ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 22404— 2022

ПЛАСТМАССЫ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЭРОБНОГО БИОЛОГИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ НЕПЛАВУЧИХ МАТЕРИАЛОВ, ПОДВЕРЖЕННЫХ ДЕЙСТВИЮ МОРСКИХ ОТЛОЖЕНИЙ

Метод определения выделяемого диоксида углерода

(ISO 22404:2019, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы, методы их испытаний»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 сентября 2022 г. № 985-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 22404:2019 «Пластмассы. Определение аэробного биологического разложения неплавучих материалов, подверженных действию морских отложений. Метод определения выделяемого диоксида углерода» (ISO 22404:2019 «Plastics — Determination of the aerobic biodegradation of non-floating materials exposed to marine sediment — Method by analysis of evolved carbon dioxide», IDT).

Настоящий стандарт разработан Подкомитетом ПК 14 «Аспекты окружающей среды» Технического комитета ИСО/ТК 61 «Пластмассы».

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектами патентных прав

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© ISO, 2019
© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Основные положения 2
5 Условия проведения испытаний 2
6 Реактивы 2
7 Аппаратура 3
8 Проведение испытаний 3
9 Вычисление и выражение результатов 6
10 Достоверность результатов испытаний 7
11 Протокол испытаний 8
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам 9
Библиография 10

Введение

Изделия, изготовленные из биоразлагаемых пластмасс и других биоразлагаемых материалов, предназначены для повторного использования путем переработки органических веществ в установках для компостирования или в установках для анаэробного сбраживания. Неконтролируемое распространение биоразлагаемых пластмасс в природной среде нежелательно. Биоразлагаемость изделий не может рассматриваться как обоснование для распространения отходов, которые должны быть регенерированы и переработаны. Однако методы испытаний для измерения скорости и уровня биологического разложения в природной среде (например, в почве или морской среде) представляют интерес для характеристики поведения пластмасс в этих конкретных средах. Фактически определенные пластмассы используются в тех изделиях, которые эксплуатируют в море (например, в рыболовных снастях) и иногда могут быть утеряны или добровольно брошены в морскую среду. Характеристики биоразлагаемых пластмасс можно расширить, используя специальные методы испытаний, позволяющие количественно оценить биоразложение пластмасс, подверженных воздействию морских отложений и морской воды. Для правильного проектирования изделий важно знать, является ли пластмасса биоразлагаемым веществом при воздействии морского инокулята.

В настоящем стандарте представлен метод испытания для вычисления и представления данных об уровне биологического разложения в лабораторных условиях с использованием морского инокулята. Морской инокулят — это осадок, отбираемый в приливной зоне. Пластмассу подвергают воздействию этой окружающей среды, и биоразложение сопровождается измерением выделившегося углекислого газа (CO_2).

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЭРОБНОГО БИОЛОГИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ НЕПЛАВУЧИХ МАТЕРИАЛОВ, ПОДВЕРЖЕННЫХ ДЕЙСТВИЮ МОРСКИХ ОТЛОЖЕНИЙ

Метод определения выделяемого диоксида углерода

Plastics. Determination of the aerobic biodegradation of nonfloating materials exposed to marine sediment. Method by analysis of evolved carbon dioxide

Дата введения — 2023—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод лабораторных испытаний для определения степени и скорости аэробного биологического разложения пластмасс. Данный метод испытаний может быть применен к другим материалам.

Биологическое разложение определяют путем измерения углекислого газа (CO_2), выделяемого (продуцированного) пластмассой при воздействии морских отложений, отобранных из песчаной приливной зоны и сохраненных в лабораторных условиях во влажном состоянии в соленой воде.

Этот метод представляет собой моделирование в лабораторных условиях среды обитания песчаной приливной зоны, которую в науке о море называют литоральной зоной.

Условия испытаний, приведенные в настоящем стандарте, могут не всегда соответствовать оптимальным условиям для максимальной степени биологического разложения.

