



中华人民共和国国家标准

GB/T 41639—2022/ISO 20200:2015

塑料 在实验室规模模拟堆肥化条件下 塑料材料崩解率的测定

Plastics—Determination of the degree of disintegration of plastic materials
under simulated composting conditions in a laboratory-scale test

(ISO 20200:2015, IDT)

2022-07-11 发布

2023-02-01 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

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件等同采用 ISO 20200:2015《塑料 在实验室规模模拟堆肥化条件下塑料材料崩解率的测定》。

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专利的责任。

本文件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。

本文件起草单位：北京工商大学、安徽丰原生物技术股份有限公司、宁波家联科技股份有限公司、扬州惠通新材料有限公司、深圳万达杰环保新材料股份有限公司、彤程化学(中国)有限公司、惠通北工生物科技(北京)有限公司、山西华阳生物降解新材料有限责任公司、国家塑料制品质量监督检验中心(北京)、安徽中成华道可降解材料技术有限公司、重庆市联发塑料科技股份有限公司、中国神华煤制油化工有限公司、河南龙都天仁生物材料有限公司、安徽雪郎生物科技股份有限公司、中成华道集团有限公司、蚌埠天成包装科技股份有限公司、江西省萍乡市轩品塑胶制品有限公司、安徽恒鑫环保新材料有限公司、深圳市正旺环保新材料有限公司、广东崇熙环保科技有限公司、安徽华驰塑业有限公司、四川大学、江南大学、清华大学、南京工业大学、秦皇岛龙骏环保实业发展有限公司、武汉华丽环保科技有限公司、吉林省和亿新材料有限公司。

本文件主要起草人：翁云宣、纪传侠、周义刚、张建纲、赵燕超、魏达、沈坤良、李伟斌、李字义、艾蓉、周久寿、尹甜、阮刘文、万玉青、高婷、李淑珍、王鹏、严德平、张坚洪、魏杰、汪纯球、吴刚、马丕明、郭宝华、朱晨杰、支朝晖、张立斌、生刚、王自庆。

引 言

本文件描述了用于测定塑料材料暴露于堆肥化环境下的崩解率的试验方法。本方法简单、成本低，无需特别的生物容器，可在任何通用实验室中进行试验。它要求使用标准且均匀的人造固体垃圾。人造固体垃圾成分要求干燥、清洁、安全，且可以在实验室里无味或无健康危害地贮存。人造固体垃圾成分不含任何其他塑料材料，因为在试验结束时，其他塑料材料会被视为试验材料，从而影响最终评估。生物容器容量很小，需要堆肥的人造固体垃圾也很少（约 3L）。由于试验材料的数量有限，该方法简化了试验步骤。试验方法的目的是，不是用来测定堆肥化条件下塑料材料的生物分解性能，如声明可堆肥，则需进一步试验。

塑料 在实验室规模模拟堆肥化条件下 塑料材料崩解率的测定

1 范围

本文件描述了在实验室规模模拟堆肥化条件下测定塑料材料崩解率的方法。

本文件不适用于测定塑料材料在堆肥条件下的生物分解性能。如声明是可堆肥,则需进一步试验。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 3310-1 试验筛 技术要求和检验 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)

注: GB/T 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛(ISO 3310-1:2000, MOD)

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物和一定的无机物。

3.2

可堆肥性 compostability

在堆肥过程中材料被生物分解的能力。

注: 如宣称有堆肥能力,需要说明材料在堆肥化体系中(如标准试验方法所示)可生物分解和崩解,并且在堆肥最终使用中是完全可生物分解的。堆肥需要符合相关的质量标准,如低重金属含量、无生物毒性、无明显可区分的残留物。

3.3

堆肥化 composting

产生堆肥的一种需氧处理方法。

3.4

崩解 disintegration

材料物理断裂为极其细小的碎片。

3.5

干质量 dry mass

样品干燥后测得的质量。

注: 干质量以样品湿重的百分比表示。

3.6

嗜温菌培育阶段 **mesophilic incubation period**

在 25 ℃ 下培养,使微生物在室温下生长。

3.7

嗜热菌培育阶段 **thermophilic incubation period**

在 58 ℃ 下培养,使微生物在高温下生长。

3.8

总干固体 **total dry solids**

将已知体积的材料或堆肥在 105 ℃ 温度下干燥至恒重所得到的固体量。

3.9

挥发性固体 **volatile solids**

将已知体积的材料或堆肥的同一个样品总干固体量减去在 550 ℃ 温度下煅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有机物含量。

