

DIN EN ISO 14855-2

ICS 83.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2017-06-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 14855-2:2009-10

**Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von
Kunststoff-Materialien unter den Bedingungen kontrollierter
Kompostierung –
Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxides –
Teil 2: Gravimetrische Messung des freigesetzten Kohlenstoffdioxides im
Labormaßstab (ISO/DIS 14855-2:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 14855-2:2017**

Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled
composting conditions –
Method by analysis of evolved carbon dioxide –
Part 2: Gravimetric measurement of carbon dioxide evolved in a laboratory-scale test
(ISO/DIS 14855-2:2017);
German and English version prEN ISO 14855-2:2017

Détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans des
conditions contrôlées de compostage –
Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré –
Partie 2: Mesurage gravimétrique du dioxyde de carbone libéré lors d'un essai de laboratoire
(ISO/DIS 14855-2:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 14855-2:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-04-14 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-
Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de,
sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an fnk@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im
Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-
Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK), 10772 Berlin, 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 44 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14855-2:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-01-07 AA „Bioabbaubare Kunststoffe“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5663	siehe DIN EN 25663
ISO 8245	siehe DIN EN 1484
ISO 11721-1	siehe DIN EN ISO 11721-1
ISO 14855-1	siehe DIN EN ISO 14855-1

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 14588-2:2009-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) 7.1 Ergänzung der Reagenzien;
- b) 7.4 Änderung der Anzahl der Gefäße, Präzisierung des C/R-Verhältnisses und dessen Einstellung;
- c) Erweiterung der Gültigkeitsbedingungen in Abschnitt 10.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 1484, *Wasseranalytik — Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)*

DIN EN 25663, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung des Kjeldahl-Stickstoffs — Verfahren nach Aufschluß mit Selen*

DIN EN ISO 11721-1, *Textilien — Bestimmung der Widerstandsfähigkeit zellulosehaltiger Textilien gegen Mikroorganismen; Erdeingrabetest — Teil 1: Nachweis einer verrottungshemmenden Ausrüstung*

DIN EN ISO 14855-1, *Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoff-Materialien unter den Bedingungen kontrollierter Kompostierung — Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxides — Teil 1: Allgemeines Verfahren*

Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoff-Materialien unter den Bedingungen kontrollierter Kompostierung — Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxides — Teil 2: Gravimetrische Messung des freigesetzten Kohlenstoffdioxides im Labormaßstab (ISO/DIS 14855-2:2017)

Détermination de la biodégradabilité aérobique ultime des matériaux plastiques dans des conditions contrôlées de compostage — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré — Partie 2 : Mesurage gravimétrique du dioxyde de carbone libéré lors d'un essai de laboratoire (ISO/DIS 14855-2:2017)

Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions — Method by analysis of evolved carbon dioxide — Part 2: Gravimetric measurement of carbon dioxide evolved in a laboratory-scale test (ISO/DIS 14855-2:2017)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	8
5 Reagenzien	8
6 Prüfeinrichtung	9
6.1 Luftzuführungssystem	9
6.2 Kompostiergefäße	9
6.3 System zur Bestimmung von Kohlenstoffdioxid	9
6.4 Gasdichte Schläuche	9
6.5 pH-Messgerät	9
6.6 Analytische Ausrüstung	9
6.7 Waage	10
6.8 Thermostat-Regeleinheit	10
6.9 Bioreaktor zur Kompostierung	10
7 Durchführung	10
7.1 Herstellung des Inokulums	10
7.2 Vorbereitung von Seesand	11
7.3 Herstellung von Prüfsubstanz und Referenzsubstanz	11
7.4 Beginn der Prüfung	11
7.5 Messung des freigesetzten Kohlenstoffdioxids	13
7.6 Inkubationsperiode	13
7.7 Beendigung der Prüfung	14
8 Berechnung	14
8.1 Theoretische Menge an Kohlenstoffdioxid, das durch die Prüfsubstanz gebildet wird	14
8.2 Prozentualer Bioabbau	14
9 Angabe und Auswertung der Ergebnisse	15
10 Gültigkeit der Ergebnisse	15
11 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Grundprinzip der Prüfung	17
Anhang B (informativ) Beispiel für eine Prüfeinrichtung mit einem elektrisch beheizten Kompostiergefaß	19
Anhang C (informativ) Ableitung der zur Berechnung des Grades des Bioabbaus aus der Menge an freigesetztem Kohlenstoffdioxid angewendeten Gleichung	21
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14855-2:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 14855-2:2017 wurde vom CEN als prEN ISO 14855-2:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties*.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 14855-2:2007), die technisch überarbeitet wurde. Sie enthält zugleich ISO 14855-2:2007/Cor. 1:2009

Eine Liste aller Teile der Normenreihe ISO 14855 kann auf der ISO-Internetseite abgerufen werden.

