ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 14855-2— 2024

ПЛАСТМАССЫ

Определение способности к полному аэробному биологическому разложению и распаду в контролируемых условиях компостирования. Метод с применением анализа выделяемого диоксида углерода

Часть 2

Гравиметрический метод анализа диоксида углерода, выделяемого при лабораторном испытании

(ISO 14855-2:2018, Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions — Method by analysis of evolved carbon dioxide — Part 2: Gravimetric measurement of carbon dioxide evolved in a laboratory-scale test, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации») 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 27 мая 2024 г. № 663-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 14855-2:2018 «Определение способности пластмасс к полному аэробному биологическому разложению в контролируемых условиях компостирования. Метод с применением анализа выделяемого диоксида углерода. Часть 2. Гравиметрический метод анализа диоксида углерода, выделяемого при лабораторном испытании» (ISO 14855-2:2018 «Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions — Method by analysis of evolved carbon dioxide — Part 2: Gravimetric measurement of carbon dioxide evolved in a laboratory-scale test», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ИСО/ТК 61 «Пластмассы», Подкомитетом ПК 14 «Аспекты окружающей среды».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

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

Дополнительные сноски в тексте стандарта, выделенные курсивом, приведены для пояснения текста оригинала

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 57219—2016 (ИСО 14855-2:2007)

*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, 2018
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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 2
4 Сущность метода 3
5 Реактивы 3
6 Аппаратура 3
7 Проведение испытания 4
8 Обработка результатов 8
9 Выражение и интерпретация результатов 8
10 Достоверность результатов 9
11 Протокол испытания 9
Приложение А (справочное) Основной принцип испытания 10
Приложение В (справочное) Пример установки с использованием электрообогреваемой емкости для компостирования 11
Приложение С (справочное) Вывод формул для вычисления степени биоразложения с использованием количества выделившегося диоксида углерода 12
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам 13
Библиография 14

Введение

Обращению с пластмассовыми отходами уделяют особое внимание во всем мире. Технология переработки пластмасс включает в себя вторичное использование материалов (механическое рециклирование, химическое или сырьевое рециклирование и биологическое или органическое рециклирование) и энергии (тепло, пар или электричество в качестве замены горючих ископаемых или других источников энергии). Применение биоразлагаемых пластмасс является определяющим способом переработки (биологическое или органическое рециклирование).

Опубликовано несколько стандартов серии ИСО для определения предельного аэробного/анаэробного биоразложения пластмасс. ИСО 14855-1 устанавливает общий метод испытаний, позволяющий установить количество выделяемого диоксида углерода методом инфракрасной спектроскопии (непрерывный анализ), газовой хроматографии или титрования.

Количество инокулята из компоста и испытуемого материала, необходимое для проведения испытания по методу, установленному в настоящем стандарте, составляет одну десятую часть от количества, необходимого для проведения испытания по методу ИСО 14855-1. Для обеспечения активности инокулята из компоста в него добавляют инертный материал, который при смешивании с инокулятом имеет структуру, аналогичную структуре почвы. Количество выделяемого из испытательного сосуда диоксида углерода определяют путем абсорбции в сосуде-ловушке для диоксида углерода, а также методом гравиметрического анализа абсорбента. Метод, установленный в настоящем стандарте, основан на применении закрытой системы улавливания выделяемого диоксида углерода и также может быть использован для получения наиболее значимой информации о процессе распада молекулярной структуры сополимеров при проведении исследований в области маркировки изотопными метками.

Настоящий стандарт устанавливает непрямой (косвенный) метод, имитирующий процесс биоразложения пластмасс в условиях компостирования в испытательной лаборатории. Метод определения полного аэробного биоразложения пластмасс в контролируемых условиях компостирования основан на сравнении количества диоксида углерода, выделившегося в результате биоразложения образца, с теоретическим количеством диоксида углерода, выделяемого из испытуемого материала. Учитывая аналитическую чувствительность метода, испытанию подлежит образец материала, содержащего не менее 10 г общего сухого твердого вещества, в том числе 4 г общего органического углерода.

Метод, установленный в настоящем стандарте, не используют для количественного определения микропластика в компосте.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ

Определение способности к полному аэробному биологическому разложению и распаду в контролируемых условиях компостирования. Метод с применением анализа выделяемого диоксида углерода

Часть 2

Гравиметрический метод анализа диоксида углерода, выделяемого при лабораторном испытании

Plastics. Determination of the ultimate aerobic biodegradability under controlled composting conditions. Method by analysis of evolved carbon dioxide. Part 2. Gravimetric measurement of carbon dioxide evolved in a laboratory-scale test

Дата введения — 2025—07—01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Сточные воды, активный ил, почва и компост могут содержать потенциально патогенные организмы. Поэтому при обращении с ними должны быть приняты соответствующие меры предосторожности. Токсичные испытуемые компоненты и те, чьи свойства не установлены, следует обрабатывать с осторожностью.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения полного аэробного биоразложения пластмасс в контролируемых условиях компостирования путем гравиметрического измерения количества выделяющегося диоксида углерода. Метод предназначен для установления оптимальной скорости биоразложения посредством регулирования влажности, аэрации и температуры емкости для компостирования.

Метод применяют для следующих материалов:

- природные и/или синтетические полимеры и сополимеры и их смеси;
- пластмассы, содержащие добавки, например пластификаторы и красители;
- водорастворимые полимеры;
- материалы, которые в условиях проведения испытаний не подавляют деятельность микроорганизмов, присутствующих в инокуляте.

Если испытуемый материал подавляет микроорганизмы в инокуляте, следует использовать другой тип зрелого компоста или предварительно выдержанный компост.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее (включая все изменения)]:

ISO 11721-1, Textiles — Determination of resistance of cellulose-containing textiles to micro-organisms — Soil burial test — Part 1: Assessment of rot-retardant flnishing (Текстиль. Определение устойчивости текстиля, содержащего целлюлозу, к микроорганизмам. Испытание на гнилостность выдерживанием в земле. Часть 1. Оценка противогнилостной отделки)

Издание официальное

ISO 14855-1, Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions — Method by analysis of evolved carbon dioxide — Part 1: General method (Пластмассы. Определение способности к полному аэробному биологическому разложению и распаду в контролируемых условиях компостирования. Метод с применением анализа выделяемого диоксида углерода. Часть 1. Общий метод)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины и определения.

