

DIN EN ISO 14855-1

ICS 13.030.99; 83.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2012-07-07
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 14855-1:2008-05
und
DIN EN ISO 14855-1
Berichtigung 1:2010-05

**Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von
Kunststoff-Materialien unter den Bedingungen kontrollierter
Kompostierung –
Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxides –
Teil 1: Allgemeines Verfahren (ISO/FDIS 14855-1:2012);
Deutsche Fassung FprEN ISO 14855-1:2012**

Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions –
Method by analysis of evolved carbon dioxide –
Part 1: General method (ISO/FDIS 14855-1:2012);
German version FprEN ISO 14855-1:2012

Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans des conditions contrôlées de compostage –
Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré –
Partie 1: Méthode générale (ISO/FDIS 14855-1:2012);
Version allemande FprEN ISO 14855-1:2012

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-04-23 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an fnk@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Kunststoffe (FNK) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 28 Seiten

Normenausschuss Kunststoffe (FNK) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ (Sekretariat: SAC, China) der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“, dessen Sekretariat vom NBN (Belgien) gehalten wird, übernommen.

Die Mitarbeit des DIN im CEN/TC 249 wird über den Normenausschuss Kunststoffe (FNK) wahrgenommen. An der Erstellung dieser Europäischen Norm und der deutschen Übersetzung war seitens des DIN der Arbeitsausschuss NA 054-01-07 AA „Bioabbaubare Kunststoffe“ beteiligt.

In Bezug auf die Definition des Begriffes „Kompost“ und die Hinweise zur Entnahme von Kompost aus kommunalen Anlagen sei auf die deutschen rechtlichen Rahmenbedingungen (Bioabfallverordnung, Düngemittelverordnung) hingewiesen. So werden „Komposte“ in Deutschland je nach Nährstoffgehalt in „Düngemittel“ oder „Bodenhilfsstoffe“ gegliedert (vergleiche Anmerkung in Unterabschnitt 3.2). Weiterhin ist in Deutschland nach den Vorgaben der Bioabfallverordnung nur die Kompostierung von Bioabfällen aus einer getrennten Sammlung möglich, aber nicht von ungetrenntem kommunalem Abfall (vergleiche Abschnitt 4 und Anmerkung 1 in Unterabschnitt 8.1).

ISO 14855 besteht aus folgenden Teilen unter dem Haupttitel *Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoff-Materialien unter den Bedingungen kontrollierter Kompostierung — Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxides*:

— Teil 1: Allgemeines Verfahren

— Teil 2: Gravimetrische Bestimmung des freigesetzten Kohlenstoffdioxides durch Prüfung im Labormaßstab

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

ISO 5663	siehe DIN EN 25663
ISO 8245	siehe DIN EN 1484

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 14855-1:2008-05 und DIN EN ISO 14855-1 Berichtigung 1:2010-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) In 8.1, 4.Absatz, 3. Zeile wurde „nicht mehr als“ durch „mehr als“ ersetzt;
- b) Bild B.2 wurde ersetzt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

- [1] DIN EN 1484, *Wasseranalytik — Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)*
- [2] DIN EN 25663, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung des Kjeldahl-Stickstoffs — Verfahren nach Aufschluss mit Selen*

Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoff-Materialien unter den Bedingungen kontrollierter Kompostierung — Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxides — Teil 1: Allgemeines Verfahren (ISO/FDIS 14855-1:2012)

Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans des conditions contrôlées de compostage — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré — Partie 1: Méthode générale (ISO/FDIS 14855-1:2012)

Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions — Method by analysis of evolved carbon dioxide — Part 1: General method (ISO/FDIS 14855-1:2012)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele formelle Abstimmung vorgelegt
Dokumentsprache: D