Einleitung

Die Entsorgung von Kunststoffabfall ist weltweit ein ernsthaftes Problem. Technologien zur Rückgewinnung von Kunststoffen umfassen die Materialrückgewinnung (stoffliche Verwertung) (mechanische Rezyklierung, chemische oder rohstoffliche Rezyklierung und biologische oder organische Rezyklierung) und die Energierückgewinnung (energetische Verwertung) (Wärme, Dampf oder Elektrizität als Ersatz für fossile Brennstoffe oder andere Energieträger). Die Verwendung von bioabbaubaren Kunststoffen ist eine wertvolle Möglichkeit der Rückgewinnung (biologische oder organische Rezyklierung).

Es wurden bereits mehrere ISO-Normen zur Bestimmung der vollständigen aeroben/anaeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoffen veröffentlicht. Insbesondere ISO 14855-1 ist ein allgemeines Prüfverfahren, bei dem die Menge an freigesetztem Kohlenstoffdioxid mit Verfahren wie z.B. der kontinuierlichen Infrarotanalyse, Gaschromatographie oder Titration gemessen wird.

Im Vergleich zu ISO 14855-1 betragen die in diesem Teil von ISO 14855 verwendeten Mengen an Inokulum aus Kompost und Prüfprobe ein Zehntel der dort verwendeten Mengen. Zur Sicherstellung der Aktivität des Kompost-Inokulums wird zu dem Inokulum ein inertes Material gemischt, das als Gemisch dieselbe Struktur ergibt wie Boden. Das aus dem Prüfgefäß freigesetzte Kohlenstoffdioxid wird durch Absorption in einer Kohlenstoffdioxidfalle und Durchführung einer gravimetrischen Analyse des Absorptionsmittels bestimmt. Das in dem vorliegenden Teil von ISO 14855 beschriebene Verfahren, bei dem ein geschlossenes System zum Auffangen des freigesetzten Kohlenstoffdioxids verwendet wird, kann auch angewendet werden, um durch Untersuchungen mit Isotopenmarkierung wertvolle Informationen über die Art und Weise des Abbaus der molekularen Struktur von Copolymeren zu erhalten.

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

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoff-Materialien unter den Bedingungen kontrollierter Kompostierung durch gravimetrische Messung der Menge des freigesetzten Kohlenstoffdioxids fest. Das Verfahren ist dafür ausgelegt, eine optimale Geschwindigkeit des Bioabbaus durch Anpassung von Feuchte, Begasung und Temperatur des Kompostiergefäßes zu erreichen.

Das Verfahren ist auf folgende Substanzen anwendbar:

- natürliche und/oder synthetische Polymere und Copolymere sowie Gemische aus diesen;
- Kunststoffe, die Additive, wie z. B. Weichmacher oder Farbstoffe, enthalten;
- wasserlösliche Polymere;
- Substanzen, die unter Prüfbedingungen die Aktivität der im Inokulum vorhandenen Mikroorganismen nicht inhibieren.

Wirkt die Prüfsubstanz inhibierend auf die Mikroorganismen im Inokulum, kann eine andere Art von ausge-reiftem Kompost oder voradaptierter Kompost verwendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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, *Water quality — Determination of Kjeldahl nitrogen — Method after mineralization with selenium*

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

ISO 11721-1, *Textiles — Determination of resistance of cellulose-containing textiles to micro-organisms — Soil burial test — Part 1: Assessment of rot-retardant finishing*

ISO 14855-1, *Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions — Method by analysis of evolved carbon dioxide — Part 1: General method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

3.1

Kompost

organischer Bodenzusatzstoff, der beim Bioabbau eines Gemisches entsteht, das hauptsächlich aus verschiedenen pflanzlichen Rückständen, gelegentlich mit sonstiger organischer Substanz vermischt, besteht und einen begrenzten Mineralgehalt aufweist

3.2

Kompostierung

aerober Vorgang zur Erzeugung von Kompost

3.3

Trockenrückstand

Trockensubstanz

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

3.4

Glühverlust

organische Trockensubstanz

(en: volatile solids)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Glühverlust dient als Indikator der vorliegenden Menge an organischer Substanz.