Терминологические базы данных ИСО и МЭК доступны по следующим интернет-адресам:

- платформа онлайн-просмотра ИСО по адресу: gost.e-ecolog.ru
- Электропедия МЭК по адресу: gost.e-ecolog.ru

3.1 **компост** (compost): Органическое удобрение, полученное путем биоразложения смеси, состоящей в основном из различных растительных остатков, иногда с включением других органических материалов, и содержащей ограниченное количество минеральных веществ.

3.2 **компостирование** (composting): Аэробный процесс, в результате которого образуется компост.

3.3 **общее содержание сухих твердых веществ** (total dry solids): Количество твердых веществ, полученное в результате сушки указанного объема испытуемого материала или компоста при температуре около 105 °С до постоянной массы.

3.4 **содержание сгораемых твердых веществ** (volatile solids): Количество твердых веществ, рассчитанное путем вычитания остаточных продуктов, полученных в результате сжигания указанного объема испытуемого материала или компоста при температуре примерно 550 °С, из общего содержания сухих твердых веществ в той же пробе.

Примечание 1 — Содержание сгораемых твердых веществ является показателем, характеризующим количество присутствующих органических веществ.

3.5 **полное аэробное биоразложение** (ultimate aerobic biodegradation): Разложение органических соединений микроорганизмами в присутствии кислорода на диоксид углерода, воду, минеральные соли других присутствующих элементов (минерализация) и в новую биомассу.

3.6 **теоретическое количество образующегося диоксида углерода;** $ThCO_2$ (theoretical amount of evolved carbon dioxide): Максимальное теоретическое количество диоксида углерода, выделяющееся в результате полного окисления химического соединения, вычисленное по молекулярной формуле и выраженное в миллиграммах диоксида углерода, выделяемого на миллиграмм или грамм испытуемого соединения.

3.7 **лаг-фаза** (lag phase): Время от начала испытания до достижения адаптации и/или селекции разлагающих микроорганизмов и увеличения степени биоразложения химического соединения или органического вещества приблизительно до 10 % от максимального уровня биоразложения.

Примечание 1 — Измеряется в днях.

3.8 **максимальный уровень биоразложения** (maximum level of biodegradation): Степень биоразложения химического соединения или органического вещества в процессе испытания, выше которой дальнейшее биоразложение при проведении испытания не происходит.

Примечание 1 — Измеряется в процентах.

3.9 **фаза биоразложения** (biodegradation phase): Время от окончания периода лаг-фазы до того момента, когда биоразложение достигает примерно 90 % от максимально возможного уровня.

Примечание 1 — Измеряется в днях.

3.10 **фаза плато** (plateau phase): Время от окончания фазы биоразложения до завершения испытания.

Примечание 1 — Измеряется в днях.

3.11 **предварительная выдержка** (pre-exposure): Предварительная инкубация инокулята в присутствии испытуемого химического соединения или органического вещества с целью повышения способности инокулята к биоразложению исследуемого материала путем адаптации и/или селекции микроорганизмов.

3.12 **предварительное кондиционирование** (pre-conditioning): Предварительная инкубация инокулята в условиях последующего испытания при отсутствии химического соединения или органического вещества, подлежащего испытанию, с целью улучшения качества испытания путем адаптации микроорганизмов к условиям испытания.

3.13 **влагоемкость;** WHC (water-holding capacity, WHC): Отношение массы воды, которая испаряется из почвы, насыщенной водой, при ее сушке до постоянной массы при температуре 105 °С, к массе высушенной почвы.

4 Сущность метода

Настоящим методом устанавливают оптимальную скорость биоразложения пластмасс в зрелом компосте путем контроля соотношения влажности, аэрации и температуры в емкости для компостирования. Метод направлен также на определение полного биоразложения испытуемого материала с использованием емкости небольшого размера. Скорость разложения периодически измеряют путем измерения массы выделившегося диоксида углерода с помощью абсорбционной колонки, наполненной натровой известью и содой-тальком.

Исследуемый материал смешивают с инокулятом, полученным из зрелого компоста, и инертным материалом, например морским песком. Морской песок имеет особое значение, будучи удерживающей субстанцией для влаги и микроорганизмов. Схемы применяемых испытательных установок представлены в приложениях А и В. Количество выделившегося диоксида углерода измеряют через определенные интервалы времени при помощи электронных весов с использованием метода, установленного настоящим стандартом. Вывод формулы для вычисления степени биоразложения, в зависимости от количества выделяющегося диоксида углерода, приведен в приложении С. Степень биоразложения, выраженную в процентах, вычисляют, сравнивая количество выделившегося диоксида углерода с теоретическим количеством ($ThCO_2$).

Испытание прекращают, когда достигнута фаза плато биоразложения. Стандартное время до прекращения испытания — 45 дней, но испытание может быть продлено на срок до 6 мес.

5 Реактивы

Следует использовать реактивы только квалификации ч. д. а. и только деионизированную воду.

5.1 Натровая известь с частицами размером от 2 до 4 мм для поглощения диоксида углерода (CO_2).

5.2 Безводный хлорид кальция с частицами размером от 2 до 3 мм для поглощения воды.

5.3 Гидроксид натрия на подложке из талька (обычно называемый сода-тальк) с частицами размером от 2 до 3 мм для поглощения CO_2.

5.4 Силикагель (с индикатором влажности) с частицами размером от 2 до 4 мм для поглощения воды.

5.5 Морской песок размером частиц, просеянных через сито с ячейками от 20 до 35 мм.

5.6 Контрольный материал. Порошок целлюлозы для тонкослойной хроматографии (ТСХ) с частицами размером менее 20 мкм для использования в качестве контрольного материала при положительном контроле.

6 Аппаратура

Необходимо обеспечить, чтобы вся стеклянная посуда была тщательно очищена, особенно от органических или токсичных веществ.

6.1 Приточная система, обеспечивающая каждую емкость для компостирования влажным воздухом, свободным от диоксида углерода.

