

中华人民共和国国家标准

GB/T 18006.2—1999

一次性可降解餐饮具降解性能试验方法

Test method for determining the degradability
of single use and degradable lunch container
and drinking set

1999-11-19发布

2000-01-01实施

国家质量技术监督局发布



050928069636

前　　言

本标准参考采用了 ISO 846—1997《塑料—微生物的作用评价》、ASTM D 5272—1992《光降解塑料野外曝露试验方法》、ASTM D 5247—1992《测定降解塑料在特定微生物条件下需氧生物降解性能的试验方法》、ASTM D 5338—1992《测定塑料材料在可控堆肥条件下需氧生物降解性能试验方法》，并补充了“纤维素酶侵蚀试验”内容。

本标准的附录 A、附录 B 是标准的附录，附录 C、附录 D 是提示的附录。

本标准由国家经济贸易委员会、科学技术部、卫生部联合提出。

本标准由铁道部劳动卫生研究所负责起草。

本标准主要起草人：陈佐、孔宪会、陈哲京、胡宝泉。

中华人民共和国国家标准

一次性可降解餐饮具降解性能试验方法

GB/T 18006.2—1999

Test method for determining the degradability
of single use and degradable lunch container
and drinking set

1 范围

本标准规定了一次性可降解餐饮具光-生物降解性能及生物降解性能试验的基本原理、适用范围、试验条件、方法步骤、试验报告及技术要点。

本标准适用于光-生物降解及生物降解性材料制作的一次性餐饮具降解性能检验。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 2423.16—1990 电工电子产品基本环境试验规程 试验J：长霉试验方法

GB/T 9344—1988 塑料氙灯光源曝露试验方法

GB/T 16422.1—1996 塑料试验室光源曝露试验方法 第1部分：通则

GB/T 17603—1998 光解性塑料户外曝露试验方法

GB 18006.1—1999 一次性可降解餐饮具通用技术条件

3 定义

本标准采用 GB 18006.1 的定义及下列定义：

3.1 光降解诱导期 photodegradable induction period

塑料经日光照射(或氙弧光、紫外光加速)，感官脆性增加，外观出现 0.5~1 cm 裂口或裂纹的时期。

4 光-生物降解性能试验

4.1 基本原理

光-生物降解塑料在户外日光或人工模拟阳光紫外线、温度、湿度等气候条件的作用下，引起从外观到内在质量变化(物理性能降低，分子量下降，新生含氧基团等)，外观碎化、粉化后，其低分子量成分及以羰基为代表的新生含氧基团可为微生物提供碳源而继续被生物降解。

4.2 野外曝晒架曝露试验

4.2.1 适用范围

适用于光-生物降解性材料制品光降解性能和降解程度的型式检验和评价。

4.2.2 试验场地

4.2.2.1 按以下要求选择在气候类型有代表性的试验场地：

a) 场地平坦空旷、不积水，东、南、西方向没有仰角大于 20°、北方向没有仰角大于 45°的障碍物；

b) 试验场地的大气质量达到该区域平均水平,地面宜保持自然植被,但草高不宜超过15 cm。

4.2.2.2 场地四周应采取围铁丝网或木栅等防止样品丢失的安全措施。

4.2.3 试验装置

4.2.3.1 曝晒架应符合以下要求:

a) 框架结构应使用耐腐蚀金属(如铝合金、不锈钢等)、涂上防护漆的角钢或木材制作;

b) 固定样品的架面应符合GB/T 17603关于曝晒架B的规定。应使用不涂漆外用级中密度或高密度复层胶合板制作,板架面仰角要与试验场地的地理纬度一致;

c) 曝晒架可作成固定仰角或可调仰角形式,架面下方边缘应有可收集碎片、防止碎片散落的挡槽。

4.2.3.2 如试验场地离气象台、站较远,应有同步观测累计日照时数、累计日照辐射量、气温(最高、最低、平均)、相对湿度(最高、最低、平均)、风力、降水量的设备。所用日光总辐射仪,应按GB/T 17603要求定期以标准辐射源进行校准。

