon, et de l'épaisseur moyenne d'un rouleau, ainsi que de sa surface par unité de masse, par mesures gravimétriques (épaisseur gravimétrique).*

ISO 4593, *Plastiques — Film et feuille — Détermination de l'épaisseur par examen mécanique.*

3 Termes, définitions et abréviations

3.1 Termes et définitions

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

3.1.1

biodégradation

dégradation d'un système polymère due à un phénomène résultant de l'action de microorganismes

3.1.2

biodégradabilité

aptitude à subir une biodégradation

[FD CEN/TR 15351]

1) Référence de l'American Type Culture Collection.

3.1.3**biodégradable**

nature d'un système polymère pouvant être biodégradé

[FD CEN/TR 15351]

3.1.4**biodégradabilité acquise**

aptitude d'un polymère non biodégradable à devenir biodégradable après une transformation chimique provoquée ou subie

3.1.5**oxobiodégradation**

dégradation identifiée combinant des phénomènes oxydatifs et l'action de microorganismes, ces phénomènes étant simultanés ou successifs

[FD CEN/TR 15351]

3.1.6**oxobiodégradabilité**

aptitude à subir une oxobiodégradation

3.1.7**désintégration**

fragmentation en particules de taille acceptable selon l'application

[FD CEN/TR 15351]

3.1.8**dégradation abiotique****dégradation non biologique**

dégradation d'une substance par un processus physique ou chimique, par exemple hydrolyse, photolyse, réduction, décomposition par oxydation

[FD ISO 6107-6]

3.1.9**adénosine triphosphate****ATP**

molécule qui, dans la biochimie de tous les organismes vivants connus, fournit par hydrolyse l'énergie nécessaire aux réactions chimiques du métabolisme

NOTE Dans le contexte de la présente méthode, l'ATP est utilisée pour le mesurage de la quantité de biomasse active dans l'eau et à la surface des particules de matériau.

3.1.10**épaisseur du film**

e

épaisseur moyenne du film

NOTE Elle est exprimée en microns.

3.2 Abréviations

| | |
|------|-------------------------------------|
| AMP | adénosine monophosphate |
| ADP | adénosine diphosphate |
| ATP | adénosine triphosphate |
| IRTF | infrarouge à transformée de Fourier |

4 Principe

4.1 Principe général

L'action de la chaleur (thermo-oxydation) et/ou de la lumière (oxydation photothermique) permet au matériau d'atteindre un niveau d'oxydation suffisant pour que la biodégradation puisse démarrer. Il s'agit d'une biodégradabilité acquise. Ensuite les essais d'évaluation de la biodégradabilité permettent de vérifier l'aptitude à la biodégradation et la microtoxicité du matériau polymère oxydé.

4.2 Dégradation abiotique

4.2.1 Généralités

Pour prévoir le devenir à long terme d'un matériau polymère dispersé dans l'environnement, il faut nécessairement se placer dans des conditions de laboratoire accélérées. Or, seules les évolutions chimiques qui contrôlent en réalité les évolutions physiques, en particulier les dégradations mécaniques, du matériau polymère sont susceptibles d'être accélérées dans des conditions de laboratoire. En effet, on ne peut définir correctement un facteur d'accélération que sur la base d'évolutions chimiques.

Les études des mécanismes d'évolution des polyoléfines ont montré que les phénomènes contrôlant les évolutions dans la nature sont des oxydations photo-thermiques (c'est-à-dire sous l'action conjuguée de la lumière et la chaleur) et des thermo-oxydations. L'avancement de ces oxydations est déterminé par l'accumulation de groupements d'acides carboxyliques détectables par spectrophotométrie IRTF. L'augmentation de l'absorbance à 1714 cm^{-1} , qui détermine la teneur relative en groupements acides, peut s'exprimer en fonction de l'épaisseur, e , du film. Cette méthode d'évaluation des mécanismes d'évolution des polymères est fondée sur la méthodologie décrite dans la NF ISO 10640.

Les essais d'évaluation de la dégradation abiotique et les exigences correspondantes sont spécifiés à l'Article 6.

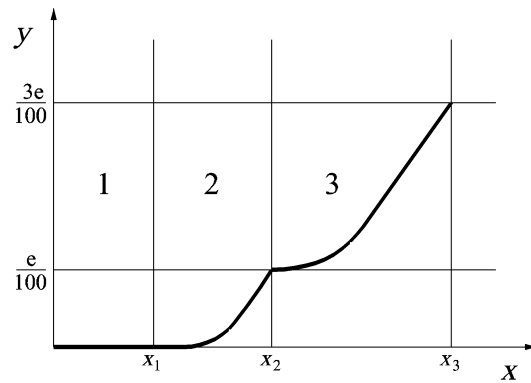
4.2.2 Types de matériaux

Pour les besoins du présent accord, sont distingués les deux types de matériaux oxobiodégradables suivants :

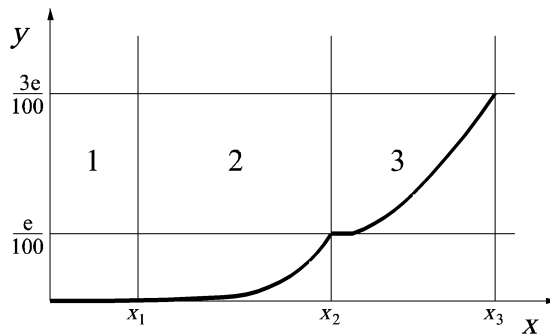
- Type I : matériaux oxobiodégradables à thermostabilité contrôlée pour le stockage et pouvant subir une courte exposition à la lumière durant son usage ;
- Type II : matériaux oxobiodégradables à stabilités contrôlées pour le stockage et l'usage pouvant être soumis à une durée prolongée d'exposition à la lumière durant son usage.

Les Figure 1a) et 1b) illustrent les courbes de l'augmentation de l'absorbance à 1714 cm^{-1} des groupements acides (exprimée en termes d'épaisseur du film) en fonction du temps, respectivement pour les matériaux de Type I et Type II.