Воздух готовят пропусканием сжатого воздуха через ловушку для диоксида углерода и увлажнитель (см. примеры в приложениях А и В), для этого колонки заполняют натровой известью и водой соответственно. Скорость потока воздуха регулируют так, чтобы она была достаточно высокой для обеспечения аэробных условий.

6.2 Емкости для компостирования

Бутыли или колонки, которые обеспечивают поступление влажного, свободного от диоксида углерода воздуха к содержимому емкостей. Рекомендуемый объем — 500 $см^3$. Если предполагается определять потерю массы испытуемого материала, следует взвесить каждую пустую емкость для компостирования.

6.3 Система для определения диоксида углерода, обеспечивающая возможность определения содержания CO_2 непосредственно по изменению массы ловушки для диоксида углерода. Ловушка для диоксида углерода состоит из колонок, заполненных натровой известью, содой-тальком и безводным хлоридом кальция. Хлорид кальция следует размещать отдельно от натровой извести и соды-талька (см. примеры в приложениях А и В). Между емкостью для компостирования и колонкой для поглощения диоксида углерода следует также разместить ловушку для аммиака (разбавленная серная кислота) и ловушку для воды (силикагель и хлорид кальция).

6.4 Газонепроницаемые трубки для соединения емкости для компостирования с приточной системой и системой измерения диоксида углерода.

6.5 pH-метр для измерения pH испытуемой смеси с точностью не менее 0,1 единиц pH.

6.6 Аналитическое оборудование для определения общего содержания сухих твердых веществ (температура сушки — 105 °С), сгораемых твердых веществ (температура прокаливания — примерно 550 °С) и общего органического углерода (total organic carbon, TOC) для элементного анализа испытуемого материала и, при необходимости, для определения растворенного неорганического углерода (DIC), летучих жирных кислот, кислорода в воздухе, содержания воды и общего азота.

6.7 Весы используют для периодического взвешивания массы колонок, поглощающих диоксид углерода, для последующего определения количества выделяющегося диоксида углерода, а также массы емкостей для компостирования, содержащих компост и испытуемый материал. Рекомендуется использовать электронные весы с верхней загрузкой, дисплеем, ценой деления менее 10 мг и наибольшим пределом взвешивания не менее 500 г.

6.8 Блок контролируемого термостатирования необходим для поддержания контролируемой температуры емкостей для компостирования в течение испытания (см. примеры, приведенные в приложениях А и В). Температуру следует поддерживать в пределах ±2 °С.

6.9 Биореактор для компостирования представляет собой короб из полипропилена или другого подходящего материала, имеющий размер, который позволяет легко перемешивать содержимое шпателем. Короб должен быть снабжен плотно закрывающейся крышкой, чтобы избежать чрезмерной потери влаги. По осевой линии крышки делают три отверстия диаметром примерно 1 см на равных расстояниях. Эти отверстия позволят поступать воздуху и выходить газам, а также обеспечат постепенное испарение излишней воды.

7 Проведение испытания

7.1 Подготовка инокулята

В качестве инокулята следует использовать аэрированный компост из материала растительного происхождения, подвергнутого аэробному компостированию в оптимальных условиях. Инокулят должен быть однородным и не содержать больших инертных объектов, таких как стекло, камни или куски металла. Следует удалить их вручную, а затем просеять компост через сито с ячейками размером примерно 3 мм.

Компост можно приготовить нижеприведенным образом.

Древесные стружки и опилки используют в качестве подложки для грибов, шелуху или рисовую солому — в качестве источника углерода. Экскременты скота добавляют в качестве источника микроорганизмов для компостирования и богатых минеральными солями питательных веществ. Все это помещают в контейнер вместимостью примерно 1 $м^3$ и тщательно перемешивают. Рекомендуемое соотношение углерода и азота (C:N) в компосте — 1:15; углерода к фосфору (C:P) — 1:30. Недостаточный уровень фосфора и азота можно увеличить, добавляя суперфосфат кальция и гексагидрат фосфата аммония-магния или мочевины соответственно. Воду добавляют до достижения содержания воды 65 %. Значения соотношений C:N, C:P и содержание воды могут быть другими, что определяют опытным путем в зависимости от сезонных изменений и климатических различий. Компост следует вынимать из контейнера один раз в неделю: его переворачивают и при необходимости добавляют воду,

а затем вновь помещают в контейнер для продолжения процесса компостирования. Рекомендуемый возраст компоста — от 2 до 4 мес.

Как правило, предпочтительным является применение невыдержанного инокулята, особенно при стандартных испытаниях, имитирующих биоразложение в реальных сооружениях для переработки компоста. Однако в зависимости от целей испытания может быть использован предварительно выдержанный компост; соответствующую информацию следует указать в протоколе испытаний (например, степень биоразложения — X %, использован предварительно выдержанный компост), в протоколе испытаний также следует привести метод предварительной выдержки компоста.

Необходимо определить общее содержание сухих твердых веществ и сгораемых веществ в инокуляте. Общее содержание сухих твердых веществ должно составлять от 35 % до 55 % влажных твердых веществ, содержание сгораемых твердых веществ должно быть более 30 % сухих твердых веществ. При необходимости перед использованием можно отрегулировать содержание воды в компосте путем добавления воды или проведения щадящей сушки, например путем аэрации компоста сухим воздухом.

Готовят смесь из одной части инокулята и пяти частей деионизированной воды. Перемешивают смесь путем встряхивания и немедленно измеряют pH, который должен быть от 7,0 до 9,0 единиц.

Для более полной характеристики инокулята в начале и конце испытания рекомендуется дополнительно определять, например, содержание общего органического углерода, общего азота или жирных кислот.

В процессе испытания проверяют активность инокулята при помощи биоразлагаемого контрольного материала, измеряя количество выделяющегося в емкости для контрольной пробы диоксида углерода. Контрольный материал в конце испытания должен быть разложен на 70 % или более. Инокулят в емкости для контрольной пробы в течение первых 10 дней испытания должен выделить от 50 до 150 мг диоксида углерода в пересчете на 1 г сгораемых твердых веществ. Если выделение диоксида углерода чрезмерно большое, перед использованием компоста в новом испытании необходима его стабилизация путем аэрации в течение нескольких дней.