3.5

vollständiger aerober Bioabbau

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

3.6

theoretische Menge an gebildetem Kohlenstoffdioxid

ThCO₂

maximale theoretische Menge an Kohlenstoffdioxid, das sich nach der vollständigen Oxidation einer chemischen Verbindung ergibt, berechnet aus der Molekularformel und angegeben als Milligramm an gebildetem Kohlenstoffdioxid 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

als prozentualer Anteil 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

Voradaption

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

3.12

Vorkonditionierung

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 Akklimatisierung der Mikroorganismen an die Prüfbedingungen zu verbessern

3.13

Wasserrückhaltevermögen

WHC

(en: water holding capacity)

Masse des Wassers, das aus dem mit Wasser gesättigten Boden verdunstet, wenn der Boden bei 105 °C bis zur Massekonstanz getrocknet wird, dividiert durch die Trockenmasse des Bodens

4 Kurzbeschreibung

Das Verfahren ist dafür ausgelegt, die optimale Geschwindigkeit des Bioabbaus eines Kunststoffes in ausgereiftem Kompost durch Kontrolle von Luftfeuchte, Begasungsverhältnis und Temperatur im Kompostiergefäß zu erreichen. Es dient auch der Bestimmung der vollständigen Bioabbaubarkeit der Prüfsubstanz unter Anwendung eines Kleinreaktors. Die Abbaugeschwindigkeit wird regelmäßig gemessen, indem die Masse des freigesetzten Kohlenstoffdioxids unter Anwendung einer mit Natronkalk und Natron-Talkum gefüllten Absorptionssäule auf einer elektronischen Waage bestimmt wird.

Die Prüfsubstanz wird mit einem aus ausgereiftem Kompost gewonnenen Inokulum und mit einem inerten Material, wie z. B. Seesand, gemischt. Der Seesand ist aktiv beteiligt, indem er als Speicherkörper für Feuchte und Mikroorganismen dient. Beispiele für geeignete Prüfanordnungen sind in den Anhängen A und B dargestellt. Die Menge an freigesetztem Kohlenstoffdioxid wird in bestimmten Zeitabständen auf einer elektronischen Waage gemessen und der Kohlenstoffdioxidgehalt wird nach dem folgenden Verfahren bestimmt. Die Ableitung der Gleichung, die zur Berechnung des Grades des Bioabbaus aus der Menge an freigesetztem Kohlenstoffdioxid angewendet wird, ist in Anhang C angeführt. Bei diesem Verfahren wird der Grad des Bioabbaus (angegeben als prozentualer Anteil) berechnet, indem die Menge an freigesetztem Kohlenstoffdioxid mit der theoretischen Menge (ThCO_2) verglichen wird.

Die Prüfung wird beendet, wenn die Plateauphase des Bioabbaus erreicht ist. Die normale Zeitdauer bis zum Ende der Prüfung beträgt 45 Tage, die Prüfung kann jedoch auch für eine Dauer von bis zu sechs Monaten fortgesetzt werden.

5 Reagenzien

Es dürfen nur analysenreine Reagenzien verwendet werden. Es darf nur deionisiertes Wasser verwendet werden.

5.1 Natronkalk, Teilchengröße zwischen 2 mm und 4 mm, für die Absorption von CO_2 .

5.2 wasserfreies Calciumchlorid, Teilchengröße zwischen 2 mm und 3 mm, für die Absorption von Wasser.

5.3 Natriumhydroxid auf einem Talkum-Träger (im Allgemeinen als Natron-Talkum bekannt), Teilchengröße zwischen 2 mm und 3 mm, für die Absorption von CO₂.

5.4 Silikagel (mit Feuchteanzeiger), Teilchengröße zwischen 2 mm und 4 mm, für die Absorption von Wasser.

5.5 Seesand, Teilchengröße zwischen 20 mesh und 35 mesh.

5.6 Referenzsubstanz: mikrokristalline Cellulose für die DC (Dünnschicht-Chromatographie) mit einer Teilchengröße von weniger als 20 µm, zur Verwendung als Referenzsubstanz in der Positivkontrolle.

6 Prüfeinrichtung

Es ist sicherzustellen, dass alle Glasgeräte gründlich gereinigt und insbesondere frei von organischer oder toxischer Substanz sind.