NOTE Par convention, les courbes représentées à la Figure 1 sont celles de matériaux dont les caractéristiques correspondent aux seuils minimaux ($e/100$, $3e/100$) spécifiés à l'Article 6.



a) Type I



b) Type II

| Phase 1 | Phase 2 | Phase 3 |
|---|---|---|
| Stockage à l'abri de lumière et sous condition de température | Utilisation | Fin de vie |
| Absence d'oxydation | Amorçage de l'oxydation photothermique ^{a)} et fragmentation | Poursuite de l'oxydation thermique pour atteindre un état d'oxydation suffisant permettant d'amorcer la bioassimilation |
| <i>a) Dans le cas d'un matériau du Type II, l'amorçage de l'oxydation photothermique est retardée par rapport à celle du matériau de Type I pour préserver la fonctionnalité du film.</i> | | |

Légende

- X Temps exprimé en heures
- Y Augmentation de l'absorbance à $1\ 714\ \text{cm}^{-1}$, exprimée en termes d'épaisseur e (en microns) du film
- 1 Phase 1
- 2 Phase 2
- 3 Phase 3

Figure 1 — Augmentation de l'absorbance en fonction du temps

4.3 Biodégradation

L'adénosine triphosphate (ATP) est la molécule de transfert d'énergie de tout organisme vivant sur terre. L'ATP «transporte» l'énergie nécessaire à toutes les fonctions biologiques telles que le maintien de l'intégrité cellulaire et son adaptation aux changements environnementaux, l'utilisation de substrat nécessaire à la croissance, ou la fonction de division. Ainsi, l'ATP est une molécule indispensable à la vie microbienne et sa mesure est directement liée à la quantité de cellules actives.

La présente méthode d'essai permet de déterminer d'une part la quantité totale d'ATP des cellules en suspension dans le milieu de culture ainsi que celles fixées à la surface des fragments du matériau polymère ou du flacon, et d'autre part le rapport de la concentration en adénosine diphosphate (ADP) à la concentration en ATP.

Les essais d'évaluation de la biodégradation acquise et les exigences correspondantes sont spécifiés à l'Article 7.

5 Classification des films

Pour les besoins du présent accord, sont distinguées les classes de films en matériaux oxobiodégradables définies au Tableau 1.

Tableau 1 — Classes de films en matériaux oxobiodégradables

| Classe | Durées de stockage et d'usage intérieur mois | Température de stockage et lieu d'usage °C |
|--------|--|--|
| A | 12 | 20 |
| B | 24 | 20 |
| C | 12 | 30 |
| D | 24 | 30 |

6 Méthode d'évaluation de la dégradation abiotique

6.1 Généralités

Pour prédire le comportement de matériaux polymères sous forme de films soumis à des contraintes de lumière et de température il est nécessaire d'effectuer les Essais 1, 2 et 3, spécifiés respectivement en 6.6, 6.7 et 6.8 et de satisfaire les exigences du 6.9.

6.2 Préparation et conditionnement des éprouvettes

Prélever des éprouvettes du matériau polymère sous forme de film au hasard dans le lot de produits à caractériser, en quantité suffisante pour permettre la réalisation des essais.

6.3 Mesurage des épaisseurs de films

Déterminer l'épaisseur du film soumis à essai selon l'ISO 4591 ou l'ISO 4593.

6.4 Analyse par spectrophotométrie IRTF

Déterminer l'augmentation de l'absorbance à $1\ 714\ \text{cm}^{-1}$ par spectrométrie IRTF conformément à la NF ISO 10640:2011, Article 5.

6.5 Propriétés en traction des films

En alternative au suivi des évolutions des matériaux polymères par la spectrophotométrie IRTF pour l'Essai 1 (6.6) et l'Essai 2 (6.7), il est admis de les suivre par la détermination des propriétés en traction, par exemple à des fins de contrôle de la production.

Déterminer les caractéristiques en traction conformément à la NF EN ISO 527-1 et la NF EN ISO 527-3, en utilisant trois éprouvettes de type 2 (tel que défini dans la NF EN ISO 527-3) découpées dans la direction longitudinale (MD) du film, avec une vitesse de déplacement de 100 mm/min.

Il est admis d'utiliser d'autres types d'éprouvettes et de réaliser les essais à une vitesse de déplacement différente de 100 mm/min à condition que tous les essais de traction (y compris sur le film à l'état initial) soient effectués dans les mêmes conditions.

En cas de litige, la méthode de référence est la méthode d'évaluation utilisant la spectrophotométrie IRTF.

6.6 Essai 1 — Thermo-oxydation

Disposer les éprouvettes (voir 6.2) dans une étuve aérée ventilée, maintenue à la température et pendant la durée définies dans le Tableau 2, selon la classe du film soumis à essai, définie à l'Article 5.

Tableau 2 — Durées et températures d'essai

| Classe | Température de l'étuve °C | Durées d'essai, t_1 h |
|--------|------------------------------|----------------------------|
| A | 60 ± 2 | 400 |
| B | 60 ± 2 | 800 |
| C | 70 ± 2 ^{a)} | 320 |
| D | 70 ± 2 ^{a)} | 640 |

a) Dans le cas de films thermorétractables de classes C et D, il est admis de réaliser l'essai à (60 ± 2) °C et les durées d'essai doivent être respectivement de 800 h et 1 600 h.

6.7 Essai 2 — Photo-oxydation

6.7.1 Méthode d'exposition

Exposer les éprouvettes à l'état neuf (voir 6.2) dans une enceinte de photovieillissement accéléré utilisant des lampes à vapeur de mercure moyenne pression, conformément à la NF T 51-195-5, dans les conditions d'essai suivantes :

- la température des surfaces exposées des éprouvettes doit être contrôlée et maintenue à (60 ± 1) °C ;
- aucune aspersion d'eau sur les éprouvettes ne doit être réalisée dans l'enceinte de photovieillissement accéléré.

NOTE L'eau présente dans la matrice polyoléfinique se forme in situ suite à la décomposition des hydroperoxydes primaires.

6.7.2 Conditions d'essai pour les matériaux de Type I

La durée d'exposition en enceinte de photovieillissement accéléré doit être équivalente à une durée d'exposition à la lumière solaire extérieure, la chaleur et l'oxygène atmosphérique, comprise entre 3 mois à 5 mois. Elle dépend du climat sous lequel les films sont utilisés.

La durée d'exposition des éprouvettes doit être conforme aux valeurs données dans le Tableau 3.

Tableau 3 — Durée d'exposition

| Climat | Durées d'essai, t_2 h |
|--|----------------------------|
| Climat tempéré (Centre et nord de l'Europe) | 100 |
| Climat méditerranéen (Europe du sud, Moyen Orient et de l'Afrique du nord) | 150 |

6.7.3 Conditions d'essai pour les matériaux de Type II

6.7.3.1 Films exposés en première vie à la lumière solaire directe

L'exposition comprend une première période correspondant à l'usage sous la lumière solaire directe et une seconde période correspondant à la dispersion dans l'environnement.