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	7
5 Prüfumgebung	7
6 Reagenzien	8
6.1 TLC-(Dünnschichtchromatographie-)Cellulose.....	8
6.2 Vermiculit.....	8
7 Prüfeinrichtung	8
8 Durchführung.....	9
8.1 Herstellung des Inokulums.....	9
8.2 Herstellung von Prüfschubstanz und Referenzsubstanz	10
8.3 Beginn der Prüfung	10
8.4 Inkubationsperiode.....	11
8.5 Beendigung der Prüfung.....	12
8.6 Anwendbarkeit von Vermiculit	12
8.7 Aufbereitungsverfahren und Kohlenstoffbilanz beim Verwenden von Vermiculit	13
9 Auswertung	14
9.1 Berechnung der theoretischen Menge an Kohlendioxid	14
9.2 Berechnung des prozentualen Bioabbaus.....	14
9.3 Berechnung des Masseverlustes.....	15
9.4 Angabe der Ergebnisse.....	15
10 Gültigkeit der Ergebnisse	15
11 Prüfbericht.....	15
Anhang A (informativ) Prinzip des Prüfsystems	17
Anhang B (informativ) Beispiele der graphischen Darstellung der Kohlendioxidbildung und der Bioabbaukurven.....	18
Anhang C (informativ) Beispiel der Bestimmung des Masseverlustes	20
Anhang D (informativ) Ringversuch	22
Anhang E (informativ) Beispiele für Formulare.....	23
Literaturhinweise	26

Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 14855-1:2012) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Plastics“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 14855-1:2012 wurde vom CEN als FprEN ISO 14855-1:2012 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Das in diesem Teil der ISO 14855 festgelegte Hauptverfahren verwendet ein respirometrisches Festphasen-Prüfsystem, das auf ausgereiftem Kompost basiert, der als Festbett, als Nährstoffquelle und als ein an thermophilen Mikroorganismen reiches Inokulum verwendet wird. Ausgereifter Kompost ist ein sehr heterogenes und komplexes Material. Deshalb kann es schwierig sein, das am Ende der Prüfung im Festbett zurückbleibende restliche polymere Material quantitativ zu bestimmen, um möglicherweise vorhandene Moleküle von geringer molekularer Masse nachzuweisen, die während des Abbaus vom polymeren Material freigesetzt werden und ins Festbett übergehen, und die Biomasse abzuschätzen. Folglich kann es schwierig sein, eine vollständige Kohlenstoffbilanz aufzustellen. Eine weitere Schwierigkeit, die gelegentlich im Zusammenhang mit dem ausgereiften Kompost auftritt, ist ein „Initialeffekt“: die im ausgereiften Kompost in großen Mengen enthaltenen organischen Stoffe können polymerinduziert abgebaut werden, was als „Initialeffekt“ bekannt ist und die Messung der Bioabbaubarkeit beeinflusst.

Um diese Schwierigkeiten zu überwinden und die Zuverlässigkeit des Verfahrens zu erhöhen, kann der ausgereifte Kompost durch einen festen mineralischen Träger ersetzt werden, der als Kompostierbett verwendet wird und somit die Analysen erleichtert. Diese Variante kann angewendet werden, um den Bioabbau mittels der CO₂-Entwicklung zu messen, um die Biomasse und das am Ende der Prüfung im Festbett zurückbleibende restliche polymere Material quantitativ zu bestimmen und zu analysieren und um eine vollständige Kohlenstoffbilanz aufzustellen. Weiterhin wird das Verfahren vom Initialeffekt kaum beeinflusst und kann deshalb für die Bewertung von Materialien, bei denen dieses Problem mit dem ausgereiften Kompost auftritt, eingesetzt werden. Das mineralische Festbett kann auch einer ökotoxikologischen Analyse unterworfen werden, um die Abwesenheit einer ökotoxischen Aktivität im Festbett nach dem Bioabbau zu überprüfen.