6.1 Luftzuführungssystem

Das Luftzuführungssystem muss in der Lage sein, jedes Kompostiergefäß mit kohlenstoffdioxidfreier, wassergesättigter Luft zu versorgen. Die Luft kann hergestellt werden, indem Druckluft durch eine Kohlenstoffdioxidfalle und eine Befeuchtungsvorrichtung geleitet wird (siehe Beispiele in den Anhängen A und B), d. h. mit Natronkalk bzw. Wasser gefüllte Säulen. Der Volumendurchfluss der Luft muss mit einem Durchflussregler so geregelt werden, dass er ausreicht, um aerobe Bedingungen zu schaffen.

6.2 Kompostiergefäße

Es sind Flaschen oder Säulen zu verwenden, die die Zufuhr von wassergesättigter, kohlenstoffdioxidfreier Luft zum Inhalt sicherstellen. Ein geeignetes Volumen sind 500 ml. Ist der Masseverlust der Prüfsubstanz zu bestimmen, sind die einzelnen Kompostiergefäße vor Beginn der Prüfung im leeren Zustand zu wiegen.

6.3 System zur Bestimmung von Kohlenstoffdioxid

Dieses System muss in der Lage sein, Kohlenstoffdioxid direkt aus der Änderung der Masse einer Kohlenstoffdioxidfalle zu bestimmen. Die Kohlenstoffdioxidfalle muss aus Säulen bestehen, die mit Natronkalk, Natron-Talkum und wasserfreiem Calciumchlorid gefüllt sind. Das Calciumchlorid sollte sich vorzugsweise in einer von Natronkalk und Natron-Talkum getrennten Säule befinden (siehe Beispiele in den Anhängen A und B). Eine Ammoniakfalle (verdünnte Schwefelsäure) und eine Wasserfalle (Silikagel und Calciumchlorid) sind zwischen dem Kompostiergefäß und der Kohlenstoffdioxid absorbierenden Säule erforderlich.

6.4 Gasdichte Schläuche

Diese Schläuche werden verwendet, um die Kompostiergefäße mit dem Luftzuführungssystem und dem System zur Messung des Kohlenstoffdioxids zu verbinden.

6.5 pH-Messgerät

Das pH-Messgerät wird zur Messung des pH-Wertes des Prüfgemisches eingesetzt. Es muss mindestens auf 0,1 pH-Einheit ablesbar sein.

6.6 Analytische Ausrüstung

Diese Ausrüstung wird zur Bestimmung des Trockenrückstandes (bei 105 °C), des Glühverlustes (bei 550 °C) und des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC, en: total organic carbon), für die Elementaranalyse der Prüfsubstanz und, sofern erforderlich, zur Bestimmung des gelösten anorganischen Kohlenstoffs (DIC,

en: dissolved inorganic carbon), der flüchtigen Fettsäuren, des Luftsaauerstoffs, des Wassergehalts und des Gesamtstickstoffs verwendet.

6.7 Waage

Die Waage wird zur regelmäßigen Messung der Masse der Kohlenstoffdioxid absorbierenden Säule verwendet, um die Menge an freigesetztem Kohlenstoffdioxid zu bestimmen und auch um die Masse des Kompostiergefäßes mit Kompost und Prüfschubstanz zu messen. Eine oberhalbige elektronische Waage mit einer Anzeige bis auf 10 mg und einer Tragfähigkeit von mehr als 500 g ist zu bevorzugen.

6.8 Thermostat-Regeleinheit

Diese Einheit ist erforderlich, um die Temperatur der Kompostiergefäße während der Prüfung auf einen bestimmten Wert zu regeln und aufrechtzuerhalten (siehe Beispiele in den Anhängen A und B). Sie muss in der Lage sein, die Temperatur der Kompostiergefäße auf ± 2 °C aufrechtzuerhalten.

6.9 Bioreaktor zur Kompostierung

Ein Bioreaktor zur Kompostierung ist ein Kasten aus Polypropylen oder einem anderen geeigneten Material mit einer Größe, die es ermöglicht, den Inhalt mühelos mit einem Spatel zu durchmischen. Der Kasten muss einen dicht schließenden Deckel haben, um einen übermäßigen Wasserverlust zu vermeiden. Entlang der Mittellinie des Deckels müssen im gleichen Abstand voneinander drei Öffnungen mit einem Durchmesser von etwa 1 cm vorhanden sein. Diese Öffnungen ermöglichen den Lufteintritt und das Austreten von Gasen, sowie das stufenweise Verdampfen von überschüssigem Wasser.