4.2.4 试样及数量

4.2.4.1 应包括待检样、标准光-生物降解对照样及与待检样同材质的标准非降解对照样。

4.2.4.2 标准光-生物降解对照样所用的光-生物降解母粒,必须是经国家授权的质检单位考核符合本标准使用要求的合格产品,并应在有效期内使用。

4.2.4.3 光-生物降解标准对照样及标准非降解对照样应符合以下要求:

a) 以半年内生产,光-生物降解母粒含量为3%的光-生物降解聚丙烯餐饮具为标准降解对照样;

b) 以半年内制作,不含光-生物降解母粒,与检样同材质的塑料餐饮具为标准非降解对照样。

4.2.4.4 完整试样的数量,应能满足降解性能评价指标本底值、定期观测及结果观测值的测量和留样的需要。

4.2.4.5 破坏性测试所需的试样数量,等于该测试平行样及留样复测所需的数量。非破坏性检测所需的试样数量等于该测试所需平行样的数量。可参照式(1)计算所需完整试样的最低个数。

$$N = \left(1 + \frac{M}{Q} \right) \times 3 \quad \dots \dots \dots (1)$$

式中: N——试验所需样盒数,个;

Q——采样周期,周;

M——曝露试验期限,周。

4.2.5 试验条件

4.2.5.1 将曝晒架固定在试验场内,要经得起当地最大风力的吹刮。

4.2.5.2 架面方位朝正南,曝晒角度应等于场地的地理纬度。

4.2.5.3 如需设置多台曝晒架,其行距应以曝晒架高度的1.5倍为宜。

4.2.5.4 将标记好的样盒扣放在架面上(间距以不相互遮挡阳光为宜),用耐老化的细尼龙丝拉网或用细尼龙丝网固定。

4.2.6 试验开始时间和期限

以避开雨季的春末夏初开始为宜,试验期限应能满足试验目的及规定的累计日照辐射量需要,在6月~9月常态气象条件下累计日照辐射量达到300 MJ/m²约需2周~3周,达到600 MJ/m²约需5周~6周。

4.2.7 观测指标

4.2.7.1 感官指标应包括以下内容:

a) 颜色及表面光洁度或透明度变化;

b) 有无变形,有无霉变(按I、II、III、IV、V级判定);

c) 挺括度、韧性变化,有无龟裂(按I、II、III、IV级判定)、脆化;

d) 是否碎化(失去完整盒形,碎块大于2 cm×2 cm)、粉化(碎块小于或等于2 cm×2 cm)。

4.2.7.2 微观指标可包括以下内容：

- a) 重均、数均分子量及多分散性系数；
- b) 重均 $<10\ 000$ 的低分子百分含量；
- c) 红外光谱分析及羰基指数。

4.2.7.3 比较试验前后感官指标及微观指标的变化，计算分子量下降率及低分子百分含量、羰基指数的动态变化。

4.2.8 观测方法

4.2.8.1 应按以下要求对感官指标用目测和触摸法检查，同时可辅以量具测量。

4.2.8.2 霉变分级方法应符合 5.1.10.5 要求。裂损程度应按以下方法分级：

0 级：无裂损(或裂纹)

I 级：裂损(或裂纹)范围小于或等于外表面积的 10%

II 级：裂损(或裂纹)范围小于或等于外表面积的 30%

III 级：裂损(或裂纹)范围小于或等于外表面积的 60%

IV 级：裂损(或裂纹)范围占外表面积的 60%以上。

4.2.8.3 用高温凝胶色谱法检测重均和数均分子量及低分子百分含量，用傅立叶变换红外光谱仪对金刚石池制样作红外光谱分析。

4.2.9 试验步骤

4.2.9.1 试验前应拟定检验大纲，内容应包括：

- a) 试验目的、要求和场地条件；
- b) 抽样数量及方法；
- c) 微观指标取样方法及位置；
- d) 测试方法及依据标准；
- e) 测试方案及测量仪器；
- f) 测量结果判定方法及依据标准。

4.2.9.2 记录各组试样的感观指标本底描述，测试微观指标本底值。

4.2.9.3 将待检试样及标准降解、标准非降解对照样按标好的位置分别扣放在架面上。用直径小于 0.2 mm 的细尼龙线拉网或用直径小于 0.2 mm 的细尼龙丝网将试样固定，并作本底情况拍照。

4.2.9.4 在试验现场同时进行气象资料观测，逐日记录日照时数、累计总辐射量、气温(最高、最低、平均)、相对湿度(最高、最低、平均)、风力、降水量等。如试验场地在气象台、站附近，也可直接利用气象台、站的观测资料。