La durée d'exposition des éprouvettes en enceinte de photovieillissement accéléré doit être conforme aux valeurs données dans le Tableau 4. Au cours de cet essai, la variation d'absorbance à $1\ 714\ \text{cm}^{-1}$ est mesurée deux fois, une première fois à l'issue de la première période d'exposition, t_{31} , et une seconde fois à l'issue de la période totale d'exposition, t_{3T} , indiquées au Tableau 4.

Tableau 4 — Durée d'exposition

| Climat | Durées d'essai | | | |
|--|-----------------------------------|---------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------|
| | Durée d'usage : 6 mois | | Durée d'usage : 12 mois | |
| | Première période t_{31} h | Période totale t_{3T} h | Première période t_{31} h | Période totale t_{3T} h |
| Climat tempéré (Centre et nord de l'Europe) | 150 | 250 | 300 | 450 |
| Climat méditerranéen (Europe du sud, Moyen Orient et de l'Afrique du nord) | 220 | 370 | 450 | 600 |

6.7.3.2 Films exposés en première vie à la lumière solaire filtrée «verre»

L'exposition comprend une première période correspondant à l'usage sous la lumière solaire filtrée «verre» et une seconde période correspondant à la dispersion dans l'environnement.

La durée d'exposition des éprouvettes en enceinte de photovieillissement accéléré doit être conforme aux valeurs données dans le Tableau 5. Au cours de cet essai, la variation d'absorbance à $1\ 714\ \text{cm}^{-1}$ est mesurée deux fois, une première fois à l'issue de la première période d'exposition, t_{41} , et une seconde fois à l'issue de la période totale d'exposition, t_{4T} , indiquées au Tableau 5.

Tableau 5 — Durée d'exposition

| Climat | Durées d'exposition | | | | | | | |
|----------------------|------------------------|----------------|------------------------|----------------|-------------------------|----------------|-------------------------|----------------|
| | Durée d'usage : 3 mois | | Durée d'usage : 6 mois | | Durée d'usage : 12 mois | | Durée d'usage : 18 mois | |
| | Première période | Période totale | Première période | Période totale | Première période | Période totale | Première période | Période totale |
| | t_{41} | t_{4T} | t_{41} | t_{4T} | t_{41} | t_{4T} | t_{41} | t_{4T} |
| | h | h | h | h | h | h | h | h |
| Climat tempéré | 20 | 120 | 40 | 140 | 70 | 170 | 110 | 210 |
| Climat méditerranéen | 30 | 180 | 60 | 210 | 105 | 255 | 165 | 315 |

6.8 Essai 3 — Thermo-oxydation du film préalablement photo-oxydé

Utiliser les éprouvettes de matériau ayant atteint au moins $\frac{e}{100}$ à l'issue de l'Essai 2 (6.7).

Disposer ensuite les éprouvettes dans une étuve aérée et ventilée pendant 300 h à une température de $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

6.9 Exigences

6.9.1 Augmentation d'absorbance à $1\,714\text{ cm}^{-1}$

Lorsqu'il est soumis à essai conformément aux Essais 1, 2 et 3 en utilisant les durées d'essai indiquées selon le type de matériau, la classe de film et la durée d'usage, le film doit satisfaire les exigences données dans le Tableau 6.

Tableau 6 — Exigences

| Essai | Phase (Figure 1) | Type de matériau | Exigences | | |
|---|--|------------------|---|---|-------------------------|
| | | | Durée d'essai h | Augmentation d'absorbance à 1 714 cm ⁻¹ Épaisseur, e microns | |
| Essai 1 (Thermo-oxydation) | Stockage à l'abri de lumière et sous condition de température | Type I, Type II | t ₁ (voir Tableau 2) | $\leq \frac{e}{1\ 000}$ | |
| Essai 2 (Photo oxydation) | Utilisation | Type I | t ₂ (voir Tableau 3) | $\geq \frac{e}{100}$ | |
| | | Type II | Film exposé en première vie à la lumière solaire directe | t ₃₁ (voir Tableau 4) | $\leq \frac{e}{1\ 000}$ |
| | | | | t _{3T} (voir Tableau 4) | $\geq \frac{e}{100}$ |
| | | Type II | Film exposé en première vie à la lumière solaire filtrée «verre» | t ₄₁ (voir Tableau 5) | $\leq \frac{e}{1\ 000}$ |
| | t _{4T} (voir Tableau 5) | | $\geq \frac{e}{100}$ | | |
| Essai 3 (Thermo-oxydation du film préalablement photo-oxydé) | Fin de vie | Type I, Type II | 300 | $\geq \frac{3e}{100}$ a) | |

a) Augmentation d'absorbance à 1 714 cm⁻¹ par rapport à l'état initial du film (avant l'exposition selon le 6.7).

NOTE 1 L'exigence de l'Essai 1 permet de contrôler qu'à l'issue du maintien des éprouvettes pendant le temps et température spécifiés la thermo-oxydation du matériau polymère est dans un état très peu avancé.

NOTE 2 Par exemple, pour un climat tempéré, l'exigence de l'Essai 2 garantit qu'un film en matériau de Type I, dispersé accidentellement dans l'environnement, se fragmente entre 3 mois et 5 mois de vieillissement, selon la période de l'année.

NOTE 3 Pour un film de Type I, l'exigence de l'Essai 3 garantit que le film dégradé abiotiquement après une exposition à la lumière solaire compris entre 3 mois et 5 mois, à la chaleur et à l'oxygène atmosphérique et un séjour compris entre 2 ans et 3 ans dans le sol a acquis une aptitude à la biodégradabilité telle qu'elle a été définie dans le protocole mis au point par l'Université de Clermont-Ferrand. Ce protocole a été publié pour la première fois en 2006 [2] puis publié à nouveau avec une confirmation des résultats dans la même revue en 2010 [1].

6.9.2 Déformation (allongement) à la rupture (Essai 1 et Essai 2)

En alternative aux exigences données dans le Tableau 6, lorsqu'il est soumis à essai conformément aux Essais 1 et 2 en utilisant les durées d'essai indiquées selon le type de matériau, la classe de film et la durée d'usage, le film doit satisfaire les exigences données dans le Tableau 7.