7.2 Подготовка морского песка

Морской песок погружают в водопроводную воду. После удаления плавающих примесей декантацией* тщательно промывают песок, сливают воду и сушат песок при температуре примерно 105 °C.

Примечание — Морской песок — это инертный продукт, который более чем на 90 % состоит из диоксида кремния (SiO_2). Морской песок играет важную роль, являясь удерживающей субстанцией для влаги и поддержки роста микроорганизмов.

7.3 Подготовка испытуемого и контрольного материалов

Содержание общего органического углерода (TOC) в испытуемом и контрольном материалах определяют с использованием, например, методики, изложенной в ИСО 8245, и результат записывают в граммах TOC на грамм общего сухого твердого вещества. Подготовленные материалы не должны содержать неорганический углерод, его содержание можно установить методом элементного анализа. Испытуемый материал должен содержать достаточное количество органического углерода, чтобы он мог выделить достаточное для регистрирования количество диоксида углерода. Обычно в емкость вместимостью 500 $см^3$ требуется поместить не менее 10 г общего сухого твердого вещества, содержащего 4 г TOC.

Испытуемый материал рекомендуется применять в виде порошка, но допускается использование в виде кусочков пленки или фрагментов изделий. Рекомендуемый максимальный диаметр частиц — 250 мкм.

7.4 Начало испытания

Необходимо следующее количество емкостей для компостирования:

a) три емкости для испытуемой смеси (V_T);

b) три емкости для контрольной пробы (V_B);

---

* *Под декантацией в настоящем стандарте подразумевается процесс разделения смеси на две фазы, осуществляемый путем аккуратного разлива жидкости с целью ее отделения от осадка посредством силы гравитации.*

c) три емкости для проверки активности инокулята с использованием контрольного материала (V_R).

Количество испытуемой смеси, содержащей инокулят и испытуемый материал, будет зависеть от качества испытуемого материала и размера емкостей для компостирования. Соотношение массы сухого инокулята к массе сухого испытуемого материала должно быть примерно 6:1. Если добавляют инертный материал, то его не учитывают в этом соотношении. Содержание воды в испытуемой смеси и в инокуляте должно быть одинаковым. Содержание воды в испытуемой смеси должно составлять от 80 % до 90 % от влагоемкости (WHC) испытуемой смеси. В каждую емкость для компостирования добавляют инокулят, количество которого соответствует испытуемой смеси по общему содержанию сухих твердых веществ.

Обычно подготавливают закрытые крышкой емкости объемом примерно 500 $см^3$, взвешивают необходимое для каждой емкости количество инокулята, содержащего 60 г сухих твердых веществ, и добавляют такое количество воды, чтобы ее полученное содержание в общей смеси было равно 65 %. Тщательно перемешивают компост и оставляют его при температуре окружающей среды на 24 ч. Затем смешивают компост с морским песком, содержащим 15 % воды, который заранее подготовлен путем добавления 320 г воды к морскому песку. Подготовленный морской песок используют в качестве инертного материала. Добавляют к смеси 10 г (по основной сухой массе) испытуемого материала и тщательно перемешивают. Если смесь обработана правильно, она должна выглядеть так, как почва. Если требуется, измеряют WHC испытуемой смеси по ИСО 11721-1, затем регулируют содержание воды в ней, устанавливая примерно 90 % от WHC, путем добавления воды или аэрации сухим воздухом. Вводят смесь в емкость для компостирования. Если в качестве инертного материала используют вермикулит, его подготавливают в соответствии с ИСО 14855-1.

Если в качестве инокулята используют зрелый компост, который хранили в холодильнике, необходима предварительная обработка (кондиционирование) компоста перед его применением. Обычно в биореактор для компостирования помещают по 60 г (по общему содержанию сухих твердых веществ) зрелого компоста для каждой емкости и регулируют содержание воды в компосте: устанавливают примерно 110 % от WHC путем добавления воды. После смешивания оставляют компост при температуре окружающей среды на 24 ч, а затем его инкубируют при температуре 58 °C в течение 24 ч. Добавляют такое же количество морского песка (примерно 320 г по основной сухой массе), как и зрелого компоста, и тщательно перемешивают. Перед добавлением морского песка содержание воды в нем доводят примерно до 15 % (равно значению WHC морского песка). Предпочтительно, чтобы соотношение C:N испытуемой смеси составляло от 10 до 40. Регулирование соотношения C:N осуществляется с помощью гексагидрата фосфата аммония-магния или мочевины. Смесь помещают в биореактор для компостирования и инкубируют в течение недели при температуре 58 °C. Несколько раз в день перемешивают смесь в течение 10 мин для обеспечения аэробных условий и исключения испарения избытка воды. Через неделю доводят содержание воды в смеси примерно до 90 % от ее WHC. Полученная смесь должна весить около 550 г, но могут быть получены разные конечные массы в зависимости от используемого компоста (разные компосты будут иметь разные значения WHC). Добавляют 10 г (по основной сухой массе) испытуемого материала к смеси и тщательно перемешивают. Вводят смесь в емкость для компостирования.

При проведении испытания на биоразложение по ИСО 14855-1 следует использовать зрелый компост с содержанием воды примерно 50 % в соответствии с ИСО 14855-1. В емкость для компостирования помещают 120 г зрелого компоста, содержащего примерно 60 г сухих твердых веществ. В зрелый компост добавляют 10 г (по основной сухой массе) испытуемого материала и тщательно перемешивают. Помещают смесь в емкость для компостирования. Если испытуемая смесь высыхает чрезмерно быстро, вместе со смесью следует поместить в емкость инертный водосодержащий материал, который не должен смешиваться с испытуемой смесью.

Содержание органического углерода вычисляют, используя TOC инокулята и испытуемого материала. Общее содержание азота измеряют в репрезентативной выборке испытуемой смеси, например методом Кьельдаля по ИСО 5663.

Емкость для компостирования помещают в испытательную среду при температуре (58 ± 2) °C и начинают аэрацию с помощью воздуха, свободного от диоксида углерода и имеющего нормальную влажность. Требования к воздуху можно выполнить, пропуская воздух через ловушку для диоксида углерода, заполненную натровой известью, и увлажнитель, заполненный водой (см. приложения А и В). Устанавливают одинаковую скорость потока воздуха, проходящего через каждую емкость для компостирования, — от 10 до 30 $см^3$/мин.