4.2.9.5 除按规定周期观察记录试验样品及对照样品的感官变化并进行拍照外，出现典型变化随时拍照，遇有大风、雷雨等异常天气要随时观察和维护，发现丢失要及时补齐。

4.2.9.6 按规定周期和以下要求采样、送样作分子量测试。

a) 分子量检样及红外光谱分析样按盖、底中心及两外边共四点法采取。分子量取平行样的均值，红外光谱分析可取四点的均值；

b) 每份检样分别装纸袋作好标记(品名、测试项目、采样及送检日期等)送检；在装袋、送检过程中要严防人为挤压、碰撞。

4.2.9.7 按 GB 18006.1 要求对经表 3B 条件曝露后的碎片作霉菌侵蚀试验，或采集粉化样作二氧化碳生成试验。

4.2.10 试验结果

将被检样与标准降解对照样、标准非降解对照样综合分析后，对照 GB 18006.1 规定进行综合判定。

4.2.11 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 试样品名及生产单位；
- b) 试验目的和要求；
- c) 试验场地、纬度及曝露期间的气象资料；
- d) 试验开始时间和期限；
- e) 观测指标、周期和方法标准；
- f) 试验结果及依据标准；
- g) 报告单位、报告人及日期。

4.2.12 技术要点

- a) 试验场地必须作好试验期间的日常安全维护；
- b) 试验样及对照样要尽量同期、同批生产；
- c) 试验期应尽量避开多雨季节，日照、气温等气象条件应具有本地区的代表性；
- d) 感官指标宜两人以上同时观察，共同判定；微观指标必须按国家标准方法操作，专人、专用仪器检测；
- e) 分子量测试所用凝胶柱料的分子量下限分离范围，应包括 5 000 及以下；
- f) 标准降解对照样及非降解对照样应避光存放，半年内使用；
- g) 不得用一般图钉或金属丝网固定样品。

4.3 氙灯光源曝露试验

4.3.1 适用范围

适用于光-生物降解性塑料制品光降解性能的型式检验和监督检验。

4.3.2 仪器设备

4.3.2.1 氙灯光源曝露试验箱

应满足以下技术条件：

- a) 氙灯滤光罩的滤光范围应能限定滤过光为 290 nm~400 nm 的紫外光范围；
- b) 试验箱内应有固定试样架的转鼓，并设有氙灯功率、累计辐射量、温度、相对湿度及计时器等自动控制、指示设定装置；
- c) 模拟气象条件可控范围：相对湿度：10%~80%，黑板温度：53℃~130℃；
- d) 其他应符合 GB 9344 及 GB/T 16422.1 要求。

4.3.2.2 试样架、黑板温度计及辐射量测定仪应符合 GB/T 16422.1 要求。

4.3.3 试验条件

试验条件应符合以下要求：

- a) 光源波长：290 nm~400 nm；
- b) 累计辐射量：最小不小于 14 000 kJ/m²，最大不应超过 67 200 kJ/m²；检验产品的光降解性能时，累计辐射量可统一限定在 16 800 kJ/m²；
- c) 黑板温度设定控制在仪器所允许的最小温度上（不大于 55℃），用自动加湿系统将试验箱内的相对湿度控制在（65±5）%（严禁喷水控湿）。

