

DIN EN ISO 19679

ICS 83.080.01

Einsprüche bis 2017-07-26

Entwurf

**Kunststoffe –
Bestimmung der aeroben biologischen Abbaubarkeit von
nicht-schwimmenden Kunststoffmaterialien in einer
Meerwasser/Sediment-Schnittstelle –
Prüfverfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxids
(ISO 19679:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19679:2017**

Plastics –

Determination of aerobic biodegradation of non-floating plastic materials in a seawater/sediment interface –

Method by analysis of evolved carbon dioxide (ISO 19679:2016);

German and English version prEN ISO 19679:2017

Plastiques –

Détermination de la biodégradation aérobie des matières plastiques non-flottantes à l'interface eau de mer/sédiments –

Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré (ISO 19679:2016);

Version allemande et anglaise prEN ISO 19679:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-05-26 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 35 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 19679:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19679:2017 durch das Technische Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ übernommen, 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 Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 14852:1999 siehe DIN EN ISO 14852:2004-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 14852:2004-10, *Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoff-Materialien in einem wässrigen Medium — Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxides (ISO 14852:1999); Deutsche Fassung EN ISO 14852:2004*

Kunststoffe — Bestimmung der aeroben biologischen Abbaubarkeit von nicht-schwimmenden Kunststoffmaterialien in einer Meerwasser/Sediment-Schnittstelle — Prüfverfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxids (ISO 19679:2016)

Plastiques — Détermination de la biodégradation aérobie des matières plastiques non-flottantes à l'interface eau de mer/sédiments — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré (ISO 19679:2016)

Plastics — Determination of aerobic biodegradation of non-floating plastic materials in a seawater/sediment interface — Method by analysis of evolved carbon dioxide (ISO 19679:2016)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Prüfmedium	7
6 Reagenzien	7
7 Prüfeinrichtung	8
8 Verfahren	9
8.1 Prüfmaterial	9
8.2 Referenzmaterial	9
8.3 Vorbereitung des Sediments	9
8.4 Versuchsaufbau	9
8.5 Vorkonditionierungsphase	10
8.6 Beginn der Prüfung	10
8.7 Kohlendioxidmessung	11
8.8 Ende der Prüfung	11
9 Berechnung und Auswertung	11
9.1 Berechnung	11
9.1.1 Menge an erzeugtem CO ₂	11
9.1.2 Prozentwert des biologischen Abbaus	13
9.2 Sichtprüfung	14
9.3 Darstellung und Interpretation der Ergebnisse	14
10 Validität der Ergebnisse	14
11 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Beispiel eines auf CO ₂ -Messung basierenden Respirometersystems	16
Literaturhinweise	17

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 19679:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19679:2017 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 19679:2016 wurde von CEN als prEN ISO 19679:2017 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*.

Einleitung

Produkte aus biologisch abbaubarem Kunststoff sind so konzipiert, dass sie mittels organischen Recyclings in Kompostierungsanlagen oder Faulbehältern stofflich verwertet werden können. Die unkontrollierte Verbreitung von biologisch abbaubarem Kunststoff in der Natur ist nicht wünschenswert. Die Bioabbaubarkeit von Produkten kann keine Rechtfertigung für die Verbreitung von Abfallstoffen sein, die eigentlich stofflich verwertet und recycelt werden sollten. Jedoch besteht ein Interesse an Prüfverfahren, in denen die Geschwindigkeit und der Grad des Bioabbaus in natürlichen Umgebungen (wie im Boden oder im Meer) festgestellt wird, damit eine bessere Charakterisierung des Verhaltens von Kunststoff in diesen speziellen Umgebungen möglich ist. Einige Kunststoffe sind sogar Bestandteil von Produkten, die im Meer verwendet werden (z. B. Fischereiausrüstung). Diese gehen manchmal verloren oder werden auch beabsichtigt in der Meeresumwelt belassen. Die Charakterisierung von biologisch abbaubaren Kunststoffmaterialien lässt sich durch die Anwendung spezifischer Prüfverfahren erweitern, die eine quantitative Beurteilung des Bioabbaus von Kunststoffen erlaubt, die den Einwirkungen von Meeressediment und Meerwasser ausgesetzt sind. Kunststoffprodukte werden direkt im Pelagial (dem uferfernen Freiwasserbereich) als Abfall entsorgt oder gelangen mit frischem Wasser dorthin. Von dort und je nach Dichte, Gezeiten, Strömungen und marinem Bewuchs können Kunststoffe dann ggf. in die sublitorale Zone absinken und den Meeresboden erreichen. Viele biologisch abbaubare Kunststoffe haben eine Dichte von mehr als 1 und neigen somit zum Absinken. Das Sediment weist im Verlauf von der Oberfläche (der Grenzfläche zum Meereswasser) bis in tiefere Schichten zunächst aerobe, dann anoxische und schließlich anaerobe Bedingungen auf, was durch einen sehr steilen Sauerstoff-Konzentrationsverlauf gekennzeichnet ist.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung des Grades und der Geschwindigkeit des aeroben Bioabbaus von Kunststoffmaterialien fest, welche sich auf dem marinen sandigen Sediment an der Grenzfläche zwischen Meereswasser und dem Meeresboden abgesetzt haben. Bei diesem Prüfverfahren wird das freigesetzte Kohlenstoffdioxid gemessen.