NOTE À l'issue de l'Essai 3, l'état de dégradation du film ne permet pas de réaliser les essais de traction.

Tableau 7 — Exigences

| Essai | Phase (Figure 1) | Type de matériau | Exigences | | |
|-------------------------------|--|------------------|---|----------------------------------|------|
| | | | Durée d'essai h | R ^{a)} % | |
| Essai 1 (Thermo-oxydation) | Stockage à l'abri de lumière et sous condition de température | Type I, Type II | t ₁ (voir Tableau 2) | > 80 | |
| Essai 2 (Photo oxydation) | Utilisation | Type I | t ₂ (voir Tableau 3) | < 20 | |
| | | Type II | Film exposé en première vie à la lumière solaire directe | t ₃₁ (voir Tableau 4) | > 80 |
| | | | | t _{3T} (voir Tableau 4) | < 20 |
| | | | Film exposé en première vie à la lumière solaire filtrée «verre» | t ₄₁ (voir Tableau 5) | > 80 |
| | | | | t _{4T} (voir Tableau 5) | < 20 |

a) $R = \frac{\varepsilon_{br}}{\varepsilon_{b0}} \times 100$
où :
ε_{br} est la déformation (ou allongement) à la rupture résiduelle du film, exprimée en pourcentage ;
ε_{b0} est la déformation (ou allongement) à la rupture à l'état initial du film, exprimée en pourcentage.

7 Méthode d'évaluation de la biodégradabilité acquise

7.1 Généralités

L'évaluation de la biodégradabilité acquise est effectuée conformément au 7.3 sur un matériau polymère qui a satisfait au préalable les exigences de dégradation abiotique spécifiées à l'Article 6.

7.2 Précautions pour la réalisation des essais

Stériliser tout le matériel utilisé pendant les essais au moyen d'un autoclave.

Ouvrir les flacons utilisés pour les essais sous une hotte stérile.

Stériliser par trempage dans l'alcool éthylique à 70° et faire sécher sous la hotte stérile le matériau polymère utilisé pour les essais.

7.3 Essais

7.3.1 Préparation et conditionnement des éprouvettes

Prélever au moins 100 mg de matériau polymère oxydé (6.7) ayant atteint une augmentation d'absorbance d'au moins $\frac{3e}{100}$, où e est l'épaisseur du film en microns.

7.3.2 Conservation du matériau polymère oxydé

Conservier les particules de matériau polymère oxydé dans des flacons stériles à (4 ± 2) °C durant l'intervalle de temps compris entre la fin de la thermo-oxydation (6.7) et le début de l'incubation (7.3.4).

7.3.3 Tamisage du matériau polymère oxydé

Si possible, afin de disposer pour les essais d'incubation de particules de tailles plus uniformes, faire passer le matériau polymère oxydé, préalablement fragmenté et fragilisé, au travers d'un tamis métallique de 1 mm environ.

7.3.4 Incubation

7.3.4.1 Milieu de culture pour l'incubation

Effectuer l'incubation avec les microorganismes dans une solution aqueuse à laquelle sont ajoutés les oligo-éléments nécessaires aux micro-organismes, dont la composition est donnée dans le Tableau 8.

Utiliser exclusivement des réactifs de qualité analytique reconnue.

Tableau 8 — Composition du milieu de culture pour d'incubation

| Composés | Concentration g.l ⁻¹ |
|---|------------------------------------|
| Sodium hydrogénophosphate dodécahydraté (Na ₂ HPO ₄ , 12H ₂ O) | 3,8 |
| Dihydrogénophosphate de potassium anhydre (KH ₂ PO ₄) | 1,8 |
| Sulfate de magnésium heptahydraté (MgSO ₄ , 7H ₂ O) | 0,02 |
| Sulfate d'ammonium ferreux hexahydraté (Fe(NH ₄).(SO ₄) ₂ , 6H ₂ O) | 0,03 |
| Chlorure de calcium dihydraté (CaCl ₂ , 2H ₂ O) | 0,01 |
| Chlorure de sodium (NaCl) | 0,5 |
| Chlorure d'ammonium (NH ₄ Cl) | 0,3 |
| Oligo-éléments (1 ml dans 100 ml de milieu) | |
| Sulfate de manganèse (MnSO ₄) | 4.10 ⁻⁴ |
| Acide borique (H ₃ BO ₃) | 5,8.10 ⁻⁵ |
| Sulfate de zinc heptahydraté (ZnSO ₄ .7H ₂ O) | 4,4.10 ⁻⁵ |
| Molybdate de disodium (Na ₂ MoO ₄) | 2.10 ⁻³ |
| Nitrate de cobalt Co(NO ₃) ₂ | Traces |
| Sulfate de cuivre (CuSO ₄) | Traces |

7.3.4.2 Souche bactérienne

Pour les essais d'incubation, utiliser la souche bactérienne *Rhodococcus rhodochrous* ATCC ® 29672TM.

7.3.4.3 Mode opératoire

Réaliser l'incubation en vue des mesures de la concentration en ATP dans des flacons en verre de 4 ml, fermés hermétiquement afin d'éviter l'évaporation du milieu de culture.

Utiliser pour chaque flacon un milieu de culture de volume 0,4 ml.

NOTE Le volume d'air est suffisamment important dans les flacons de façon à assurer l'oxygénation de la culture bactérienne pendant plusieurs semaines.

Ouvrir les flacons chaque semaine afin de renouveler le volume d'air.

La concentration en fragments du matériau polymère dans le milieu de culture est fixée à $5 \text{ mg}\cdot\text{ml}^{-1} \pm 5 \%$, celle des bactéries est fixée à environ de 10^4 cellules par millilitre de milieu de culture.

Réaliser l'incubation à $(27 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$, en maintenant en permanence la vitesse de l'agitateur à 120 tours par minute afin d'éviter la sédimentation des particules de polymères et d'oxygéner le milieu de culture.

Prévoir neuf prélèvements afin de suivre l'évolution de la concentration en ATP dans les milieux de culture. Effectuer les prélèvements au lancement de l'essai (0 jour), puis après 4 jours, 8 jours, 12 jours, 30 jours, 60 jours, 90 jours, 120 jours et 180 jours.

Pour chaque prélèvement, prévoir un flacon témoin sans matériau polymère afin d'avoir une référence.

7.3.5 Détermination de la concentration en ATP

Effectuer les mesurages de la concentration en ATP des huit premiers prélèvements en utilisant le protocole fourni dans le kit utilisé.