Обоснование отклонений от условий испытаний, приведенных в настоящем стандарте, приводят в протоколе испытаний.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт [для датированной ссылки применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированной — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 10210, Plastics. Methods for the preparation of samples for biodegradation testing of plastic materials (Пластмассы. Методы приготовления образцов для испытания пластмасс на биологическое разложение)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

ИСО и МЭК поддерживают терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- онлайн-платформа ИСО, доступная по адресу: https: //gost.e-ecolog.ru
- МЭК Электропедия, доступная по адресу: http: //gost.e-ecolog.ru

3.1 **приливная зона** (tidal zone): Граница между морем и сушей, простирающаяся от линии прилива, которая редко бывает затоплена водой, до линии отлива, которая обычно всегда покрыта водой.

Примечание 1 — Приливная зона обычно представляет собой песчаную зону, которая постоянно остается влажной из-за набегающих волн.

Издание официальное

Примечание 2 — Существуют также каменистые и скалистые береговые линии.

Примечание 3 — Они также известны как литоральная зона, среднелиторальная зона, средний горизонт литорали, приливная зона, прибрежная зона.

3.2 **теоретическое количество выделяемого [образующегося] диоксида углерода;** $ThCO_2$ (theoretical amount of evolved carbon dioxide, $ThCO_2$): Максимальное теоретическое количество диоксида углерода, образующееся после полного окисления химического соединения, вычисленное по молекулярной формуле или на основе определения общего органического углерода (TOC) (3.3), выраженное в миллиграммах диоксида углерода, выделенного на миллиграмм или грамм испытуемого соединения.

3.3 **общий органический углерод;** TOC (total organic carbon, TOC): Количество углерода, содержащегося в органическом соединении.

Примечание — Общий органический углерод выражают в миллиграммах углерода на 100 миллиграммов соединения.

3.4 **растворенный органический углерод;** DOC (dissolved organic carbon, DOC): Часть органического углерода в воде, которая не может быть удалена с помощью установленного метода разделения фаз, например центрифугированием при 40 000 $м \cdot с^{-2}$ в течение 15 мин или фильтрацией через мембранный фильтр с диаметром пор от 0,2 до 0,45 мкм.

3.5 **фаза предварительного кондиционирования** (pre-conditioning phase): Предварительная инкубация инокулята в условиях последующего испытания без испытуемого материала с целью потребления избытка присутствующих потенциально органических веществ, которые могут помешать измерениям биологического разложения, а также для улучшения акклиматизации микроорганизмов к условиям испытаний.

4 Основные положения

Настоящий метод испытаний основан на определении образовавшегося диоксида углерода по ИСО 19679. Испытательная среда основана на песчаных морских отложениях, помещенных на дно закрытой колбы и смоченных натуральной морской водой. Испытуемый материал предпочтительно должен быть в виде порошка.

Диоксид углерода, образующийся при микробном разложении, определяют подходящим аналитическим методом. Уровень биоразложения устанавливают путем сравнения количества образовавшегося диоксида углерода с теоретическим количеством ($ThCO_2$) и выражают в процентах. Результатом испытания является максимальный уровень биоразложения, определяемый по фазе плато кривой биоразложения. Принцип системы измерения образовавшегося диоксида углерода приведен в ИСО 14852:2018 (приложение А).

5 Условия проведения испытаний

Инкубацию проводят в темноте в помещении, не содержащем паров, ингибирующих микроорганизмы, в котором поддерживается постоянная температура, предпочтительно от 15 °С до 25 °С, но не выше 28 °С, с точностью ±2. °С. Любое изменение температуры должно быть обосновано и четко указано в протоколе испытаний.

Примечание — Результаты испытаний получают при температуре, которая может отличаться от реальных условий морской среды.

6 Реактивы

6.1 Вода

Дистиллированная или деионизированная вода, не содержащая токсичных веществ (особенно меди) и содержащая менее 2 $мг/дм^3$ DOC.

6.2 Природная морская вода/осадок

Отбирают в ведро образец песчаного осадка и морской воды с помощью черпака с береговой линии на малой воде. Для транспортирования переносят влажный осадок вместе с морской водой в

герметичные контейнеры и быстро доставляют в лабораторию. После доставки до использования хранят осадок при низкой температуре (примерно 4 °С). Пробу морской воды/осадка предпочтительнее использовать в течение 4 нед после отбора проб. Записывают время и условия хранения. Перед применением удаляют любой видимый крупный материал (например, растительный материал, ракушки).