7 Durchführung

7.1 Herstellung des Inokulums

Als Inokulum ist gut belüfteter Kompost aus einer gut arbeitenden aeroben Kompostieranlage zu verwenden. Das Inokulum muss homogen und frei von großen inerten Gegenständen, wie z. B. Glas, Steinen oder Metallstücken, sein. Solche Objekte werden manuell entfernt, anschließend wird der Kompost durch ein Sieb mit einer Maschenweite von etwa 3 mm gesiebt.

Der Kompost kann wie folgt hergestellt werden. Als Kohlenstoffquelle werden Hobelspäne, Sägemehl, gebrauchte Pilzbetten, Spreu oder Reisstroh verwendet. Als Quelle von kompostierenden Mikroorganismen und mineralischen Nährsalzen werden tierische Ausscheidungen hinzugefügt. Das Gemisch wird in einen Behälter mit einem Volumen von etwa 1 m³ gegeben und gut durchmischt. Es wird empfohlen, dass der Kompost auf ein Kohlenstoff/Stickstoff-Verhältnis (C/N-Verhältnis) von 15 und ein Kohlenstoff/Phosphor-Verhältnis (C/P-Verhältnis) von 30 eingestellt wird. Bei unzureichenden Phosphor- und Stickstoffgehalten kann Calciumsuperphosphat und Ammoniummagnesiumphosphat-Hexahydrat bzw. Harnstoff zugesetzt werden. Zum Erreichen eines Wassergehalts von 65 % wird Wasser hinzugefügt. Die Werte von C/N, C/P und Wassergehalt dürfen in Abhängigkeit von jahreszeitlichen Schwankungen und klimatischen Unterschieden, bestimmt durch Erfahrung, auch an andere Werte angepasst werden. Der Kompost sollte einmal wöchentlich aus dem Behälter genommen werden, um ihn zu durchmischen und bei Bedarf Wasser hinzuzufügen, bevor er zur Fortsetzung des Kompostierungsprozesses in den Behälter zurückgegeben wird. Der Kompost sollte vorzugsweise zwischen zwei und vier Monate alt sein.

Normales, nicht adaptiertes Inokulum ist zu bevorzugen, insbesondere im Fall von Standardprüfungen, bei denen das Bioabbauverhalten in realen Kompostieranlagen simuliert wird. In Abhängigkeit vom Zweck der Prüfung darf jedoch voradaptierter Kompost verwendet werden, vorausgesetzt, das ist eindeutig im Prüfbericht angegeben (z. B. prozentualer Bioabbau = X %, unter Verwendung von voradaptiertem Kompost) und vorausgesetzt, das Verfahren der Voradaptation ist ausführlich im Prüfbericht dargelegt.

Der Trockenrückstand und die organische Trockensubstanz des Kompost-Inokulums sind zu bestimmen. Der Trockenrückstand sollte zwischen 35 % und 55 % des Feuchtgutes und die organische Trockensubstanz sollte mehr als 30 % des Trockenrückstandes betragen. Sofern erforderlich, wird vor der Verwendung des Komposts dessen Wassergehalt angepasst, indem Wasser hinzugegeben oder der Kompost, z. B. durch Begasung mit trockener Luft, vorsichtig getrocknet wird.

Es wird ein Gemisch aus 1 Teil des Inokulums und 5 Teilen des deionisierten Wassers hergestellt. Es wird durch Schütteln gemischt, und der pH-Wert wird sofort gemessen. Dieser sollte zwischen 7,0 und 9,0 liegen.

Zur weiteren Charakterisierung des Inokulums können zu Beginn und am Ende der Prüfung geeignete Parameter, wie z. B. der gesamte organische Kohlenstoff, der Gesamtstickstoff oder die Fettsäuren, wahlweise bestimmt werden.

Während der Prüfung wird die Aktivität des Inokulums mit Hilfe einer bioabbaubaren Referenzsubstanz und durch Messung der Kohlenstoffdioxidbildung in den Blindwertgefäßen geprüft. Die Referenzsubstanz muss am Ende der Prüfung zu 70 % oder mehr abgebaut sein. Während der ersten 10 Tage der Prüfung sollte das Inokulum in der Blindprobe zwischen 50 mg und 150 mg Kohlenstoffdioxid je Gramm organischer Trockensubstanz erzeugen. Wird zu viel Kohlenstoffdioxid erzeugt, muss der Kompost, bevor er für eine weitere Prüfung verwendet wird, mehrere Tage durch Begasung stabilisiert werden.

7.2 Vorbereitung von Seesand

Der Seesand ist in Leitungswasser zu tauchen. Nach dem Entfernen aufschwimmender Verunreinigungen durch Dekantieren ist der Sand hinreichend zu spülen, das Wasser abzugießen und der Sand bei etwa 105 °C zu trocknen.

ANMERKUNG Seesand ist ein inertes Produkt, das mehr als 90 % SiO_2 enthält. Er ist jedoch von Bedeutung für die Aufrechterhaltung eines geeigneten Wassergehalts und als Trägermaterial für mikrobielles Wachstum.

7.3 Herstellung von Prüfsubstanz und Referenzsubstanz

Der gesamte organische Kohlenstoff (TOC) der Prüf- und der Referenzsubstanz wird, z. B. nach ISO 8245, bestimmt und, vorzugsweise als Gramm TOC je Gramm Trockensubstanz, im Prüfbericht angegeben. Alternativ und unter der Voraussetzung, dass die Substanzen keinen anorganischen Kohlenstoff enthalten, ist es möglich, den Kohlenstoffgehalt durch Elementaranalyse zu bestimmen. Dafür muss die Prüfsubstanz ausreichend organischen Kohlenstoff enthalten, um eine Menge an Kohlenstoffdioxid zu erzeugen, die für die Bestimmung genügt. Üblicherweise ist je 500 ml-Gefäß eine Gesamtmenge an Trockensubstanz von mindestens 10 g mit einem Gehalt an TOC von 4 g erforderlich.

Die Prüfsubstanz sollte vorzugsweise als Pulver verwendet werden, darf jedoch auch in Form von kleinen Stücken Folie oder Fragmenten von Formteilen eingeführt werden. Eine maximale Teilchengröße von 250 µm Durchmesser wird empfohlen.

7.4 Beginn der Prüfung

Es ist mindestens die folgende Anzahl von Kompostiergefäßen bereitzustellen:

- a) drei Gefäße für das Prüfgemisch (Kurzzeichen V_T);
- b) drei Gefäße für die Blindkontrollen (Kurzzeichen V_B);
- c) drei Gefäße für die Überprüfung der Aktivität des Inokulums unter Verwendung einer Referenzsubstanz (Kurzzeichen V_R).

Die Menge des in der Prüfung verwendeten Prüfgemisches, das Inokulum und die Prüfsubstanz enthält, hängt von der Beschaffenheit der Prüfsubstanz und der Größe der Kompostiergefäße ab. Das Verhältnis des Trockenrückstands des Inokulums zum Trockenrückstand der Prüfsubstanz sollte vorzugsweise etwa 6 : 1 betragen. Möglicherweise hinzugefügtes inertes Material wird dabei nicht berücksichtigt. Das Prüfgemisch sollte den gleichen Wassergehalt wie das Inokulum aufweisen. Der Wassergehalt des Prüfgemisches sollte auf 80 % bis 90 % des Wasserrückhaltevermögens (WHC) des Prüfgemisches eingestellt werden. In jedes Prüfgefäß sollte die gleiche Menge an Inokulum, bezogen auf den Trockenrückstand, gegeben werden.

Üblicherweise werden Kompostiergefäße mit Deckel vorbereitet, deren Volumen etwa 500 ml beträgt; es wird für jedes Gefäß eine Inokulummenge eingewogen, die einem Trockenrückstand von 60 g entspricht, und es wird hinreichend Wasser hinzugefügt, um einen Wassergehalt von 65 % zu erreichen. Nach dem Mischen wird der Kompost für 24 h bei Raumtemperatur stehengelassen. Anschließend wird der Kompost gründlich mit Seesand mit einem Wassergehalt von 15 % vermischt, der zuvor unter Zugabe von Wasser zu etwa 320 g Seesand vorbereitet wurde und als inertes Material verwendet wird. Zu dem Gemisch werden 10 g Prüfsubstanz, bezogen auf die Trockenmasse, hinzugefügt und alles wird gründlich durchmischt. Es sollte sich bei vorsichtiger Handhabung wie Boden anfühlen. Sofern erforderlich, wird das WHC des Prüfgemisches nach ISO 11721-1 gemessen und anschließend der Wassergehalt des Gemisches auf etwa 90 % des WHC angepasst, indem Wasser hinzugefügt oder mit trockener Luft begast wird. Das Gemisch wird in das Kompostiergefäß gegeben. Wenn als inertes Material Vermiculit verwendet wird, ist es nach den Festlegungen in ISO 14855-1 vorzubereiten.

