

DIN EN ISO 14851



ICS 83.080.01

**Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von
Kunststoff-Materialien in einem wässrigen Medium –
Verfahren mittels Messung des Sauerstoffbedarfs in einem
geschlossenen Respirometer (ISO 14851:1999);
Deutsche Fassung EN ISO 14851:2004**

Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium –

Method by measuring the oxygen demand in a closed respirometer (ISO 14851:1999);
German version EN ISO 14851:2004

Evaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux –

Méthode par détermination de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé (ISO 14851:1999);

Version allemande EN ISO 14851:2004

Gesamtumfang 31 Seiten

Normenausschuss Kunststoffe (FNK) im DIN

Die Europäische Norm EN ISO 14851:2004 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet.

Zu EN ISO 14851 gibt es kein Arbeitsgremium im DIN, da seitens der deutschen Fachöffentlichkeit kein Interesse an diesem Normungsthema bekundet wurde. Die Geschäftsstelle des fachlich zugeordneten Normenausschusses Kunststoffe (FNK) ist aber verpflichtet, die Deutsche Fassung der Europäischen Norm zu veröffentlichen.

Für die im Abschnitt 2 angegebenen Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 8245	siehe	DIN EN 1484
ISO 9408	siehe	DIN EN ISO 9408
ISO 10634	siehe	DIN EN ISO 10634

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 1484, *Wasseranalytik — Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)*; Deutsche Fassung EN 1484:1997.

DIN EN ISO 9408, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der vollständigen aeroben biologischen Abbaubarkeit organischer Stoffe im wässrigen Medium über die Bestimmung des Sauerstoffbedarfs in einem geschlossenen Respirometer (ISO 9408:1999)*; Deutsche Fassung EN ISO 9408:1999.

DIN EN ISO 10634, *Wasserbeschaffenheit — Anleitung für die Vorbereitung und Behandlung von in Wasser schwer löslichen organischen Verbindungen für die nachfolgende Bestimmung ihrer biologischen Abbaubarkeit in einem wässrigen Medium (ISO 10634:1995)*; Deutsche Fassung EN ISO 10634:1995.

Deutsche Fassung

**Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von
Kunststoff-Materialien in einem wässrigen Medium
Verfahren mittels Messung des Sauerstoffbedarfs in einem
geschlossenen Respirometer
(ISO 14851:1999)**

Determination of the ultimate aerobic biodegradability of
plastic materials in an aqueous medium —
Method by measuring the oxygen demand in a closed
respirometer
(ISO 14851:1999)

Evaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des
matériaux plastiques en milieu aqueux —
Méthode par détermination de la demande en oxygène
dans un respiromètre fermé
(ISO 14851:1999)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. Juni 2004 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	8
5 Prüfumgebung	8
6 Reagenzien	9
6.1 Destilliertes oder deionisiertes Wasser	9
6.2 Prüfmedium	9
6.2.1 Standardprüfmedium	9
6.2.2 Optimiertes Prüfmedium	10
6.3 Pyrophosphat-Lösung	11
6.4 Kohlendioxid-Absorber	11
7 Prüfeinrichtung	11
8 Durchführung	12
8.1 Prüfsubstanz	12
8.2 Referenzsubstanz	12
8.3 Herstellung des Inokulums	12
8.3.1 Inokulum aus einer Kläranlage	13
8.3.2 Inokulum aus Boden und/oder Kompost	13
8.4 Ablauf der Prüfung	14
9 Berechnung und Auswertung	15
9.1 Berechnung	15
9.2 Auswertung und Angabe der Ergebnisse	16
10 Gültigkeit der Ergebnisse	16
11 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Theoretischer Sauerstoffbedarf (ThOD)	18
A.1 Berechnung des ThOD	18
A.2 Beispiel: Poly- β -hydroxybuttersäure (PHB)	18
A.3 Beispiel: Gemisch aus Polyethylen/Stärke/Glycerol	18
Anhang B (informativ) Korrektur der BOD-Werte um die Störung durch Nitrifikation	19
B.1 Einfluss der Nitrifikation	19
B.2 Beispiel	20
Anhang C (informativ) Prinzip eines geschlossenen manometrischen Respirometers	21
Anhang D (informativ) „Two-phase closed bottle“-Version der respirometrischen Prüfung	22
D.1 Kurzbeschreibung	22
D.2 Spezialausrüstung	22
D.3 Durchführung	22
D.4 Berechnung	23