Примечание 1 — Для увеличения изменчивости микроорганизмов можно получить осадок из нескольких проб, отобранных в разных местах.

Примечание 2 — Пробы морской воды и осадка также можно отобрать из крупных общественных морских аквариумов.

Измеряют ТОС, pH и содержание азота в осадке. Содержание общего органического углерода в осадке должно составлять от 0,1 % до 2 %.

Для уменьшения содержания органических веществ и фоновой респирации осадок может быть подвергнут предварительному окислению. Осадок и морскую воду смешивают с воздухом и осторожно перемешивают (не более 20—30 об/мин) в большом контейнере в течение требуемого периода времени. В протоколе испытаний сообщают об этой предварительной обработке.

7 Аппаратура

7.1 Общие положения

Следует убедиться в том, что вся стеклянная посуда тщательно очищена и не содержит органических или токсичных веществ.

Требуется обычное лабораторное оборудование, а также нижеприведенное.

7.2 Испытательные сосуды

Биометрические сосуды вместимостью от 2 до 4 дм^3, которые должны находиться в помещении с постоянной температурой или в термостатическом аппарате (например, водяной бане). Можно использовать реакционные аппараты большей или меньшей вместимости, если это не влияет на условия окружающей среды.

7.3 Контейнер для поглотителя CO_2

Стеклянный контейнер, расположенный в свободном пространстве реакционного аппарата и содержащий 100 см^3 0,025 N раствора $Ba(OH)_2$ или 30 см^3 0,5 N раствора KOH.

7.4 Аналитические весы

Аналитические весы с точностью не менее 0,1 мг.

7.5 pH-метр.

8 Проведение испытаний

8.1 Испытуемый материал

Испытуемый материал желательно измельчить. Приготовление порошка из пластмасс выполняют в соответствии с ИСО 10210. В качестве альтернативы вводят испытуемый материал в виде пленки или пластины. Образец должен иметь определенную массу и содержать достаточное количество углерода для выделения (продуцирования) CO_2, который может быть адекватно измерен с помощью применяемой системы. Используют концентрацию испытуемого материала не менее 25 мг/100 г осадка. Эта масса образца должна соответствовать ТОС около 15 мг/кг. Максимальная масса образца в сосуде ограничена подачей кислорода в стеклянный сосуд. Рекомендовано расходовать от 40 до 75 мг испытуемого материала на 100 г осадка. Вычисляют ТОС по химической формуле или определяют подходящим аналитическим методом (например, элементным анализом или измерением в соответствии с ИСО 8245) и $ThCO_2$.

Вид и форма испытуемого материала могут влиять на скорость его биоразложения. Предпочтительно использовать одинаковую форму и толщину, если нужно сравнить разные виды пластмасс. Рекомендуется гранулометрический состав с диаметром не более 250 мкм.

Испытуемый материал также может быть введен в виде пленки. Погружение в осадок испытуемого материала в виде пленки может ограничить газообмен между водной массой и осадком, способствуя образованию анаэробных зон под испытуемым материалом. Для уменьшения этого эффекта можно равномерно перфорировать образец пленки по всей поверхности.

8.2 Эталонный материал

В качестве эталонного материала используют микрокристаллическую целлюлозу или фильтры из беззольной целлюлозы[1)]. По возможности, ТОС, форма и размер должны быть сопоставимы с испытуемым материалом. В качестве отрицательного контроля следует использовать небиоразлагаемый полимер (например, полиэтилен) в той же форме, что и испытуемый материал.

8.3 Подготовка осадка

Для удаления избытка морской воды осадок фильтруют в воронке с бумажным фильтром грубой очистки. Осадок будет готов к испытаниям, когда закончится капание морской воды. Осадок после фильтрации в дальнейшем называют «влажный осадок». При наличии факторов, ограничивающих биоразложение, к осадку может быть добавлен азот (например, NH_4Cl или $NaNO_3$). Рекомендуется добавить в испытательную систему 0,1 г N на 1 г ТОС испытуемого объекта. Эти дополнения должны быть указаны в отчете об испытаниях.