4.3.4 试验样品

- a) 试验样品应符合 4.2.4 要求。

将各组试样的平整部分，各剪制成 50 mm×100 mm 宽的样片，用细尼龙丝固定在试样架面上，并在架背面编号标注；

- c) 各种试样片数应不少于 3 片。

4.3.5 方法步骤

4.3.5.1 将待检样片、标准降解对照样片及非降解对照样片分别按本底样、试验样及留样分别编号，并

将本底样及留样避光保存。

4.3.5.2 用细尼龙丝线将三种试验样片固定在试样架上，并将样片种类及编号标记在试样架的背面。其他本底样及留样片避光保存。

4.3.5.3 接通主机电源，按试验设计方案设定主要技术参数，打开氙灯，直至样片受到的总辐射量达到预定值，曝露试验箱自动关机。

4.3.5.4 小心取出达到预定辐射量值的样片，分别记录试验样片、本底样片及对照样片的感官变化后，按样片种类分别装入样品袋内送检分子量及红外光谱分析。

4.3.5.5 需检验试样的生物降解性能时，辐射量值需使样片碎化、粉化后再作霉菌侵蚀试验或二氧化碳生成量试验。

4.3.6 结果分析与判断

4.3.6.1 与试验前相比，观察记录有无光降解诱导期的感官变化（细纹理样变或裂变）。

4.3.6.2 用以下参数，按照 GB 18006.1 标准要求，结合标准对照样片变化对比综合判断。

- a) 重均分子量下降率；
- b) 红外光谱图及羰基指数。

4.3.6.3 检验结果判定，应符合 GB 18006.1 规定的原则。

4.3.7 试验报告

应包括以下内容：

- a) 试样品名、生产单位及送检日期；
- b) 试验目的、要求；
- c) 试样分类；
- d) 试验条件参数（曝露箱主要技术参数，样品尺寸，累计曝露总辐射量）；
- e) 观察、检验指标及依据标准；
- f) 试验结果及对比标准值；
- g) 报告单位、报告人及日期。

4.3.8 技术要点

- a) 必须在样盒平整部位剪制样片；
- b) 用细尼龙线固定样片，以使样片在试验过程中不移位为宜；
- c) 试验过程中严禁采用定期喷水法控制箱内的相对湿度；
- d) 取样动作要轻柔，避免人为损坏样片，送检微观指标前要及时记录感官变化。

5 生物降解性能试验

5.1 霉菌侵蚀试验

5.1.1 原理

模拟清洁环境下样品被微生物分解的情况，将待检试样和对照试样作为唯一的碳源供微生物生长利用。

5.1.2 适用范围

适用于各种材质的一次性可降解餐饮具。

5.1.3 试验设备

- a) 玻璃器皿：锥形瓶，平皿（ $\phi 9\text{ cm}$ ），量筒，无菌试管，无菌刻度吸管（1.0, 5.0, 10.0 mL）；
- b) 精密 pH 试纸；
- c) 恒温恒湿培养箱（28℃～30℃，相对湿度不低于 85%）；
- d) 美术喷枪（喷嘴孔径应不大于 0.5 mm）；
- e) 电动低压喷泵（流量：3 L/min，空气压力：0.4 kg/cm²）；

- f) 体视显微镜;
- g) 血球计数板;
- h) 酒精灯;
- i) 冰箱;
- j) 微波炉;
- k) 生物安全柜。

5.1.4 试剂和材料

5.1.4.1 凡未说明规格的试剂均为分析纯(AR),所用水均为去离子水。

5.1.4.2 将各类试样剪成 20 mm×40 mm 的试验样片,经灭菌处理后备用。

5.1.4.3 光-生物降解塑料试样必须是经过光降解预处理后达到碎化的样片,其非降解对照样也必须经过相同光降解预处理辐射量值的同步曝露。经确认无毒变,再用水清洗干净后制样。

5.1.5 培养基

按附录 A 要求制备以下培养基:

- a) 查氏培养基;
- b) 马铃薯蔗糖培养基;
- c) 基础无碳源培养液;
- d) 基础无碳源培养基。

5.1.6 试验菌种

- a) 黑曲霉(AS 3.3928);
- b) 土曲霉(AS 3.3935);
- c) 球毛壳(AS 3.4254);
- d) 绿色木霉(AS 3.4005);
- e) 出芽短梗霉(AS 3.3984);
- f) 绳状青霉(AS 3.3875)。

将以上菌种保存在查氏培养基上,4℃存放,6个月转种一次。使用时,分别接种于马铃薯蔗糖培养基斜面上,28℃~30℃培养7~14天,制备混合孢子悬液。

5.1.7 试验样及分组

5.1.7.1 试验样应包括光降解处理后的待检样及处理前的对照样、阳性对照样片和阴性对照样片。各试验样片按以下要求分成三组:

- a) 第一组为零对照组,在试验室自然放置;
- b) 第二组为不染菌组,样片不接种菌液;
- c) 第三组为染菌侵蚀试验组。

5.1.7.2 可用滤纸片作各组的生物降解阳性对照样片,用非降解聚丙烯片作阴性对照样。第三组的阳性对照样片表面应有大量真菌生长,否则试验需重作。

5.1.8 试验样片预处理

将制成的各组样片浸入 75%乙醇中,消毒 30 min 取出,室温下自然干燥过夜后,移入干燥器中半小时,称重直至恒重,记录初始质量。

5.1.9 霉菌混合孢子悬液的制备

按附录 B 要求制备霉菌混合孢子悬液。

5.1.10 试验步骤

5.1.10.1 倒板:将基础无碳源琼脂培养基加热溶化后倒进平皿,每平皿培养基深度 8 mm~10 mm。

5.1.10.2 接种:在生物安全柜内将第三组的各样片分别置于无菌平皿内,再用美术喷枪分别将 0.2 mL 霉菌孢子悬液喷于各样片表面。

5.1.10.3 加试验样片：将染菌的各样片静置 1 min 后以无菌程序将其置于预先制备好的平皿培养基表面，同时作不染菌对照组和零对照组。每组三皿，每皿两片。要避免样片之间、样片与平皿之间接触。

5.1.10.4 培养：将接种好的第三组及不接种的第二组平皿用胶带封好，置霉菌培养箱中，30℃，相对湿度大于 90%，培养 28 天。培养箱每周换气一次。零对照平皿在试验室自然放置。定期观察上述平皿中各样片表面霉菌生长情况。取三皿霉菌平均覆盖面积的百分比按表 1 要求作分级记录。

5.1.10.5 结果观察：以肉眼观察为主，观察不清时应辅以体现显微镜观察。

表 1 霉菌生长分级方法

级 别	试样表面霉菌覆盖面的百分比	生 长 程 度
0	肉眼、显微镜下均未见生长	无
I	肉眼未见生长，显微镜下清晰可见生长	微量
II	肉眼可见生长，约占总面积≤25%	轻度
III	肉眼可见生长，约占总面积≤50%	中度
IV	肉眼可见生长，约占总面积>50%	重度
V	肉眼可见生长，约占总面积 100%	—

5.1.11 结果判定

对照 GB 18006.1 要求，符合该指标要求时为合格，反之为不合格。

5.1.12 技术要点

- a) 不适用于小于 20 mm×40 mm 的试样；
- b) 如培养后的样片上污物较多，可用脱脂棉沾水轻拭，但不得造成人为失重；
- c) 配制查氏培养基，每种盐要依次溶解，磷酸氢二钾(K_2HPO_4)要单溶；
- d) 美术喷枪嘴孔径应不大于 0.5 mm，要使喷出的孢子悬液呈细雾状，不得出现小水滴；
- e) 接种喷菌操作应在生物安全柜中进行，要严格防止霉菌孢子弥散，操作人员的安全防护措施应符合 GB 2423.16 要求；
- f) 无碳源琼脂培养基所用琼脂应具高纯度。

5.2 纤维素酶侵蚀试验

5.2.1 原理

纤维素酶从纤维素中分解出还原糖，还原糖又同 2-羟基-3,5-二硝基苯甲酸反应产生一种黄-橙混合物，用肉眼或分光光度计法比色测定。

5.2.2 适用范围

本法适用于纸制及食用粉制作的一次性可生物降解餐饮具。

5.2.3 试验器材

- a) 25 mL 刻度比色管；
- b) 1 cm 比色皿；
- c) 分光光度计；
- d) 食品粉碎机(12 000 转/min)；
- e) 100 mL、1 000 mL 容量瓶。

5.2.4 试剂

5.2.4.1 指示剂溶液：用少许去离子水同 1.0 g 2-羟基-3,5-二硝基苯甲酸拌和，然后边摇动边滴加 2 mol/L 的氢氧化钠溶液 20 mL，至 2-羟基-3,5-二硝基苯甲酸溶解。用 50 mL 去离子水稀释，再加 30 g 四个结晶水的酒石酸钾，溶解后再用去离子水定容至 100 mL。在 4℃ 下密封保存。

5.2.4.2 乙酸盐缓冲液(pH4.6)：取 50 mL 2 mol/L 乙酸与 50 mL 2 mol/L 乙酸钠溶液混合，并用去离

子水定容至 1 000 mL。

5.2.4.3 常规配制 2 mol/L 氢氧化钠溶液。

5.2.4.4 纤维素酶溶液：将成品纤维素酶用醋酸盐缓冲液溶解，使酶活力为 30 U/mL。

5.2.5 试样预处理及分组

5.2.5.1 称取 5 g 试样加 200 mL 醋酸缓冲液，用食品粉碎机粉碎打浆，取浆液试验。

5.2.5.2 取三只 25 mL 刻度比色管，按以下顺序编号：

- a) 试样空白管——1号；
- b) 试剂空白管——2号；
- c) 侵蚀试验主值管——3号。

5.2.6 试验步骤

5.2.6.1 按表 2 要求，各称取 0.5 g 试样浆液放入 1 号、3 号管内；再将 1 号、2 号、3 号管置于 40℃ 恒温水浴中，各加入 1.5 mL 已预热的醋酸盐缓冲液后，再向 2 号及 3 号管各加入 2.0 mL 的酶溶液，混合后保温 30 min。