Par exemple, dans le cas du kit BioThema «ATP Biomass Kit HS», référence 266 311²⁾ suivre le protocole suivant :

- a) utiliser un volume de milieu de culture de 0,4 ml ;
- b) ajouter 0,4 ml d'extractant (dénommé «extractant B/S» dans le kit), dont la fonction est de lyser les cellules, libérer le contenu cellulaire et fixer le milieu de culture en neutralisant l'activité des enzymes.
- c) ajouter 100 µl de ce mélange dans le tube de mesures du luminomètre ;
- d) ajouter 400 µl d'ATP Reagent HS ;
- e) mesurer la concentration, I_{smp} ;
- f) ajouter 10 µl du standard ATP (1 picomole) ;
- g) mesurer la concentration, $I_{\text{smp+std}}$.

Pour chaque prélèvement, effectuer les mesurages de la concentration en ATP sur trois flacons.

2) Kit commercialisé par BioThema AB, Handens Stationsväg 17, 136 40 HANINGE (Suède)

Calculer la concentration en ATP à l'aide de l'Équation (1) :

$$ATP_{\text{smp}} = \frac{l_{\text{smp}}}{l_{\text{smp} + \text{std}} - l_{\text{smp}}} X \quad \dots (1)$$

où :

ATP_{smp} est la concentration en ATP, en picomoles par millilitre ;

l_{smp} est la concentration mesurée à l'étape e) du protocole, en picomoles par millilitre ;

$l_{\text{smp}+\text{std}}$ est la concentration mesurée à l'étape g) du protocole, en picomoles par millilitre ;

X est le facteur de dilution de l'échantillon de départ.

7.3.6 Essais de viabilité et de détermination de la concentration en ADP après 180 jours

7.3.6.1 Généralités

Au terme des 180 jours d'incubation, effectuer pour chaque flacon avec du matériau polymère ainsi que pour chaque flacon témoin, sans matériau polymère, les deux essais suivants :

- étaler 100 µl du milieu de culture sur un milieu nutritif gélosé (TS) afin de vérifier la viabilité des cellules bactériennes, c'est-à-dire leur capacité à se multiplier sur un milieu favorable après les six mois dans le milieu de culture. L'essai de viabilité doit être considéré comme positif si des colonies de *Rhodococcus rhodochrous* sont visibles après quelques jours d'incubation en étuve à $(27 \pm 1) ^\circ\text{C}$.
- mesurer la concentration en ADP afin de calculer le rapport ADP/ATP. Ce rapport permet d'évaluer la charge énergétique des cellules bactériennes, c'est-à-dire leur «état d'épuisement».

NOTE Pour fonctionner, une cellule biologique a besoin de transformer ses nutriments, par exemple des molécules contenant des chaînes carbonées, en une forme d'énergie utilisable, l'ATP (7.3.5). L'énergie nécessaire aux différentes réactions chimiques qui se produisent dans la cellule est en fait libérée lorsque l'ATP est réduite en molécules moins riches en énergie, telles que l'ADP (adénosine diphosphate) et l'AMP (adénosine monophosphate). Ces molécules sont ensuite phosphorylées (recyclées) en ATP avec l'apport de nouveaux nutriments. Ce processus est la voie métabolique centrale de la cellule bactérienne.

Mesurer également la concentration en ATP pour les flacons témoins sans matériau polymère.

Effectuer les mesures de la concentration en ATP après 180 jours sur trois flacons. Les essais de viabilité sont également réalisés sur trois flacons.

Le protocole de mesure des concentrations en ATP et ADP pour ce dernier prélèvement n'est pas le même que celui indiqué pour le kit BioThema «ATP Biomass Kit HS» (voir 7.3.6.3 et 7.3.6.4). Pour déterminer la concentration en ADP, il est nécessaire de transformer tout l'ADP contenu dans les bactéries et le milieu de culture en ATP.

Effectuer une première mesure de la concentration en ATP, puis transformer l'ADP en ATP en vue d'un second mesurage de l'ATP. Ensuite, calculer la concentration en ADP en effectuant la différence entre les deux mesures puis le rapport ADP/ATP.

7.3.6.2 Solutions d'essai

NOTE Dans la suite, les compositions des quatre solutions aqueuses nécessaires à l'analyse de la concentration en ADP sont détaillées, sauf le diluant B dont la composition est confidentielle.

- 7.3.6.2.1 Solution 1 : Diluant B+K+Mg**, composée de 10 ml de diluant B (du kit ATP) de 200 µl 1M KCl et de 10 µl 1M MgSO₄. Les solutions de KCl et MgSO₄ sont réalisées avec de l'eau ultra pure stérile.

- 7.3.6.2.2 Solution 2 : PEP** (phosphoenolpyruvate) composée de 120 mg PEP et de 5 ml 0,05 M de solution tampon TRIS-HCl (à pH 7,2) réalisée avec de l'eau ultra pure stérile. Le pH est ajusté avec une solution de KOH concentrée.
- 7.3.6.2.3 Solution 3 : PEP+PK** (phosphoenolpyruvate kinase), composée de 5 mg PK dissout dans 1 ml de solution PEP, distribuer en aliquots de 200 µl et stocker à - 40 °C
- 7.3.6.2.4 Solution 4 : ATP reagent**, ATP reagent HS (lyophilisé) reconstitué avec 2,5 ml d'eau ultra pure stérile, vierge d'ATP, au lieu d'utiliser le diluant B fourni dans le kit BioThema «ATP Biomass Kit HS».

7.3.6.3 Détermination de la concentration en ATP

Effectuer les mesurages de la concentration en ATP en utilisant le protocole suivant :

- a) mélanger un volume d'échantillon au même volume d'extractant B/S ;
- b) ajouter dans le tube du luminomètre :
 - 1) 30 µl du mélange échantillon/extractant B/S,
 - 2) 240 µl de Diluent B+K+Mg (solution 1),
 - 3) 20 µl de H₂O ultrapure stérile vierge d'ATP ;
- c) couvrir les tubes avec du parafilm ;
- d) faire incuber le mélange pendant 10 min à 37 °C ;
- e) ajouter 60 µl d'ATP reagent ;
- f) mesurer la concentration, $I_{\text{spm},0}$;
- g) ajouter 10 µl de standard ATP (1 picomole) ;
- h) mesurer la concentration, $I_{\text{spm}+\text{std},0}$.