Рекомендуется оптимизировать соотношение между органическим углеродом и азотом (отношение C/N) в испытательной смеси для обеспечения наиболее благоприятных условий биоразложения. Отношение C/N для испытательной смеси предпочтительно должно составлять от 10 до 40.

8.4 Испытательная установка

Обеспечивают соответствующее количество сосудов для того, чтобы испытание включало:

a) три сосуда для испытуемого материала (обозначают F_T);

b) три сосуда для контрольного опыта (обозначают F_B);

c) три сосуда для эталонного материала (обозначают F_C).

Дополнительно рекомендуется добавить:

d) три сосуда для отрицательного контроля (обозначают F_N).

Для предварительной проверки могут быть использованы два сосуда для испытуемого материала, контрольного опыта, эталонного материала и для отрицательного контроля вместо трех.

8.5 Фаза предварительного кондиционирования

Обычно используют испытательный сосуд вместимостью 3 $дм^3$. Помещают равное количество (от 200 до 600 г, обычно 400 г) влажного осадка на дно каждого сосуда и разравнивают для образования однородного слоя. Не придавливают и не уплотняют осадок.

Наливают в ячейку абсорбера диоксида углерода испытательного сосуда 30 $см^3$ 0,5 н KOH или 100 $см^3$ 0,025 н $Ba(OH)_2$. Помещают сосуды в среду с постоянной температурой и дают всем сосудам достичь заданной температуры. Снимают необходимые показания и следят за выделением CO_2.

Эту фазу проводят для того, чтобы убедиться в том, что эндогенная респирация одинаковая в разных сосудах, а также для предварительного окисления избыточного органического вещества, чтобы начать испытания с более низкого уровня эндогенной респирации.

Как правило, эта фаза длится неделю, но может быть продлена, если проведенные измерения указывают на большое количество выделяющегося CO_2.

Если выделение CO_2 в сосуде отличается (более чем на 30 % от среднего значения CO_2 для всех сосудов), исключают отличающийся сосуд или в случае множественных отклонений испытания начинают заново с новым осадком.

Можно добавлять разные объемы и количества, если это не влияет на условия окружающей среды.

При использовании реакторов разной вместимости может быть задействовано разное количество осадка при условии, что толщина слоя осадка на дне находится в диапазоне от примерно 2 см (предпочтительно для мелкого осадка) до примерно 4 см (предпочтительно для грубодисперсного осадка).

[1)] Микрокристаллическая целлюлоза Avicel, производимая Merck, или лабораторная фильтровальная бумага Whatman № 42 были признаны удовлетворительными для этой цели. Информация дается для удобства пользователей настоящего стандарта и не означает одобрения этого продукта со стороны ISO.

8.6 Начало испытаний

Открывают сосуды. Вносят измельченный испытуемый материал. Тщательно перемешивают осадок с материалом до однородности. Не придавливают и не уплотняют осадок.

Когда материал испытывается в виде пленки, отодвигают часть осадка, помещают пленку и закрывают ее отодвинутым осадком, распределяя его равномерным слоем.

Масса образцов (испытуемых и эталонных) должна составлять не менее 100 мг при использовании колбы вместимостью 3 $дм^3$, что соответствует исходной концентрации испытуемого объекта, приведенной в 8.1.

Повторяют процедуру введения в соответствующие колбы для эталонного материала и материала отрицательного контроля. Записывают массу осадка и пробы, введенной в каждый сосуд.

При необходимости можно добавить питательную среду для поддержания микробного разнообразия и способности биоразложения испытуемого материала. О необходимости и времени введения дополнительных питательных веществ или о других соответствующих мерах можно сделать вывод, наблюдая за ходом биоразложения во времени эталонного материала целлюлозы.

Любые дополнения и использованный метод должны быть указаны в протоколе испытаний.

8.7 Измерение диоксида углерода

8.7.1 CO_2 реагирует с $Ba(OH)_2$ и осаждается в виде карбоната бария ($BaCO_3$). Количество образовавшегося CO_2 определяют титрованием оставшегося гидроксида бария 0,05 н соляной кислотой (HCl) до конечной точки по фенолфталеину или с помощью автоматического титратора. Из-за выдерживания в статических условиях карбонат бария накапливается на поверхности жидкости, и его следует периодически перемешивать осторожным встряхиванием контейнера для обеспечения непрерывного поглощения выделяющегося CO_2. Этой проблемы можно избежать, используя вместо $Ba(OH)_2$ раствор гидроксида калия KOH, не образующий осадка.