4 原理

本试验方法是在实验室模拟的强烈需氧堆肥过程中,测定试验材料的崩解程度。固体基质由接种了腐熟堆肥的合成固体废弃物组成,腐熟堆肥可从市政或工业堆肥化装置中获取,塑料测试材料的碎片与制备的固体基质一起混合堆肥。在堆肥结束时,用 2 mm 筛对堆肥和试验材料的混合物过筛,以收集未崩解的残留试样。试验材料的质量减少部分被视作已崩解,并用于计算崩解率。

5 人造固体垃圾

本方法中的人造固体垃圾的组成如表 1 所示。

表 1 人造固体垃圾的组成

物料	干质量/%
木屑 ^a	40
兔饲料 ^b	30
熟化堆肥	10
玉米淀粉	10
蔗糖	5
玉米油	4
尿素	1
总量	100
^a 应使用未经处理的木材制成的木屑,建议使用落叶树的木材,试验前应过 5 mm 的筛。	
^b 兔饲料应是以苜蓿、蔬菜等为主要原料的商品化饲料。如果使用不同组分,应在报告中予以说明。兔饲料中蛋白质含量约为 15% 且纤维素含量约为 20%。	

应使用市政或工业需氧堆肥化装置的充分曝气的堆肥作为接种物。堆肥接种物应均匀,无玻璃、石

头或金属片等大型惰性物体。手动移除任何此类物体,然后在 0.5 cm 和 1 cm 之间的筛孔筛上筛分堆肥。

建议使用城市固体废弃物中有机物在堆肥装置中产生的堆肥,以确保微生物的充分多样性。如果没有这样的堆肥,则可以使用从处置农场废弃物、或园林废料与城市固体废弃物混合物的堆肥装置中获取的堆肥,堆肥的肥龄不应超过 4 个月。

人造固体垃圾按表 1 所列成分手工混合配制,各组分(包括水分)的允许质量偏差为 5%。用无氯的自来水或蒸馏水或去离子水,将固体垃圾总质量中的水分调整至 55%。在试验开始前完成这些操作。人造固体垃圾的碳氮比(C/N)应在 20:1 至 40:1 之间。必要时,可以使用尿素将 C/N 比调整至所需范围,在这种情况下,应按比例调整其他成分的浓度,以使固体垃圾的总干质量达到 100%。

6 堆肥化容器

堆肥化容器宜选用聚丙烯或其他合适材料制成的箱子,尺寸为 30 cm×20 cm×10 cm(长×宽×高)。箱上应配有盖子,确保密封严密,以避免水分过度蒸发。另外,箱子和盖之间的缝隙,可以用胶带密封。沿 20 cm 宽的两面中间、离箱底 6.5 cm 处,应各打一个直径 5 mm 的孔,这两个孔让箱内空气和外部环境进行气体交换,不应堵塞。

其他容积在 5 L 至 20 L 之间的容器,也可以用于试验,但前提是不能发生不利的厌氧条件。容器的封闭方式,应避免内容物过度干燥,同样,应提供开口,以允许气体交换,确保堆肥化阶段的需氧条件。

7 试验步骤

7.1 试验材料制备

根据厚度,按表 2 裁剪试验材料,以得到规定尺寸的试样。

样品在 (40 ± 2) ℃的真空干燥箱干燥至恒重。在将试验材料与人造垃圾混合前,将其浸入蒸馏水中不超过 30 s。

表 2 崩解试验中的样品尺寸

试样厚度	样品尺寸/mm
<5 mm	25×25×原始厚度
>5 mm	15×15×厚度(5 mm~15 mm)

7.2 开始试验

每个试验材料至少准备 3 个容器。根据试验材料所占的体积,每个容器放 5 g~20 g 样品,将试验材料与 1 kg 湿人造垃圾混合。试验材料和湿人造垃圾的质量比,应在 0.5%~2% 范围内。将混合物均匀放置在反应器底部,混合物不要压实,以确保培育床内部进行有效的空气交换。记录加到每个容器中试验材料的质量。

7.3 嗜热菌培育阶段(高温)

每个容器密闭、称重后,置于空气循环烘箱中,保持恒温 (58 ± 2) ℃,时间最短为 45 d,最长为 90 d。记录试验期间烘箱温度,或使用可指示最高温度和最低温度的温度计,每周至少检查两次温度。