Скорость потока устанавливают достаточно высокой, чтобы обеспечить поддержание аэробных условий в каждой емкости для компостирования в течение всего испытания. Поток воздуха регулярно проверяют на выходе, например с помощью чистых бутылок или мыльно-пленочного пузырькового расходомера.

Контрольный материал следует испытывать так же, как испытуемый материал. Емкости для контрольной пробы содержат только инокулят и морской песок в таких же количествах, как и в емкостях с испытуемым материалом.

7.5 Измерение выделившегося диоксида углерода

Заполняют бутылку для поглощения аммиака 1 М серной кислотой для удаления аммиака из тех газов, которые выходят из емкости для компостирования. Заполняют две ловушки для осушения силикагелем и безводным хлоридом кальция соответственно. Заполняют колонку, поглощающую диоксид углерода, абсорбентом диоксида углерода, а водопоглощающую колонку — абсорбентом воды. В качестве абсорбента диоксида углерода рекомендуется использовать смесь равных количеств натровой извести и соды-талька. В качестве абсорбента воды рекомендуется использовать безводный хлорид кальция. Полученную ловушку (т. е. обе колонки вместе) взвешивают, а результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака. Количество выделившегося диоксида углерода определяют по увеличению массы ловушки.

Реагенты в колонках для поглощения диоксида углерода и воды заменяют при достижении 80 % их абсорбционной способности. Следует обратить внимание на то, что 80 г смеси равных количеств натровой извести и соды-талька поглощают примерно 15 г диоксида углерода.

7.6 Инкубационный период

Измеряют количество выделившегося диоксида углерода в воздухе, выходящем из каждой емкости для компостирования через определенные интервалы времени, путем измерения изменения массы ловушки для выделившегося диоксида углерода. Количество выделившегося диоксида углерода измеряют один раз в день во время фазы биоразложения и один раз в два дня позднее, во время фазы плато.

Еженедельно встряхивают емкости для компостирования с целью предотвращения поверхностного роста микроорганизмов и обеспечения равномерного воздействия микроорганизмов на испытуемый материал. Для этого вынимают компост из емкости и, если необходимо, добавляют воду.

Осматривают испытуемую смесь в емкости для компостирования, чтобы убедиться в том, что ее влажность находится на среднем уровне. В испытуемой смеси не должны присутствовать ни свободно стоящая вода, ни комки материала. Условия предельной сухости воздуха определяют по отсутствию конденсата в свободном пространстве емкости для компостирования. Влажность измеряют с помощью соответствующих методов. Содержание влаги поддерживают в пределах 80 % — 90 % от WHC испытуемой смеси. Содержание воды регулируют путем подачи влажного или сухого воздуха. Требуемое содержание воды может быть получено путем добавления воды или дренажа через верхнюю часть емкости для компостирования.

В процессе еженедельного перемешивания содержимого емкостей для компостирования и в конце испытательного периода записывают любые замечания к внешнему виду компоста, например: к структуре, содержанию влаги, цвету, наличию грибковых образований, запаху выделяемого воздуха и разложению испытуемого материала.

Инкубируют емкость для компостирования не более 6 мес при постоянной температуре (58 ± 2) °С. Если после 6 мес по-прежнему наблюдается значительное биоразложение испытуемого материала, инкубационный срок продлевают до достижения постоянной фазы плато. Инкубационный период может быть сокращен, если фаза плато достигается раньше.

В процессе испытания, при необходимости, можно проводить повторную инокуляцию* емкостей для испытания путем добавления такого же количества компоста в каждую емкость. Происхождение компоста и дату повторной инокуляции следует указывать в протоколе испытания.

Измеряют pH через определенные промежутки времени так же, как и в начале испытания.

Если pH менее 7,0, биоразложение может быть снижено из-за закисания компоста в результате быстрого разложения легко разлагаемого испытуемого материала. В этом случае рекомендуется про-

---

* *Термин «инокуляция» применен в соответствии с ГОСТ Р ИСО 14852—2022 (статья 3.15).*

вести измерение спектра летучих жирных кислот, чтобы проверить уровень закисания содержимого емкости для компостирования. Если образовалось более 2 г летучих жирных кислот на 1 кг сухих твердых веществ, то испытание следует рассматривать как недопустимое из-за подкисления и ингибирования активности микроорганизмов. Для предотвращения закисания добавляют больше компоста во все емкости или повторяют испытание, используя, например, меньше испытуемого материала, или больше компоста, или предварительно выдержанного компоста.

7.7 Прекращение испытаний

Если измеряют уменьшение массы испытуемого материала, то емкости для компостирования, содержащие смесь (компост, испытуемый материал и инертный материал, например морской песок), необходимо повторно взвесить в конце испытания. Это предпочтительно для определения количества сухих твердых веществ и сгораемых твердых веществ в каждой емкости после извлечения смеси из емкости.

8 Обработка результатов

8.1 Теоретическое количество диоксида углерода, выделяемого из испытуемого материала

Теоретическое количество диоксида углерода $ThCO_2$, выделяемого из испытуемого материала в емкость для испытания, г, вычисляют по формуле

$$ThCO_2 = m \cdot w_C \cdot \frac{44}{12}, \quad (1)$$

где m — масса испытуемого материала, помещенного в емкость для испытания, г;

w_C — содержание углерода в испытуемом материале, определенное по химической формуле или по данным элементного анализа, г/г;

44 и 12 — молекулярная масса диоксида углерода и атомная масса углерода соответственно.

Таким же образом вычисляют теоретическое количество диоксида углерода, выделяемого из контрольного материала в каждой емкости.