Примечание — Обсуждение результатов использования KOH вместо $Ba(OH)_2$ приведено в [4].

8.7.2 Емкости с абсорбером CO_2 следует удалять и оттитровывать до превышения их поглотительной способности. Период времени изменяется в зависимости от осадка и испытуемых материалов и будет медленно увеличиваться по мере уменьшения содержания углерода в осадке (рекомендуемая периодичность каждые 3—4 дня в течение первых 2—3 нед и в дальнейшем каждые 1—3 нед). Во время удаления емкостей реактор должен оставаться открытым для обновления воздуха перед заменой на 100 $см^3$, свежего гидроксида бария и повторным закрытием. Реакторы следует оставлять открытыми примерно на 15 мин.

При использовании разных объемов и количеств вместимость абсорбера CO_2 должна быть пропорциональна определенным объемам. Например, если вместимость сосуда 250 $см^3$, можно использовать 10 $см^3$ свежего гидроксида бария.

8.7.3 Скорость выделения диоксида углерода может выйти на плато, когда весь доступный углерод будет окислен. Испытание может быть прекращено на этом этапе или ранее по усмотрению пользователя. По возможности, остаточный испытуемый материал следует извлечь из осадка соответствующим методом и количественно определить (при необходимости).

Примечание — Выделившийся CO_2 может быть количественно измерен с использованием других подходящих методов, основанных на инфракрасных анализаторах CO_2 или на анализаторах TOC, оснащенных инфракрасным фотометром.

8.8 Завершение испытаний

Испытание считают завершенным при достижении постоянного уровня выделения CO_2 (фаза плато), если дальнейшее биоразложение не предполагается. Максимальный срок испытания — 24 мес. В случае длительных испытаний особое внимание следует уделить технической системе (например, герметичности испытательных сосудов и соединений). Любые принятые специальные меры, например для обеспечения микробного разнообразия или обеспечения достаточного количества питательных веществ, должны быть подробно приведены в протоколе испытаний.

9 Вычисление и выражение результатов

9.1 Вычисление

9.1.1 Количество продуцированного CO_2

9.1.1.1 Общие положения

Первым шагом в вычислении количества продуцированного CO_2 является корректировка реакторов с исследуемым материалом на эндогенное продуцирование CO_2. Реактор с контрольной пробой служит для корректировки CO_2, который может продуцироваться в результате эндогенной респирации микроорганизмов. Количество CO_2, продуцированного испытуемым материалом, определяют по разности (в кубических сантиметрах титранта) между сосудом с испытуемым материалом и сосудом с контрольной пробой. Следующим шагом является преобразование кубических сантиметров титрующего раствора HCl в мг продуцированного CO_2.

9.1.1.2 Использование $Ba(OH)_2$ в качестве поглотителя CO_2

При попадании CO_2 в емкость абсорбера происходит реакция:

$$Ba(OH)_2 + CO_2 \rightarrow BaCO_3 + H_2O. \quad (1)$$

Образовавшийся $BaCO_3$ нерастворим и выпадает в осадок. Количество оставшегося в растворе $Ba(OH)_2$ определяют титрованием 10 $см^3$ раствора HCl по формуле

$$Ba(OH)_2 + 2HCl \rightarrow BaCl_2 + 2H_2O. \quad (2)$$

Из формул (1) и (2) видно, что на каждые 2 ммоль HCl, израсходованной на титрование, образуется 1 ммоль CO_2. Таким образом, количество продуцированного CO_2 в ммоль вычисляют по формуле

$$\text{ммоль } CO_2 = \frac{\text{ммоль HCl}}{2}. \quad (3)$$

Нормальность использованной HCl составляет 0,05 н. Заменяя значение ммоль получают формулу

$$\text{ммоль } CO_2 = \frac{(0{,}05\,\text{н}) \cdot (\text{см}^3\ \text{HCl})}{2}. \quad (4)$$

Для преобразования в мг CO_2, полученное значение умножают на молекулярную массу CO_2, составляющую 44 мг/ммоль, по формуле

$$\text{мг } CO_2 = \frac{\left[(0{,}05) \cdot \text{см}^3\ \text{на титрование}\right]}{2} \cdot 44 = 1{,}1\ \text{см}^3\ \text{HCl на титрование}. \quad (5)$$

Таким образом, для преобразования кубических сантиметров HCl в миллиграммы CO_2, первое умножают на 1,1.