为保证良好的堆肥化过程,保持合适的环境条件是必要的。按表 3 所述步骤进行试验,目的是使堆

肥在保持足够水分的同时有充足的空气。在堆肥化过程开始时,测定加入混合物后容器的总质量。按每个预定时间点(见表3),称量容器的质量,如需要,添加无氯自来水、去离子水或蒸馏水后如表3所示全部或部分恢复至初始质量。重要的是,水的最佳添加量是物料在堆肥化中保持湿润但又没有游离水,即没有达到吸水饱和状态,试验人员可通过挤压堆肥物料来确定这种情况,挤压堆肥物料会渗出少量的水。试验人员在检查基础上,按表3调整加水量。

表3 堆肥过程(嗜热潜伏期)

天数/d	操作步骤
0	记录反应容器初始质量
1、2、3、4、7、9、11、14	称取容器的质量,必要时加水以恢复至初始质量。混合堆肥物
8、10、16、18、21、23、25、28	称取容器的质量,必要时加水以恢复至初始质量。不要混合堆肥物
30、45	称取容器的质量,必要时加水以恢复至初始质量的80%。混合堆肥物
从30 d到60 d之间,每周两次	称取容器的质量,必要时加水以恢复至初始质量的80%。混合堆肥物
60 d后,每周两次	称取容器的质量,必要时加水以恢复至初始质量的70%。混合堆肥物

堆肥物料可通过实验室抹刀或普通勺子进行混合。应仔细地操作,注意不要损坏堆肥物质中的试验材料。混合的目的,是使物料充分曝气和水充分混合,注意避免片状试验材料的物理降解。

7.4 嗜温菌培育阶段(室温)

如果嗜热菌培育阶段结束后,试样没有充分崩解,必要时可按以下步骤延长试验。将25 g熟化堆肥添加到每个容器中,轻轻地混合,以避免对试验材料残余部分造成任何机械损伤。每个容器密闭后,置于(25±2)℃空气循环烘箱中培育,时间最长为90 d。记录试验期间烘箱的温度,或使用可指示最高温度和最低温度的温度计,每周至少检查两次温度。每周检查一次质量,必要时加水,将质量恢复至试验开始时测得初始堆肥物料质量的70%(见7.3)。在此期间,不要搅拌堆肥物料。

如按此方法延长试验,则应在试验报告中予以说明。

8 堆肥化过程监测

试验中,人造垃圾应变成堆肥,即发生堆肥化过程。在混合和加水时,通过观察堆肥物料来监测堆肥反应。需要考虑的诊断参数既有主观的,也有客观的,如第9章中所述。

9 参数

9.1 气味

在堆肥化过程中有可能检测到持续的特定气味。在最初的2 d~3 d内,人造垃圾是酸性气味,从第5天至第10天开始逐渐地减弱并变成氨水的味道,并持续10 d左右。最后没有特定的气味或是像土的气味。按此在试验报告中尽可能地记录各种变化。任何与本方案的偏离均在报告中予以说明。

9.2 外观

堆肥物质的外观在前两周发生变化。第一周时,生长在堆肥物质上的菌丝是可见的。由于木屑浓度高,人造垃圾的颜色在开始时为浅黄色,10 d内变成褐色。任何与本方案的偏离,均在报告中予以说明。

9.3 化学分析

对试验开始时人造垃圾和试验结束后经筛选的堆肥进行分析,测定下列参数的初始值和最终值:总碳/总氮比(C/N)和 pH 值。采用标准试验方法测定这些参数,并记录下来。

注:可用挥发性固体含量除以系数 2 得到用于确定 C/N 比的总碳含量。

9.4 干质量和挥发性固体的测定

在筛分后,测定原始人造和堆肥过程结束时获得的最终堆肥的干质量和挥发性固体含量(见第 10 章)。样品在 105 ℃ 温度下干燥至恒重所得到的固体量即为干质量(DM),以样品总质量的百分比表示。先在 105 ℃ 下干燥,测定干质量,然后在 550 ℃ 温度下煅烧 6 h~8 h,称量样品,重复煅烧和称重的步骤,直至达到恒重。煅烧产生的质量损失,即为挥发性固体含量。挥发性固体(VS),以样品 DM 的百分比表示。

10 结束试验和崩解率测定

打开容器盖子,在(58±2) ℃ 空气循环烘箱中,使反应容器充分曝气至干燥。达到恒重时,结束干燥过程。

应使用符合 ISO 3310-1 的标准筛,从 10 mm 筛开始,对每个容器的堆肥进行筛分。检查未通过该筛的部分,轻轻打碎堆肥块,注意不要损坏残留的试验材料,小于 10 mm 的颗粒可以通过筛网。收集和检查未通过 10 mm 筛的任何试验材料。然后按照以上步骤,依次用 5 mm 筛眼和 2 mm 筛眼的标准筛,对堆肥进行筛分。将在不同筛分阶段收集的试验材料汇集在一起,清除其中的堆肥,可适当地浸入水中清洗,清洗需要十分小心,以避免试验材料的任何意外损失。最后在(40±2) ℃ 真空烘箱中干燥至恒重。记录最终质量。

