

DIN EN ISO 15985

ICS 83.080.01

Einsprüche bis 2017-08-02

Entwurf**Kunststoffe –**

Bestimmung der vollständigen anaeroben biologischen Abbaubarkeit unter anaeroben High-Solid-Aufschlussbedingungen – Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Biogases (ISO 15985:2014); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 15985:2017

Plastics –

Determination of the ultimate anaerobic biodegradation under high-solids anaerobic-digestion conditions –
Method by analysis of released biogas (ISO 15985:2014);
German and English version prEN 15985:2017

Plastiques –

Évaluation de la biodégradation anaérobie ultime dans des conditions de digestion anaérobie à teneur élevée en solides –
Méthode par analyse du biogaz libéré (ISO 15985:2014);
Version allemande et anglaise prEN ISO 15985:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-06-02 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 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 15985:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN (Belgien) 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 Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 11734	siehe	DIN EN ISO 11734
ISO 14855-1	siehe	DIN EN ISO 14855-1
ISO 14855-2	siehe	DIN EN ISO 14855-2

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 11734, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der vollständigen anaeroben biologischen Abbaubarkeit organischer Verbindungen im Faulschlamm — Verfahren durch Messung der Biogasproduktion*

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*

DIN EN ISO 14855-2, *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*

Kunststoffe — Bestimmung der vollständigen anaeroben biologischen Abbaubarkeit unter anaeroben High-Solid-Auflösungsbedingungen — Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Biogases (ISO 15985:2014)

Plastiques — Évaluation de la biodégradation anaérobie ultime dans des conditions de digestion anaérobie à teneur élevée en solides — Méthode par analyse du biogaz libéré (ISO 15985:2014)

Plastics — Determination of the ultimate anaerobic biodegradation under high-solids anaerobic-digestion conditions — Method by analysis of released biogas (ISO 15985:2014)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Prüfumgebung	7
6 Reagenzien	7
7 Prüfeinrichtung	7
8 Durchführung	8
8.1 Vorbereitung des Inokulums	8
8.2 Vorbereitung von Probematerial und Referenzmaterial	9
8.3 Beginn der Prüfung	9
8.4 Inkubationsphase	10
8.5 Abschluss der Prüfung	10
9 Berechnung und Auswertung	10
9.1 Berechnung des gasförmigen Kohlenstoffs	10
9.2 Berechnung des Bioabbaugrads in Prozent	11
9.3 Berechnung des Masseverlusts	11
9.4 Darstellung der Ergebnisse	11
10 Gültigkeit der Ergebnisse	12
11 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Prinzip des Prüfaufbaus	13
Anhang B (informativ) Beispiel für die Bestimmung des Masseverlusts	14
Literaturhinweise	15

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 15985:2014 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 15985:2017 durch das Technische Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15985:2014 wurde von CEN als prEN ISO 15985:2017 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 Bearbeitung des Dokuments identifizierten Patentrechten sind in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste für Patentanmeldungen (siehe www.iso.org/patents) zu finden.

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 15985:2004). Sie enthält auch die Technische Berichtigung ISO 15985:2004/Cor.1:2007.

Die wesentlichen Änderungen sind:

- a) Anforderungen bezüglich Desintegration aus dem gesamten Dokument entfernt;
- b) Einheiten aufgenommen, wo erforderlich;
- c) Literaturhinweise aktualisiert.

Einleitung

Bioabbaubarkeit ist bei der Entwicklung neuer Kunststoffe eine besonders begehrte Eigenschaft. Diese Kunststoffe und daraus abgeleitete Produkte können beim biologischen Recycling und bei der Wiederverwertung in aeroben Kompostierungsanlagen oder anaeroben Biogasanlagen zugegeben bzw. als Ausgangsmaterial eingesetzt werden. Um die Eignung dieser Kunststoffe für das biologische Recycling sicherzustellen, muss ihre Bioabbaubarkeit vorzugsweise mittels Standardprüfverfahren nachgewiesen werden.

Es wurden Standardprüfverfahren zur Bestimmung des Bioabbaugrads unter aeroben, High-Solid-Bedingungen entwickelt (z. B. ISO 14855-1 und ISO 14855-2). Dennoch ist aus der Literatur bekannt, dass der Bioabbaugrad in Abhängigkeit von den Umgebungsbedingungen, z. B. Einwirkung oder Ausschluss von Sauerstoff (aerob bzw. anaerob), deutlich variieren kann. Es bedarf also verschiedener Verfahren, um die Bioabbaucharakteristik eines Kunststoffs unter den verschiedenen Umgebungsbedingungen vollständig erfassen zu können.

Diese Internationale Norm spezifiziert ein Prüfverfahren zur Bestimmung des vollständigen Bioabbaus von Kunststoff-Materialien unter anaeroben High-Solid-Aufschlussbedingungen. Diese sind typisch für Systeme zur anaeroben Biovergasung der organischen Fraktion fester Siedlungsabfälle. Ein weiteres Verfahren zur Bestimmung des anaeroben Bioabbaugrads enthält ISO 11734. Dieses Verfahren ist jedoch für lösliche Probematerialien bei wässrigen Prüfbedingungen und niedrigen Konzentrationen (vor allem Reinigungsmittel) ausgelegt, was auf Kunststoffe normalerweise nicht zutrifft.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm spezifiziert ein Prüfverfahren zur Bestimmung des vollständigen Bioabbaus von Kunststoffen basierend auf organischen Verbindungen unter anaeroben High-Solid-Aufschlussbedingungen mittels Messung des gebildeten Biogases am Ende der Prüfung. Dieses Verfahren ist so gestaltet, dass typische anaerobe Aufschlussbedingungen für die organische Fraktion gemischter fester Siedlungsabfälle simuliert werden. Das Probematerial wird in einem Labortest in ein methanogenes Inokulum gegeben, das aus anaeroben Faulbehältern für ausschließlich vorbehandelten Hausmüll gewonnen wurde. Die anaerobe Zersetzung findet unter High-Solid-Bedingungen (mehr als 20 % Gesamtfeststoffanteil) und statischen Bedingungen ohne Mischen statt. Das Prüfverfahren ergibt den Prozentanteil von Kohlenstoff im Probematerial sowie die Geschwindigkeit seiner Umwandlung in Kohlenstoffdioxid und Methan (Biogas).

Die in dieser Internationalen Norm beschriebenen Bedingungen stellen nicht zwingend die Optimalbedingungen zum Erreichen des maximalen Bioabbaugrads dar.

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 8245, *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 Bioabbau**
Zersetzung einer organischen Verbindung durch Mikroorganismen unter Ausschluss von Sauerstoff, wobei Kohlenstoffdioxid, Methan, Wasser und Mineralsalze weiterer enthaltener Elemente (Mineralisierung) sowie neue Biomasse gebildet wird

**3.2
Trockenrückstand**
Menge an Feststoffen, die sich ergibt, wenn eine bekannte Menge des Probematerials bzw. des Inokulums entnommen und bei etwa 105 °C bis zur Massenkonstanz getrocknet wird

**3.3
Glühverlust**
Menge an Feststoffen, die sich ergibt, wenn der Rückstand einer bekannten Masse Probematerial bzw. Inokulum nach der Veraschung bei etwa 550 °C von der Trockenmasse in derselben Probe abgezogen wird

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

**3.4
Lag-Phase**
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

3.5

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

3.6

Bioabbauphase

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

3.7

Plateauphase

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

4 Kurzbeschreibung

Das Prüfverfahren ist als optimierte Simulation eines intensiven anaeroben Aufschlussprozesses gestaltet und bestimmt die vollständige Bioabbaubarkeit eines Probematerials unter anaeroben High-Solid-Aufschlussbedingungen. Das methanogene Inokulum wird aus anaeroben Faulbehältern für vorbehandelten Hausmüll, vorzugsweise nur die organische Fraktion, gewonnen.

Das Probematerial wird mit dem Inokulum vermischt und in ein statisches Aufschlussgefäß gegeben, wo es bei optimalen Temperatur- und Feuchtigkeitsbedingungen über eine Prüfdauer von 15 Tagen oder länger, bis der Bioabbau die Plateauphase erreicht, abgebaut wird.

Während des anaeroben Bioabbaus des Probematerials entstehen als Abbauprodukte Methan, Kohlenstoffdioxid, Wasser, Mineralsalze sowie neue mikrobielle Zellbestandteile (Biomasse). Das gebildete Biogas (Methan und Kohlenstoffdioxid) wird durchgängig überwacht bzw. in regelmäßigen Abständen in Proben- und Blindprobenbehältern gemessen, um die kumulierte Biogaserzeugung zu ermitteln. Der Bioabbaugrad in Prozent wird durch das Verhältnis der aus dem Probematerial erzeugten Biogasmenge zur maximalen theoretisch aus dem Probematerial erzeugbaren Biogasmenge angegeben. Die maximale theoretisch erzeugbare Biogasmenge berechnet sich anhand des gemessenen gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC). Dieser Wert des Bioabbaugrads in Prozent berücksichtigt nicht die Menge des in neue Zellbiomasse umgewandelten Kohlenstoffs, da diese neue Zellbiomasse während des Verlaufs der Prüfung nicht in Biogas verstoffwechselt wird.

Am Ende der Prüfung kann zusätzlich der Masseverlust des Probematerials bestimmt werden.

5 Prüfunggebung

Die Inkubation muss im Dunkeln oder bei diffusem Licht in einem geschlossenen Raum mit einer konstanten Temperatur von $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ erfolgen.

6 Reagenzien

Es dürfen nur Reagenzien mit Analysequalität verwendet werden.

Als Referenzmaterial für die Positivkontrolle für Dünnschicht-Chromatographie (TLC) geeignete Cellulose mit einer Partikelgröße von unter 20 µm verwenden.

7 Prüfeinrichtung

Sicherstellen, dass alle Glasteile sorgfältig gereinigt und insbesondere frei von organischen und toxischen Substanzen sind.

Für die Prüfung werden gängige Laborausstattung sowie folgende Geräte benötigt:

7.1 Aufschlussgefäße, konische oder anderweitige geeignete Glaskolben, die so verbunden sind, dass kein Gas entweichen kann.

Ansichts der Anforderungen von 8.2 und 8.3 wird ein Mindestvolumen von 750 ml empfohlen.

Soll der Masseverlust des Probematerials ermittelt werden, die leeren Gefäße zu Beginn einzeln wiegen.

7.2 Gasvolumenmesssystem, bestehend aus einem umgestürzten Zylinder oder einer Kunststoffsäule in Wasser mit Skale oder einem anderweitigen geeigneten Gerät zum Messen des Gasvolumens.

Das mit dem Gas in Kontakt kommende Wasser muss während der gesamten Prüfdauer einen pH-Wert von unter 2 haben, um einen CO₂-Verlust durch Lösen im Wasser zu vermeiden. Das Gasvolumenmessgerät sowie der Gasschlauch müssen von hinreichender Qualität sein, so dass ein Gasaustausch und eine Gasdiffusion zwischen dem System und der Umgebungsluft ausgeschlossen sind.

7.3 Prüfeinrichtung für die Gasanalyse (optional), bestehend aus einem Gaschromatograph, oder anderem Gerät, der bzw. das mit einem geeigneten Detektor und (einer) Säule(n) zum Messen der Methan- und Kohlenstoffdioxid-Konzentration in den gebildeten Gasen ausgestattet ist.

7.4 Analytische Prüfeinrichtung (optional) zum Bestimmen flüchtiger Fettsäuren mittels Chromatographie mit Injektion einer wässrigen Probe sowie des gesamten Kjeldahl-Stickstoffs, des Ammoniumstickstoffs, der Trockensubstanz (bei 105 °C) und des Glühverlusts (bei 550 °C).

8 Durchführung

8.1 Vorbereitung des Inokulums

Das Inokulum muss aus einem ordnungsgemäß funktionierenden anaeroben Faulbehälter für vorbehandelten Hausmüll als einziges Ausgangsmaterial gewonnen werden. Der vorbehandelte Hausmüll sollte vorzugsweise aus einer bestehenden Müllaufbereitungsanlage stammen, in welcher feste Siedlungsabfälle aufbereitet werden, wobei durch Sortieren, Zerkleinern, Sieben oder auf andere Weise eine relativ homogene organische Fraktion mit einer Partikelgröße von unter 60 mm erzeugt wird.

Der Faulbehälter sollte für die Dauer von mindestens 4 Monaten mit dieser organischen Fraktion betrieben worden sein, bei einer Retentionszeit von maximal 30 Tagen unter thermophilen Bedingungen (52 °C ± 2 °C). Die durchschnittliche Gasausbeute pro Tag sollte bei Standardtemperatur und -druck für eine Dauer von mindestens 30 Tagen mindestens 15 ml Biogas pro Gramm Trockensubstanz im Faulbehälter betragen.

Das Inokulum sollte aus einem Faulbehälter mit Trockenaufschluss (> 20 % Gesamtfeststoffanteil) stammen. Es kann jedoch auch aus einem Nassvergärungsprozess stammen, wobei der Faulschlamm durch Zentrifugieren, Pressen oder Trocknen bei maximal 55 °C entwässert wurde, so dass der Gesamtfeststoffanteil mindestens 20 % beträgt.

Das vorbereitete Inokulum sollte eine kurze etwa 7-tägige Nachvergärung bei der gleichen Temperatur wie in der Ursprungsanlage durchlaufen. Das Inokulum wird also nicht gefüttert, sondern selbständig anaerob nachvergären gelassen. Dadurch wird sichergestellt, dass große, einfach abbaubare Partikel während dieser Phase abgebaut werden und der Grad des Hintergrundabbaus des Inokulum selbst reduziert wird.