

DIN EN ISO 17556

ICS 83.080.01

Einsprüche bis 2018-06-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 17556:2012-12

Entwurf**Kunststoffe –**

**Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von
Kunststoffmaterialien im Boden durch Messung des Sauerstoffbedarfs in
einem Respirometer oder der Menge des entstandenen Kohlendioxids
(ISO/DIS 17556:2018);**

Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 17556:2018

Plastics –

Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in soil by measuring the oxygen demand in a respirometer or the amount of carbon dioxide evolved (ISO/DIS 17556:2018);

German and English version prEN ISO 17556:2018

Plastiques –

Détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans le sol par mesure de la demande en oxygène dans un respiromètre ou de la teneur en dioxyde de carbone libéré (ISO/DIS 17556:2018);

Version allemande et anglaise prEN ISO 17556:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-04-06 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 71 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 17556:2018) 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 Gremium 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 8192	siehe	DIN EN ISO 8192
ISO 10381-6	siehe	DIN ISO 10381-6
ISO 10390	siehe	DIN ISO 10390
ISO 10634	siehe	DIN EN ISO 10634
ISO 10694	siehe	DIN ISO 10694
ISO 11266	siehe	DIN ISO 11266
ISO 11274	siehe	DIN EN ISO 11274

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 17556:2012-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Einheit für BSB, CSB und DIC wurde korrigiert (siehe Abschnitt 3);
- b) die Formel zur Berechnung des prozentualen biologischen Abbaus wurde geändert (siehe 9.1.1);
- c) die Prüfdauer wurde überarbeitet; sie beträgt höchstens 2 Jahre (siehe Abschnitt 4);
- d) die Anzahl der parallelen Ansätze wurde auf drei korrigiert (siehe 9.2).

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 8192, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Hemmung des Sauerstoffverbrauchs von Belebtschlamm nach Kohlenstoff- und Ammonium-Oxidation*

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*

DIN EN ISO 11274, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung des Wasserrückhaltevermögens — Laborverfahren*

DIN ISO 10381-6, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 6: Anleitung zur Entnahme, Behandlung und Lagerung von Boden unter aeroben Bedingungen für die Beurteilung mikrobiologischer Prozesse sowie der Biomasse und der Diversität unter Laboratoriumsbedingungen*

DIN ISO 10390, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung des pH-Wertes*

DIN ISO 10694, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von organischem Kohlenstoff und Gesamtkohlenstoff nach trockener Verbrennung*

DIN ISO 11266, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung für Laboratoriumsuntersuchungen zur biologischen Abbaubarkeit von organischen Chemikalien im Boden unter aeroben Bedingungen*

— Leerseite —

Kunststoffe — Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoffmaterialien im Boden durch Messung des Sauerstoffbedarfs in einem Respirometer oder der Menge des entstandenen Kohlendioxids (ISO/DIS 17556:2018)

Plastiques — Détermination de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans le sol par mesure de la demande en oxygène dans un respiromètre ou de la teneur en dioxyde de carbone libéré (ISO/DIS 17556:2018)

Plastics — Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastics materials in soil by measuring the oxygen demand in a respirometer or the amount of carbon dioxide evolved (ISO/DIS 17556:2018)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	9
5 Prüfumgebung	9
6 Werkstoffe	9
7 Prüfeinrichtung	10
8 Durchführung	10
8.1 Vorbereitung des Prüfmateri als	10
8.2 Vorbereitung des Referenzmaterials	11
8.3 Vorbereitung des Prüfbodens	11
8.3.1 Sammeln und Sieben des Bodens	11
8.3.2 Herstellen des Standardbodens	12
8.3.3 Messung der Bodeneigenschaften	13
8.3.4 Einstellen des Wassergehalts und pH-Wertes des Bodens	13
8.3.5 Handhabung und Aufbewahrung des Bodens	13
8.4 Beginn und Durchführung der Prüfung	14
9 Berechnung und Auswertung	16
9.1 Berechnung	16
9.1.1 Prozentualer biologischer Abbau aus den Werten des Sauerstoffverbrauchs	16
9.1.2 Prozentualer biologischer Abbau aus den Werten des entwickelten Kohlendioxids	16
9.2 Angabe und Interpretation der Ergebnisse	17
10 Gültigkeit der Ergebnisse	17
11 Prüfbericht	18
Anhang A (informativ) Prinzip eines manometrischen Respirometers (Beispiel)	19
Anhang B (informativ) Beispiel eines Systems zum Messen der Menge des entwickelten Kohlendioxids	21
Anhang C (informativ) Beispiele für Verfahren zur Bestimmung des entstandenen Kohlendioxids	23
Anhang D (informativ) Theoretischer Sauerstoffbedarf (ThSB)	26
Anhang E (informativ) Beispiel einer Bestimmung der Menge und molekularen Masse von wasserunlöslichen Restpolymeren am Ende einer Prüfung auf biologische Abbaubarkeit	27
Anhang F (informativ) Beispiele für Langzeitprüfungen	28
Anhang G (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	32
Literaturhinweise	36

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 17556:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 17556:2012 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 17556:2018 wurde von CEN als prEN ISO 17556:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) 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. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten 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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 14, *Environmental Aspects* erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 17556:2012), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- a) die Einheit für BSB, CSB und DIC wurde korrigiert (siehe Abschnitt 3);
- b) die Formel zur Berechnung des prozentualen biologischen Abbaus wurde geändert (siehe 9.1.1);
- c) die Prüfdauer wurde überarbeitet; sie beträgt höchstens 2 Jahre (siehe Abschnitt 4);
- d) die Anzahl der parallelen Ansätze wurde auf drei korrigiert (siehe 9.2).