9.1.1.3 Использование KOH в качестве поглотителя CO_2

Выделившийся CO_2 будет реагировать с KOH по формуле

a) $2KOH + CO_2 \rightarrow K_2CO_3 + H_2O$.

Продукт реакции, приведенной в перечислении a), K_2CO_3 растворим и не выпадает в осадок.

Свежий раствор KOH, в котором не абсорбирован CO_2, можно титровать с HCl по формуле

b) $KOH + HCl \rightarrow KCl + H_2O$, при значении pH = 7.

Раствор KOH, используемый в качестве поглотителя CO_2, будет содержать как непрореагировавший KOH, так и K_2CO_3 согласно перечислению a).

Во время титрования оба химических вещества будут реагировать с HCl по формулам:

c) $KOH + HCl \rightarrow KCl + H_2O$, при значении pH = 7;

d) $K_2CO_3 + HCl \rightarrow KHCO_3 + KCl$, при значении pH = 8,5.

Изменения значений pH реакций по перечислениям b) и c) накладываются друг на друга и не могут быть дифференцированы. Только одна конечная точка в диапазоне pH от 7 до 8, соответствующая двум реакциям, может быть идентифицирована с помощью подходящего индикатора.

Адсорбированный CO_2 может быть определен вычитанием по эквиваленту (фактору эквивалентности) H+, необходимому для нейтрализации исходного раствора KOH, и эквиваленту H+, необходимому для нейтрализации по реакциям по перечислениям c) и d). На практике:

$$\text{ммоль } CO_2 = [\text{см}^3\ \text{HCl израсход. в (b)} - \text{см}^3\ \text{HCl израсход. в (c) + (d) конечная точка}] \cdot \text{н HCl}, \quad (6)$$

где н HCl — нормальность раствора HCl.

Если доступен датчик определения конечной точки, ммоль CO_2 можно определить без использования индикатора с помощью дополнительной реакции. Дальнейшее добавление HCl способствует взаимодействию HCl с $KHCO_3$, образовавшимся по реакции по перечислению d):

e) $KHCO_3 + HCl \rightarrow H_2CO_3 + KCl$, при значении pH = 4.

Эквивалент (фактор эквивалентности), израсходованный в реакции по перечислению e) и, следовательно, в реакции по перечислению d), соответствует K_2CO_3, полученному по реакции по перечислению a), который, в свою очередь, соответствует поглощенному CO_2.

Следовательно, 1 моль $KHCO_3$ соответствует 1 молю CO_2, образовавшемуся в реакции по перечислению a):

ммоль CO_2 = ммоль HCl, израсходованному в конечной точке по перечислению (e). (7)

Таким образом

ммоль CO_2 = $см^3$ HCl израсходованному по перечислению e) · н HCl, (8)

где н HCl — нормальность раствора HCl.

Окончательное количество CO_2, мг, вычисляют по формуле

мг CO_2 = ммоль CO_2 . 44. (9)

9.1.2 Процент биоразложения

Процент биоразложения — это соотношение между количеством выделившегося (продуцированного) CO_2 и теоретическим значением CO_2 ($ThCO_2$). $ThCO_2$ вычисляют по формуле

$$ThCO_2 = \text{образец (мг)} \cdot \text{ТОС (\%)} \cdot \frac{44}{12}, \quad (10)$$

где ТОС — ТОС пластмассы (или эталонного образца), деленное на 100, %;

44 — молекулярная масса CO_2;

12 — молекулярная масса C.