8.2 Степень биоразложения

Вычисляют степень биоразложения D_t, %, для каждой емкости при проведении испытания V_T исходя из количества диоксида углерода, выделившегося в течение каждого интервала времени, по формуле

$$D_t = \frac{\Sigma(CO_2)_T^t - \Sigma(CO_2)_B^t}{ThCO_2} \cdot 100, \quad (2)$$

где $\Sigma(CO_2)_T^t$ — суммарное количество диоксида углерода, выделившегося в емкость для испытания V_T между началом испытания и временем t, г;

$\Sigma(CO_2)_B^t$ — среднее суммарное количество диоксида углерода, выделившегося в емкости для контрольной пробы V_B между началом испытания и временем t (учитывают среднеарифметическое значение результатов, полученных для двух контрольных проб), г;

$ThCO_2$ — теоретическое количество диоксида углерода, выделяемого из испытуемого материала, г.

9 Выражение и интерпретация результатов

Составляют таблицы, содержащие измеренные и вычисленные данные для испытуемого материала, контрольного материала и контрольной пробы для каждого дня измерений.

Рассчитывают суммарное количество диоксида углерода, выделившегося в каждой емкости для компостирования (содержащей испытуемый материал, контрольный материал или контрольную пробу), в зависимости от времени. Строят кривую биоразложения (степень биоразложения, %, как функцию

времени) для испытуемого материала и контрольного материала. Если различия между индивидуальными значениями для разных емкостей менее 20 %, то используют среднеарифметические значения. Если различия более 20 %, строят кривые биоразложения для каждой емкости при компостировании.

Если на кривой биоразложения наблюдается фаза плато, находят уровень плато, т. е. максимальную степень биоразложения, и указывают данную величину в протоколе испытания как окончательный результат испытания. Если фаза плато не наблюдается, вычисляют максимальную степень биоразложения, используя суммарное количество диоксида углерода, который выделился к концу испытания.

10 Достоверность результатов

Испытание считают достоверным, если:

a) степень биоразложения контрольного материала более 70 % по истечении 45 дней;

b) в конце испытания разница между степенью биоразложения контрольного материала в разных емкостях менее 20 %;

c) в ходе контрольного испытания инокулят выделил от 50 до 150 мг диоксида углерода на 1 г сгораемых твердых веществ (средние значения) в течение 10 дней инкубации.

Если эти критерии не выполнены, испытание повторяют, используя предварительно подготовленный или предварительно выдержанный компост.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать всю необходимую информацию, включая следующую:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) всю информацию, необходимую для идентификации и описания испытуемого материала: общее содержание сухих твердых веществ или сгораемых твердых веществ, содержание органического углерода, форму или внешний вид;

c) любую информацию, необходимую для идентификации и описания контрольного материала, и содержание органического углерода в нем;

d) объемы емкостей для компостирования, количество инокулята, испытуемого материала и контрольного материала, помещенных в них, время перемешивания смесей, информацию о повторной инокуляции (если она осуществлялась);

e) информацию об инокуляте: источник, возраст, дату сбора, хранение, обработку, стабилизацию, общее содержание сухих твердых веществ, сгораемые твердые вещества, pH суспензии, общее содержание азота и летучих жирных кислот (в зависимости от того, что требуется), подробности о предварительной подготовке или инкубировании;

f) результаты испытания: количество выделившегося диоксида углерода и степень биоразложения для каждой емкости при компостировании и средние значения, в табличной форме и в виде графика, а также максимальная степень биоразложения испытуемого и контрольного материалов и активность инокулята (количество диоксида углерода после 10 дней пребывания в заготовке);

g) результаты визуальных наблюдений за инокулятом и испытуемым материалом в течение испытания и в конце испытания, например содержание влаги, грибковые образования, структура, цвет, запах;

h) массу каждой емкости для компостирования в начале и в конце испытания, детали любых измерений потери массы, если они выполнялись;

i) причины отклонений любых результатов испытания;

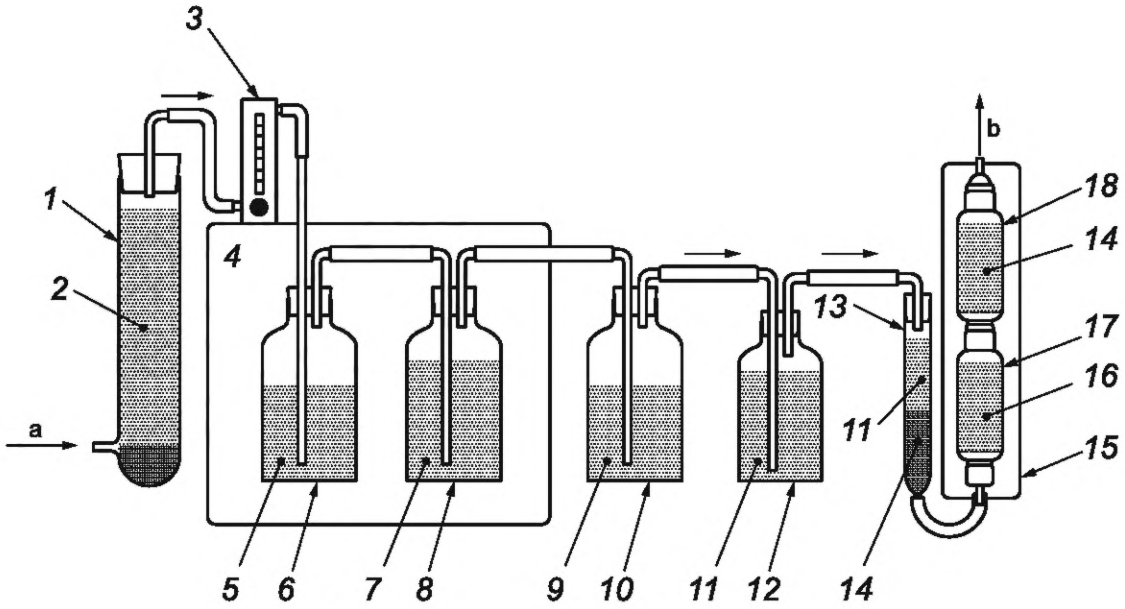
j) информацию об источнике, типе и количестве использованного инертного материала (морском песке или вермикулите).