Einleitung

Etliche Kunststoffmaterialien und -produkte wurden für Anwendungen in oder auf Böden entwickelt. Diese wurden für Anwendungen entwickelt, bei denen der biologische Abbau unter dem technischen, ökologischen, sozialen oder wirtschaftlichen Gesichtspunkt von Vorteil ist. Beispiele sind in der Landwirtschaft (z. B. Mulchfolie), im Gartenbau (z. B. Bindfäden und Klemmen, Blumentöpfe, Nadeln usw.), Bestattungsartikel (z. B. Leichensäcke), in der Freizeit und Erholung (z. B. Kunststofftontauben zum Schießen, Jagdpatronen) usw. zu finden. In vielen Fällen sind eine Verwertung und/oder ein Recycling dieser Kunststoffartikel entweder schwierig oder wirtschaftlich nicht rentabel. Es wurden verschiedene Typen biologisch abbaubarer Kunststoffe entwickelt, die einem biologischen Abbau unterliegen und *in situ* nach deren Nutzungsdauer verschwinden. Mehrere Internationale Normen legen die Prüfverfahren zum Bestimmen der vollständigen aeroben/anaeroben biologischen Abbaubarkeit von Kunststoffmaterialien unter wässrigen Bedingungen oder Kompostierungsbedingungen fest. Hinsichtlich der Verwendung und Entsorgung biologisch abbaubarer Kunststoffe ist es daher sehr wichtig, ein Prüfverfahren zur Bestimmung des vollständigen aeroben biologischen Abbaus derartiger Kunststoffmaterialien im Boden zu erstellen.

WARNUNG — Bei der Bodenhandhabung sollten angemessene Vorsichtsmaßnahmen getroffen werden, da möglicherweise krankheitserregende Organismen im Boden enthalten sein könnten. Giftige Prüfsubstanzen und Substanzen, deren Eigenschaften unbekannt sind, sollten mit Vorsicht gehandhabt werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zum Bestimmen der vollständigen aeroben biologischen Abbaubarkeit von Kunststoffmaterialien im Boden durch Messen des Sauerstoffbedarfs in einem geschlossenen Respirometer oder durch Messen der Menge des entwickelten Kohlendioxids fest. Das Verfahren ist entwickelt worden, um einen bestmöglichen Grad der biologischen Abbaubarkeit durch Einstellen der Feuchtigkeit des Prüfbodens zu erhalten.

Wenn ein nicht angepasster Boden als Inokulum verwendet wird, simuliert die Prüfung den biologischen Abbauprozess, der in einer natürlichen Umgebung abläuft; wird ein vorexponierter Boden verwendet, kann das Verfahren zum Untersuchen der potenziellen biologischen Abbaubarkeit eines Prüfmateri- als angewendet werden.

Dieses Verfahren gilt für folgende Materialien:

- natürliche und/oder künstliche Polymere, Copolymere oder deren Gemische;
- Kunststoffmaterialien, die Zusatzstoffe wie Weichmacher oder Farbmittel enthalten;
- wasserlösliche Polymere.

Dieses Verfahren gilt nicht notwendigerweise für Materialien, die unter Prüfbedingungen die Aktivität der im Boden vorhandenen Mikroorganismen beeinträchtigen. Inhibierungseffekte können durch Anwendung eines Inhibierungskontrollversuchs oder durch ein anderes geeignetes Verfahren gemessen werden. Wenn das Prüfmateri- als die Mikroorganismen im Boden hemmt, kann eine geringere Konzentration des Prüfmateri- als, ein anderer Bodentyp oder ein vorexponierter Boden eingesetzt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 10381-6, *Soil quality — Sampling — Part 6: Guidance on the collection, handling and storage of soil under aerobic conditions for the assessment of microbiological processes, biomass and diversity in the laboratory*

ISO 10390, *Soil quality — Determination of pH*

ISO 10634, *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 10694, *Soil quality — Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)*

ISO 11274, *Soil quality — Determination of the water retention characteristic — Laboratory methods*

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

vollständiger aerober biologischer Abbau

Zerlegung einer organischen Verbindung durch Mikroorganismen in Gegenwart von Sauerstoff in Kohlen-(stoff)dioxid, Wasser und Mineralsalze aller übrigen vorhandenen Elemente (Mineralisation) unter Bildung neuer Biomasse

3.2

biochemischer Sauerstoffbedarf

BSB

(en: biochemical oxygen demand, BOD)

Massenkonzentration des unter bestimmten Bedingungen durch die aerobe biologische Oxidation einer chemischen Verbindung oder organischen Substanz verbrauchten gelösten Sauerstoffs

Anmerkung 1 zum Begriff: Der biochemische Sauerstoffbedarf wird angegeben in Kilogramm Prüfboden.

3.3

gelöster organischer Kohlenstoff

DOC

(en: dissolved organic carbon)

Anteil des organischen Kohlenstoffs im Wasser, der nicht durch bestimmte Phasentrenntechniken entfernt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Der gelöste organische Kohlenstoff wird angegeben in Milligramm Kohlenstoff je Liter.

Anmerkung 2 zum Begriff: Typische Trenntechniken sind Zentrifugieren für 15 min bei $40\,000\text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$ oder Membranfiltrationen unter Verwendung von Membranen mit einer Porengröße von $0,2\text{ }\mu\text{m}$ bis $0,45\text{ }\mu\text{m}$ im Durchmesser.

3.4

theoretischer Sauerstoffbedarf

ThSB

(en: theoretical oxygen demand, ThOD)

theoretische Höchstmenge an Sauerstoff, die zum vollständigen Oxidieren einer chemischen Verbindung erforderlich ist und aus der Molekülformel berechnet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Der theoretische Sauerstoffbedarf wird angegeben in Milligramm Sauerstoffaufnahme je Milligramm oder Gramm Prüfsubstanz.

3.5

theoretische Menge des entwickelten Kohlendioxids

ThCO₂

theoretische Höchstmenge an entwickeltem Kohlendioxid nach Ablauf der vollständigen Oxidation einer chemischen Verbindung, die aus der Molekülformel berechnet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die theoretische Menge des entwickelten Kohlendioxids wird angegeben in Milligramm entwickeltes Kohlendioxid je Milligramm oder Gramm Prüfschubstanz.