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

Dieser Teil der ISO 14855 legt ein Verfahren fest, mit dem unter geregelten Kompostierungsbedingungen durch Messung der Menge des gebildeten Kohlendioxids und des Grades des Zerfalls des Kunststoffes am Ende der Prüfung die vollständige aerobe Bioabbaubarkeit von Kunststoffen, die auf organischen Verbindungen beruhen, bestimmt wird. Dieses Verfahren ist dafür ausgelegt, typische aerobe Kompostierungsbedingungen für den organischen Anteil in festem gemischtem städtischem Abfall zu simulieren. Die Prüfsubstanz wird einem Inokulum ausgesetzt, das aus Kompost gewonnen wird. Die Kompostierung erfolgt in einer Umgebung, in der Temperatur, Begasung und Feuchte genau überwacht und geregelt werden. Das Prüfverfahren dient der Feststellung der prozentualen Umwandlung des Kohlenstoffs in der Prüfsubstanz in freigesetztes Kohlendioxid sowie der Geschwindigkeit dieser Umwandlung.

Die Unterabschnitte 8.6 und 8.7 legen eine Variante des Verfahrens fest, bei der anstelle des ausgereiften Kompostes ein mineralisches Festbett (Vermiculit) mit thermophilen Mikroorganismen, die aus dem Kompost innerhalb einer spezifischen Aktivierungsphase gewonnen werden, beimpft wird. Diese Variante wurde entwickelt, um den prozentualen Anteil des in Kohlendioxid umgewandelten Kohlenstoffs in der Prüfsubstanz und die Geschwindigkeit dieser Umwandlung festzustellen.

Die in diesem Teil der ISO 14855 beschriebenen Bedingungen entsprechen möglicherweise nicht immer den optimalen Bedingungen, unter denen der maximale Grad an Bioabbau erreicht wird.

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 5663:1984, *Water quality — Determination of Kjeldahl nitrogen — Method after mineralization with selenium*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments 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

Kompostierung

aerober Vorgang zur Erzeugung von Kompost

ANMERKUNG Bei Kompost handelt es sich um einen organischen Bodenzusatzstoff, der beim Bioabbau eines Gemisches entsteht, das hauptsächlich aus pflanzlichen Rückständen, gelegentlich mit sonstiger organischer Substanz vermischt, besteht und einen begrenzten Mineralgehalt aufweist.

3.3

Zerfall

physikalische Zersetzung einer Substanz in sehr kleine Fragmente

3.4

Trockenrückstand

Trockensubstanz

(en: total dry solids)

Menge an Feststoffen, die sich ergibt, wenn eine bekannte Menge der Prüfsubstanz oder des Komposts entnommen und bei etwa 105 °C bis zur Massekonstanz getrocknet wird

3.5

Glühverlust

organische Trockensubstanz

(en: volatile solids)

Menge an Feststoffen, die sich ergibt, wenn der Rückstand einer bekannten Menge der Prüfsubstanz oder des Komposts nach der Veraschung bei etwa 550 °C vom Trockenrückstand in derselben Probe abgezogen wird

ANMERKUNG Der Glühverlust dient als Indikator der vorliegenden Menge an organischer Substanz.

3.6

theoretische Menge an gebildetem Kohlendioxid

ThCO_2

maximale theoretische Menge an Kohlendioxid, das sich nach der vollständigen Oxidation einer chemischen Verbindung ergibt, berechnet aus der Molekularformel und angegeben als Milligramm an gebildetem Kohlendioxid je Milligramm oder Gramm der Prüfverbindung

3.7

Lag-Phase

Verzögerungsphase

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

3.8

maximaler Grad des Bioabbaus

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

3.9

Bioabbauphase

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

3.10

Plateauphase

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

3.11

aktivierter Vermiculit

Vermiculit, der mit einer aktiven Mikroorganismenkultur während einer vorläufigen Wachstumsphase besiedelt wird

4 Kurzbeschreibung

Mit dem Prüfverfahren werden die vollständige Bioabbaubarkeit und der Grad des Zerfalls der Prüfsubstanz unter Bedingungen bestimmt, die einen intensiven aeroben Kompostiervorgang simulieren. Das verwendete Inokulum besteht aus stabilisiertem, ausgereiftem Kompost, der, sofern dies möglich ist, durch die Kompostierung des organischen Anteils von festem kommunalem Abfall entstanden ist.