5.2.6.2 按表 3 要求向 1 号、2 号、3 号管各加入 1.0 mL 氢氧化钠溶液和 2.0 mL 指示剂溶液，使反应终止，再向 1 号管加入 2.0 mL 酶溶液。

表 2 试剂用量及步骤一

用 量	试 管 号		
	1	2	3
试样浆液, g	0.5	—	0.5
缓冲液, mL	1.5	1.5	1.5
酶溶液, mL	—	2.0	2.0

表 3 试剂用量及步骤二

用 量	试 管 号		
	1	2	3
氢氧化钠溶液, mL	1.0	1.0	1.0
指示剂溶液, mL	2.0	2.0	2.0
酶溶液(30 U/mL)	2.0	—	—

5.2.6.3 将上述 1、2、3 号管置于沸水浴中 5 min，流水冷却后用去离子水定容至 20 mL。目测色深是否为黄橙色。

5.2.6.4 目测不易与空白对照分辨时，将试液用滤纸过滤后用分光光度计作常规比色，于 490 nm 处以空白值为参比测定吸光度判断色深。

附录 A
(标准的附录)
培养基的制备方法

A1 查氏培养基**A1.1 成分**

a) NaNO ₃	1.5 g
b) KCl	0.25 g
c) MgSO ₄ · 7H ₂ O	0.25 g
d) K ₂ HPO ₄	0.5 g
e) FeSO ₄	0.005 g
f) 蔗糖	15 g
g) 琼脂粉	8~10 g
h) 去离子水	500 mL

A1.2 制法

每种盐依次和琼脂粉加热溶解于 1 000 mL 三角瓶内(磷酸氢二钾单溶后再加入溶液中),调 pH 值至 6.0,分装试管,121℃灭菌 20 min,制成斜面备用。

A2 马铃薯蔗糖培养基

取新鲜马铃薯去皮洗净切片,称取 200 g 放入盛有 1 000 mL 去离子水的大烧杯中,煮沸 30 min 后用纱布滤去渣滓,将滤液移入 500 mL 锥形瓶中,加入 2% 蔗糖、2% 琼脂,分装试管,121℃灭菌 20 min,制成斜面备用。

A3 基础无碳源培养液**A3.1 成分**

a) K ₂ HPO ₄	0.7 g
b) KH ₂ PO ₄	0.7 g
c) MgSO ₄ · 7H ₂ O	0.7 g
d) NH ₄ NO ₃	1.0 g
e) NaCl	0.005 g
f) FeSO ₄ · 7H ₂ O	0.002 g
g) ZnSO ₄ · 7H ₂ O	0.002 g
h) MnSO ₄ · H ₂ O	0.001 g
i) 去离子水	1 000 mL

A3.2 制法

将上述成分依次溶解于装有 1 000 mL 去离子水的三角瓶中,调 pH 至 6.0,将培养液在 121℃高温灭菌 20 min。

A4 基础无碳源琼脂培养基

在基础无碳源培养液中按 2% 加入琼脂粉,加热溶解,121℃高压灭菌 20 min。试验前倒 10 mm 深

的平板备用。

附录 B
(标准的附录)
混合霉菌孢子悬液的制备方法

B1 用无菌吸管吸取 10 mL 含湿润剂(0.05% 吐温 80)的无菌水 10 mL, 轻轻加至培养 7~14 天的成熟菌管中。

B2 用接种环轻轻刮出孢子, 移入装有 30 mL 无菌水的三角瓶中(内含玻璃珠), 剧烈振荡, 使孢子团分散。

B3 用双层纱布过滤除去菌丝碎片, 将滤液移至离心管中, 以 3 000 转/min 离心 10 min, 去掉上清液, 用 50 mL 灭菌去离子水使沉淀再悬浮, 再离心, 如此清洗孢子三次。

B4 用 50 mL 基础无碳源培养液稀释最终沉淀物。用血球计数板计数上述悬液, 使孢子数为 10^7 个/mL。如低于上述值, 向孢子液中再移入孢子, 反之应将孢子液稀释。

B5 每种菌都单独制成孢子悬液。将五种制备好的单一孢子悬液按等体积混合, 即为混合孢子悬液, 并应在当天使用!