3.6

lag-Phase

Zeitspanne, gemessen in Tagen, vom Beginn einer Prüfung bis zum Erreichen der Adaption und/oder Selektion der abbauenden Mikroorganismen und bis sich der Grad des biologischen Abbaus einer chemischen Verbindung oder organischen Substanz auf etwa 10 % des höchsten biologischen Abbaugrades erhöht hat

3.7

Bioabbauphase

Zeitspanne, gemessen in Tagen, vom Ende der lag-Phase einer Prüfung bis zum Erreichen von etwa 90 % des höchsten biologischen Abbaugrades

3.8

höchster biologischer Abbaugrad

Grad des biologischen Abbaus einer chemischen Verbindung oder organischen Substanz bei einer Prüfung, über den hinaus bei dieser Prüfung kein weiterer biologischer Abbau mehr erfolgt

3.9

Plateauphase

Zeitspanne, vom Ende der Bioabbauphase bis zum Ende der Prüfung

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen in Tagen.

3.10

Vorkonditionierung

Vorinkubation des Bodens unter den Bedingungen des nachfolgenden Abbaubersuchs in Abwesenheit der untersuchten chemischen Verbindung oder organischen Substanz mit dem Ziel, die Durchführung/Ergebnisse der Prüfung durch Anpassen der Mikroorganismen an die Prüfbedingungen zu verbessern

3.11

Vorexposition

Vorinkubation des Bodens in Gegenwart der untersuchten chemischen Verbindung oder organischen Substanz mit dem Ziel, das Potenzial des Bodens für den Abbau des Prüfmaterials durch Adaption und/oder Selektion der Mikroorganismen zu erhöhen

3.12

Wassergehalt

Masse des Wassers, das beim Trocknen des Bodens bei 105 °C bis zur Massekonstanz aus dem Boden verdunstet, geteilt durch die Trockenmasse des Bodens

Anmerkung 1 zum Begriff: Das ist einfach das Verhältnis zwischen Wassermasse und Masse der Bodenpartikel in einer Bodenprobe.

3.13

Gesamtwasser(rück)haltevermögen

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

3.14

Gesamtmenge an organischem Kohlenstoff

TOC

(en: total organic carbon)

Menge Kohlenstoff, gebunden in einer organischen Substanz

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Gesamtmenge an organischem Kohlenstoff wird angegeben in Milligramm Kohlenstoff je 100 mg Substanz.

4 Kurzbeschreibung

Dieses Verfahren ist dafür ausgelegt, die bestmögliche Geschwindigkeit des biologischen Abbaus eines Kunststoffmaterials in einem Prüfboden durch Regelung der Bodenfeuchtigkeit zu erhalten und die vollständige biologische Abbaubarkeit des Materials zu bestimmen.

Das Kunststoffmaterial, das die alleinige Quelle des Kohlenstoffs und der Energie darstellt, wird mit dem Boden vermischt. Das Gemisch wird in einem Prüfkolben für eine Zeitspanne stengelassen, während die Menge des verbrauchten Sauerstoffs (BSB, en: BOD) oder die Menge des entwickelten Kohlendioxids bestimmt wird. Unter der Voraussetzung, dass das entwickelte CO₂ absorbiert wurde, kann der biochemische Sauerstoffbedarf (BSB, en: BOD) zum Beispiel durch Messen des zum Aufrechterhalten eines konstanten Gasvolumens in einem Respirometerkolben erforderlichen Sauerstoffs oder durch automatisches bzw. manuelles Messen der Volumen- oder Druckänderung (oder einer Kombination beider) bestimmt werden. Ein Beispiel für ein geeignetes Respirometer ist in Anhang A angegeben. Die Menge des entwickelten Kohlendioxids wird durch Hinüberleiten von kohlendioxidfreier Luft über den Boden und anschließende Bestimmung des Kohlendioxidgehalts in der Luft nach einem geeigneten Verfahren in regelmäßigen Zeitabständen, die von der Kinetik des biologischen Abbaus der Prüfsubstanz abhängen, gemessen. Beispiele geeigneter Verfahren sind in den Anhängen B und C angegeben.

Der Grad des biologischen Abbaus, angegeben in Prozent, wird durch Vergleich des biochemischen Sauerstoffbedarfs (BSB, en: BOD) mit dem theoretischen Sauerstoffbedarf (ThSB, en: ThOD) oder durch Vergleich der Menge des entwickelten Kohlendioxids mit der theoretischen Menge (ThCO₂) bestimmt. Der Einfluss der möglichen Nitrifizierungsprozesse auf den biochemischen Sauerstoffbedarf (BSB, en: BOD) muss berücksichtigt werden. Die übliche Prüfdauer beträgt 6 Monate. Die Prüfung darf bis zum Erreichen der Plateauphase (siehe 3.9) verkürzt oder verlängert werden, die gesamte Prüfdauer darf jedoch nicht zwei Jahre überschreiten.

Im Gegensatz zu ISO 11266, die bei einer Vielzahl organischer Verbindungen angewendet wird, ist dieses Dokument speziell für die Bestimmung der biologischen Abbaubarkeit von Kunststoffmaterialien ausgelegt.

5 Prüfumgebung

Die Inkubation muss im Dunkeln oder unter diffusem Licht in einem Behältnis, das frei von für Mikroorganismen giftigen Dämpfen ist, erfolgen und innerhalb einer konstanten Temperatur von ± 2 °C im Bereich zwischen 20 °C und 28 °C, vorzugsweise bei 25 °C, aufrechterhalten.

6 Werkstoffe

6.1 Destilliertes Wasser, mit einem geringeren DOC-Gehalt als 2 mg/l.

6.2 Kohlendioxidabsorber, vorzugsweise Natronkalkplättchen.

7 Prüfeinrichtung

Es ist sicherzustellen, dass alle Glasgeräte sorgfältig gereinigt und insbesondere frei von organischen oder giftigen Substanzen sind.

7.1 Geschlossenes Respirometer, einschließlich Prüfkolben und aller anderen notwendigen Ausrüstung, das sich in einem Gehäuse konstanter Temperatur oder in einer thermostatisch geregelten Einrichtung (z. B. Wasserbad) befindet. Hinsichtlich eines Beispiels siehe Anhang A.