Calculer la concentration en ATP après 180 jours, $ATP_{\text{spm},0}$, à l'aide de l'Équation (2) :

$$ATP_{\text{spm},0} = \frac{I_{\text{spm},0}}{I_{\text{spm}+\text{std},0} - I_{\text{spm},0}} X_0 \quad \dots (2)$$

où :

- $ATP_{\text{spm},0}$ est la concentration en ATP du milieu de culture, en picomoles par millilitre ;
- $I_{\text{spm},0}$ est la concentration mesurée à l'étape e) du protocole, en picomoles par millilitre ;
- $I_{\text{spm}+\text{std},0}$ est la concentration mesurée à l'étape g) du protocole, en picomoles par millilitre ;
- X_0 est le facteur de dilution de l'échantillon de départ.

7.3.6.4 Détermination de la concentration en ATP + ADP

Effectuer les mesurages de la concentration en ATP + ADP en utilisant le protocole suivant :

- a) mélanger un volume d'échantillon au même volume d'extractant B/S ;
- b) ajouter dans le tube du luminomètre :
 - 1) 30 µl du mélange échantillon/extractant B/S,
 - 2) 240 µl de Diluent B+K+Mg (solution 1),
 - 3) 10 µl de PEP+PK (solution 3),
 - 4) 10 µl de H₂O ultrapure stérile, vierge d'ATP ;
- c) couvrir les tubes avec du parafilm ;
- d) faire incuber le mélange pendant 10 min à 37 °C ;

- e) ajouter 60 µl d'ATP reagent ;
- f) mesurer la concentration, l_{smp} ;
- g) ajouter 10 µl de standard ATP (1 picomole) ;
- h) mesurer la concentration, $l_{\text{smp+std}}$.

Calculer la concentration en ATP après 180 jours et transformation de l'ADP en ATP, $ATP_{\text{smp},1}$, à l'aide de l'Équation (3).

$$ATP_{\text{smp},1} = \frac{l_{\text{smp},1}}{l_{\text{smp+std},1} - l_{\text{smp},1}} X_1 \quad \dots (3)$$

où :

$ATP_{\text{smp},1}$ est la concentration en ATP, en picomoles par millilitre, après la transformation de l'ADP en ATP ;

$l_{\text{smp},1}$ est la concentration mesurée à l'étape e) du protocole, en picomoles par millilitre ;

$l_{\text{smp+std},1}$ est la concentration mesurée à l'étape g) du protocole, en picomoles par millilitre ;

X_1 est le facteur de dilution de l'échantillon de départ.

7.3.6.5 Calcul de la concentration en ADP et du rapport ADP/ATP

Calculer la concentration en ADP, ADP_0 , après 180 jours et le rapport ADP/ATP, R , après 180 jours à l'aide des Équations (4) et (5):

$$ADP_0 = ATP_{\text{smp},1} - ATP_{\text{spm},0} \quad \dots (4)$$

$$R = \frac{ATP_{\text{smp},1} - ATP_{\text{spm},0}}{ATP_{\text{spm},0}} \quad \dots (5)$$

où :

R est le rapport ADP/ATP du milieu de culture, sans dimension ;

ADP_0 est la concentration en ADP du milieu de culture, en picomoles par millilitre ;

$ATP_{\text{smp},1}$ est la concentration en ATP du milieu de culture, en picomoles par millilitre, après la transformation de l'ADP en ATP ;

$ATP_{\text{spm},0}$ est la concentration d'ATP du milieu de culture, en picomoles par millilitre.

7.4 Exigences

Le matériau polymère soumis à essai est déclaré comme présentant une biodégradabilité acquise lorsque sont satisfaites les trois conditions suivantes :

- a) la concentration en ATP dans les flacons contenant le matériau polymère doit se maintenir à une valeur au moins 3 fois supérieure à la valeur observée dans les flacons témoins, sans matériau polymère, lors de la période d'essai comprise entre le premier et le sixième mois d'expérience.

NOTE 1 Cette exigence traduit le fait que les bactéries utilisent le polymère oxydé comme nutriment.

- b) le rapport ADP/ATP doit être ≤ 3 après une durée de 180 jours.

NOTE 2 Cette exigence traduit le fait que le niveau énergétique des bactéries est satisfaisant.

- c) le résultat de l'essai de viabilité effectué sur le matériau polymère après une durée d'incubation de 180 jours doit être positif.

NOTE 3 Cette exigence traduit le fait que le matériau polymère ne contient pas d'éléments toxiques pour la souche *Rhodococcus rhodochrous* ATCC ® 29672™.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes :

- a) une référence au présent document, c'est-à-dire l'AC T 51-808 ;
- b) toutes les informations nécessaires pour identifier et décrire le film soumis aux essais, y compris la matière, l'épaisseur, l'origine, la référence commerciale ;
- c) le type de matériau oxobiodégradable (4.2.2) ;
- d) la classe de film (Article 5) ;
- e) méthode d'évaluation de la dégradation abiotique : variation d'absorbance ou propriétés en traction ;
- f) les caractéristiques de l'enceinte de photovieillissement et les conditions d'essai ;
- g) les résultats d'essai d'évaluation de la dégradation abiotique incluant :
 - 1) l'augmentation d'absorbance à l'issue de l'essai de thermo-oxydation (6.6),
 - 2) l'augmentation d'absorbance à l'issue de l'essai de photo-oxydation (6.7),
 - 3) l'augmentation d'absorbance à l'issue de l'essai de thermo-oxydation du film préalablement oxydé (6.8),et/ou le cas échéant, les conditions et les résultats d'essai d'évaluation des propriétés en traction, incluant :
 - 4) le rapport de la déformation à la rupture résiduelle à l'issue de l'essai de thermo-oxydation (6.6) à la déformation à la rupture à l'état initial,
 - 5) le rapport de la déformation à la rupture résiduelle à l'issue de l'essai de photo-oxydation (6.7) à la déformation à la rupture à l'état initial ;
- h) les résultats d'essai d'évaluation de la biodégradabilité acquise, incluant :
 - 1) la concentration en ATP, ATP_{smp} , pour chacun des huit prélèvements (7.3.5) (valeurs individuelles et valeur moyenne),
 - 2) la concentration en ATP, $ATP_{smp,0}$, pour le prélèvement après 180 jours (7.3.6.3) (valeurs individuelles et valeur moyenne),
 - 3) le rapport ADP/ATP, R , après 180 jours (7.3.6.5) (valeurs individuelles et valeur moyenne),
 - 4) la nature et le résultat de l'essai de viabilité (7.3.6.1) (résultats individuels) ;
- i) tout facteur pouvant avoir affecté les résultats, tel que tout incident ou détail opératoire non indiqué dans le présent document ;
- j) la date de l'essai.

Annexe A

(informative)

Information sur la détermination de l'ATP

L'énergie nécessaire aux cellules vivantes est obtenue par l'hydrolyse de l'ATP en adénosine diphosphate (ADP) et/ou adénosine monophosphate (AMP). La formule chimique de l'ATP est $C_{10}H_{16}N_5O_{13}P_3$, et la structure de la molécule est indiquée à la Figure A.1.

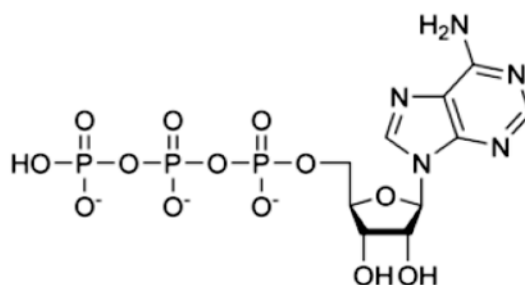
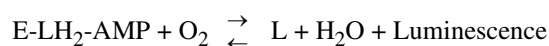
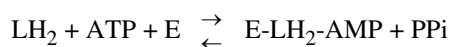


Figure A.1 — Structure moléculaire de l'ATP

La quantité d'ATP présente dans une cellule dépend à chaque instant de son activité métabolique. Le mesurage de l'ATP est une technique reconnue employée pour estimer la quantité de biomasse microbienne et en conséquence, elle quantifie sa croissance ou le niveau de biomasse active qui est maintenue.

Le mesurage de l'ATP est basé sur la réaction de la luciférine avec la luciférase (issue des lucioles), qui intervient en présence d'ATP libre. De la lumière est émise pendant cette réaction.

Dans des conditions optimales, un photon est produit par molécule d'ATP. La lumière ainsi émise est mesurée à l'aide d'un photomètre (ou luminomètre) et la quantité de lumière est exprimée en unités de lumière relative (RLU). La concentration en ATP d'un échantillon est ainsi calculée à l'aide d'un facteur de conversion.



où :

LH_2 luciférine

ATP adénosine triphosphate

E luciférase

AMP adénosine monophosphate

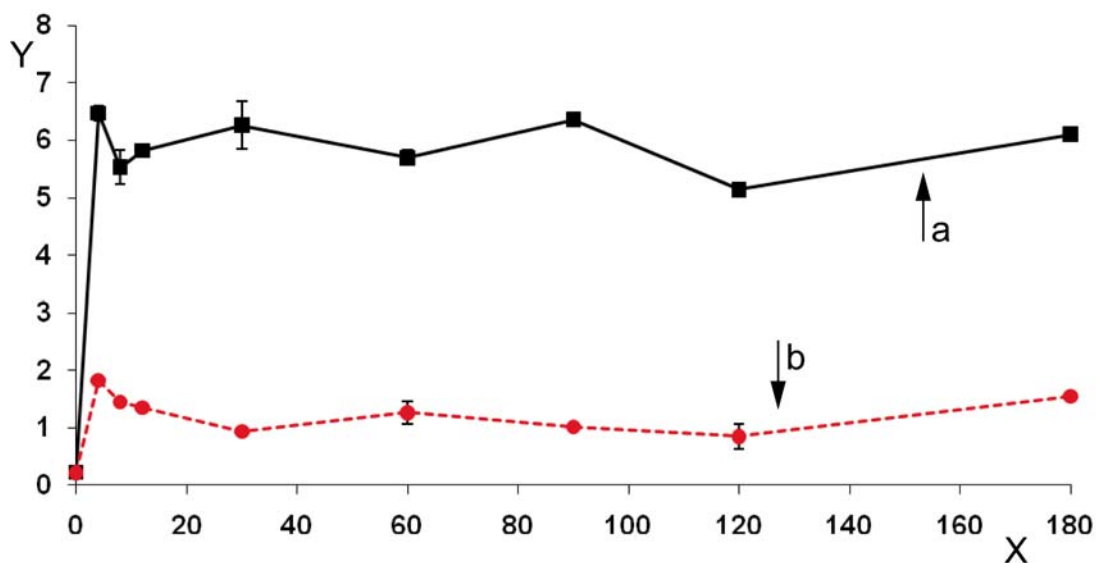
PPi pyrophosphate

L oxyluciférine

H_2O eau

Annexe B
(informative)

**Exemples d'évolutions de la concentration en ATP
en fonction du temps**



Légende

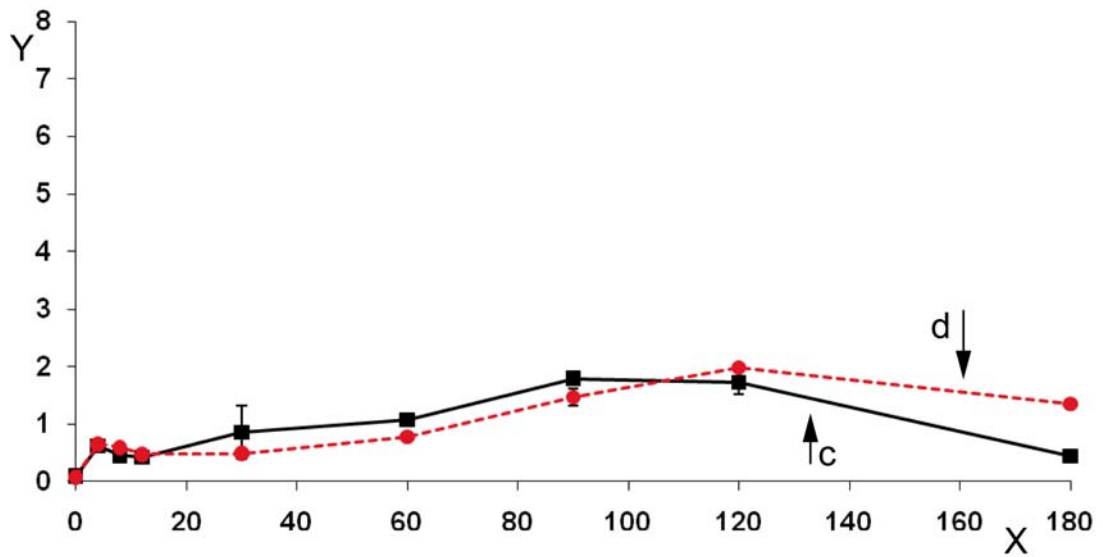
X Temps d'essai, exprimé en jours

Y Concentration en ATP, exprimée en pmol/ml

a Film ayant subi une photo-oxydation et une thermo-oxydation préalable à 60 °C, milieu de culture avec particules oxydées

b Milieu de culture sans particules oxydées (flacon témoin de l'expérience)

Figure B.1 —Film en polyéthylène considéré comme potentiellement biodégradable



Légende

X Temps d'essai, exprimé en jours

Y Concentration en ATP, exprimée en pmol/ml

c Film ayant subi une photo-oxydation et une thermo-oxydation préalable à 60 °C, milieu de culture avec particules oxydées

d Milieu de culture sans particules oxydées (flacon témoin de l'expérience)

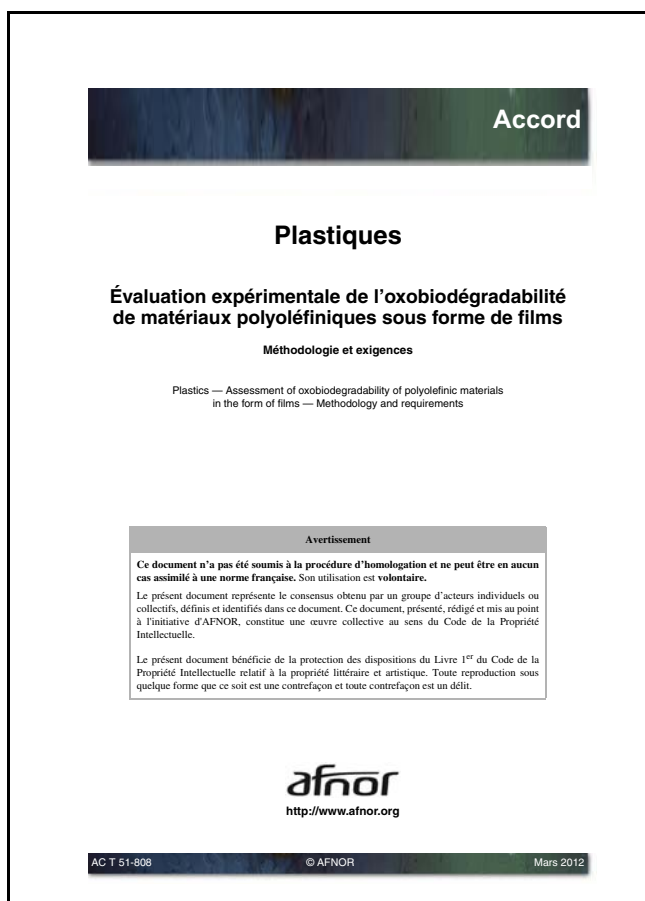
Figure B.2 —Film en polyéthylène considéré comme potentiellement non biodégradable

Bibliographie

- [1] FONTANELLA S., BONHOMME S., KOUTNY M., HUSAROVA L., BRUSSON J-M., COURDAVAULT J-P., PITTEI S., SAMUEL G., PICHON G. LEMAIRE J., DELORT A-M. Comparison of the biodegradability of various polyethylene films containing pro-oxidant additives, *Polymer Degradation and Stability*, (2010), doi: 10.1016/j.polyimdegradstab.2010.03.009.
- [2] KOUTNY M., SANCELME M., DABIN C., PICHON C., DELORT A-M and LEMAIRE J. Acquired biodegradability of polyethylenes containing pro-oxidant additives, *Polymer Degradation and Stability*, Volume 91, Issue 7, July 2006, Pages 1495-1503.
- [3] SORKHOUH NA, GHANNOUN MA, IBRAHIM AS, STRETTON RJ, RADWAN SS, 1990, Crude oil and hydrocarbon degrading strains of *Rhodococcus rhodochrous* isolated from soil and marine environments in Kuwait. *Environment Pollution*, 65, 1-17.
- [4] MICHAEL P. et al, 2006, The complete genome of *Rhodococcus* sp. RHA1 provides insights into a catabolic powerhouse. *Proc Natl Acad Sci U S A*. 103(42): 15582–15587.
- [5] SHARMA SL and PRANT A., 2001, Crude oil degradation by a marine actinomyces *Rhodococcus* sp. *Indian Journal of Marine Sciences* 30, 146-150.
- [6] FD CEN/TR 15351, Plastiques — Guide pour le vocabulaire dans le domaine des polymères et des produits plastiques dégradables et biodégradables (indice de classement : T 50 101).
- [7] FD ISO 6107-6, Qualité de l'eau — Vocabulaire — Partie 6 (indice de classement : T 90-506).

Autres documents :

- [8] BS 8472:2011, *Methods for the assessment of the oxo-biodegradation of plastics and of the phyto-toxicity of the residues in controlled laboratory conditions*.
- [9] ASTM D 6954-04, *Standard Guide for Exposing and Testing Plastics that Degrade in the Environment by a Combination of Oxidation and Biodegradation*.



Le présent accord fournit une méthodologie d'évaluation expérimentale de l'oxobiodégradabilité de matériaux polymères sous forme de films. Il prescrit également des exigences à satisfaire pour que ces matériaux puissent être qualifiés d'oxobiodégradables. Il s'applique à des films en polyoléfines (polyéthylène, polypropylène) d'épaisseur inférieure ou égale à 250 μm qui, en fin d'usage, sont susceptibles d'être dispersés accidentellement dans l'environnement. Il définit deux types de matériaux oxobiodégradables et quatre classes de films selon leur durée et température de stockage et lieu d'usage. Il traite de la microtoxicité des matériaux polymères et de leurs produits de dégradation vis-à-vis de la souche bactérienne *Rhodococcus rhodochrous* ATCC 29672.

Mots-clés plastique, déchet, film plastique, polyoléfine, classification, évaluation, biodégradabilité, dégradation, principe, exigence, mesurage d'épaisseur, méthode spectrophotométrique, propriété tensorielle, essai d'oxydation, essai de vieillissement accéléré, durée d'exposition, lumière solaire, absorbance, toxicité, microorganisme, protection de l'environnement.