Anhang E (informativ) Beispiel für die Bestimmung einer Kohlenstoffbilanz	25
E.1 Kurzbeschreibung	25
E.2 Durchführung der Prüfung	25
E.3 Berechnung der Kohlenstoffbilanz	26
E.4 Beispiel: Kohlenstoffbilanz für Poly-β-hydroxybutyrat	26
Anhang F (informativ) Beispiel der Bestimmung der am Ende einer Bioabbauprüfung zurückbleibenden Menge an nicht-wasserlöslichem Polymer und der molekularen Masse des Polymers	27
Anhang G (informativ) Literaturhinweise	28
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	29

Vorwort

Der Text von ISO 14851:1999 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 14851:2004 durch das Technische Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ übernommen, dessen Sekretariat vom IBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 2005 und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2005 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 14851:1999 wurde vom CEN als EN ISO 14851:2004 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG Die normativen Verweisungen auf Internationale Normen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

Einleitung

Mit der immer stärker zunehmenden Verwendung von Kunststoffen ist deren Rückgewinnung und Entsorgung zu einem Thema mit größter Bedeutung geworden. Oberste Priorität sollte hierbei der Rückgewinnung zugewiesen werden. Eine vollständige Rückgewinnung von Kunststoffen ist jedoch schwierig. So ist es beispielsweise schwierig, den zumeist von den Verbrauchern stammenden Kunststoffabfall vollständig rückzugewinnen. Weitere Beispiele für Kunststoffe, deren Rückgewinnung mit Schwierigkeiten verbunden ist, sind Angelgeräte, in der Landwirtschaft verwendete Schutzabdeckungen und wasserlösliche Polymere. Diese Kunststoffe neigen dazu, aus geschlossenen Abfallbehandlungskreisläufen herauszufallen und in die Umwelt zu gelangen. Derzeit werden bioabbaubare Kunststoffe entwickelt, die eine Möglichkeit zur Lösung solcher Umweltprobleme darstellen. Kunststoffe, wie z. B. Produkte oder Verpackungen, mit denen Kompostiereinrichtungen beschickt werden, sollten potentiell bioabbaubar sein. Daher ist es von großer Wichtigkeit, die potentielle Bioabbaubarkeit solcher Materialien zu bestimmen und Erkenntnisse zu deren Bioabbaubarkeit in natürlichen Umgebungen zu erlangen.

WARNUNG — Abwasser, Belebtschlamm, Boden und Kompost können Organismen enthalten, die potentiell pathogen sind. Daher sollten bei deren Handhabung die entsprechenden Vorsichtsmaßnahmen getroffen werden. Toxische Prüfverbindungen und Verbindungen, deren Eigenschaften nicht bekannt sind, sollten mit Vorsicht gehandhabt werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren fest, mit dem durch Messung des Sauerstoffbedarfs in einem geschlossenen Respirometer der Grad der aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoffen, einschließlich solcher Kunststoffe, die Formulierungs-Additive enthalten, bestimmt werden kann. Die Prüfsubstanz wird in einem wässrigen Medium unter Laborbedingungen einem Inokulum aus Belebtschlamm, Kompost oder Boden ausgesetzt.

Wird ein nicht adaptierter Belebtschlamm als Inokulum verwendet, werden durch die Prüfung die Bioabbauprozesse simuliert, die in einer natürlichen wässrigen Umgebung auftreten; wird ein gemischtes oder voradaptiertes Inokulum verwendet, kann das Verfahren dazu dienen, die potentielle Bioabbaubarkeit einer Prüfsubstanz zu untersuchen.

Die in dieser Internationalen Norm angewendeten Bedingungen entsprechen nicht notwendigerweise den optimalen Bedingungen, die das Auftreten eines maximalen Bioabbaus zulassen; die Norm ist für die Bestimmung der potentiellen Bioabbaubarkeit von Kunststoffen bzw. dafür vorgesehen, Erkenntnisse hinsichtlich deren Bioabbaubarkeit in natürlichen Umgebungen zu liefern.

Das Verfahren lässt durch die Berechnung einer Kohlenstoffbilanz (wahlweise, siehe Anhang E) die Verbesserung der Beurteilung der Bioabbaubarkeit zu.

Das Verfahren ist auf folgende Substanzen anwendbar:

- natürliche und/oder synthetische Polymere, Copolymere oder Gemische aus diesen;
- Kunststoffe, die Additive, wie z. B. Weichmacher, Farbstoffe oder andere Verbindungen, enthalten;
- wasserlösliche Polymere;
- Substanzen, die unter Prüfbedingungen die im Inokulum vorhandenen Mikroorganismen nicht inhibieren. Inhibierungswirkungen lassen sich durch eine Inhibierungskontrolle oder ein anderes geeignetes Verfahren bestimmen (siehe z. B. ISO 8192 [3]). Wirkt die Prüfsubstanz inhibierend auf das Inokulum, kann eine geringere Prüfkonzentration, ein anderes oder ein voradaptiertes Inokulum verwendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 8245:1999, *Water quality — Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC)*.

ISO 9408:1999, *Water quality — Evaluation of ultimate aerobic biodegradability of organic compounds in aqueous medium by determination of oxygen demand in a closed respirometer*.

ISO 10634:1995, *Water quality — Guidance for the preparation and treatment of poorly water-soluble organic compounds for the subsequent evaluation of their biodegradability in an aqueous medium*.

ISO/TR 15462:1997, *Water quality — Selection of tests for biodegradability*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die folgenden Begriffe.

3.1

vollständiger aerober Bioabbau

Zersetzung einer organischen Verbindung zu Kohlendioxid, Wasser und mineralischen Salzen jeglicher sonstiger vorliegender Elemente (Mineralisierung) sowie neuer Biomasse durch Mikroorganismen in der Gegenwart von Sauerstoff

3.2

Belebtschlamm

Biomasse, die bei der aeroben Behandlung von Abwasser durch das Wachstum von Bakterien und weiteren Mikroorganismen in der Gegenwart von gelöstem Sauerstoff entsteht

3.3

Konzentration an suspendierten Feststoffen in einem Belebtschlamm

die Menge an Feststoffen, die entsteht, wenn ein bekanntes Volumen an Belebtschlamm filtriert oder zentrifugiert und bei etwa 105 °C bis zur Massekonstanz getrocknet wird

3.4

biochemischer Sauerstoffbedarf

BOD

Massekonzentration an gelöstem Sauerstoff, die unter festgelegten Bedingungen durch die aerobe biologische Oxidation einer chemischen Verbindung oder organischen Substanz in Wasser verbraucht wird, angegeben als Milligramm der Aufnahme an Sauerstoff je Milligramm oder Gramm der Prüfverbindung

3.5

theoretischer Sauerstoffbedarf

ThOD

die theoretisch maximale Menge an Sauerstoff, die benötigt wird, um eine chemische Verbindung vollständig zu oxidieren; er wird aus der Molekülformel berechnet und als Milligramm der Aufnahme an Sauerstoff je Milligramm oder Gramm der Prüfverbindung angegeben

3.6

gesamter organischer Kohlenstoff

TOC

der gesamte Kohlenstoff in einer organischen Substanz, die in Wasser gelöst oder suspendiert ist

3.7

gelöster organischer Kohlenstoff

DOC

der Teil des organischen Kohlenstoffs in Wasser, der durch ein festgelegtes Phasentrennverfahren, beispielsweise durch Zentrifugation bei 40 000 ms⁻² für 15 min oder durch Membranfiltration mit Membranen, deren Porendurchmesser 0,2 µm bis 0,45 µm beträgt, nicht abgetrennt werden kann

3.8

Lag-Phase

Verzögerungsphase

die in Tagen gemessene Zeit zwischen dem Beginn einer Prüfung und dem Erreichen einer ausreichenden Adaption und/oder Selektion der abbauenden Mikroorganismen sowie einem Anstieg des Grades des Bioabbaus einer chemischen Verbindung oder einer organischen Substanz bis auf etwa 10 % des maximalen Grades des Bioabbaus

3.9

maximaler Grad des Bioabbaus

der in Prozent gemessene Grad des Bioabbaus einer chemischen Verbindung oder einer organischen Substanz in einer Prüfung, oberhalb dessen während dieser Prüfung kein weiterer Bioabbau stattfindet

3.10

Bioabbauphase

die in Tagen gemessene Zeit vom Ende der Lag-Phase einer Prüfung bis zu dem Zeitpunkt, an dem etwa 90 % des maximalen Bioabbaugrades erreicht sind

3.11

Plateauphase

die in Tagen gemessene Zeit vom Ende der Bioabbauphase bis zum Ende der Prüfung

3.12

Voradaption

die vorgeschaltete Inkubation eines Inokulums in Gegenwart der zu prüfenden chemischen Verbindung oder organischen Substanz, deren Ziel darin besteht, durch Adaption und/oder Selektion der Mikroorganismen die Fähigkeit des Inokulums zum Bioabbau der Prüfsubstanz zu erhöhen

3.13

Vorkonditionierung

die vorgeschaltete Inkubation eines Inokulums unter den Bedingungen der nachfolgenden Prüfung, jedoch ohne das Vorliegen der zu prüfenden chemischen Verbindung oder organischen Substanz, wobei das Ziel darin besteht, die Prüfung durch die Akklimatisierung der Mikroorganismen an die Prüfbedingungen zu verbessern

4 Kurzbeschreibung

Die Bioabbaubarkeit eines Kunststoffs wird mit aeroben Mikroorganismen in einem wässrigen System bestimmt. Das Prüfgemisch enthält ein anorganisches Medium, die organische Prüfsubstanz (als einzige Quelle für Kohlenstoff und Energie) mit einer Konzentration an organischem Kohlenstoff zwischen 100 mg/l und 2 000 mg/l sowie Belebtschlamm oder eine Suspension aus nährstoffreichem Boden oder Kompost als Inokulum. Das Gemisch wird für eine Dauer, die 6 Monate nicht überschreiten darf, in einem Respirometer in geschlossenen Kolben gerührt. Das gebildete Kohlendioxid wird mit einem geeigneten Absorber im Luftraum (Headspace) der Kolben absorbiert. Der Sauerstoffbedarf (BOD) wird beispielsweise durch die Messung der zur Aufrechterhaltung eines konstanten Gasvolumens in den Respirometerkolben benötigten Sauerstoffmenge oder durch automatische oder manuelle Messung der Volumen- oder Druckänderungen (oder einer Kombination beider) bestimmt. Ein Beispiel eines Respirometers ist in Anhang C aufgeführt. Alternativ kann die in ISO 10708 [4] beschriebene Version des Verfahrens mit zwei Phasen in geschlossener Flasche ("Two-phase closed bottle") verwendet werden (siehe Anhang D).

Der Grad des Bioabbaus wird durch den Vergleich zwischen BOD und theoretischem Bedarf (ThOD) bestimmt und in Prozent angegeben. Dabei ist der Einfluss möglicher Nitrifikationsvorgänge auf den BOD zu berücksichtigen. Das Prüfergebnis wird durch den aus der Plateauphase der Bioabbaukurve bestimmten maximalen Grad des Bioabbaus gebildet. Wahlweise kann eine Kohlenstoffbilanz berechnet werden, um zusätzliche Informationen zum Bioabbau zu erhalten (siehe Anhang E).

Im Gegensatz zur ISO 9408, die für eine Reihe von organischen Verbindungen angewendet wird, ist die vorliegende Internationale Norm speziell für die Bestimmung der Bioabbaubarkeit von Kunststoffen vorgesehen. Die erforderlichen besonderen Anforderungen beeinflussen die Auswahl des Inokulums und des Prüfmediums, und es besteht die Möglichkeit, durch die Berechnung einer Kohlenstoffbilanz die Bewertung der Bioabbaubarkeit zu verbessern.

5 Prüfumgebung

Die Inkubation muss im Dunkeln oder in diffusem Licht in einem abgeschlossenen Raum erfolgen, der frei von Dämpfen ist, die die Mikroorganismen inhibieren, und dessen Temperatur konstant gehalten wird, vorzugsweise, auf ± 1 °C, bei 20 °C bis 25 °C oder bei einer beliebigen anderen, vom verwendeten Inokulum und der zu beurteilenden Umgebung abhängigen, Temperatur.

ANMERKUNG Bei einem Kompost-Inokulum können höhere Temperaturen angemessen sein.