Es ist jedes Respirometer geeignet, das den biochemischen Sauerstoffbedarf mit hinreichender Genauigkeit bestimmen kann, jedoch wird ein Gerät bevorzugt, das den verbrauchten Sauerstoff misst und automatisch ersetzt, so dass während des Abbauvorgangs kein Sauerstoffmangel und keine Hemmung der mikrobiologischen Aktivität auftritt.

7.2 Einrichtung zur Messung des entwickelten Kohlendioxids

7.2.1 Prüfkolben: Glasgefäße (z. B. Erlenmeyerkolben oder konische Flaschen), die sich in einem Gehäuse mit konstanter Temperatur oder in einer thermostatisch geregelten Einrichtung (z. B. Wasserbad) befinden und mit kohlendioxidundurchlässigem Schlauch-/Rohrmaterial ausgestattet sind, um das Spülen mit Gas zu ermöglichen (z. B. ein Wasserbad).

7.2.2 System zur Herstellung CO₂-freier Luft, das jeden Prüfkolben mit CO₂-freier Luft mit einem Durchsatz von einigen ml/min und einer Konstanz von $\pm 10\%$ versorgen kann (siehe Beispiel eines Systems, einschließlich der Prüfgefäße, in Anhang B). Alternativ dazu kann auch die in ASTM D 5988 abgebildete Inkubationseinrichtung angewendet werden.

7.2.3 Analysengerät zum Bestimmen des Kohlendioxids. Typische Beispiele sind ein Kohlendioxid-IR Analysator, ein DIC-Analysator (en: dissolved inorganic carbon, DIC), eine Apparatur zur maßanalytischen Bestimmung (Titration) nach vollständiger Absorption in einer alkalischen Lösung (siehe Anhang C) und eine Apparatur zur gravimetrischen Bestimmung von Kohlendioxid nach ISO 14855-2.

7.3 Analysenwaage.

7.4 pH-Messgerät.

8 Durchführung

8.1 Vorbereitung des Prüfmateri als

Das Prüfmateri al muss von bekannter Masse sein und ausreichend Kohlenstoff enthalten, um einen biochemischen Sauerstoffbedarf (BSB, en: BOD) oder eine Menge an Kohlendioxid zu erhalten, der bzw. die mit dem verwendeten Analysengerät adäquat gemessen werden kann. Die Gesamtmenge an organischem Kohlenstoff (en: total organic carbon, TOC) ist aus der chemischen Formel zu berechnen oder mit einer geeigneten Analysentechnik (z. B. Elementaranalyse oder Messung nach ISO 8245) zu bestimmen und der theoretische Sauerstoffbedarf (ThSB, en: ThOD) oder die theoretische Menge des entwickelten Kohlendioxids (en: theoretical amount of evolved carbon dioxide, ThCO₂) zu berechnen (siehe Anhänge C und D).

ANMERKUNG Obwohl die Elementaranalyse im Allgemeinen für Makromoleküle nicht so präzise wie für Verbindungen mit geringer Molekülmasse ist, gilt die Präzision für den Zweck der Berechnung des ThSB (en: ThOD) oder ThCO₂ üblicherweise als akzeptabel.

Die Menge der Prüfsubstanz muss ausreichend sein, um jegliche Schwankungen im Sauerstoff-Hintergrundverbrauch (Blindwert) oder jegliches vom Prüfboden abgegebenes Kohlendioxid vernachlässigen zu können: üblicherweise sind 100 mg bis 300 mg Prüfmateri al auf 100 g bis 300 g Boden angemessen. Die Höchstmenge an Prüfmateri al wird durch die Sauerstoffversorgung des Prüfsystems beschränkt.

Sofern der Boden keine übermäßig große Menge an organischer Substanz enthält, wird die Verwendung von 200 mg Prüfmateriel mit 200 g Boden empfohlen.

Werden Prüfsysteme eingesetzt, die auf der Bestimmung des entwickelten Kohlendioxids beruhen, können größere Mengen an Prüfmateriel verwendet werden (z. B. 2 500 mg auf 200 g Boden), um den Unterschied zwischen der CO₂-Produktion durch das Prüfmateriel und der CO₂-Produktion im Blindwertversuch zu erhöhen. Darüber hinaus ist eine größere Menge an Prüfmateriel erforderlich, wenn eine Endmassenbilanz zu bestimmen ist (siehe Anhang E).

Die gegebenenfalls erforderliche und entsprechend der Notwendigkeit bemessene Vordurchlüftung (Luftbe-
gasung) des Prüfmateriels oder Zugabe von Inertmateriel wird empfohlen, um den Einfluss auf die Atmung
des Bodens in den Blindversuchskolben zu vermindern.

Das Prüfmateriel sollte vorzugsweise in Pulverform eingesetzt werden, darf jedoch auch in Form von Folien,
Bruchstücken oder geformten Gegenständen eingebracht werden.

Proben dürfen durch kryogene Vermahlung pulverisiert werden.

Versuche haben gezeigt, dass der Höchstgrad des biologischen Abbaus von der Erscheinungsform und
geometrischen Form des Prüfmateriels nahezu unabhängig ist. Die Geschwindigkeit des biologischen Abbaus
hängt jedoch von der Erscheinungsform und geometrischen Form des Materials ab. Daher sollten Prüfmate-
rialien ähnlicher Erscheinungsform und geometrischer Form verwendet werden, wenn verschiedenartige
Kunststoffmaterialien in Prüfungen mit gleicher Prüfdauer zu vergleichen sind. Wenn das Prüfmateriel
pulverförmig ist, sollten kleine Teilchen mit bekannter Korngrößenverteilung verwendet werden.
Empfohlen wird eine Korngrößenverteilung mit einer Größe von höchstens 250 µm im Durchmesser. Liegt
das Prüfmateriel nicht in Pulverform vor, sollte die Größe der Materialstücke nicht größer als 5 mm · 5 mm
sein. Die Größe der verwendeten Prüfgeräte kann ebenfalls von der Erscheinungsform des Prüfmateriels
abhängen. Es sollte nachgeprüft werden, ob keine wesentlichen mechanischen Abweichungen auf Grund der
Konstruktion des Gerätes auftreten. Normalerweise wird die Verarbeitung des Prüfmateriels das
Abbauverhalten des Materials nicht wesentlich beeinflussen (z. B. die Verwendung von Pulver bei
Verbundwerkstoffen).

Freigestellt ist sowohl die Bestimmung des Wasserstoff-, Sauerstoff-, Stickstoff-, Phosphor- und
Schwefelgehalts als auch die der molekularen Masse des Prüfmateriels zum Beispiel mit der
Größenausschlusschromatographie. Vorzugsweise sollten Kunststoffmaterialien ohne Zusatzstoffe wie
Weichmacher geprüft werden. Wenn das Material derartige Zusatzstoffe enthält, sind zum Bewerten der
biologischen Abbaubarkeit des Polymermaterials Informationen über die biologische Abbaubarkeit dieser
Zusatzstoffe erforderlich.

Hinsichtlich der Einzelheiten zur Handhabung von schlecht wasserlöslichen Verbindungen siehe ISO 10634.

8.2 Vorbereitung des Referenzmaterials

Als Referenzmateriel ist ein wohldefiniertes biologisch abbaubares Polymer [mikrokristallines
Cellulosepulver, aschefreie Cellulosefilter oder Poly-β-hydroxybutyrat] zu verwenden. Falls möglich, sollten
die Form und Größe des Referenzmaterials jeweils mit der des Prüfmateriels vergleichbar sein.

Als Blindprobe darf ein nicht biologisch abbaubares Polymer (z. B. Polyethylen) mit der gleichen Form wie
das Prüfmateriel verwendet werden.

8.3 Vorbereitung des Prüfbodens

8.3.1 Sammeln und Sieben des Bodens

Es ist natürlicher Boden zu verwenden, der der Oberflächenschicht von Feldern und/oder Wäldern
entnommen wurde. Ein Boden, der bereits vorher dem Prüfmateriel ausgesetzt (vorexponiert) wurde, kann

verwendet werden, wenn die potentielle biologische Abbaubarkeit des Prüfmateri als geprüft werden soll. Der Boden ist zu sieben, um kleinere Teilchen als 5 mm, vorzugsweise von 2 mm, zu erhalten, und von deutlich erkennbaren Pflanzenmaterialien, Steinen und sonstigen inerten Materialien zu befreien.

Es ist wichtig, organische Festsubstanzen wie Stroh so weit wie möglich zu entfernen, da sich diese während der Prüfung zersetzen können.

Der Boden darf vorkonditioniert sein, ein vorexponierter Boden sollte aber normalerweise nicht verwendet werden, insbesondere wenn das biologische Abbauverhalten in natürlichen Umgebungen nachgebildet wird. In Abhängigkeit vom Zweck der Prüfung darf jedoch ein vorexponierter Boden verwendet werden, vorausgesetzt, das ist deutlich im Prüfbericht angegeben (z. B. prozentualer biologischer Abbau = x % unter Verwendung von vorexponiertem Boden) und das Verfahren der Vorexposition im Einzelnen im Prüfbericht beschrieben. Vorexponierter Boden kann aus geeigneten Laborversuchen zum biologischen Abbau erhalten werden, die unter einer Vielzahl von Bedingungen durchgeführt wurden, oder von Proben, die an Stellen genommen wurden, an denen entsprechende Umweltbedingungen herrschen (z. B. kontaminierte Gebiete oder industrielle Aufarbeitungsanlagen).

Der Probenahmeort, dessen Lage, das Vorhandensein von Pflanzen oder ehemals angebauten Feldfrüchten, das Datum der Probenahme, die Probenahme-Bodentiefe und, falls möglich, geschichtliche Angaben wie Einzelheiten zur Dünger- und Pestizidanwendung sind aufzuzeichnen.

8.3.2 Herstellen des Standardbodens

Alternativ zum natürlichen Boden, der in 8.3.1 beschrieben ist, kann ein Standardboden verwendet werden. Die Zusammensetzung des Standardbodens ist in Tabelle 1 angegeben. Die Verwendung von Standardboden ist bei der Bestimmung des biologischen Abbaus von Kunststoffmaterialien in fetten (schweren) Böden (Lehm- oder Tonböden) sehr hilfreich und löst die Probleme der Handhabung und Belüftung.

Tabelle 1 — Zusammensetzung des Standardbodens

Bestandteil	Bemerkungen	Prozentualer Anteil auf Trockenmassenbasis
Industrieller Quarzsand	Vorwiegend feiner Sand mit über 50 % Korngröße von 0,05 mm bis 0,2 mm	70
Ton	Kaolinit-Ton (mit mindestens 30 % Kaolinit) oder Calciumbentonit	10
Natürlicher Boden	Siehe 8.3.1	16
Reifer Kompost	Es ist ein gut belüfteter Kompost aus einer einwandfrei aeroben Kompostierungsanlage zu verwenden. Zur Stabilisierung der mikrobiellen Aktivität im Standardboden wird empfohlen, einen mindestens ein Jahr alten reifen Kompost zu verwenden. Ist dies nicht möglich, ist ein Kompost zu verwenden, der mindestens 2 bis 3 Monate gereift ist. Der Kompost muss homogen und frei von großen inerten Objekten, wie z. B. Glas, Steine oder Metallstücke, sein. Diese sind manuell zu entfernen, anschließend ist der Kompost durch ein Erdsieb mit einer Maschenweite von 2 cm bis 5 cm zu sieben.	4

Den in Tabelle 1 festgelegten Boden werden zum Zeitpunkt der Einstellung des Wassergehalts des Bodens (siehe 8.3.4) die in Tabelle 2 aufgeführten Salze, vorzugsweise in Wasser gelöst, hinzugefügt.

Tabelle 2 — Hinzugefügte Salze

Bestandteil	Molekülformel	g/kg Boden
Kaliumdihydrogenphosphat	KH_2PO_4	0,2
Magnesiumsulfat	MgSO_4	0,1
Natriumnitrat	NaNO_3	0,4
Harnstoff	$\text{CO}(\text{NH}_2)_2$	0,2
Ammoniumchlorid	NH_4Cl	0,4

Zur Validierung des Standardbodens wurde ein Ringversuch durchgeführt (siehe Anhang G).