Wird im Kühlschrank aufbewahrter ausgereifter Kompost als Inokulum verwendet, ist der Kompost vor seinem Gebrauch zu konditionieren. Üblicherweise werden für jedes Gefäß 60 g ausgereifter Kompost, bezogen auf den Trockenrückstand, in einen Bioreaktor zur Kompostierung gegeben und der Wassergehalt des Komposts wird durch Wasserzugabe auf etwa 110 % des WHC eingestellt. Nach dem Mischen wird er Kompost für 24 h bei Raumtemperatur stehen gelassen und anschließend für 24 h bei 58 °C inkubiert. Dasselbe Volumen, das an ausgereiftem Kompost verwendet wurde, wird an Seesand (etwa 320 g bezogen auf die Trockenmasse) hinzugefügt und alles wird gründlich gemischt. Vor der Zugabe sollte der Wassergehalt des Seesandes auf etwa 15 % (gleich dem WHC-Wert von Seesand) eingestellt werden. Vorzugsweise sollte das C/R-Verhältnis des Prüfgemischs zwischen 10 und 40 liegen. Es darf mit Ammoniummagnesiumphosphat-Hexahydrat oder Harnstoff eingestellt werden. Das Gemisch wird in den Bioreaktor für die Kompostierung gegeben und für eine Woche bei 58 °C inkubiert. Ein paar Mal am Tag wird das Gemisch für etwa 10 min durchmischt, um aerobe Bedingungen sicherzustellen und das Verdampfen von überschüssigem Wasser zu ermöglichen. Nach einer Woche wird der Wassergehalt des Gemisches auf etwa 90 % von dessen WHC eingestellt. Das fertige Gemisch sollte eine Masse von etwa 550 g aufweisen, in Abhängigkeit von dem verwendeten Kompost kann jedoch eine abweichende endgültige Masse erhalten werden (unterschiedliche Kompostarten haben unterschiedliche WHC-Werte). Zu dem Gemisch werden 10 g Prüfsubstanz, bezogen auf die Trockenmasse, hinzugefügt und alles wird gründlich gemischt. Das Gemisch wird in die Kompostiergefäße gegeben.

Werden Prüfungen zur Bioabbaubarkeit nach ISO 14855-1 durchgeführt, muss ausgereifter Kompost mit einem Wassergehalt von etwa 50 % verwendet werden, wie in ISO 14855-1 festgelegt. Je Kompostiergefäß werden 120 g ausgereifter Kompost verwendet, was einem Trockenrückstand von etwa 60 g entspricht. Zu dem ausgereiften Kompost werden 10 g Prüfsubstanz, bezogen auf die Trockenmasse, hinzugefügt und alles wird gründlich gemischt. Das Gemisch wird in das Kompostiergefäß gegeben. Wenn das Prüfgemisch zu schnell austrocknet, wird zusammen mit dem Gemisch ein inertes wasserhaltiges Material gegeben. Das wasserhaltige Material darf jedoch nicht mit dem Prüfgemisch vermischt werden.

Der Gehalt an organischem Kohlenstoff kann aus dem TOC des Inokulums und der Prüfsubstanz berechnet werden. Der Gesamtstickstoffgehalt kann in einer repräsentativen Probe des Prüfgemisches gemessen werden, z. B. unter Anwendung des in ISO 5663 beschriebenen Kjeldahl-Verfahrens.

Die Kompostiergefäße werden bei $(58 \pm 2) ^\circ\text{C}$ in die Prüfumgebung gegeben und die Begasung wird mit Luft eingeleitet, die kohlenstoffdioxidfrei ist und einen normalen Wassergehalt aufweist. Diese beiden Bedingungen können erfüllt werden, indem die Luft z. B. durch eine mit Natronkalk gefüllte Kohlenstoffdioxidfalle und eine mit Wasser gefüllte Befeuchtungsvorrichtung geleitet wird (siehe Anhänge A und B). Der Volumen-