



中华人民共和国国家标准

GB/T 19277.2—2013/ISO 14855-2:2007

受控堆肥条件下材料最终需氧生物 分解能力的测定 采用测定释放的 二氧化碳的方法 第2部分：用重量 分析法测定实验室条件下二氧化碳的 释放量

**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**

(ISO 14855-2:2007, IDT)

2013-09-06 发布

2014-01-31 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 19277《受控堆肥条件下材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定释放的二氧化碳的方法》分为以下部分：

——第1部分：通用方法；

——第2部分：用重量分析法测定实验室条件下二氧化碳的释放量。

本部分为GB/T 19277的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用ISO 14855-2:2007《受控堆肥条件下材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定释放的二氧化碳的方法 第2部分：用重量分析法测定实验室条件下二氧化碳的释放量》。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 19277.1—2011 受控堆肥条件下材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定释放的二氧化碳的方法 第1部分：通用方法(ISO 14855-1:2005, IDT)。

本部分由全国生物基材料及降解制品标准化技术委员会(SAC/TC 380)归口。

本部分起草单位：苏州汉丰新材料有限公司、北京工商大学轻工业塑料加工应用研究所、深圳市万达杰塑料制品有限公司、国家塑料制品质量监督检验中心(北京)。

本部分主要起草人：靳玉娟、姜凯、黄祥秋、陈明兴、魏文昌、李宇义。

引 言

废旧塑料管理在全世界范围内是一个严重的问题。塑料回收技术包括材料回收(机械回收、化学或粗料回收、生物或有机回收)和能源回收(热能、蒸汽能或电能作为化石燃料和其他燃料资源的替代品)。生物分解塑料的使用是一种有价值的可进行回收的选择(生物或有机回收)。

一些测量塑料最终需氧/厌氧生物分解能力的国际标准已经公开发布。特别是,ISO 14855-1 通过使用连续红外分析、气相色谱或滴定等方法测定二氧化碳释放量,是一种通用的测试方法。ISO 14855-1:2005 已被等同采用为我国标准 GB/T 19277.1—2011。与 GB/T 19277.1—2011 相比,本部分中使用的堆肥接种物与试验样品的比例为 1:10。为了确保堆肥接种物的活性,向接种物中混入惰性材料,以便使混合物具有与土壤相同的质地。通过二氧化碳吸收装置来测定实验容器释放的二氧化碳含量,然后对吸收剂做重量分析。ISO 14855 采用封闭系统收集释放的二氧化碳,可通过同位素标定方法来研究获取有用信息,包括共聚物分子结构分解的方式等。

警告:废水、活性污泥、土壤和堆肥中可能含有潜在致病菌,因此,处理时应采取适当的防护措施。处理毒性试验化合物或性质未知的化合物时须特别小心。

受控堆肥条件下材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定释放的二氧化碳的方法 第2部分：用重量分析法测定实验室条件下二氧化碳的释放量

1 范围

GB/T 19277 的本部分规定了一种测试方法,用于将材料在受控堆肥化条件下,通过测定其排放的二氧化碳量来确定其最终需氧生物分解能力。这种方法通过调节堆肥容器中的湿度、需氧浓度和温度等条件,达到最佳的生物分解速率。

本部分适用于以下材料:

- 天然和/或合成聚合物,共聚物及它们的混合物;
- 含有如增塑剂、颜料等添加物的塑料;
- 水溶性聚合物;
- 在实验条件下,不会抑制接种物中微生物活性的材料。

如果试验材料对接种物中微生物有抑制作用,可以使用其他类型的腐熟堆肥或预曝置堆肥。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 5663 水质 凯氏定氮法 硒矿化作用法(Water quality—Determination of Kjeldahl nitrogen—Method after mineralization with selenium)

ISO 8245 水质 总有机碳(TOC)和溶解有机碳(DOC)的测定指南(Water quality—Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC))

ISO 11721-1 纺织品 纤维素纺织品耐微生物性的测定 土埋试验 第1部分:防腐处理的评定(Textiles—Determination of resistance of cellulose-containing textiles to micro-organisms—Soil burial test—Part 1: Assessment of rot-retardant finishing)

ISO 14855-1 受控堆肥条件下材料最终需氧生物分解能力的测定 测定释放的二氧化碳的方法 第1部分:通用方法(Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions—Method by analysis of evolved carbon dioxide—Part 1: General method)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

堆肥 compost

混合物生物分解得到的有机土壤调节剂。该混合物主要由植物残余组成,有时也含有一些有机材料和一定的无机物。

3.2

堆肥化 composting

产生堆肥的一种需氧处理方法。

3.3

总干固体 total dry solids

将已知体积的材料或堆肥在 105 °C 温度下干燥至恒量所得到的固体量。

3.4

挥发性固体 volatile solids

将已知体积的材料或堆肥的总干固体量减去在 550 °C 温度下焚烧后得到的残留固体量所得的差。

注:挥发性固体含量用于表征材料的有机物含量。

3.5

最终需氧生物分解 ultimate aerobic biodegradation

在有氧条件下,有机化合物被微生物分解为二氧化碳(CO₂)、水(H₂O)及其所含元素的矿化无机盐以及新的生物质。

3.6

二氧化碳理论释放量 theoretical amount of evolved carbon dioxide

$m(\text{ThCO}_2)$

试验材料完全氧化时所能生成的二氧化碳理论最大值,可由分子式计算得到,以每克或每毫克试验材料释放出的二氧化碳的毫克数表示(mg/g 或 mg 试验材料)。

3.7

迟滞阶段 lag phase

从试验开始一直到微生物适应(或选定了)分解物,并且试验材料的生物分解程度已经增加至最大生物分解率 10% 时所需要的天数。

3.8

最大生物分解率 maximum level of biodegradation

试验中,试验材料不再发生生物分解时的生物分解程度,以百分率表示。

3.9

生物分解阶段 biodegradation phase

从迟滞阶段结束至达到最大生物分解率的 90% 时所需的天数。

3.10

平稳阶段 plateau phase

从生物分解阶段结束至试验结束时所需的天数。

3.11

预曝置 pre-exposure

为提高接种物通过适应(选定)微生物而生物分解试验材料的能力,试验中在试验材料存在下对接种物进行预培养。

3.12

预处理 pre-conditioning

为使微生物适应试验环境提高试验效果,后续试验中在无试验材料存在情况下对接种物进行预

培养。

3.13

持水率 water-holding capacity; WHC

水饱和和土壤蒸发出来的水质量,即土壤在 105℃ 下恒温干燥至恒重时的水质量除以干燥土壤的质量。

4 原理

本方法通过控制堆肥容器的湿度、通氧率和温度,测定计算腐熟堆肥条件下试验材料的生物分解速率。本方法也旨在使用小型反应器测定试验材料的最终生物分解能力。通过称量装有钠石灰和钠滑石的吸收装置来测量二氧化碳的释放量,以定期测定计算分解率。

试验材料由来自腐熟堆肥的接种物和惰性材料如海沙混合而成。海沙在保湿和保持生物活性方面发挥积极作用。合适的试验方法示例见附录 A 和附录 B。定期用电子天平称量二氧化碳释放量,用以下方法测定二氧化碳含量。由二氧化碳释放量计算生物分解率的推导公式参见附录 C。在本方法中,通过比较二氧化碳释放量与二氧化碳理论释放量 [$m(\text{ThCO}_2)$] 得到材料的生物分解率(以百分率表示)。

当生物分解达到平稳阶段时结束试验。终止的标准时间为 45 d,但试验也可持续达 180 d。

5 试剂

使用分析级试剂。使用去离子水。

- 5.1 钠石灰,用于吸收二氧化碳,粒径在 2 mm~4 mm。
- 5.2 无水氯化钙,用于吸收水,粒径在 2 mm~3 mm。
- 5.3 滑石粉填充的氢氧化钠(通常叫做钠滑石),用于吸收二氧化碳,粒径在 2 mm~3 mm。
- 5.4 硅胶(含湿度计),用于吸收水,粒径在 2 mm~4 mm。
- 5.5 海沙,粒径在 0.169 cm~0.224 cm(20 目~35 目)。
- 5.6 参比材料:使用薄层色谱级(TLC)微晶纤维素作为正控制参比材料,粒度小于 20 μm。

6 仪器

确定所有的器皿完全清洗干净,尤其不能附着任何有机物或毒性物质。

6.1 供气系统

能够向每一个堆肥容器输送无二氧化碳、水饱和的空气。该空气由压缩空气通过装有钠石灰和水的二氧化碳吸收装置和加湿装置后获得(示例见附录 A 和附录 B)。空气流量由流量计控制,以提供充分的需氧条件。

6.2 堆肥容器

采用瓶状或柱状容器,保证组分中饱和水、无二氧化碳空气的供应。最佳容积为 500 mL。如果试验要求测定试验材料的质量损失,则应称取每一个堆肥容器的空重。

6.3 测定二氧化碳的分析仪器

本仪器能够根据二氧化碳吸收装置质量的变化,直接测定二氧化碳量。二氧化碳吸收装置由填充

钠石灰、钠滑石和无水氯化钙的容器组成。填充氯化钙的容器最好与填充钠石灰以及钠滑石的容器分开(示例见附录 A 和附录 B)。在堆肥容器与二氧化碳吸收装置之间,需要氨吸收装置(稀硫酸)和水吸收装置(硅胶和氯化钙)。

6.4 气密管

用于连接堆肥容器与空气系统和二氧化碳测量系统。

6.5 pH 计

用于测定试验混合物的 pH 值。其精度不大于 0.1。

6.6 分析设备

用于测定干固量(在 105 °C)、挥发性固体(在 550 °C)和总有机碳(TOC),用于材料的元素分析。必要时,还需要测定溶解无机碳(DIC)、挥发性脂肪酸、空气中氧含量、水含量和总氮含量。

6.7 天平

用于定期测定二氧化碳吸收装置的质量(目的是测定二氧化碳释放量),以及盛放堆肥和试验材料的堆肥容器的质量。推荐使用顶部加载显示精度为 10 mg、量程为 500 g 的电子天平。

6.8 恒温控制单元

用于保证试验期间堆肥容器的温度可控(示例见附录 A 和附录 B)。堆肥容器的温度应维持在恒定值 ± 2 °C。

6.9 堆肥生物反应器

可使用聚丙烯或其他材质的带盖箱子作为堆肥生物反应器,箱子尺寸应便于搅拌组分。使用带盖箱子避免水分过度蒸发。沿盖子中心线等间距打 3 个直径为 10 mm 的孔。通过这 3 个孔,可使箱体内外的气体得以交换,并且多余水分得以逐渐蒸发。

7 试验步骤

7.1 接种物制备

正常运行的需氧堆肥装置产生的充分曝气的堆肥可以用作接种物。接种物应均匀、没有大的惰性物质,比如玻璃、石块、金属件。手工去除这些杂质后用孔径 3 mm 的筛子将堆肥进行筛选。

堆肥可按如下步骤制得。将刨花、木屑、菇床、谷壳或稻草作为碳源。加入牲畜粪便作为堆肥微生物和矿化无机盐养分源。将以上材料置于体积约为 1 m³ 的容器中并混合均匀。要求堆肥的碳氮比(C/N)为 15,碳磷比(C/P)为 30。当含磷量不足时,可用过磷酸钙来补充。加水使水分含量为 65%。C/N、C/P 和水分含量可以根据季节变化和气候差异,由经验调整为合适的数值。每周将堆肥从容器中取出,在重新将堆肥放入容器继续试验前,将堆肥进行翻转并在需要时补水。堆肥的最佳使用时间为 60 d~120 d。

一般选用未经曝光的接种物,尤其是在真正的堆肥设备中模拟生物分解行为的标准试验情况下。有时根据试验目的,也可以使用预曝光堆肥,只要在试验报告中明确说明(比如:生物分解百分率=X%,使用预曝光堆肥),并且在试验报告中详细介绍预曝置的方法。

测定堆肥接种物中的总干固体和挥发性固体的总量。总干固体量应当是湿固体量的 35%~55%,挥发性固体量超过干固体量的 30%。必要时,在使用堆肥前通过加水,或进行适当的干燥(比如用干燥

空气对堆肥进行曝气处理),从而对水分含量进行适当调节。

制备 1 份接种物与 5 份去离子水的混合液,将它们充分振荡均匀后立即测 pH 值,其值应在 7.0~9.0。

为了进一步表征接种物,可以在试验开始和结束时另外再有选择地确定一些合适的参数,如总有机碳、总氮或脂肪酸含量。

在试验期间用生物分解参比材料,再测定空白容器释放的二氧化碳,从而来检验接种物活性。在试验结束时,参比材料应至少分解 70%。在试验开始的 10 d 内,空白容器内的接种物相对每克挥发性固体产生的二氧化碳大约为 50 mg~150 mg。如果二氧化碳释放量过高,则堆肥应当曝气几天,再用于新的试验。

7.2 准备海沙

将海沙浸泡在自来水中。通过沉淀的方式除去漂浮杂质,充分冲洗海沙,排干水分并在 105 °C 左右将其烘干。

注:海沙是一种 SiO₂ 含量超过 90% 的惰性物质。其在维持适当水分含量和支持微生物生长方面起重要作用。

7.3 准备试验材料和参比材料

按照 ISO 8245 测定试验材料和参比材料的总有机碳(TOC),以每克总干固体的总有机碳的克数来表示。或者,如果材料不含有无机碳,则可以用元素分析法测定其含碳量。试验材料应含有足够的有机碳,以便产生适合测定所需的二氧化碳。一般每个容器 10 g 总干固体至少含有 4 g 总有机碳。

试验材料最好为粉末状,但是也可以使用小片薄膜或成型制品的碎片。推荐的颗粒最大粒径为 250 μm。

7.4 开始试验

至少准备下列数量的堆肥容器:

- a) 2 个装试验混合物的试验容器(V_T);
- b) 2 个空白容器(V_B);
- c) 2 个用参比材料检验接种物活性的容器(V_R)。

试验材料和接种物的试验混合物的量,取决于试验材料的性质和堆肥容器的尺寸。接种物的总干固体与试验材料的总干固体比大约为 6:1。如果加入惰性材料,则不考虑该比例。试验混合物应当具有与接种物相同的水分含量。试验混合物的水分含量应当设定在试验混合物持水量(WHC)的 80%~90%。每个试验容器中应放置相同数量总干固体的接种物。

典型试验中,准备容积为 500 mL 的带盖容器,称取含 60 g 总干固体的接种物,加入足量水使水分含量为 65%。混合均匀,将堆肥在室温下放置 24 h。称取 320 g 海沙,加入水使其水分含量为 15%,然后将堆肥与作为惰性材料的海沙混合均匀。向混合物中加入 10 g(干重)试验材料,混合均匀。轻轻触碰有土壤的感觉。如有必要,根据 ISO 11721-1 测量试验混合物的 WHC,可适当加水或用干燥空气进行曝气处理来调节混合物的水分含量约为 WHC 的 90%。将混合物装入堆肥容器。如果将蛭石作为惰性材料,按照 ISO 14855-1 来准备。

当使用保存在冷库里的腐熟堆肥作为接种物时,使用前需要对堆肥进行预处理。典型试验中,将含 60 g 总干固体的腐熟堆肥装入堆肥生物反应器,通过加水使堆肥的水分含量约为持水率的 110%。混合均匀后,在室温下放置 24 h,然后再在 58 °C 培养 24 h。加入与腐熟堆肥相同体积的海沙(干重约 320 g),混合均匀。加入前将海沙的水分含量调节为 15%(海沙的持水量)。如有必要,加入 10 g 六水合磷酸镁铵作为氮源。将混合物装入堆肥生物反应器,58 °C 培养一周。为维持曝气条件,并使多余水分蒸发,每天将混合物搅拌数次,一次 10 min。一周后,将混合物的水分含量调整到持水量的 90%。混

合物的最终质量应为 550 g,但可能因使用堆肥的不同(不同堆肥的持水量不同)导致其最终质量有变化。向混合物中加入 10 g 试验材料(干重)并混合均匀,装入堆肥容器。

当执行 ISO 14855-1 生物分解试验时,应该按照 ISO 14855-1 使用水分含量约为 50% 的腐熟堆肥。每个堆肥容器中装入 120 g 腐熟堆肥,其中含 60 g 总干固体。向腐熟堆肥中加入 10 g 试验材料(干重)并混合均匀。将混合物装入堆肥容器。如果试验混合物干燥过快,将含水的惰性材料连同混合物一起装入容器。但是,含水材料不能与试验混合物进行混合。

从接种物和试验材料的总有机碳(TOC)可以计算出有机碳含量。用试验混合物的代表性试样可以测定总氮含量(采用 ISO 5663 规定的凯氏法测定)。

将堆肥容器放置在 $58\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的试验环境中,用水饱和、没有二氧化碳的空气进行曝气。这些条件可以通过将空气先后通入盛有钠石灰的二氧化碳吸收装置和盛有水的加湿器来满足(见附录 A 和附录 B)。通过调节使通过每个堆肥容器的空气流量相同,并在 $10\text{ mL/min}\sim 30\text{ mL/min}$ 。

应当采用足够大的空气流量,以保证在整个试验期间每一个堆肥容器都能维持曝气条件。应当定期用洗瓶或皂泡流量计检查每一个出口的空气流量。

参比材料的处理方法与试验材料的处理方法相同。空白容器只含接种物和海沙。空白容器与试验材料容器中接种物和海沙的量应当相等。

7.5 二氧化碳释放量测定

将 1 mol/L 硫酸装入氨吸收瓶,以去除堆肥容器逸出气体中的氨。将硅胶和无水氯化钙分别装入两个除水装置中。将二氧化碳吸收剂和吸水剂分别装入二氧化碳吸收装置和除水装置中。二氧化碳吸收剂优选相同数量的钠石灰与钠滑石的混合物。吸水剂优选无水氯化钙。用精度为 10 mg 的电子天平测定吸收装置的质量(2 个装置一起测定)。根据装置质量的增加测定二氧化碳释放量。

当二氧化碳吸收装置和吸水装置中试剂的吸收量达到其吸收能力的 80% 时,更换试剂。80 g 等量的钠石灰和钠滑石的混合物有能力吸收大约 15 g 二氧化碳。

7.6 接种阶段

在试验期间用二氧化碳吸收装置质量的变化测量每个堆肥容器排放气中的二氧化碳的含量。在生物分解阶段每天至少测量一次。在平稳阶段,每两天至少测量一次。

堆肥容器每周振荡一次,防止板结,保证微生物与试验材料充分接触。

应经常进行直观检查,保证堆肥容器中试验混合物的湿度适当,没有任何游离水或料块。一般,堆肥容器顶部没有冷凝水说明系统处于干燥状态。可以用适当的仪器测量水分含量,并将其保持在大约试验混合物持水量的 80%~90%。用湿空气或干空气可以调节系统至所需的水分含量。从进气口排水或加水可以使水分含量发生明显变化。

在堆肥容器每周振荡时及试验期结束时,应当记录堆肥性状直观观察结果,比如结构、水分含量、色泽、霉菌生成、排放气的气味以及试验材料的崩解程度。

堆肥周期不超过 180 d,温度要保持 $58\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。如果 180 d 后还能观测到试验材料有明显的生物分解现象,则试验期应当延长到恒定平稳阶段为止。如果平稳阶段提前出现,则可以缩短试验周期。

试验期间,如有必要,可向每个试验容器加入等量的堆肥来对其进行再接种。试验报告中应明确堆肥来源和再接种日期。

试验开始后,应定期测量 pH 值。

如果 pH 值低于 7.0,是因为容易分解的试验材料迅速分解使堆肥酸化,这会抑制材料的生物分解。此时,建议测量挥发性脂肪酸含量,检查堆肥容器中组分的酸化情况。如果每千克总干固体产生的挥发性脂肪酸含量超过 2 g,则由于酸化及微生物活性受到抑制,该试验必须视作无效。要防止酸化,可增加所有堆肥容器中堆肥的量,或者减少试验材料、增加堆肥或预曝置堆肥,再重复试验。

7.7 试验终止

如果要测定试验材料的质量损失,则在试验结束时重新称重每一个盛放混合物(堆肥、试样以及惰性材料,如海沙)的堆肥容器。从每个容器取出混合物,并测定总干固体和挥发性固体。

8 计算

8.1 试验材料二氧化碳理论释放量

按式(1)计算每个堆肥容器中试验材料产生的二氧化碳理论释放量 $m(\text{ThCO}_2)$,以克(g)表示:

$$m(\text{ThCO}_2) = m \times w_c \times 44/12 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m —— 试验容器中试验材料的质量,单位为克(g);
- w_c —— 试验材料的碳含量,由化学式或元素分析得出,以质量分数表示;
- 44 和 12 —— 分别表示二氧化碳的分子量和碳的原子量。

用同样方法计算每个容器中参比材料的理论二氧化碳释放量。

8.2 生物分解百分率

每个测量期间用式(2)根据累计放出的二氧化碳的量,计算每个试验容器 V_T 中试验材料生物分解百分率 D_t (%):

$$D_t = \frac{\sum m(\text{CO}_2)_T^t - \sum m(\text{CO}_2)_B^t}{m(\text{ThCO}_2)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $\sum m(\text{CO}_2)_T^t$ —— 试验开始到时间 t 时,每个试验容器 V_T 累计放出的二氧化碳量,单位为克(g);
- $\sum m(\text{CO}_2)_B^t$ —— 试验开始到时间 t 时,每个空白容器 V_B 累计放出的二氧化碳量平均值(两组空白容器的平均值),单位为克(g);
- $m(\text{ThCO}_2)$ —— 每个容器试验材料产生的二氧化碳理论释放量,单位为克(g)。

9 结果表示与解释

填好每天有关试验材料、参比材料和空白材料的测量值和计算值的表格。

将每一个含有试验材料和参比材料的堆肥容器及空白堆肥容器放出的累计二氧化碳释放量相对时间作曲线,作出试验材料和参比材料的生物分解曲线(生物分解百分率与时间的关系曲线)。如果各个测量值的偏差不超过 20%,则采用平均值,否则,作出每一个堆肥容器的生物分解曲线。

如果观察到平稳阶段,从生物分解曲线的平坦部分读取平均生物分解率值,将它标为最终试验结果。如果没有观察到平稳阶段,由试验结束时释放出的二氧化碳累积量来评估最终生物分解率值。

10 结果的有效性

只有试验符合下列事项,才可认为有效:

- a) 45 d 后参比材料的生物分解率超过 70%;
- b) 在试验结束时每个堆肥容器中参比材料生物分解百分率之间的相对偏差不超过 20%。

如果以上要求无法满足,用预处理或预曝置堆肥重新试验。

11 试验报告

试验报告应当列出所有有关资料,包括下列资料:

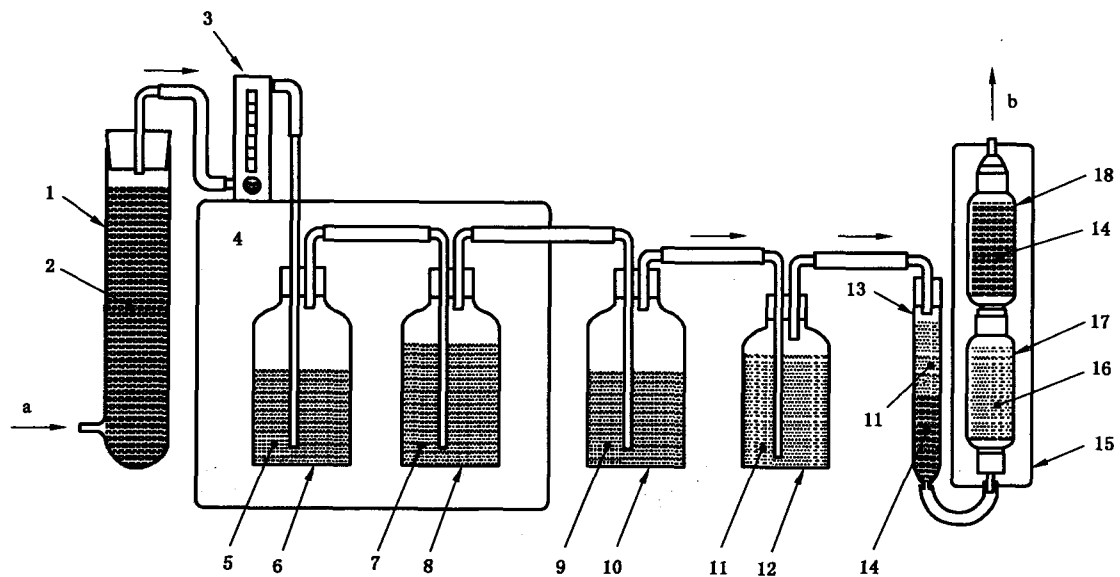
- a) 引用的标准(即 GB/T 19277 的本部分);
- b) 所有标识和描述试验材料所需的资料,比如:干固体含量、挥发性固体含量、有机碳含量、形状或外观;
- c) 标识和描述试验参比材料所需的任何资料及其有机碳含量;
- d) 堆肥容器的容积、接种物的量、放置其中的试验材料和参比材料、试验混合物搅拌的次数、重新培养的详情(如有必要);
- e) 堆肥的资料,比如来源、肥龄、接种日期、储存、处理、稳定、总干固体、挥发性固体、悬浮液的 pH 值、总氮含量或挥发性脂肪酸;
- f) 每一个堆肥容器测出的释放的二氧化碳和生物分解百分率及其平均值,可以采用图标形式,也可以采用曲线形式,以及试验材料和参比材料的最终生物分解程度和接种物的活性(空白容器 10 d 后产生的二氧化碳量);
- g) 在试验期间和试验结束后培养土和试验材料的直观的结果,如水分含量、霉菌生长、色泽、结构、气味、崩解程度以及物理测量值和/或照片;
- h) 在试验开始和试验结束后每一个堆肥容器的质量。如测量质量损失,则注明详细的质量损失情况;
- i) 试验结果不合格的理由;
- j) 如使用海沙或蛭石等惰性材料,则标明来源、类型和用量。

附录 A
(资料性附录)
试验基本原理

典型的试验装置如图 A.1 所示。它由 4 个基本部分组成：

- a) 装有试验材料和接种物混合物的堆肥容器；
- b) 保证能对试验材料进行精确曝气控制的供气系统(含二氧化碳吸收装置、流量计和加湿器)；
- c) 用于去除堆肥容器排气中氨、硫化氢、挥发性有机酸以及水的气体吸收系统；
- d) 用于重量分析的二氧化碳吸收系统。

将堆肥容器放置在 $58\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温培养器中。堆肥容器中的混合物应至少每周在另一容器中搅拌一次。补充水的相应质量损失并混合均匀,然后把混合物重新装入堆肥容器继续生物分解试验。将空气通过盛有钠石灰以及装有水的洗瓶得到的水饱和、没有二氧化碳的空气,通过流量计控制气体流速使其进入堆肥容器。堆肥容器排气中的氨、水以及挥发性有机酸分别用浓度为 1 mol/L 的硫酸、硅胶以及无水氯化钙去除。气体中的二氧化碳被含钠石灰、钠滑石以及无水氯化钙的吸收装置以碳酸钠和水(二氧化碳气体与氢氧化钠反应)的形式吸收。各种吸收装置的残余吸收能力可以通过指示剂颜色的变化或吸收剂质量的变化进行监测。



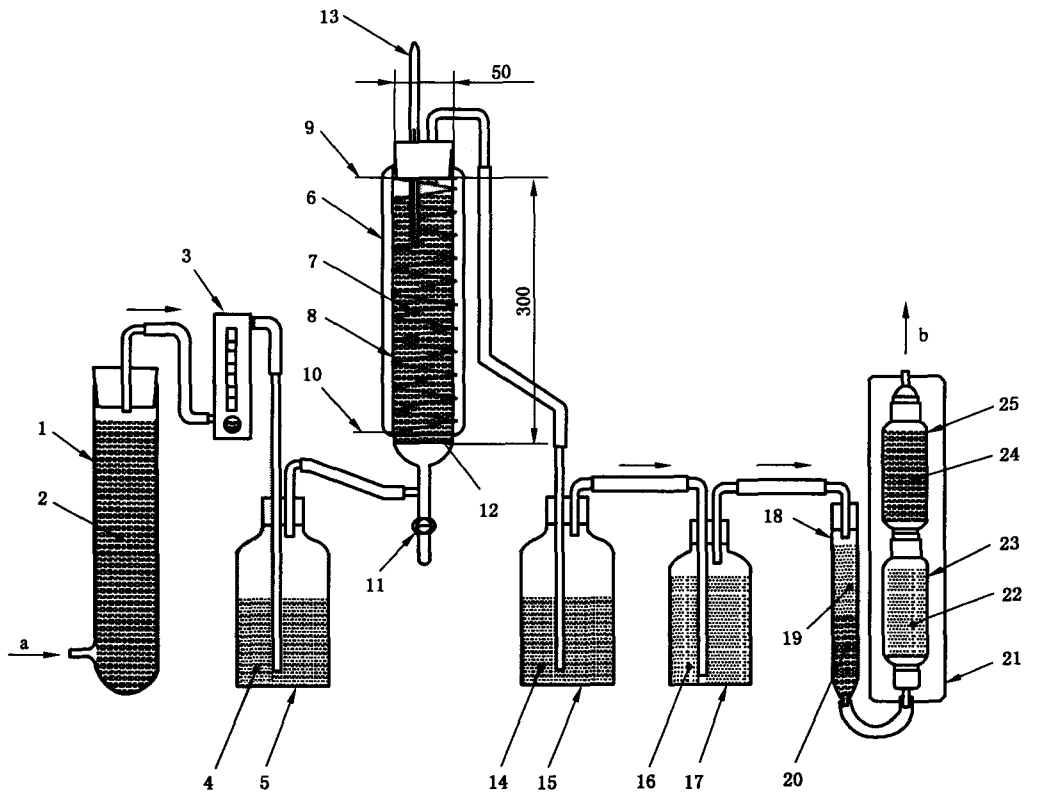
- | | |
|--------------------------------------|------------------|
| 1——二氧化碳吸收装置； | 11——硅胶； |
| 2——钠石灰； | 12——除湿装置 1； |
| 3——控制流量计； | 13——除湿装置 2； |
| 4——恒温培养器； | 14——无水氯化钙； |
| 5——水； | 15——释放的二氧化碳吸收装置； |
| 6——加湿器； | 16——钠石灰和钠滑石的混合物； |
| 7——堆肥、试验材料和海沙的混合物； | 17——二氧化碳吸收塔； |
| 8——堆肥容器； | 18——水吸收塔； |
| 9——浓度为 1 mol/L 的含甲基橙指示剂的硫酸； | a 气体入口； |
| 10——氨吸收装置； | b 气体出口。 |

图 A.1 采用培养器的试验系统示例

附录 B
(资料性附录)

电加热堆肥容器仪器示例

试验装置(图 B.1)的操作原则与附录 A 相同,但堆肥容器的设计可以使试验比正常情况下的持续时间更长。电加热器的主要优点是它不需要在水浴中保持恒温。堆肥容器不在培养器内使得试验混合物的处理变得简单。除湿装置 2(图 B.1 中 18)和水吸收装置(25)可以持续使用一年。除湿装置 1(17)和二氧化碳吸收塔(23)在 45 d 的正常试验周期中要更换若干次。



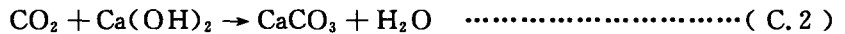
- | | |
|-------------------------------------|--------------------------|
| 1——1 000 mL 二氧化碳吸收装置; | 15——500 mL 氨吸收装置; |
| 2——1 000 g 钠石灰; | 16——硅胶; |
| 3——带流量控制器的流量计; | 17——除湿装置 1; |
| 4——300 mL 水; | 18——除湿装置 2; |
| 5——500 mL 容积的加湿器; | 19——体积 20 mL 的硅胶; |
| 6——500 mL 容积的玻璃堆肥容器; | 20——体积 100 mL 的无水氯化钙; |
| 7——堆肥、试验材料和海沙的混合物; | 21——释放的二氧化碳吸收装置; |
| 8——隔热材料; | 22——80 g 钠石灰和钠滑石的混合物; |
| 9——电子加热器的顶部; | 23——体积 120 mL 的二氧化碳吸收装置; |
| 10——电子加热器的底部; | 24——无水氯化钙; |
| 11——玻璃旋塞(用于堆肥容器排水); | 25——体积 120 mL 的水吸收装置; |
| 12——PTFE(聚四氟乙烯)过滤器的支撑物; | a 气体入口; |
| 13——温度传感器; | b 气体出口。 |
| 14——300 mL 浓度为 1 mol/L 的含甲基橙指示剂的硫酸; | |

图 B.1 采用电热堆肥容器的试验系统示例

附录 C
(资料性附录)

由二氧化碳释放量计算生物分解率值的推导公式

二氧化碳释放量可以通过测量二氧化碳捕获器的质量增加量来计算(见附录 A)。释放的二氧化碳与捕获器中的氢氧化钠和氢氧化钙发生反应,反应方程式如下:



每个测量间隙用式(C.3)计算释放的二氧化碳量:

$$\Sigma m(\text{CO}_2)_T^t = m(\text{CO}_2)_T^{t'} - m(\text{CO}_2)_T^{t=0} \quad \dots\dots\dots(\text{C.3})$$

式中:

$\Sigma m(\text{CO}_2)_T^t$ ——从试验开始到时间 t 时,试验容器 V_T 累计释放的二氧化碳量,单位为克(g);

$m(\text{CO}_2)_T^{t=0}$ 与 $m(\text{CO}_2)_T^{t'}$ 分别是试验开始和时间 t 时二氧化碳吸收装置的质量,单位为克(g)。

计算参比容器和空白容器的二氧化碳释放量时,分别用相同的方法计算 $\Sigma m(\text{CO}_2)_R$ 与 $\Sigma m(\text{CO}_2)_B$ 。

用式(C.4),通过测量二氧化碳释放量计算每个试验容器 V_T 的生物分解百分率 D_t ,以%表示:

$$D_t = \frac{\Sigma m(\text{CO}_2)_T^t - \Sigma m(\text{CO}_2)_B^t}{m(\text{ThCO}_2)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{C.4})$$

式中:

$\Sigma m(\text{CO}_2)_T^t$ ——从试验开始到时间 t 时,试验容器累计释放的二氧化碳量,单位为克(g);

$\Sigma m(\text{CO}_2)_B^t$ ——从试验开始到时间 t 时,空白容器累计释放的二氧化碳量,单位为克(g);

$m(\text{ThCO}_2)$ ——每个试验容器理论二氧化碳释放量,单位为克(g)。

使用同样方法计算每个容器 V_R 的生物分解百分率 D_t 。

参 考 文 献

[1] UEMATSU, S. , MURAKAMI, A. , HIYOSHI, K. , TSUKAMOTO, Y. , SAIDA, H. , TSUJI, M. , and HOSHINO, A. , Accurate and Easy Evaluation of Aerobic Microbial Degradability of Bio-degradable Plastics under Controlled Soil, *Polymer Reprints*, 2002, 43(2) , pp. 930-931.

[2] HOSHINO, A. , TSUJI, M. , ITOH, M. , MOMOCHI, M. , MIZUTANI, A. , TAKAKUWA , K. , HIGO, S. , SAWADA, H. , and UEMATSU, S. , Study of Aerobic Biodegradability of Plastic Materials under Controlled Compost, in *Biodegradable Polymers and Plastics*, Eds. Chielline, E. , and Solaro, R. , Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2003, pp. 47-54

[3] KUNIOKA, M. , NINOMIYA, F. , and FUNABASHI, M. , Biodegradation of poly (lactic acid) powders proposed as the reference test materials for the international standard of biodegradation evaluation methods, *Polymer Degradation and Stability*, 2006, 91, pp. 1919-1928

[4] UEMATSU, S. , KUNIOKA, M. , FUNABASHI, M. , WENG, Y. , VERMA, S. K. , SA-DOCCO, P. , VERSTICHEL, S. , EKENDAHL, S. , NARAYAN, R. , and HOSHINO, A. , Determination of the Ultimate Aerobic Biodegradation of Plastic Materials by Gravimetric Analysis of Evolved Carbon Dioxide under Controlled Composting Conditions—Round—Robin Test for Confirmation 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