Die Prüfsubstanz wird mit dem Inokulum vermischt und in ein statisches Kompostiergefäß eingebracht, in dem es unter optimalen Sauerstoff-, Temperatur- und Feuchtebedingungen für eine Prüfdauer kompostiert wird, die 6 Monate nicht überschreiten darf.

Beim aeroben Bioabbau der Prüfsubstanz stellen Kohlendioxid, Wasser, Mineralsalze und neue mikrobielle Zellbestandteile (Biomasse) die Endprodukte des Bioabbaus dar. Das gebildete Kohlendioxid wird in Prüfgefäßen und Blindwertgefäßen ständig überwacht oder in regelmäßigen Abständen gemessen, um die kumulative Kohlendioxidproduktion zu messen. Der prozentuale Bioabbau ergibt sich aus dem Verhältnis des durch die Prüfsubstanz erzeugten Kohlendioxids und der maximalen theoretischen Menge an Kohlendioxid, das durch die Prüfsubstanz erzeugt werden kann. Die maximale theoretische Menge an erzeugtem Kohlendioxid wird aus dem gemessenen gesamten organischen Kohlenstoff-(TOC-)Gehalt berechnet. Der prozentuale Bioabbau schließt nicht die Menge an Kohlenstoff ein, die in neue Zellmasse (Biomasse) umgewandelt und während der Prüfung nicht zu Kohlendioxid umgesetzt wird.

Zusätzlich wird am Ende der Prüfung der Grad des Zerfalls der Prüfsubstanz bestimmt; weiterhin kann der Masseverlust der Prüfsubstanz bestimmt werden.

Anstelle des ausgereiften Komposts sollte Vermiculit verwendet werden,

- a) falls die Bestimmung des Grades des Bioabbaus vom durch die Prüfsubstanz induzierten Initialeffekt beeinflusst wird,

und/oder

- b) wenn eine Kohlenstoff-Endbilanz mit Bestimmung der Biomasse durchgeführt und die restliche Prüfsubstanz wiedergewonnen wird.

Als anorganische Substanz reduziert das Vermiculit-Festbett wesentlich den Initialeffekt und erhöht somit die Zuverlässigkeit des Verfahrens. Ein weiterer Vorteil beim Verwenden von Vermiculit ist eine sehr geringe Menge an gebildetem Kohlendioxid in den Blindwertgefäßen (nahezu null) aufgrund eines niedrigen Grades an mikrobieller Aktivität, der erlaubt, niedrige Grade an Abbau-Aktivität genau zu bestimmen.

Die mit dem aktivierten Vermiculit erhaltenen Mineralisierungsgeschwindigkeiten, jeweils als End-Abbaugrad und End-Abbaugeschwindigkeit angegeben, sind identisch mit oder sehr ähnlich denen, die mit ausgereiftem Kompost erhalten werden.

5 Prüfumgebung

Die Inkubation muss im Dunkeln oder in diffusem Licht in einer Umgebung oder einem Raum bei einer konstanten Temperatur von $58\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ erfolgen. Die Umgebung oder der Raum muss frei von Dämpfen sein, die die Mikroorganismen inhibieren.

In bestimmten Fällen, z. B. wenn der Schmelzpunkt der Prüfsubstanz gering ist, darf eine andere Temperatur gewählt werden. Diese Temperatur ist während der Prüfung auf $\pm 2\text{ °C}$ konstant zu halten. Jegliche Temperaturänderungen sind zu begründen und eindeutig im Prüfbericht anzugeben.