11 计算崩解率

通过筛分步骤(见第 10 章)收集得到的塑料材料,被视为没有发生崩解的碎片,通过筛子的材料被视作已经崩解。崩解率 D ,按式(1)计算,以 % 表示:

$$D = \frac{m_i - m_r}{m_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_i —— 试验材料初始干质量,单位为克(g);

m_r —— 筛分收集得到残留试验材料干质量,单位为克(g)。

计算每个容器的崩解率。

12 结果表示

在本文件中,崩解率取三个平行试验结果的平均值。

13 试验有效性

试验只有符合下列要求时,结果才被认为有效。

a) 挥发性固体含量的减少

每个反应容器中,初始人造垃圾和试验结束时堆肥之间的总挥发性固体含量减少的程度(R)应大于或等于 30%。 R 按式(2),以%表示:

$$R = \frac{[m_i \times (DM)_i \times (VS)_i] - [m_f \times (DM)_f \times (VS)_f]}{[m_i \times (DM)_i \times (VS)_i]} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_i ——引入反应容器的湿人造垃圾的初始质量,单位为克(g);
- $(DM)_i$ ——人造垃圾的初始干质量,以百分比除以 100 表示;
- $(VS)_i$ ——人造垃圾的初始挥发性固体含量,以百分比除以 100 表示;
- m_f ——堆肥的最终质量,单位为克(g);
- $(DM)_f$ ——堆肥的最终干质量,以百分比除以 100 表示;
- $(VS)_f$ ——堆肥的最终挥发性固体含量,以百分比除以 100 表示。

例如:引入反应容器的湿人造垃圾的初始质量为 1 000 g,人造垃圾的初始干质量为 0.446 3,人造垃圾的初始挥发性固体含量为 0.911 5(相对于干质量)。在试验结束时,堆肥的最终质量为 511 g,堆肥的最终干质量为 0.548 3,堆肥的最终挥发性固体含量为 0.838 0,因此:

$$R = \frac{(1\,000 \times 0.446\,3 \times 0.911\,5) - (511 \times 0.548\,3 \times 0.838\,0)}{(1\,000 \times 0.446\,3 \times 0.911\,5)} \times 100 = 42.3\%$$

$R > 30\%$ 。

b) 结果偏差

三个平行试验结果之间的偏差应不超过 20%。

14 试验报告

试验报告应至少包含下列内容:

- a) 标准编号;
- b) 所有标识和描述试验材料所需的信息,比如:样品的形状、厚度和尺寸;
- c) 所用人造垃圾的信息,比如:用于制备人造垃圾的成分及数量、人造垃圾的碳氮比、干质量(以湿质量计)、挥发性固体含量(以干质量计)和 pH 值;
- d) 所用装置的信息,比如:生物反应容器及其尺寸、标准筛;
- e) 用表格记录每个容器的如下信息:容器序列号、试验材料的尺寸、人造垃圾的数量、混合物总量(人造垃圾加上试验材料)和容器初始质量(总质量);
- f) 用表格记录每个容器的容器数量、筛选后堆肥特征,比如:总质量、干质量(以总质量计)、挥发性含量(以干质量计)、碳氮比、pH 值;
- g) 用表格记录每个容器的如下信息:容器编码,总挥发性固体含量减少的程度 R (计算见第 13 章);
- h) 用表格记录加水和混合搅拌操作的情况(天数、过程现象、加水量、容器质量和任何观察到的现象);
- i) 用表格记录每个容器试验材料的初始质量、试验结束时残留物回收数量和崩解率 D (计算见第 11 章);
- j) 所用堆肥接种物的信息,比如:来源、肥龄、收集时间、贮存、处理、稳定、总干质量、挥发性固体含量、悬浮液 pH 值(即 1 份堆肥和 5 份去离子水),以及堆肥的特定气味和外观(如有)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑料 在实验室规模模拟堆肥化条件下
塑料材料崩解率的测定

GB/T 41639—2022/ISO 20200:2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.org.cn

服务热线:400-168-0010

2022年7月第一版

*

书号:155066·1-70676

版权专有 侵权必究



GB/T 41639-2022