Приложение А
(справочное)

Основной принцип испытания

Схема типовой установки для испытания приведена на рисунке А.1. Установка состоит из четырех основных частей: (1) емкости для компостирования, содержащей смесь испытуемого материала и инокулята, расположенной в инкубаторе; (2) системы управления подачей воздуха (включает ловушку для удаления диоксида углерода из воздуха, систему контроля расхода воздуха и увлажнитель воздуха) для обеспечения точного контроля аэрации испытуемой смеси; (3) системы поглощения газа для удаления аммиака, сероводорода, летучих органических кислот и воды из газов, выделяющихся из емкости для компостирования, и (4) ловушки, которая поглощает выделяющийся диоксид углерода для гравиметрического анализа.

Емкость для компостирования выдерживают при температуре (58 ± 2) °С в термостатируемом инкубаторе. Смесь из каждой емкости для компостирования перемешивают не менее одного раза в неделю в другой емкости. К смеси добавляют воду в количестве, соответствующем потере массы смеси, тщательно перемешивают и вновь переносят в емкость для компостирования. Воздух, очищенный от диоксида углерода и насыщенный водой, полученный путем пропускания через поглотитель с натровой известью и чистые бутылки с водой, пропускают через емкость для компостирования с контролируемой скоростью. Аммиак, воду и летучие органические кислоты в газах, выделяющихся из емкости для компостирования, удаляют с помощью ловушек, содержащих серную кислоту концентрацией 1 моль/дм^3, силикагель и безводный хлорид кальция соответственно. Диоксид углерода в этих газах улавливается в форме карбоната натрия и воды (образуется в результате реакции между диоксидом углерода и гидроксидом натрия) в ловушке, содержащей натровую известь и соду-тальк, а также безводный хлорид кальция. Остаточную поглотительную способность различных ловушек можно контролировать путем наблюдения за изменением цвета индикаторов или увеличением массы абсорбента.



[a] вход сжатого воздуха;

[b] выход сжатого воздуха

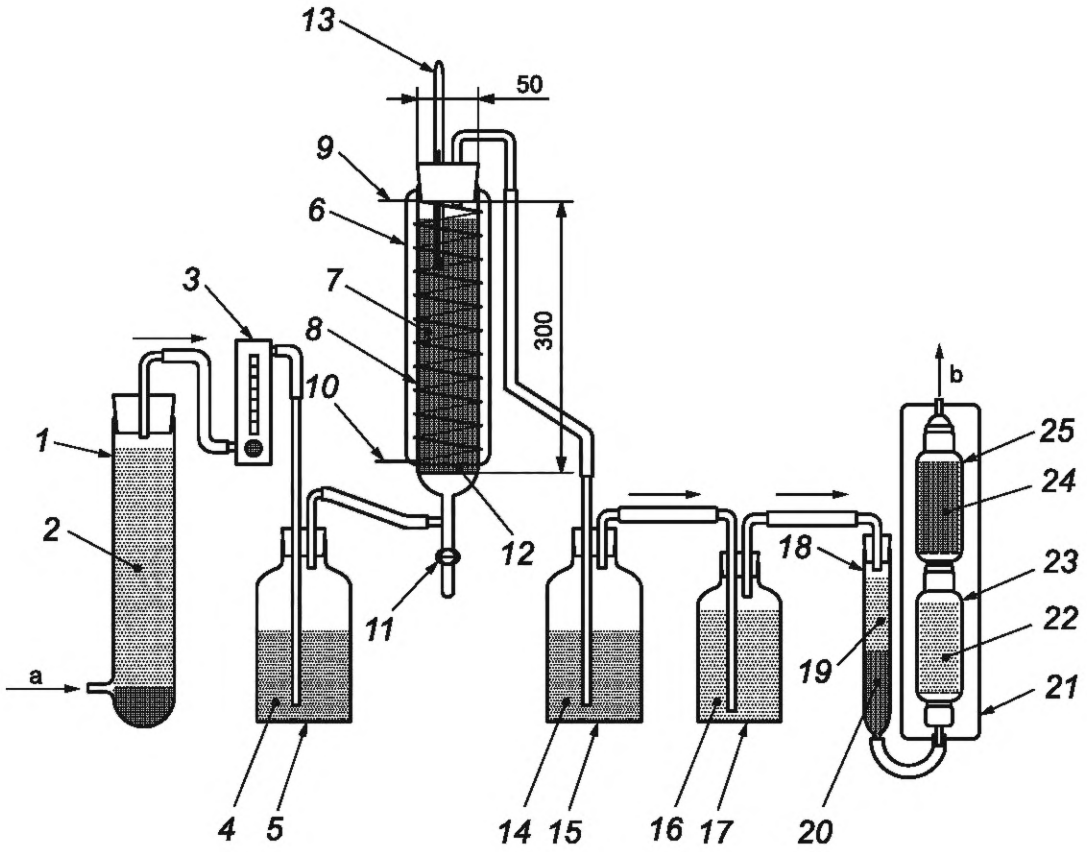
1 — ловушка для диоксида углерода; *2* — натровая известь; *3* — расходомер с регулятором; *4* — инкубатор с термостатом; *5* — вода; *6* — увлажнитель; *7* — смесь компоста, испытуемого материала и морского песка; *8* — емкость для компостирования; *9* — раствор серной кислоты концентрацией 1 моль/дм^3, содержащий индикатор метиловый оранжевый; *10* — ловушка для аммиака; *11* — силикагель; *12* — первая ловушка осушения; *13* — вторая ловушка осушения; *14* — безводный хлорид кальция; *15* — ловушка для выделяющегося диоксида углерода; *16* — смесь из натровой извести и соды-талька; *17* — колонка для поглощения диоксида углерода; *18* — колонка для поглощения воды

Рисунок А.1 — Пример схемы испытательной установки с использованием инкубатора

Приложение В
(справочное)

Пример установки с использованием электрообогреваемой емкости для компостирования

При использовании испытательной установки, показанной на рисунке В.1, действуют в соответствии с теми же принципами, которые указаны в приложении А, но емкость для компостирования должна быть сконструирована так, чтобы испытание продолжалось дольше, чем обычно. Главным преимуществом электрического обогрева является то, что он не требует такого же обслуживания, как, например, водяная баня. Тот факт, что емкость для компостирования находится не внутри инкубатора, обеспечивает более удобную обработку испытуемой смеси. Вторая ловушка осушения *18* (см. рисунок В.1) и колонка для поглощения воды *25* работоспособны около одного года. Поглотитель в первой ловушке для осушения *17* и колонке для поглощения диоксида углерода *23* следует заменять несколько раз в течение стандартной 45-дневной эксплуатации.