Следовательно:

$$\%\ \text{биоразложения} = \frac{\text{мг продуцированного } CO_2}{ThCO_2} \cdot 100. \quad (11)$$

9.2 Выражение и интерпретация результатов

Составляют таблицу измеренных значений CO_2 и процентов биоразложения для каждого интервала измерения и каждого испытательного сосуда. Для каждого сосуда строят график накопления выделившегося CO_2 и кривую биоразложения в процентах в зависимости от времени.

Можно построить график средних значений биоразложения.

Максимальный уровень биоразложения, определяемый как среднее значение фазы плато графика биоразложения или максимальное значение, например, когда график снижается или в дальнейшем медленно повышается в фазе плато, характеризует степень биоразложения испытуемого материала.

На полученный результат могут влиять смачиваемость и форма испытуемого материала, и, следовательно, процедура испытаний может быть ограничена сравнением пластмасс аналогичной химической структуры.

При интерпретации результатов испытаний, показывающих низкую биоразлагаемость, может быть полезной информация о токсичности испытуемого материала.

10 Достоверность результатов испытаний

Испытание считают достоверным, если:

a) количество выделившегося CO_2 в эталонном материале F_C составляет более 60 % $ThCO_2$ через 180 дней;

b) количество выделившегося CO_2 контрольного образца F_B в конце испытания не превышает 3,5 мг CO_2/г влажного осадка (см. 8.3) после 6 мес;

c) количество диоксида углерода, выделившегося из трех контрольных образцов F_B, находится в пределах 20 % от среднего значения на фазе плато или в конце испытания;

d) разность между процентом биоразложения эталонного материала в разных сосудах составляет не более 20 % от среднего значения в конце испытания.

Если при проведении отрицательного контроля (сосуды F_N) значительного биоразложения не наблюдалось (менее 10 %).

Если эти критерии не выполняются, повторяют испытание с другим осадком.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать, как минимум, следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) всю информацию, необходимую для идентификации испытуемого и эталонного материалов и отрицательного контроля (если применяли), включая их ТОС, $ThCO_2$, химический состав и формулу (если известны);

c) основные параметры испытания, включая испытательный объем, используемую испытательную среду, температуру инкубации и конечное значение pH;

d) источник, количество и характеристики используемых морских отложений, включая значение pH, зольность, ТОС, отношение C:N, дату отбора, условия хранения, обращения и потенциальную адаптацию к испытуемому материалу;

e) используемые аналитические методы, включая принцип устройства респирометра и ТОС;

f) результаты испытаний в полном объеме, полученные для испытуемого и эталонного материалов и отрицательного контроля (если применяли), в табличной и графической форме, включая выделившийся (продуцированный) CO_2, значения процента биоразложения;

g) продолжительность индукционного периода, фазы биоразложения и максимальный уровень разложения, а также общую продолжительность испытания; при необходимости, если проводили или определяли, то F_N отрицательного контроля;

h) любые другие соответствующие данные (например, результат визуального заключительного контроля и анализа конечной пробы, если их можно получить, фотографии окончательных образцов);

i) подробные сведения о методах, использованных во время испытаний для поддержания микробного разнообразия или предотвращения дефицита питательных веществ.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 10210	MOD	ГОСТ Р 57222—2016 (ИСО 10210:2012) «Пластмассы. Методы приготовления образцов для испытания пластмасс на биологическое разложение»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- MOD — модифицированный стандарт.

Библиография

[1] ISO 8245 Water quality. Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC)

[2] ISO 14852:2018 Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium. Method by analysis of evolved carbon dioxide

[3] ISO 19679 Plastics. Determination of aerobic biodegradation of non-floating plastic materials in a seawater/sediment interface. Method by analysis of evolved carbon dioxide

[4] Modelli A., Calcagno B., Scandola M., (). Kinetics of aerobic polymer degradation in soil by means of the ASTM D 5988-96 standard method. J. Environ. Polym. Degrad. 1999, 7 pp. 109—116. DOI: 10 .1023/A: 1021864402395

УДК 678:691.175:006.354 ОКС 83.080.01

Ключевые слова: пластмассы, определение аэробного биологического разложения неплавучих материалов, подверженных действию морских отложений, метод определения выделяемого диоксида углерода

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 26.09.2022. Подписано в печать 27.09.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru