



中华人民共和国国家标准

GB/T 38787—2020/ISO 10210:2012

塑料 材料生物分解试验用样品制备方法

Plastics—Methods for the preparation of samples for biodegradation testing
of plastic materials

(ISO 10210:2012, IDT)

2020-04-28 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 10210:2012《塑料 材料生物分解试验用样品制备方法》。

与本标准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 2035—2008 塑料术语及定义(ISO 472:1999, IDT)；
- GB/T 19276.1—2003 水性培养液中材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定密闭呼吸计中需氧量的方法(ISO 14851:1999, IDT)；
- GB/T 19276.2—2003 水性培养液中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(ISO 14852:1999, IDT)；
- GB/T 32106—2015 塑料 在水性培养液中最终厌氧生物分解能力的测定 通过测量生物气体产物的方法(ISO 14853:2005, IDT)；
- 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 14855-1:1999, IDT)；
- GB/T 19277.2—2013 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(ISO 14855-2:2007, IDT)；
- GB/T 33797—2017 塑料 在高固体份堆肥条件下最终厌氧生物分解能力的测定 采用分析测定释放生物气体的方法(ISO 15985:2014, IDT)；
- GB/T 28206—2011 可堆肥塑料技术要求(ISO 17088:2008, IDT)；
- GB/T 22047—2008 土壤中塑料材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定密闭呼吸计中需氧量或测定释放的二氧化碳的方法(ISO 17556:2003, IDT)。

本标准做了下列编辑性修改：

- 附录 D 增加了与 ISO 标准对应的国家标准编号。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国生物基材料及降解制品标准化技术委员会(SAC/TC 380)提出并归口。

本标准起草单位：北京工商大学、浙江钧科新材料有限公司、宁波家联科技股份有限公司、南京五瑞生物降解新材料研究院有限公司、彤程化学(中国)有限公司、国家塑料制品质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人：张敏、胡晶、李字义、陈小杰、周义刚、陈昌平、赵燕超。

引 言

塑料回收技术包括材料回收再利用、有机物质回收再利用和能量回收。使用生物分解塑料是有机回收再利用方面最有价值的回收途径之一。

一些测定塑料材料在水介质、活性污泥、堆肥、消化污泥和土壤中的最终有氧和厌氧生物分解性能的国际标准已经发布。这些标准包括 ISO 14851、ISO 14852、ISO 14853、ISO 14855-1、ISO 14855-2、ISO 15985 以及 ISO 17556。由于试验条件的差别,即便使用相同样品,标准使用者可能也很难比较测试过程中的生物分解性。这些差别可能是由于堆肥的准备、试验准备方法、试样的形状和/或尺寸等引起的。相同塑料材料生物分解性能数据的精确比较很难实现,除非精确执行标准中详细规定的条件。

上述标准要达到一致性,一个统一的试验样品制备方法是很重要的。本标准中描述的方法为塑料材料生物分解试验中试样的制备技术,提供了一种一致的方法。

塑料 材料生物分解试验用样品制备方法

警示——本标准的应用可能涉及有危险的材料、操作和设备。本标准并不意图解决其使用中可能相关的所有安全问题。本标准的使用者有责任预先制定适当的安全和健康防护措施,并确定相关标准限制的适用范围。

1 范围

本标准描述了用于测试在水介质、活性污泥、堆肥、消化污泥和土壤中的最终有氧和厌氧生物分解性能用试验样品的制备方法。目的是达到试验样品的尺寸一致性,从而提高制品最终生物分解性能测试的过程中,试验结果的可重复性。

这些方法适用于以下材料:

- 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、颜料等添加剂的塑料材料;
- 含有有机或无机填料的塑料复合材料;
- 上述材料制成的制品。

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 472 塑料术语及定义(Plastics—Vocabulary)

ISO 3310-1 试验筛 技术要求和试验 第1部分:金属丝编织网试验筛(Test sieves—Technical requirements and testing—Part 1: Test sieves of metal wire cloth)

ISO 14851 水性培养液中材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定密闭呼吸计中需氧量的方法(Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium—Method by measuring the oxygen demand in a closed respirometer)

ISO 14852 水性培养液中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(Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous medium—Method by analysis of evolved carbon dioxide)

ISO 14853 塑料 在水性培养液中最终厌氧生物分解能力的测定 通过测量生物气体产物的方法(Plastics—Determination of the ultimate anaerobic biodegradation of plastic materials in anaerobic system—Method by measurement of biogas production)

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 采用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)

ISO 14855-2 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 labora-

tory-scale test)

ISO 15985 塑料 在高固体份堆肥条件下最终厌氧生物分解能力的测定 采用分析测定释放生物气体的方法(Plastics—Determination of the ultimate anaerobic biodegradation and disintegration under high solids anaerobic digestion conditions—Method by analysis of released biogas)

ISO 17088 可堆肥塑料技术要求(Specifications for compostable plastics)

ISO 17556 塑料 采用测定密闭呼吸计中需氧量或测定释放的二氧化碳的方法测定土壤中塑料材料最终需氧生物分解能力(Plastics—Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastics materials in soil by measuring the oxygen demand in a respirometer or the amount of carbon dioxide evolved)

3 术语和定义

ISO 472 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

筛子 sieve

规定孔径的丝网。

3.2

块状材料 bulk material

从聚合物制品或制品的零件上取下来的测试材料。

注：块状聚合物测试样品的尺寸约为 1 cm×1 cm×1 cm。

3.3

片材 sheet

同长度和宽度相比,厚度较小的薄平面制品。

注：片材的厚度通常为 0.5 mm 到 3 mm。

3.4

薄膜 film

同长度与宽度相比厚度极小,可随意限定最大厚度的薄而平的制品,通常按卷装提供。

注 1：不同国家和不同材料的任意厚度限定可以不同。

注 2：薄膜的厚度通常为 0.01 mm 到 0.3 mm。

3.5

粒料 pellet

在任意规定批内具有较均匀尺寸作模塑或挤出操作作用原料的预制模塑小粒。

注：粒料的平均直径范围可以从 1 mm 到 5 mm。

3.6

颗粒料 granule

采用切割、研磨、粉碎、沉淀和聚合等操作制得的尺寸和形状各异的较小的粒状物。

注 1：这些操作中,还会得到粉末状物质;在某些沉淀和聚合过程中,可产生珠状物质。

注 2：颗粒料的平均直径范围可以从 0.1 mm 到 3 mm。

3.7

粉料 powder

尺寸较颗粒料小的、非常细微的颗粒。

注：聚合物粉料颗粒的平均直径范围可以从 0.01 mm 到 0.1 mm。

3.8

试验材料 test material

在标准生物分解试验测试某一聚合物生物分解性能时,从其所用的试验样品中所取的材料。

4 原理

本标准中描述的方法,适用于制备在以下环境中进行聚合物材料生物分解试验的试验样品:

- 用在 ISO 14851 和 ISO 14852 中的水介质;
- 用在 ISO 14855-1 和 ISO 14855-2 中的腐熟堆肥;
- 用在 ISO 14853 和 ISO 15985 中的消化污泥;
- 用在 ISO 17556 中的实验室规模模拟埋土条件。

本方法为从聚合物粒料到最终产品的试验样品的制备提供一定程度的控制,将样品形状对生物分解试验结果的影响最小化。

试验材料的生物分解性能数据,应尽量准确和可重复。形成一致的试验数据的重要因素之一,是使用规定方法制得的有规定表面积的试验样品,从而提高试验样品与水介质、受控堆肥或消化污泥混合时的均匀度。用低温机械研磨或切割制备方法,不会改变试验材料的某些物理性质。在制备过程中,应避免或最小化试验材料结晶度、热历史或热分解等性质的改变。通常认为,当低温机械研磨或切割温度低于聚合物玻璃化转变温度时,聚合物试验材料的结晶度不会发生改变。

粉末样品的单位质量表面积,可以通过调整粒径来限定,粒径是生物分解试验过程中一个规定的参数。对于非常细小的颗粒,例如纳米微球,其性质可能会和粒径明显大的微粒不同,这可能会影响样品的生物分解率和试验结果的可比性。本标准中描述的方法,通过控制粒径,将生物分解试验中样品表面积变化的影响最小化。

5 试剂

5.1 固体二氧化碳

固体二氧化碳用于冷却和保持样品在机械粉碎的过程中处于低温,不要求分析级。

建议破碎固体二氧化碳的粒径为 1 mm~10 mm。

注:固体二氧化碳俗称干冰。

5.2 液氮

液氮用于冷却和保持样品在机械粉碎的过程中处于低温,不要求分析级。

6 仪器

所有的器皿应完全清洗干净,并确保没有任何有机或毒性物质附着。

6.1 筛子

样品粉料的粒径,通过不同尺寸的筛子去除过大或过小颗粒来控制。本标准使用 ISO 3310-1 中规定的孔径 250 μm (60 目)和孔径 125 μm (120 目)筛子。

6.2 转子研磨机

该类研磨机配有钝的旋转叶片和一个环筛,可将聚合物粒料、聚合物制品或其他样品机械地磨成粉料。

为避免刀具堵塞,推荐环筛的最小孔径大于 0.5 mm。样品粉末的精确再现性,主要依赖于筛子的尺寸。

6.3 旋转机械搅拌器

该类搅拌器配有机械旋转叶片,可将聚合物粒料、聚合物制品或其他样品机械地碎成粉料。
推荐使用配有钛合金叶片的旋转机械搅拌器,因为该叶片不会碎裂并污染样品粉末。
也可以使用配有不锈钢叶片的旋转机械搅拌器。

6.4 球磨机

该类研磨机配有一个装有若干金属或陶瓷球的转筒,可将制品磨碎至较小尺寸。
当使用液氮作为内部添加的制冷剂时,密闭的转筒需同时外部冷却,以消除装置内积聚的压力。

6.5 振筛机

建议使用自动振筛机来分离研磨后的试验样品粉末。一个自动筛振动器,可以容纳两个以上的筛,并且产生比手工用筛更一致的结果。

6.6 显微镜

用于测定研磨后的试验样品(见 7.2.3)的粒径分布。光学显微镜或扫描电子显微镜都可以使用,但是为了容易操作,建议使用配有数码相机的光学显微镜。

7 试验步骤

7.1 粉碎前试验材料的准备和尺寸控制

试验材料应是均质的,且不含有任何杂质。在机械粉碎前,试验材料需使用固体二氧化碳或液氮冷却 5 min。如果测试原材料的某些部件过大,应首先将尺寸减小至大约 1 cm×1 cm×1 cm。

7.2 粉料/粒料/颗粒料试验材料

7.2.1 机械研磨形成的粉料试验材料

使用转子研磨机、旋转机械搅拌器或其他低温恒温的研磨机,将预先准备的试验材料机械研磨。将适量的试验材料加入研磨设备,若有通风系统,在内部加入制冷剂;若是密闭系统,则在外部使用制冷剂。

使用制冷剂时,应采取适当防护,确保操作过程中一直使用所需安全设备,并确保工作场所通风良好。

确保试验材料保持在其玻璃化转变温度之下,以促使粉末的形成,并且将热老化效应最小化。
实时监控设备内的压力,以探测制冷剂气体可能造成的压力上升。

7.2.2 机械研磨后粉末试验材料的筛分

烘干机械研磨后的试验材料,然后用两个不同孔径大小的筛子,将具有特定尺寸的部分颗粒分离出来。使用孔径为 250 μm (60 目)和孔径为 125 μm (120 目)的筛子分离颗粒。粉碎后的测试材料,首先通过孔径 250 μm (60 目)筛子,收集通过的粉末并再使用孔径 125 μm (120 目)筛子筛分,将保留在孔径 125 μm (120 目)筛子上的部分作为试验样品,丢弃这个过程中前面和后面筛分出的部分。

注:使用配有钛合金叶片的旋转机械研磨机,并采用固体二氧化碳作为制冷剂,得到的典型的聚合物粉末样品参见附录 A 中显微照片。

7.2.3 研磨后试验材料粒径分布的测定

7.2.3.1 通则

至少使用 100 颗 7.2.2 中描述方法得到的研磨后的试验材料来测定粒径分布,并记录平均粒径和粒径分布。

7.2.3.2 显微镜测定粒径分布

研磨后试验材料的粒径分布,可以用显微镜来测定。粒径可以通过数码显微照相技术来测定,可配合使用适当的图像分析软件,或通过直观视觉观察和测量。

推荐使用显微摄影作为测定方法,因为得到的显微照片可以随时复查。

7.3 薄膜和片材试验材料

薄膜和片材试验样品,直接从原始薄膜和片材制品上切割制备。试验样品的尺寸应为 $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$,测量并记录试样的平均厚度。

注 1:典型的测量尺寸为 $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$ 的薄膜样品参见附录 B。

如果对于试验容器薄膜和片材的尺寸过大,可以按照 7.2.1 中描述方法进行粉碎。研磨后的粉末按照 7.2.2 中描述的方法,将特定尺寸的颗粒分离出来,分离出的粉末样品的粒径分布按照 7.2.3 中描述的方法测定。

注 2:典型的研磨后的薄膜粉末(尺寸 $>125\text{ }\mu\text{m}$)的生物分解结果参见附录 B。

7.4 制品形状的试验材料

制品形状的试验样品,直接从原始制品切割小块来准备。这些小块尺寸应不大于 $1\text{ cm} \times 1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$,且至少两个方向的尺寸应 $>0.5\text{ cm}$ 。

这些从制品上切割得到的小块材料,通过机械研磨(见 7.2)得到粉末(粒径为 $125\text{ }\mu\text{m} \sim 250\text{ }\mu\text{m}$),并按照 7.2.3 中描述方法测量,并记录其粒径分布。

注:典型的由商业塑料制品上切割得到的试验样品以及该样品研磨后得到的粉末参见附录 C。

7.5 贮存

如果制备好的试样样品并不直接用于生物分解试验,需将样品小心保存。样品应在低于室温的温度下避光保存,并避免大气中化学物质的影响。

为保持较低湿度,建议保存在真空干燥器内。

8 计算和结果表示

8.1 粒径分布

当测量试样样品的粒径分布时,应计算和记录其平均粒径、标准偏差及粒径分布曲线。

9 制备的有效性

所有的试验样品需通过目测检查。当试样符合下列条件时,才可认为适合进行生物分解试验:

- 制备的试验样品颜色与原材料颜色一致;
- 样品内部未发生任何由于热效应产生的变化;

——样品上未观察到任何杂质或污染。

如果上述条件中任意一条无法满足,则按照本标准描述的过程重新制备新的样品。

10 样品制备报告

样品制备报告应列出所有相关资料,至少包括:

- a) 本标准编号;
- b) 所有标识和描述试验材料所需的资料,比如:有机碳含量、来源、使用年限、生产日期和贮存、处理和稳定化的细节,以及如果可能的话,材料的名称、组成和特性(例如,分子量、结晶度、熔点和密度等);
- c) 试验材料的形状和尺寸,比如:平均直径(粒料)、平均厚度(薄膜和片材)或最大粒径和最小粒径(粉料);
- d) 所使用的研磨设备、冷却剂的种类和用量以及研磨设备的其他相关信息,比如:设备的容量、所用叶片的类型或环筛的类型;
- e) 所用筛子的种类、筛子振动的次数和频率;
- f) 有关试验材料的任何感官观察,如结果、颜色或气味;
- g) 试验样品的贮存条件,如温度、湿度和贮存时间;
- h) 粉末试验样品的粒径分布及其测定方法。

附录 A

(资料性附录)

示例——制备和测试用旋转机械搅拌器研磨粒料得到粉末试验样品

两种不同材料的粒料,聚乳酸(PLA)和聚己内酯(PCL),使用配有钛合金叶片的旋转机械搅拌器分别研磨。对每种材料,粒料用固体二氧化碳冷却。研磨进行 15 个周期,每个周期 3 min,每个周期之间有 5 min 间隔,以防止搅拌器电机过热。研磨得到的粉末经干燥,然后使用配有孔径为 500 μm (30 目)筛子、孔径为 250 μm (60 目)筛子和孔径为 125 μm (120 目)筛子的振筛机分离。至少取 100 粒颗粒,用显微镜测量粒径。

表 A.1 和表 A.2 分别显示了 PLA 和 PCL 粉末每个尺寸范围的占有率和平均直径,平均直径按照每个颗粒的最大直径计算。显微照片中尺寸小于 10 μm 的小粉末颗粒忽略不计。图 A.1 和图 A.2 分别显示了 PLA 和 PCL 粉末的粒径分布,图 A.3 和图 A.4 分别显示 PLA 和 PCL 粉末的显微照片。

表 A.1 PLA 粒料经过搅拌器经 45 min 研磨后用筛子分离(筛分时间 15 min)的产量情况

粒径范围*/ μm	占有率(质量分数)/%	平均粒子直径/ μm	标准偏差/ μm
0~125	25	60.8	39.7
125~250	25	214.2	64.7
250~500	31	303.9	97.2
>500	19	—	—
* 依照筛子的尺寸分级表示。			

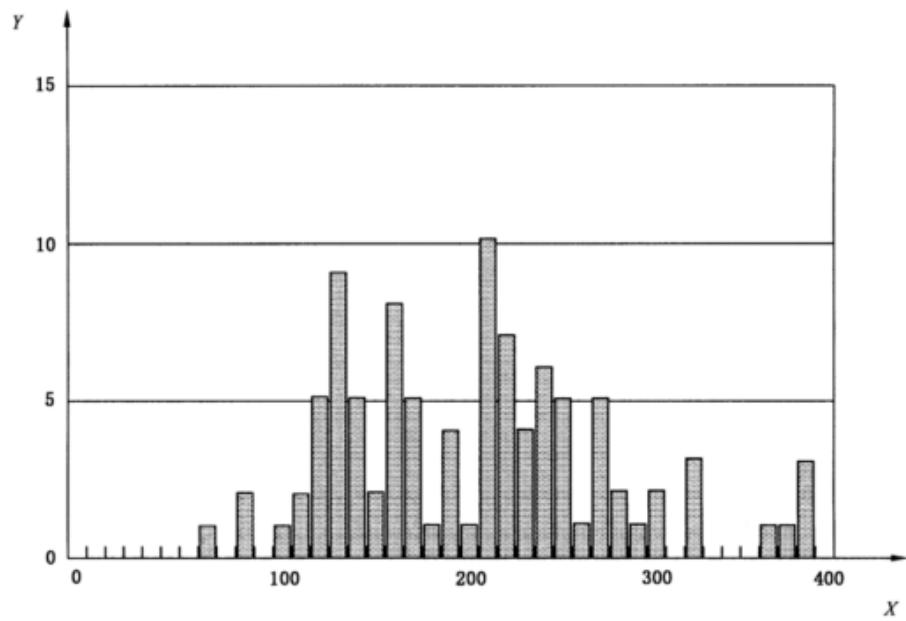
表 A.2 PCL 粒料经过搅拌器经 45 min 研磨后用筛子分离(筛分时间 15 min)的产量情况

粒径范围*/ μm	占有率(质量分数)/%	平均粒子直径/ μm	标准偏差/ μm
0~125	35	75.7	40.4
125~250	30	180.7	76.8
250~500	20	297.6	86.5
>500	15	—	—
* 依照筛子的尺寸分级表示。			

PLA 粉末和 PCL 粉末在受控堆肥条件下的生物分解试验,依照 ISO 14855-2 中规定方法在 58 $^{\circ}\text{C}$ 下进行。采用粒径尺寸不超过 20 μm 的色谱级薄膜的纤维素粉末作为阳性对照。

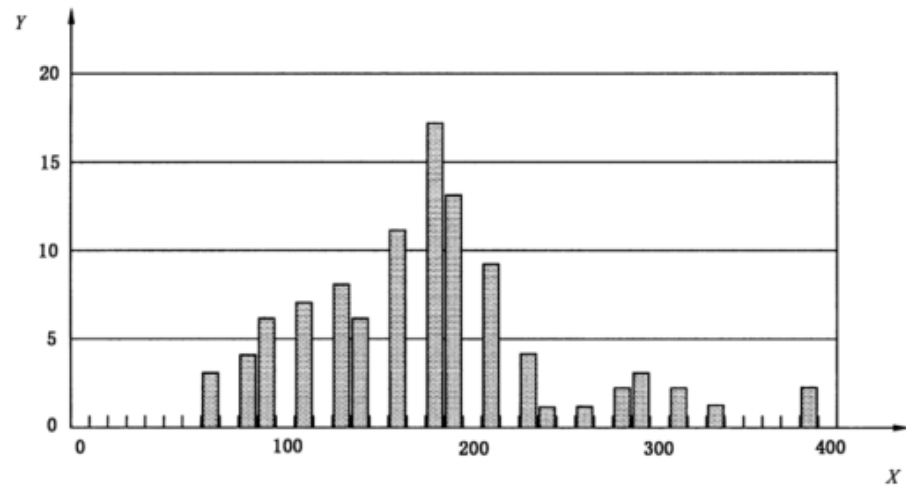
PLA 粉末的生物分解试验结果如图 A.5 所示,PCL 粉末的生物分解试验结果如图 A.6 所示。如图 A.5 所示,纤维素粉末的生物分解率在 30 d 后达到 70%,PLA 粉末的生物分解率在 50 d 后达到 90%。如图 A.6 所示,PCL 粉末的生物分解率在 10 d 后达到 70%。

此外,PCL 粉末在水介质中的生物分解试验依照 ISO 14851 中规定方法在 25 $^{\circ}\text{C}$ 下进行,测试结果如图 A.7 所示。图 A.7 中结果所示,不同 PCL 样品的生物分解率在 35 d 到 60 d 后达到 70%。



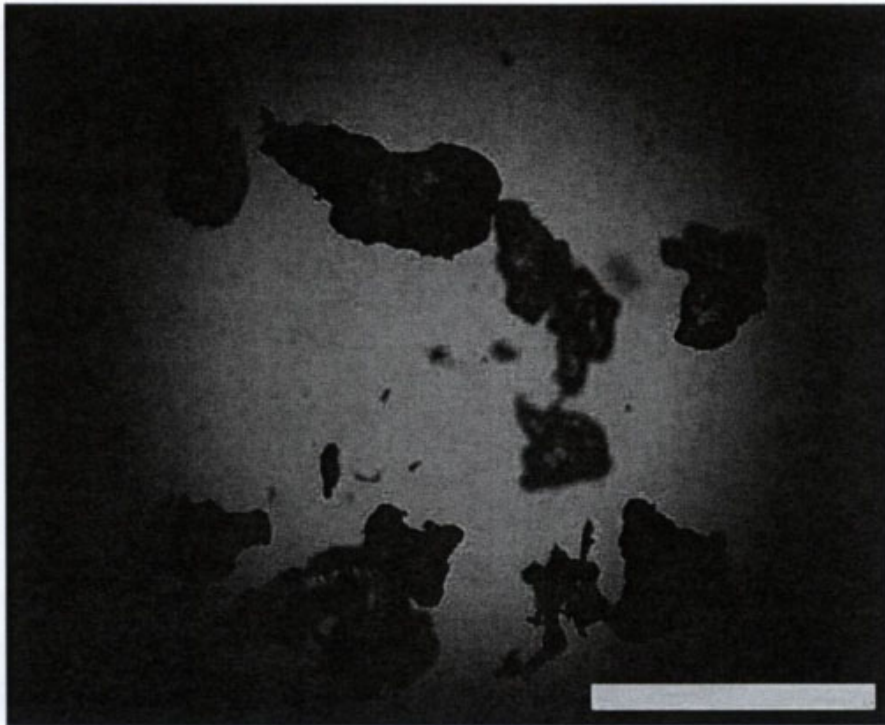
说明：
X —— 粒径, μm ;
Y —— 频率, %。

图 A.1 使用搅拌器研磨并筛分后的 PLA 粉末的粒径分布



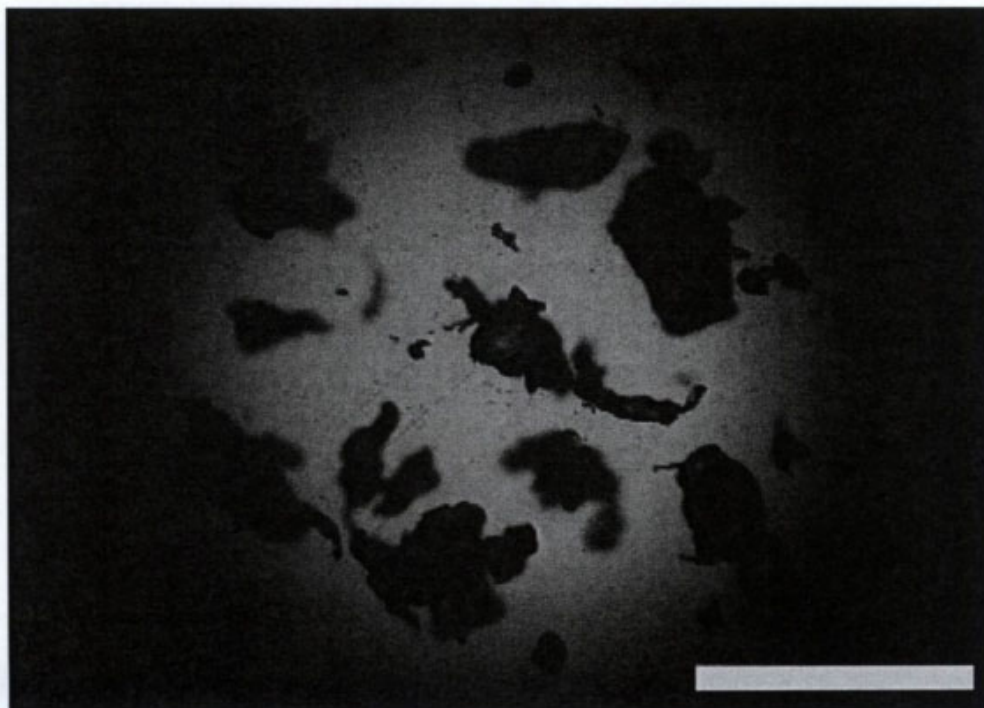
说明：
X —— 粒径, μm ;
Y —— 频率, %。

图 A.2 使用搅拌器研磨并筛分后的 PCL 粉末的粒径分布



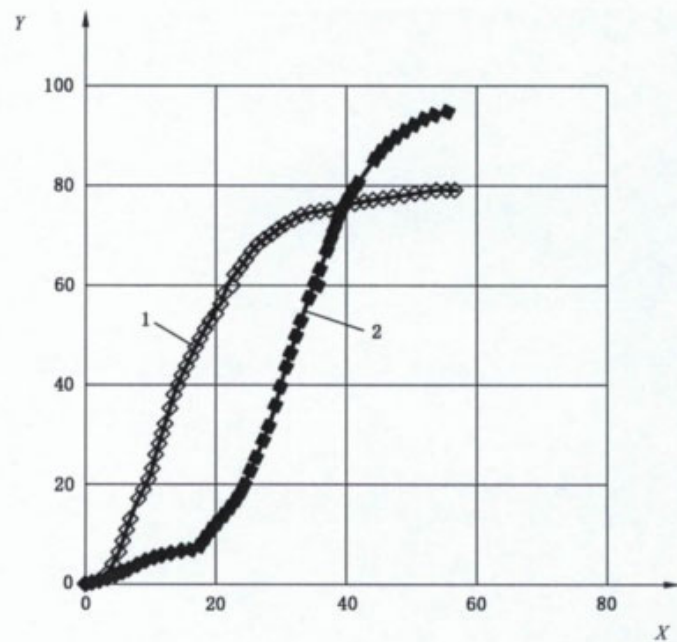
注：图中比例尺为 500 μm 。

图 A.3 PLA 粉末的显微照片



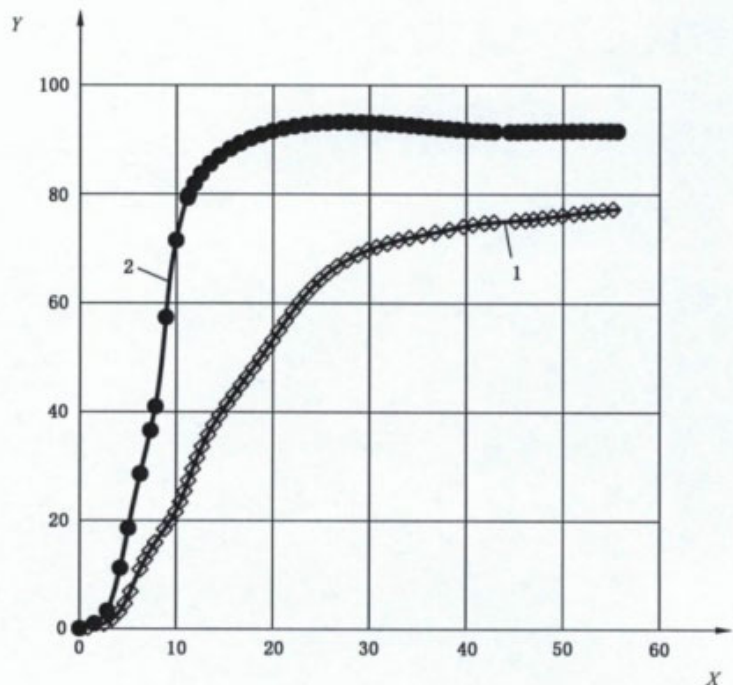
注：图中比例尺为 500 μm 。

图 A.4 PCL 粉末的显微照片



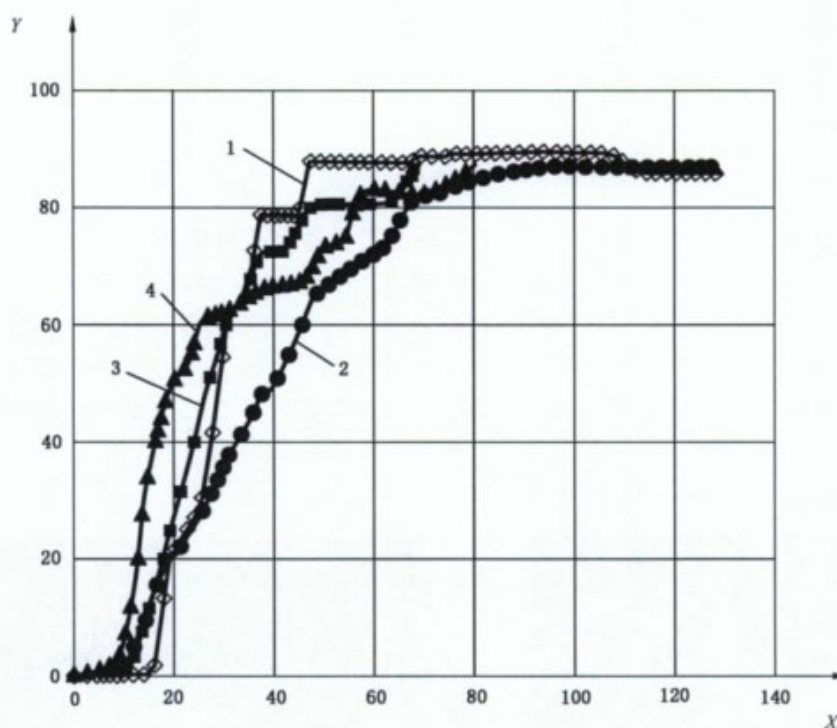
说明：
X ——培养时间,d；
Y ——生物分解率,%；
1 ——纤维素粉末；
2 ——PLA 粉末。

图 A.5 PLA 粉末(平均粒径 $214.2\ \mu\text{m} \pm 64.7\ \mu\text{m}$)依照 ISO 14855-2 中规定方法在 $58\ ^\circ\text{C}$ 时受控堆肥条件下的生物分解试验结果 [纤维素粉末(粒径尺寸 $<20\ \mu\text{m}$)作为阳性对照]



说明：
X ——培养时间,d；
Y ——生物分解率,%；
1 ——纤维素粉末；
2 ——PCL 粉末。

图 A.6 PCL 粉末(平均粒径 $180.7\ \mu\text{m} \pm 76.8\ \mu\text{m}$)依照 ISO 14855-2 中规定方法在 $58\ ^\circ\text{C}$ 时受控堆肥条件下的生物分解试验结果 [纤维素粉末(粒径尺寸 $<20\ \mu\text{m}$)作为阳性对照]



说明:

X —— 培养时间, d;

Y —— 生物分解率, %;

1 —— 纤维素粉末;

2 —— PCL 粉末, 试验样品 1;

3 —— PCL 粉末, 试验样品 2;

4 —— PCL 粉末, 试验样品 3。

图 A.7 三份 PCL 粉末(平均粒径 $180.7 \mu\text{m} \pm 76.8 \mu\text{m}$)依照 ISO 14851 中规定方法在 25°C 时使用密闭呼吸机的生物分解试验结果 [纤维素粉末(粒径尺寸 $< 20 \mu\text{m}$)作为阳性对照]

附 录 B
(资料性附录)

示例——制备和测试由 PLA 薄膜和粒料得到的薄膜和粉末试验样品

从同一个聚乳酸(PLA)堆肥袋(图 B.1),剪下两种尺寸薄膜试验样品,依照 ISO 14855-2 进行生物分解试验。其中一种试验样品的尺寸为长 1 cm、宽 1 cm、厚 25 μm ,另外一种试验样品的尺寸为长 5 cm、宽 5 cm、厚 25 μm 。此外,将薄膜经过研磨和 125 μm 的筛子筛分,制得粒径 $\geq 125 \mu\text{m}$ 的粉末试验样品。另外,将 PLA 粒料经过研磨和筛分,制得粒径范围为 125 μm ~250 μm 的粉末试验样品。试验样品在 58 $^{\circ}\text{C}$ 受控堆肥条件下进行生物分解试验。采用粒径尺寸不超过 20 μm 的色谱级薄膜的纤维素粉末作为阳性对照。

生物分解试验结果如图 B.2 所示。

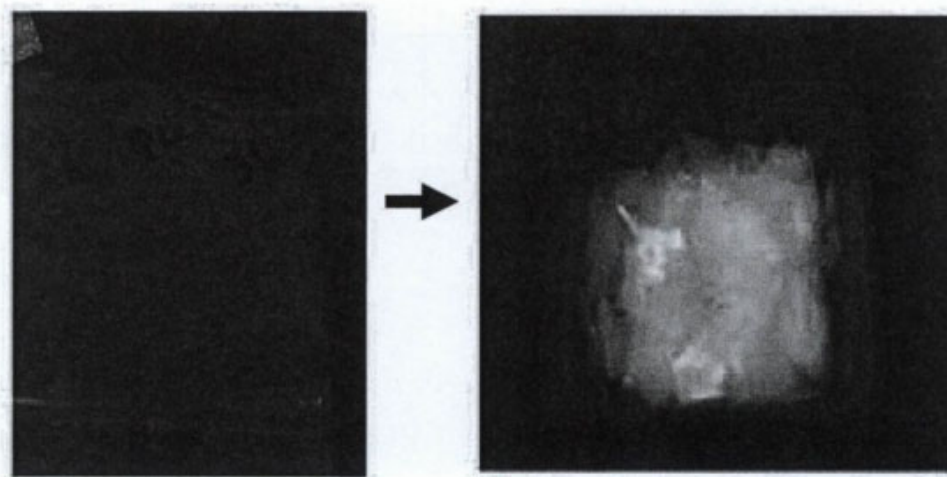
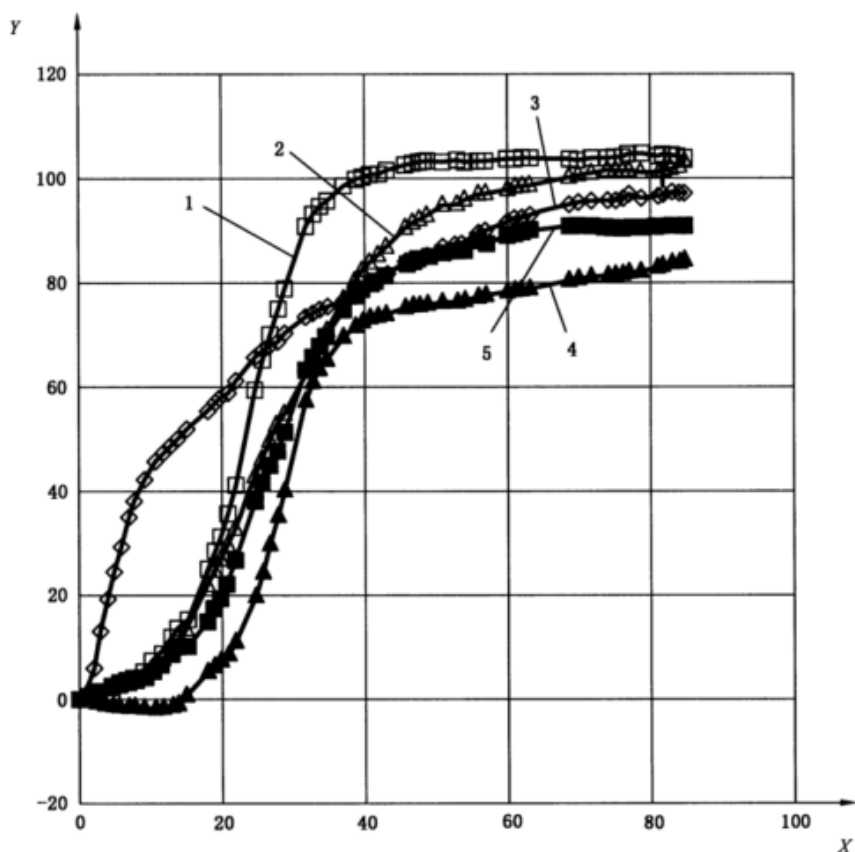


图 B.1 PLA 堆肥袋(左)和从袋上剪下的薄膜试验样品(右)



说明：

X ——培养时间,d;