[a] вход сжатого воздуха;
[b] выход сжатого воздуха

1 — ловушка для диоксида углерода объемом 1000 см^3; *2* — натровая известь (1000 г); *3* — расходомер с регулятором расхода; *4* — вода (300 см^3); *5* — увлажнитель (500 см^3); *6* — стеклянная емкость для компостирования объемом 500 см^3; *7* — смесь компоста, испытуемого материала и морского песка; *8* — теплоизоляционный материал; *9* — верхний конец электронагревателя; *10* — нижний конец электронагревателя; *11* — стеклянный кран (для слива воды из емкости для компостирования); *12* — упор для фильтра из политетрафторэтилена; *13* — датчик температуры; *14* — раствор серной кислоты концентрации 1 моль/дм^3, содержащий индикатор метиловый оранжевый (300 см^3); *15* — ловушка для аммиака объемом 500 см^3; *16* — силикагель; *17* — первая ловушка осушения объемом 200 см^3; *18* — вторая ловушка осушения объемом 120 см^3; *19* — силикагель (20 см^3); *20* — безводный хлорид кальция (100 см^3); *21* — ловушка для выделяющегося диоксида углерода; *22* — смесь натровой извести и соды-талька (80 г); *23* — колонка для поглощения диоксида углерода объемом 120 см^3; *24* — безводный хлорид кальция; *25* — колонка для поглощения воды объемом 120 см^3

Рисунок В.1 — Пример схемы испытательной установки с использованием электрообогреваемой емкости для компостирования

Приложение С
(справочное)

Вывод формул для вычисления степени биоразложения с использованием количества выделившегося диоксида углерода

Количество выделившегося диоксида углерода определяют путем измерения увеличения массы ловушки для выделяющегося диоксида углерода (см. приложение А). Выделяющийся диоксид углерода количественно реагирует с гидроксидом натрия и гидроксидом кальция, содержащимися в абсорбенте в ловушке, реакция описывается следующими уравнениями:

$$CO_2 + 2NaOH \rightarrow Na_2CO_3 + H_2O; \quad (C.1)$$

$$CO_2 + Ca(OH)_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O. \quad (C.2)$$

Количество выделившегося диоксида углерода в каждый интервал измерения вычисляют по формуле

$$\Sigma(CO_2)_T^t = (CO_2)_T^{t=t} - (CO_2)_T^{t=0}, \quad (C.3)$$

где $\Sigma(CO_2)_T^t$ — суммарное количество диоксида углерода, выделившегося в емкость для испытания V_T между началом испытания и временем t, г;

$(CO_2)_T^{t=t}$ и $(CO_2)_T^{t=0}$ — масса ловушки для диоксида углерода в начале испытания и в момент времени t, соответственно.

Таким же образом вычисляют $\Sigma(CO_2)_R^t$ и $\Sigma(CO_2)_B^t$, используя суммарное количество диоксида углерода, выделившегося в емкость для контрольного материала и в емкость для контрольной пробы соответственно.

Степень биоразложения D_t, %, для каждой емкости V_T вычисляют, используя количество диоксида углерода, выделившегося в каждый интервал измерения, по формуле

$$D_t = \frac{\Sigma(CO_2)_T^t - \Sigma(CO_2)_B^t}{ThCO_2} \cdot 100, \quad (C.4)$$

где $\Sigma(CO_2)_T^t$ — суммарное количество диоксида углерода, выделившегося в емкость для испытания V_T между началом испытания и временем t, г;

$\Sigma(CO_2)_B^t$ — среднее суммарное количество диоксида углерода, выделившегося в емкости для контрольной пробы между началом испытания и временем t, г;

$ThCO_2$ — теоретическое количество диоксида углерода, выделяемого из испытуемого материала, г.

Таким же образом вычисляют степень биоразложения D_t для каждой емкости V_R.

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 11721-1	—	*
ISO 14855-1	MOD	ГОСТ Р 57224—2016 (ИСО 14855-1:2012) «Пластмассы. Определение способности к полному аэробному биологическому разложению и распаду в контролируемых условиях компостирования. Метод с применением анализа выделяемого диоксида углерода. Часть 1. Общий метод»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

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

- MOD — модифицированный стандарт.

Библиография

[1] ISO 5663, Water quality — Determination of Kjeldahl nitrogen — Method after mineralization with selenium

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

[3] Uematsu S., Murakami A., Hiyoshi K., Tsukamoto Y., Saida H., Tsuji M. Accurate and Easy Evaluation of Aerobic Microbial Degradability of Biodegradable Plastics under Controlled Soil. Polymer Reprints. 2002, 43 (2) pp. 930—931

[4] Hoshino A., Tsuji M., Itoh M., Momochi M., Mizutani A., Takakuwa K. Study of Aerobic Biodegradability of Plastic Materials under Controlled Compost. In: Biodegradable Polymers and Plastics, (Chielline E., & Solaro R. eds.). Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2003, pp. 47—54

[5] Kunioka M., Ninomiya F., Funabashi M. Biodegradation of poly(lactic acid) powders proposed as the reference test materials for the international standard of biodegradation evaluation methods. Polym. Degrad. Stabil. 2006, 91 pp. 1919—1928

[6] Uematsu S., Kunioka M., Funabashi M., Weng Y., Verma S.K., Sadocco P. Determination of the Ultimate Aerobic Biodegradation of Plastic Materials by Gravimetric Analysis of Evolved Carbon Dioxide under Controlled Composting Conditions — Round-Robin Test for Conflrmation of ISO/DIS 14855-2, in Preprints of the 2nd International Conference of Technology and Application of Biodegradable and Biobased Plastics, Hangzhou (China), ICTABP2, 2006, pp. 224—233

УДК 678.686.001.4:006.354 ОКС 83.080.01

Ключевые слова: пластмассы, определение способности к аэробному биологическому разложению, диоксид углерода, гравиметрическое измерение, степень биоразложения

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 28.05.2024. Подписано в печать 03.06.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,90.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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