8.3.3 Messung der Bodeneigenschaften

Die Kenntnis der Bodeneigenschaften ist für die vollständige Interpretation der Untersuchungsergebnisse wichtig. Aus diesem Grund wird empfohlen, mindestens die folgenden Prüfungen am ausgewählten Boden durchzuführen:

- a) Gesamtwasserrückhaltevermögen nach ISO 11274;
- b) pH-Wert des Bodens nach ISO 10390;
- c) Gehalt an organischer Substanz nach ISO 10694.

8.3.4 Einstellen des Wassergehalts und pH-Wertes des Bodens

Der Wassergehalt des Bodens ist durch Zugabe einer geeigneten Wassermenge zum Boden oder durch Trocknen des Bodens an der Luft an einem schattigen Platz, gefolgt von der Zugabe einer geeigneten Wassermenge auf einen für das Prüfmateriel geeigneten Wert einzustellen. Falls der pH-Wert des Bodens nicht bereits zwischen 6,0 und 8,0 liegt, ist er auf einen Wert in diesem Bereich einzustellen.

ANMERKUNG Der optimale Wassergehalt des Prüfbodens ist vom Prüfmateriel abhängig. Üblicherweise beträgt er zwischen 40 % und 60 % des Gesamtwasserrückhaltevermögens.

Um einen guten biologischen Abbau sicherzustellen, wird empfohlen, das Verhältnis des organischen Kohlenstoffs im Prüf- oder Referenzmateriel zum Stickstoff im Boden (C : N-Verhältnis) auf mindestens 40 : 1 einzustellen, falls es sich nicht schon auf diesem Niveau befindet. Dies kann durch Zugabe von Stickstoff, zum Beispiel einer wässrigen Lösung von Ammoniumchlorid oder des in Tabelle 2 angegebenen Gemisches, erfolgen.

8.3.5 Handhabung und Aufbewahrung des Bodens

Der Boden ist bis zur Verwendung in der Prüfung in einem dicht verschlossenen Behälter bei $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufzubewahren. Der Boden ist so zu handhaben, dass keine Hemmung der Aktivität der darin befindlichen Mikroorganismen hervorgerufen werden könnte.

Die Einhaltung von ISO 10381-6 ist wichtig, um sicherzustellen, dass die mikrobiologische Aktivität des Bodens durch die Probenahme nicht beeinträchtigt wird.

8.4 Beginn und Durchführung der Prüfung

Es ist eine unten aufgeführte Anzahl an Prüfkolben für die Prüfung vorzubereiten:

- a) drei Prüfkolben für das Prüfmateriale (Symbol F_T);
- b) drei Prüfkolben für die Blindprobe (Symbol F_B);
- c) drei Prüfkolben zum Überprüfen der Bodenaktivität mit einem Referenzmaterial (Symbol F_C);

und, falls gefordert:

- d) einen Prüfkolben zum Überprüfen, ob ein abiotischer Abbau abläuft oder nicht-biologische Änderungen im Prüfmateriale auftreten (Symbol F_S);
- e) einen Prüfkolben zum Überprüfen, ob das Prüfmateriale irgendeinen Hemmeffekt zeigt (Symbol F_I).

Auf den Boden von jedem Prüfkolben ist der Prüfboden (siehe 8.3) zu geben, worauf das Prüfmateriale (siehe 8.1) oder das Referenzmateriale (siehe 8.2), wie in Tabelle 3 angegeben, zugegeben wird. Von jedem Prüfkolben mit Prüfungsmischung ist die Masse aufzuzeichnen. Falls nur zwei parallele Ansätze durchgeführt werden, muss das im Prüfbericht angegeben werden.

Es ist wichtig, dass das Prüfmateriale, falls pulverförmig, mit dem Boden homogen vermischt oder, falls eine Folie, möglichst weit ausgebreitet wird, um den Kontakt des Prüfungsmaterials mit den Mikroorganismen im Boden zu verbessern. Des Weiteren wird empfohlen, die Oberfläche des Prüfungsmischungs mit einem Spatel anzudrücken, um ebenfalls den Kontakt des Prüfungsmaterials mit den Mikroorganismen im Boden zu verbessern.

Wird eine Prüfung auf abiotischen Abbau durchgeführt, müssen die Einzelheiten zu den Verfahren, die zu Prüfbeginn zur Inaktivierung der mikrobiellen Aktivität angewendet wurden, um aseptische Bedingungen während der Prüfung aufrechtzuerhalten und diese zu regulieren, im Prüfbericht angegeben werden.

Die Prüfkolben sind in eine Umgebung mit konstanter Temperatur (siehe Abschnitt 5) zu stellen und bis zur Annahme der gewünschten Temperatur zu belassen. Nach Herstellung aller erforderlichen Verbindungen mit dem Respirometer oder dem System zur Erzeugung CO₂-freier Luft ist die Inkubation zu beginnen.

Wenn der Sauerstoffverbrauch gemessen wird, sind die notwendigen Anzeigewerte des Manometers abzulesen (falls manuell) oder es ist nachzuprüfen, ob das Aufzeichnungsgerät für den Sauerstoffverbrauch ordnungsgemäß funktioniert (automatisches Respirometer) (siehe Anhang A).

Wird das entwickelte Kohlendioxid gemessen, ist die Menge des in jedem Prüfkolben entwickelten Kohlendioxids nach einem geeigneten und hinreichend präzisen Verfahren in Abhängigkeit von der Kohlendioxid-Entwicklungsgeschwindigkeit in regelmäßigen Abständen zu messen (siehe Anhänge B und C).

Tabelle 3 — Endgültige Verteilung von Prüf- und Referenzmaterialien

Prüfkolben		Prüfmaterial	Referenzmaterial	Prüfboden
F_T	Prüfung	+	–	+
F_T	Prüfung	+	–	+
F_T	Prüfung	+	–	+
F_B	Blindprobe	–	–	+
F_B	Blindprobe	–	–	+
F_B	Blindprobe	–	–	+
F_C	Überprüfung der Bodenaktivität	–	+	+
F_C	Überprüfung der Bodenaktivität	–	+	+
F_C	Überprüfung der Bodenaktivität	–	+	+
F_S	Prüfung auf abiotischen Abbau (freigestellt)	+	–	–
F_I	Hemmkontrolle (freigestellt)	+	+	+
+ = vorhanden; – = nicht vorhanden				

Wird von der biologischen Abbaugeschwindigkeit angenommen, dass sie geringer geworden ist, da der Prüfboden während der Prüfung ausgetrocknet ist, sind die Messungen abzubrechen und die Prüfkolben aus dem Respirometer oder dem System zum Erzeugen CO₂-freier Luft zu nehmen. Nach dem Wägen der Prüfkolben ist dem Prüfboden jeweils eine angemessene Menge Wasser zuzugeben, um dessen Wassergehalt wieder auf den Ausgangswert zu bringen. Die Prüfkolben sind wieder an das System anzuschließen und die Messungen des Sauerstoffverbrauchs oder des entwickelten Kohlendioxids wieder aufzunehmen. Diese Arbeitsschritte müssen ohne Hemmung der Aktivität der Mikroorganismen im Boden und ohne Beeinflussung der Messung des Sauerstoffverbrauchs oder entwickelten Kohlendioxids erfolgen und deutlich im Prüfbericht angegeben werden.

Die Prüfung wird als beendet betrachtet, wenn ein konstanter biochemischer Sauerstoffbedarf (BSB, en: BOD) oder Kohlendioxidentwicklungsniveau (Plateauphase) erreicht ist und kein weiterer biologischer Abbau erwartet wird.

Die Prüfdauer sollte üblicherweise sechs Monate nicht überschreiten. Wird jedoch noch ein beträchtlicher biologischer Abbau beobachtet und ist die Plateauphase noch nicht erreicht, darf die Prüfdauer ausgedehnt werden, jedoch nicht länger als auf zwei Jahre. Wird die Prüfung länger als sechs Monate vorgenommen, ist in regelmäßigen Abständen auf Undichtheiten zu prüfen. Die Ausdehnung der Prüfdauer und gegebenenfalls getroffene Maßnahmen, um z. B. mikrobielle Vielfalt sicherzustellen oder Nährstoffe in ausreichender Menge zur Verfügung zu stellen, müssen detailliert im Prüfbericht angegeben werden.

Am Prüfende sind die Prüfkolben zu entnehmen und zum Überprüfen hinsichtlich jeglicher Abnahme des Wassergehalts vom Prüfboden zu wägen. Optional darf das restliche Prüfmaterial mit einem geeigneten Lösemittel aus dem Boden extrahiert (falls dies möglich ist) und gewogen werden.

9 Berechnung und Auswertung

9.1 Berechnung

9.1.1 Prozentualer biologischer Abbau aus den Werten des Sauerstoffverbrauchs

Für jeden Prüfkolben ist der Wert des Sauerstoffverbrauchs nach dem vom Hersteller des betreffenden Respirometers angegebenen Verfahren abzulesen; der Sauerstoffbedarf je Kilogramm Prüfboden ist zu bestimmen. Die Berechnung des spezifischen biologischen Sauerstoffbedarfs (BSB) des Prüfmateri- als erfolgt mit Gleichung (1):

$$D_t = \frac{B_{Tt} - B_{Bt}}{T \times \rho_T} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

D_t der prozentuale biologische Abbau für Prüfmateri- als zur Zeit t ;

B_{Tt} der biochemische Sauerstoffbedarf (BSB, en: BOD) des Prüfkolbens F_T mit dem Prüfmateri- als zur Zeit t , in Milligramm je Kilogramm Prüfboden, der durch Division des gemessenen Sauerstoffverbrauchs, in Milligramm, durch die Menge des Prüfbodens, in Kilogramm, berechnet wurde;

B_{Bt} der biochemische Sauerstoffbedarf (BSB, en: BOD) des Blindprobekolbens F_B zur Zeit t , in Milligramm je Kilogramm Prüfboden;

ρ_T die Konzentration des Prüfmateri- als im Reaktionsgemisch des Prüfkolbens F_T , in Milligramm je Kilogramm Prüfboden.

T der theoretische Sauerstoffbedarf (ThSB, en: ThOD), in Milligramm je Gramm Prüfmateri- als.

In der gleichen Weise sind der biochemische Sauerstoffbedarf (BSB, en: BOD) und der prozentuale biologische Abbau des Referenzmateri- als F_C und, falls bestimmt, die Kontrollprobe für den abiotischen Abbau F_S und die Hemmkontrollprobe F_I zu berechnen. Hinsichtlich der Berechnung vom theoretischen Sauerstoffbedarf (ThSB, en: ThOD), siehe Anhang D.

9.1.2 Prozentualer biologischer Abbau aus den Werten des entwickelten Kohlendioxids

9.1.2.1 Theoretische Menge des vom Prüfmateri- als entwickelten Kohlendioxids

Die theoretische Menge des vom Prüfmateri- als entwickelten Kohlendioxids (ThCO_2), in Milligramm, wird nach Gleichung (2) erhalten:

$$\text{ThCO}_2 = \frac{44}{12} \times m \times w_C \quad (2)$$

Dabei ist

m die Masse des in das Prüfsystem eingebrachten Prüfmateri- als, in Milligramm;

w_C der Kohlenstoffgehalt des Prüfmateri- als, bestimmt aus der chemischen Formel oder durch Elementaranalyse, angegeben als Massenanteil;

44 und 12 die relative Molekülmasse des Kohlendioxids und die relative Atommasse des Kohlenstoffs.

In der gleichen Weise ist die theoretische Menge des vom Referenzmaterial und des vom Gemisch aus Prüf- und Referenzmaterial entwickelten Kohlendioxids im Prüfkolben F_I zu berechnen.

9.1.2.2 Prozentualer biologischer Abbau

Der prozentuale biologische Abbau D_t ist für jeden Prüfkolben F_T aus der Menge des während jedes Messintervalls entwickelten Kohlendioxids nach Gleichung (3) zu berechnen:

$$D_t = \frac{\sum m_T - \sum m_B}{ThCO_2} \times 100 \quad (3)$$

Dabei ist

$\sum m_T$ die Masse an Kohlendioxid, die im Prüfkolben F_T zwischen Beginn der Prüfung und der Zeit t entwickelt wurde, in Milligramm;

$\sum m_B$ die Masse an Kohlendioxid, die im Prüfkolben der Blindprobe F_B zwischen Beginn der Prüfung und der Zeit t entwickelt wurde, in Milligramm;

$ThCO_2$ die theoretische Menge des vom Prüfmaterial entwickelten Kohlendioxids, in Milligramm.

In der gleichen Weise ist der prozentuale biologische Abbau des Referenzmaterials im für die Überprüfung der Bodenaktivität vorgesehenen Prüfkolben F_C zu berechnen.

9.2 Angabe und Interpretation der Ergebnisse

Es ist eine Tabelle der gemessenen BSB-Werte (en: BOD values) oder Kohlendioxidmengen und der für jeden Messzeitpunkt erhaltenen Werte für den prozentualen biologischen Abbau zu erstellen. Für jeden Prüfkolben ist eine Kurve des biochemischen Sauerstoffbedarfs (BSB, en: BOD) oder des entwickelten Kohlendioxids als Funktion der Zeit und eine Kurve des prozentualen biologischen Abbaus als Funktion der Zeit aufzutragen. Wenn vergleichbare Ergebnisse für die Prüfkolben der Dreifachbestimmung erhalten werden, kann die mittlere Kurve aufgetragen werden.

Das als Mittelwert der Plateauphase der Bioabbaukurve bestimmte Höchstniveau des biologischen Abbaus charakterisiert den Grad des biologischen Abbaus des Prüfmaterials.

Die Benetzbarkeit und die Form des Prüfmaterials können die erhaltenen Ergebnisse beeinflussen; dies sollte beim Vergleich der Ergebnisse, die mit verschiedenen Prüfmaterialien erzielt wurden, berücksichtigt werden.

Angaben zur Giftigkeit des Prüfmaterials können für die Interpretation der Prüfergebnisse bei geringer biologischer Abbaubarkeit hilfreich sein.

10 Gültigkeit der Ergebnisse

Die Prüfung wird als gültig betrachtet, wenn:

- a) der Grad des biologischen Abbaus des Referenzmaterials in der Plateauphase oder am Ende der Prüfung mehr als 60 % beträgt;

und

- b) die BSB-Werte (en: BOD values) oder die Mengen des entwickelten Kohlendioxids der drei Blindproben F_B in der Plateauphase oder am Ende der Prüfung innerhalb von 20 % des Mittelwertes liegen.

Wenn diese Kriterien nicht erfüllt sind, ist die Prüfung mit einem anderen vorkonditionierten oder vorexponierten Boden zu wiederholen.

11 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) eine Verweisung auf dieses Dokument;
- b) alle erforderlichen Angaben zum Identifizieren des Prüf- und Referenzmaterials, einschließlich der Bezeichnung, chemischen Zusammensetzung und Formel (falls bekannt), ThSB (en: ThOD), ThCO₂ (einschließlich Berechnungsverfahren), geometrische Form, Erscheinungsform, Menge/Konzentration der untersuchten Proben und der Gehalt an Zusatzstoffen (falls möglich);
- c) Vorgeschichte des Prüfmaterials (ob aus Neugranulat, aus recyceltem Kunststoff-Endprodukt oder aus vorgealterten Proben) unter detaillierter Angabe der Vorbehandlungsbedingungen, falls angewendet;
- d) vollständige Angaben zum Boden, einschließlich der Quelle, des Datums der Bodenprobenahme, der Eigenschaften, der für die Prüfung verwendeten Menge, der Lagerbedingungen, der Handhabung und der Einzelheiten jeglicher Vorexposition;
- e) die wichtigsten Prüfbedingungen, einschließlich der Menge des verwendeten Prüfmaterials, der Inkubationstemperatur und der Inkubationsdauer;
- f) die angewendeten Analystechniken, einschließlich des Respirometerprinzips und des zum Messen der Menge des entwickelten Kohlendioxids angewendeten Verfahrens;
- g) alle anderen durchgeführten Arbeitsgänge, einschließlich jeder Zugabe von Wasser zum Prüfgemisch während der Prüfung, und die Ergebnisse der Analysen des Prüfgemischs, einschließlich des Wassergehalts am Ende der Prüfung;
- h) alle für das Prüf- und das Referenzmaterial (in tabellarischer oder graphischer Form) erhaltenen Prüfergebnisse, einschließlich des gemessenen kumulativen BSB oder entwickelten Kohlendioxids, der prozentualen Bioabbauwerte und der Kurven dieser Parameter gegen die Zeit;
- i) die Dauer der lag-Phase und Abbauphase, das höchste Abbauniveau sowie die Gesamtprüfdauer;

und wahlweise, falls durchgeführt oder bestimmt:

- j) die Restmenge des Prüfmaterials oder der aus der Restmenge des Prüfmaterials berechnete prozentuale biologische Abbau;
- k) die koloniebildenden Einheiten (KBE/g) (en: cfu/g = colony-forming unit per gram) im Boden;
- l) Einzelheiten zu Verfahren, die bei einer ausgedehnten Prüfdauer (> sechs Monate) angewendet wurden, um die mikrobielle Vielfalt zu unterstützen oder den Mangel an Nährstoffen zu vermeiden;
- m) alle verfügbaren Informationen, falls die Prüfung bei einer reduzierten Konzentration des Prüfgegenstands durchgeführt wurde, um toxische Auswirkungen zu vermeiden;
- n) jegliche anderen relevanten Daten (z. B. anfängliche molekulare Masse der Probe, molekulare Masse des Restpolymers);
- o) jede Abweichung vom festgelegten Prüfverfahren.