Y ——生物分解率,%;

1——PLA 薄膜(1 cm×1 cm×25 μm);

2——PLA 粒料得到的粉末(粒径范围 125 μm~250 μm);

3——纤维素粉末;

4——厚度为 25 μm PLA 薄膜得到的粉末(存留在 125 μm 孔径筛子中);

5——PLA 薄膜(5 cm×5 cm×25 μm)。

图 B.2 PLA 薄膜(1 cm×1 cm×25 μm)、较大尺寸 PLA 薄膜(5 cm×5 cm×25 μm)、研磨后的 PLA 薄膜(存留在 125 μm 孔径筛子中的部分,平均粒径 $183.2\ \mu\text{m} \pm 21.1\ \mu\text{m}$)和 PLA 粒料得到的粉末(粒径范围 125 μm~250 μm,平均粒径 $214.2\ \mu\text{m} \pm 64.7\ \mu\text{m}$)依照 ISO 14855-2 中规定方法在 58 ℃ 时受控堆肥条件下生物分解试验结果 [纤维素粉末(粒径尺寸 <20 μm)作为阳性对照]

附录 C

(资料性附录)

示例——生物分解率曲线

从一个可回收可堆肥的聚乳酸(PLA)杯子,剪下近似正方形的小片作为试验样品。这些小片的尺寸约为 $1\text{ cm} \times 1\text{ cm} \times 0.15\text{ cm}$ (厚度)。此外,将部分杯子上剪下的小片,用旋转叶片搅拌器研磨,并用 60 目的筛子筛分,得到粉末试验样品。这两种试验样品(小片和粉末),如图 C.1 所示。依照 ISO 14855-2 规定方法在 $58\text{ }^{\circ}\text{C}$ 受控堆肥条件下,对 PLA 试样进行生物分解试验。采用粒径尺寸不超过 $20\text{ }\mu\text{m}$ 的色谱级薄膜的纤维素粉末作为阳性对照。

生物分解试验结果如图 C.2 所示。PLA 粉末和纤维素粉末的生物分解率在 90 d 后达到约 90%, PLA 小片的生物分解率在 90 d 后达到 70%。

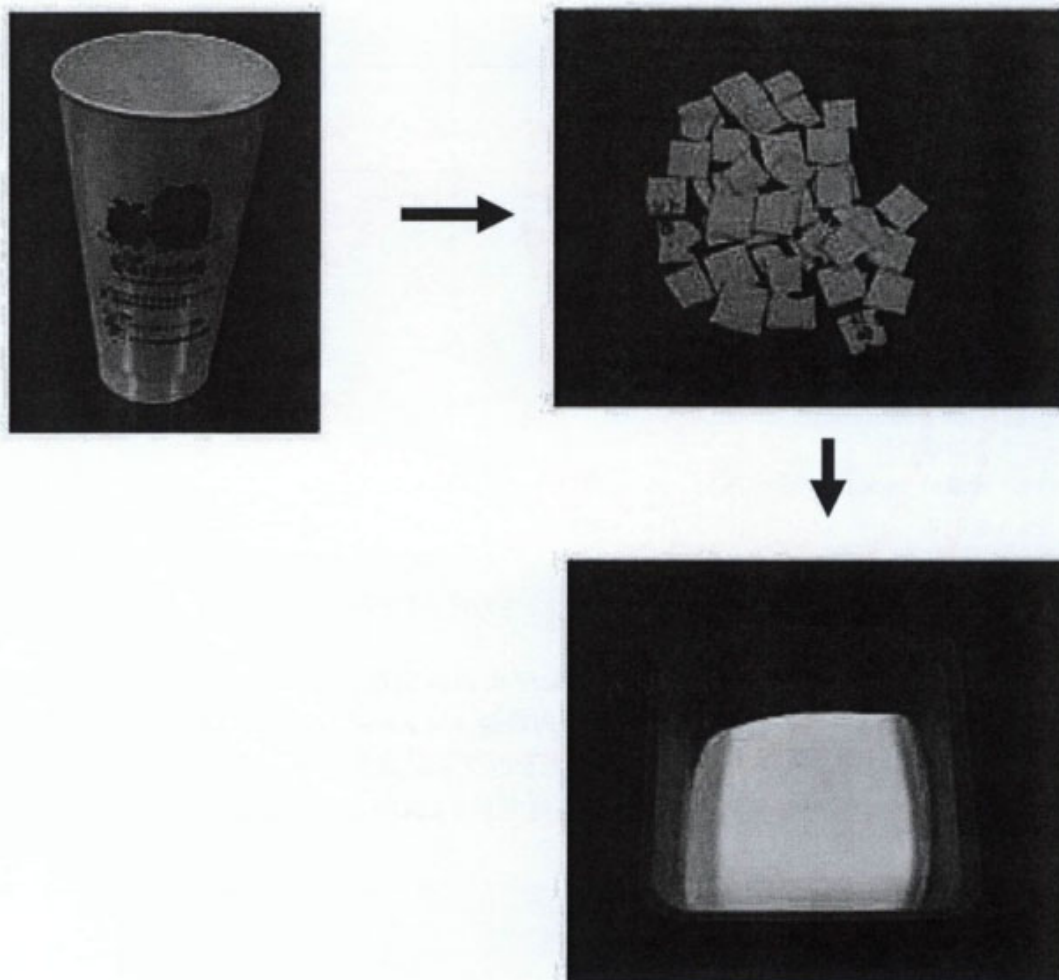
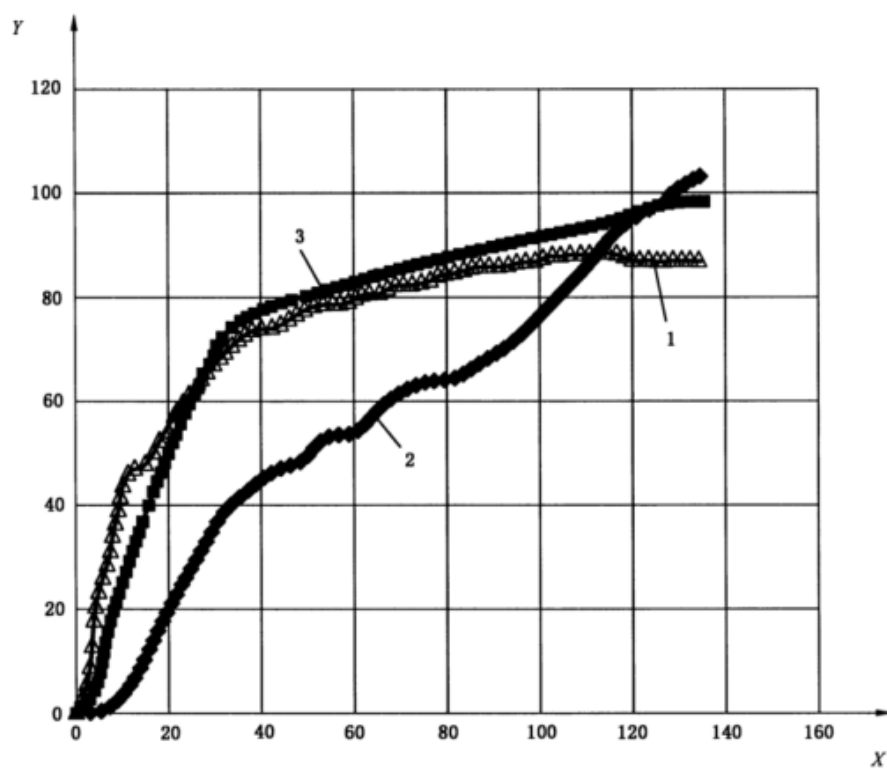