Bei diesem Prüfverfahren erfolgt unter Laborbedingungen eine Simulation des Lebensraums, der in unterschiedlichen Meereswasser-/Sedimentbereichen im Meer anzutreffen ist, so z. B. das Benthos, in dem Sonnenlicht noch bis zum Meeresgrund vordringt (euphotische Zone), die in der Meereswissenschaft als Sublitoral bezeichnet wird.

Die Bestimmung des Bioabbaus von im Meeressediment befindlichen Kunststoffmaterialien fällt nicht in den Anwendungsbereich dieser Internationale Norm.

Wie in der ISO 18830 erläutert, ist die Messung des aeroben Bioabbaus auch durch Überwachung des Sauerstoffverbrauchs möglich.

Die in dieser Internationalen Norm beschriebenen Bedingungen entsprechen möglicherweise nicht immer denen, unter denen ein maximaler Grad an biologischem Abbau möglich ist.

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 14852:1999, *Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium — Method by analysis of evolved carbon dioxide*

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 theoretische Menge des freigesetzten Kohlendioxids

ThCO₂

maximale theoretische Menge an gebildetem Kohlenstoffdioxid, welches nach der vollständigen Zersetzung einer chemischen Verbindung entsteht; wird berechnet mit der Summenformel oder durch Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC)

Anmerkung 1 zum Begriff: Wird in Milligramm freigesetztem Kohlenstoffdioxid pro Milligramm oder Gramm der Prüfverbindung ausgedrückt.

3.2 gesamter organischer Kohlenstoffgehalt

TOC

Menge des in einer organischen Verbindung gebundenen Kohlenstoffs

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Gesamtmenge des organischen Kohlenstoffs wird in Milligramm Kohlenstoff je 100 mg der Verbindung ausgedrückt.

3.3

gelöster organischer Kohlenstoffgehalt

DOC

Teil des organischen Kohlenstoffs im Wasser, der nicht mithilfe festgelegter Phasentrennmethoden entfernt werden kann; z. B. durch 15 min Zentrifugieren bei $40\,000\text{ ms}^{-2}$ oder durch Verwendung von Membranen mit Poren im Durchmesser $0,2\text{ }\mu\text{m}$ bis $0,45\text{ }\mu\text{m}$

3.4

Vorkonditionierungsphase

Vorinkubation eines Inokulums unter den Bedingungen der nachfolgenden Prüfung ohne Prüfmateriel mit dem Ziel, ggf. übermäßig vorhandene organische Substanzen zu verbrauchen, welche zu einer Störung der Messung des Bioabbaus führen könnten und die bewirken soll, dass sich die Mikroorganismen besser unter den Prüfbedingungen akklimatisieren

4 Kurzbeschreibung

Dieses Prüfverfahren beruht auf der Bestimmung des freigesetzten Kohlenstoffdioxides und ist auf die ISO 14852 zurückzuführen. Das Prüfmedium basiert auf einer Fest- und einer Flüssigphase. Bei der Festphase handelt es sich um ein am Boden eines geschlossenen Kolbens eingebrachtes sandiges Meeressediment; die Flüssigphase ist eine aus natürlichem oder künstlichem Meereswasser bestehende Flüssigkeitssäule, die auf das Sediment gegossen wird. Das Prüfmateriel ist vorzugsweise eine Folie, die auf die Sedimentoberfläche an der Grenzfläche zwischen Festphase und Flüssigphase aufgelegt wird. Dies ist eine Simulation eines Objekts, welches abgesunken und dann auf dem Meeresboden zu liegen kommt. Das System befindet sich in einem geschlossenen Kolben.

Das während des mikrobiellen Abbaus freigesetzte Kohlenstoffdioxid wird mithilfe einer geeigneten Analyse methode ermittelt. Bestimmt wird der Grad des Bioabbaus durch den Vergleich des freigesetzten Kohlenstoffdioxids mit dem theoretischen Sauerstoffbedarf (ThCO_2). Dieser Wert wird in Prozent ausgedrückt. Das Prüfergebnis ist der anhand der Plateauphase der Bioabbaukurve bestimmte maximale Grad des Bioabbaus. Das Prinzip eines Systems für die Messung freigesetzten Kohlenstoffdioxids wird in der ISO 14852:1999, Anhang A beschrieben.

Einzelheiten zu den auf den in dieser Internationalen Norm vorgegebenen Labor-Ringprüfungen können unter Verweis [5] entnommen werden.

5 Prüfmedium

Die Inkubation erfolgt im Dunkeln oder bei diffusem Licht in einem Gehäuse, welches frei von für die Mikroorganismen schädlichen Dämpfen ist und das auf einer konstanten Temperatur, möglichst von $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, jedoch nicht über $28\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit einer Genauigkeit von $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ gehalten werden kann. Temperaturänderungen müssen im Prüfbericht begründet und deutlich gekennzeichnet werden.

ANMERKUNG Die Prüfergebnisse basieren auf Temperaturen, welche von den unter realen Bedingungen vorliegenden Temperaturen in der Meeresumwelt abweichen können.

6 Reagenzien

6.1 Destilliertes oder entionisiertes Wasser, frei von toxischen Substanzen (insbesondere von Kupfer), mit einem DOC von unter 2 mg/l .

6.2 Künstliches Meerwasser.

Erstellen einer Lösung wie folgt:

Natriumchlorid (NaCl)

22 g

Magnesiumchlorid Hexahydrat ($\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$)	9,7 g
Natriumsulfat (Na_2SO_4)	3,7 g
Calciumchlorid (CaCl_2)	1 g
Kaliumchlorid (KCl)	0,65 g
Natriumhydrogencarbonat (NaHCO_3)	0,20 g

in Wasser (6.1) und auf 1 000 ml auffüllen.

6.3 Natürliches Meerwasser/Sediment.

Mit einer Schaufel wird unterhalb der Niedrigwasserlinie eine Probe eines sandigen Sediments mit Meerwasser entnommen und in einen Eimer gegeben. Das nasse Sediment wird zusammen mit dem Meerwasser für den Transport in dichte Behälter gegeben und zügig in das Laboratorium verbracht. Nach der Lieferung wird das Sediment bei niedrigen Temperaturen (etwa 4 °C) bis zu seiner Verwendung aufbewahrt. Die Meerwasser/Sediment-Probe sollte möglichst innerhalb eines Zeitraums von 4 Wochen nach der Probenentnahme verwendet werden. Die Lagerungsdauer und -bedingungen aufzeichnen.

ANMERKUNG Meerwasser und Sediment können auch aus großen und gut frequentierten öffentlichen Meeresaquarien entnommen werden.

Den TOC, pH- und Stickstoffgehalt des Sediments und des natürlichen Meerwassers messen, wenn dieses anstelle von künstlichem Meerwasser verwendet wird. Der Kohlenstoffgehalt des Sediments sollte in einem Bereich von 0,1 % bis 2 % liegen.

Das Sediment kann einer vorläufigen Oxidation unterzogen werden, um den Gehalt an organischen Substanzen und die Atmungsaktivität im Hintergrund zu vermindern. Sediment und Meerwasser werden über den gewünschten Zeitraum hinweg in einem großen Behälter mit Luft aufgespült und leicht umgerührt (etwa 20 UpM bis 30 UpM). Dieser Vorbehandlungsprozess wird im Prüfbericht vermerkt.

7 Prüfeinrichtung

7.1 Prüfkolben

Hier eignen sich Biometer-Kolben mit einem Volumen von etwa 250 ml. Die Gefäße müssen in einem Raum mit gleichbleibender Temperatur oder in einer durch Thermostat geregelten Prüfeinrichtung (z. B. Wasserbad) aufgestellt werden. Bei Meerwasser ist Umrühren dann zulässig, wenn dadurch die Sediment/Meerwasser-Grenzfläche nicht aufgewirbelt wird.

ANMERKUNG Eine geeignete Prüfeinrichtung ist in Bild A.1 dargestellt. OECD TG 308, Anhang 4 [6] enthält ein Beispiel für eine agitierte Vorrichtung.

7.2 Behälter für CO_2 Absorber

Im Kopfraum des Reaktors ist ein Becherglas zu platzieren und mit 10 ml $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 0,025 N oder mit 3 ml KOH 0,5 N zu füllen.

7.3 Analysenwaage

Die Analysenwaage muss eine Empfindlichkeit von mindestens 0,1 mg aufweisen.

7.4 pH-Messgerät

8 Verfahren

8.1 Prüfmateri

Das Prüfmateri sollte in Form von Folie oder Platten vorliegen. Aus dem Prüfmateri werden scheibenförmige Proben herausgeschnitten. Die Scheiben müssen im Durchmesser kleiner sein als die Glaskolben, sodass die Scheiben problemlos auf den Boden des Glaskolbens gelegt werden können.

Die Probe muss eine bekannte Masse aufweisen und so viel Kohlenstoff enthalten, dass das erzeugte CO₂ mit dem verwendeten Respirometer in angemessener Weise gemessen werden kann.

Es wird eine Prüfmateri

Den TOC nach der chemischen Formel berechnet oder mithilfe einer geeigneten Analysetechnik (z. B. Elementaranalyse oder Messung nach ISO 8245) bestimmt und der ThCO₂ berechnen.

Die Form des Prüfmateri

ANMERKUNG 1 Das Prüfmateri kann auch als Pulver eingebracht werden. Dies kann sich jedoch als kritisch erweisen, da die Praxis gezeigt hat, dass es schwierig ist, das Pulver ohne spezielle Maßnahmen auf der Sediment/Meerwasser-Grenzfläche zu halten. Die Herstellung von Pulver aus Kunststoffmaterialien ist in ISO 10210 beschrieben.

ANMERKUNG 2 Folienförmiges Prüfmateri, welches auf der Sedimentoberfläche liegt, könnte den Gasaustausch zwischen Wasser und Sediment beeinträchtigen und die Bildung einer anaeroben Zone unter dem Prüfmateri begünstigen. Um diesen Effekt zu reduzieren, ist es zulässig, die gesamte Oberfläche der Folienprobe zu perforieren.

8.2 Referenzmateri

Als Referenzmateri¹⁾ werden aschenfreie Cellulosefilter verwendet. Falls möglich sollten TOC, Form und Größe vergleichbar mit denen des Prüfmateri

8.3 Vorbereitung des Sediments

Um überschüssiges Meerwasser zu entfernen, wird das Sediment in einem mit grobem Filterpapier ausgelegten Trichter gefiltert. Das Sediment ist dann prüfbereit, wenn kein Meereswasser mehr heraustropft. Nach der Filterung wird das Sediment in der Folge als "Nass-Sediment" bezeichnet.

8.4 Versuchsaufbau

Verschiedene Kolben bereitstellen, sodass bei der Prüfung mindestens folgende Gegenstände zur Verfügung stehen:

1) Das Labor-Filterpapier Nr. 42 von der Firma Whatman hat sich für diese Zwecke als zufriedenstellend erwiesen. Es dient als Beispiel für ein geeignetes und handelsübliches Produkt. Diese Information dient lediglich zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokumentes und stellt keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO dar.