图 C.1 可回收、可堆肥 PLA 杯,从杯上剪下的小片和这些小片研磨得到的粉末



说明：

X —— 培养时间, d;

Y —— 生物分解率, %;

1 —— 纤维素粉末;

2 —— PLA 小片;

3 —— PLA 粉末。

图 C.2 PLA 小片(1 cm×1 cm×0.15 cm)和 PLA 粉末(平均粒径 169 μm±129 μm)

依照 ISO 14855-2 中规定方法在 58 ℃ 时受控堆肥条件下生物分解试验结果

[纤维素粉末(粒径尺寸<20 μm)作为阳性对照]

附 录 D

(资料性附录)

塑料生物分解试验国际标准及相应国家标准中试验材料的形状和尺寸要求

表 D.1 列出了在不同塑料生物分解试验国际标准及相应国家标准中试验材料形状和尺寸的具体要求。

表 D.1 建议试验材料的形状和尺寸

ISO 标准号	国标准号	试验环境	ISO 标准名称	试验材料的形状和尺寸
ISO 14851	GB/T 19276.1	水介质	水性培养液中材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定密闭呼吸计中需氧量的方法	试验材料最好为粉末状,也可以是膜、碎片、颗粒或成型制品。试验材料的形状会影响其生物分解能力。如果用不同种类的材料作比较,最好采用相同的形状。如果试验材料为粉末或颗粒时,应使用粒径分布窄的粒子,建议最大粒径为 250 μm
ISO 14852	GB/T 19276.2	水介质	水性培养液中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	同 ISO 14851(GB/T 19276.1)
ISO 14855.1	GB/T 19277.1	堆肥	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	试验材料的型式包括粒状、粉末状、薄膜或简单形状(比如哑铃型)。每一件试样的最大表面积大约为 2 cm $\times$ 2 cm。如果试样原件超过该尺寸,则应加以减小
ISO 14855.2	GB/T 19277.2	堆肥	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	试验材料最好为粉末状,也可以是膜、碎片、颗粒或成型制品。建议最大粒径为 250 μm
ISO 17556	GB/T 22047	土壤	土壤中塑料材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定密闭呼吸计中需氧量或测定释放的二氧化碳的方法	试验材料一般采用粉料的形态,但也可以采用膜、碎片的形态或成形的物品。如果不同的塑料材料在相同试验周期内进行比较时,试验材料应采用相同的形状和形态。如果试验材料是粉状的形态,那么应使用粒径分布已知的微粒,建议最大粒径为 250 μm 。如果试验材料不是粉状形态,每块试验材料的尺寸不能大于 5 mm $\times$ 5 mm
ISO 14853	GB/T 32106	厌氧	塑料 在水性培养液中最终厌氧生物分解能力的测定 通过测量生物气体产物的方法	试验材料应尽量采用粉料形态
ISO 15985	GB/T 33797	厌氧	塑料 在高固体份堆肥条件下最终厌氧生物分解能力的测定 采用分析测定释放生物气体的方法	试验材料的型式包括粒状、粉末状、薄膜或简单形状(比如哑铃型)。每一件试样的最大表面积大约为 2 cm $\times$ 2 cm。如果试样原件超过该尺寸,则应加以减小

参 考 文 献

- [1] Uematsu, S., Murakami, A., Hiyoshi, K., Tsukamoto, Y., Saida, H., Tsuji, M., and Hoshino, A., (2002), Accurate Evaluation of Aerobic Microbial-Degradability of Biodegradable Plastics under Controlled Soil, *Polymer Preprints, ACS*, 43(2), p. 930
- [2] Hoshino, A., Tsuji, M., Itoh, M., Momochi, M., Mizutani, A., Takakuwa, K., Higo, S., Sawada, H., and Uematsu, S., (2003), Study of Aerobic Biodegradability of Plastic Materials under Controlled Compost, Edited by E. Chiellini and R. Solaro, *Biodegradable Polymers and Plastics*, Kluger Academic/Plenum, New York, pp. 47-54
- [3] Funabashi, M., Kunioka, M., (2005), Biodegradable Composites of Poly(lactic acid) with Cellulose Fibers Polymerized by Aluminum Tri ate, *Macromolecular Symposia*, 224, pp. 309-321
- [4] Kunioka, M., Ninomiya, F., Funabashi, M., (2006), Biodegradation of Poly(lactic acid) Powders Proposed as the Reference Test Materials for the International Standard of Biodegradation Evaluation Method, *Polymer Degradation and Stability*, 91, pp. 1919-1928
- [5] Funabashi, M., Ninomiya, F., Kunioka, M., (2007), Biodegradation of Polycaprolactone Powders Proposed as the Reference Test Materials for the International Standard of Biodegradation Evaluation Method, *J. Polymer Environment*, 15(1), pp. 7-17
- [6] Funabashi, M., Ninomiya, F., Kunioka, M., (2007), Method of Producing Biodegradable Reference Material and Its Biodegradability Based on International Standard Evaluation Method (ISO/DIS 14855-2), *J. Polymer Environment*, 15(4), pp. 245-250
- [7] Funabashi, M., Ninomiya, F., Kunioka, M., (2009), Biodegradability Evaluation of Polymers by ISO 14855-2, *Int. J. Mol. Sci.*, 10(8), pp. 3635-3654
-