B6 操作全过程均应由受过专门训练的微生物检验人员在生物安全柜中进行。

附录 C
(提示的附录)
光-生物降解性材料在规定菌种和周期内需氧生物
降解二氧化碳生成试验方法

C1 原理

可生物降解材料在降解中, 其碳元素被氧化成二氧化碳, 可用氢氧化钡溶液吸收形成碳酸钡沉淀, 剩余的氢氧化钡溶液可用盐酸标准溶液滴定, 根据所消耗标准溶液的体积, 计算二氧化碳生成量。

C2 适用范围

适用于经光降解达碎化、粉化的小于 20 mm×40 mm 的光-生物降解聚丙烯样渣。

C3 仪器设备

- a) 500 mL 锥形瓶;
- b) 橡胶塞及导气软管(不渗漏二氧化碳);
- c) 100 mL 酸式滴定管;
- d) 气泵(1 L/min);
- e) 空气瓶及流量控制阀;
- f) 振荡培养箱;
- g) 测定氧和二氧化碳气体含量的设备(可选气相色谱仪)。

C4 试剂

- a) 羧甲基纤维素钠;
- b) $c(\text{HCl}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 盐酸溶液;

c) 0.0125 mol/L 的氢氧化钡溶液: 标定后用滤纸过滤后密封保存。

C5 培养液

按附录 A 要求配制基础无碳源培养液。

C6 试验菌种

试验菌种同 5.1.6, 并按附录 B 要求制备成高活力霉菌孢子混悬液。

C7 试样制备及预处理

C7.1 应包括以下试样:

- a) 光降解处理后待检样;
- b) 阴性对照样(非降解聚丙烯试样);
- c) 阳性对照样(羧甲基纤维素钠)。

C7.2 将非降解对照样剪碎, 将光降解处理后待检样研碎后备用。

C8 试验分组

按以下要求分组, 每组至少设三个平行样。

- a) 第一组: 阳性对照组;
- b) 第二组: 阴性对照组;
- c) 第三组: 空白对照组(基础无碳源培养液);
- d) 第四组: 光降解处理后被检试验组。

C9 操作程序

C9.1 取 12 个 500 mL 锥形瓶分成四组, 每个锥形瓶各加入 250 mL~300 mL 基础无碳源培养液。依次向第一组各加入 2 g 羧甲基纤维素钠, 向第二组各加入 30 g 聚丙烯碎渣, 向第四组各加入 30 g 光降解处理后被检样碎渣。

C9.2 向各组锥形瓶分别接种新制成的高活力霉菌孢子混悬液 0.1 mL。

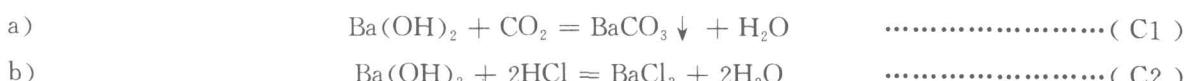
C9.3 在每个锥形瓶口上用橡胶塞导气管依次连接三个装有 0.0125 mol/L 氢氧化钡溶液 300 mL 的二氧化碳吸收瓶。

C9.4 将上述锥形瓶置于振荡培养箱中于 30℃ 培养。

C9.5 用气泵以 50 mL~100 mL/min 的流速向锥形瓶内吹入无二氧化碳的空气, 使每个锥形瓶中产生的二氧化碳随时与氢氧化钡吸收液反应, 并生成碳酸钡沉淀。

C9.6 每天检测进气和排出气的空气流量, 以保证试验系统不漏气。每天至少测定两次排气中的氧含量, 使其不低于 6%。

C9.7 培养 7 天后再以酚酞作指示剂, 用 0.05 mol/L 盐酸分别对各吸收瓶内剩余氢氧化钡进行滴定, 并分别记录消耗盐酸的毫升数, 并换算成摩尔数。其反应式如下:



C9.8 计算

- a) 按试验材料的化学成分计算出各材料的初始总碳含量。
- b) 按下式计算各瓶的二氧化碳释放量。

$$Q = B - H/2 \quad(C3)$$

$$B = \frac{0.0125 \text{ mol}}{1000 \text{ mL}} \times 100 \text{ mL} \quad \dots \dots \dots \text{(C4)}$$

式中： Q —二氧化碳释放量，mol；

B—氢氧化钡起始量, mol;

V——滴定剩余氢氧化钡所消耗盐酸的毫升数, mL;

H——滴定剩余氢氧化钡所消耗盐酸的摩尔数, mol。

c) 如用气相色谱仪,应根据流率和气体成分,换算成标准条件(温度和压力)后,再确定二氧化碳累计生成量。

d) 用光降解处理后被检样产生的平均二氧化碳累计量及阴性对照的平均二氧化碳累计量分别减去空白对照的平均二氧化碳偏差量为被检样及阴性对照样各自的二氧化碳纯生成量。

e) 对被检样二氧化碳纯生成量和阴性对照进行统计学测验,如二者间有显著差异,则被检样有生物降解性。

C10 技术要点

- a) 配制试剂用水必须是新煮沸的去离子水。吹入的空气必须是无二氧化碳的空气；
 - b) 培养时间不能过长，否则吸收瓶中的氢氧化钡全部被二氧化碳消耗掉使溶液呈酸性，而无法再用盐酸溶液滴定。
 - c) 吸取剩余氢氧化钡上清液时，切勿将溶液搞混，否则影响滴定结果的准确性。
 - d) 所用试剂不得与空气接触，容器需经氮气置换空气后方可开始试验。

附录 D

(提示的附录)

生物降解性材料可堆肥性试验方法

D1 原理

生物降解性材料含有微生物生长利用的碳源,在接种活性有机肥后,在嗜常温和嗜高温微生物作用下,其碳元素转化为气态碳,可用氢氧化钡溶液吸收形成碳酸钡沉淀,剩余的氢氧化钡溶液可用盐酸标准溶液滴定,根据所消耗盐酸标准溶液的体积,计算出二氧化碳生成量及气态碳生成量。

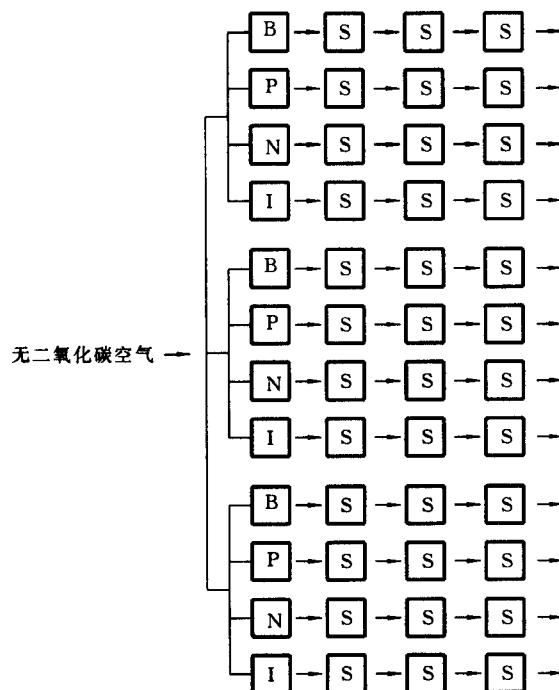
D2 范围

本法规定了以样品碳元素转变为气态碳的百分率为生物降解率，并作为生物降解材料降解性能和可堆肥性的评价指标。

本法适用于生物降解性材料及其降解程度和可堆肥性的最终判定。

D3 设备

D3.1 堆肥装置(见图 1):



B—空白对照；P—阳性对照；N—阴性对照；I—检测样；S—二氧化碳吸收液 $\text{Ba}(\text{OH})_2$

图 1 二氧化碳分离装置

D3.1.1 12个2 L~5 L的广口瓶作为堆肥容器,分成三组,每组四瓶,分别作为样品材料、空白对照、阳性对照及阴性对照瓶。

D3.1.2 可使堆肥容器温度维持在35℃、50℃和58℃(±2℃)的水浴或其他温控装置。

D3.1.3 可向每个堆肥容器以准确通风量输送无二氧化碳的饱和水空气压缩空气系统。

D3.1.4 测定堆肥容器排出气体中氧、二氧化碳含量的设备,如特定探测仪或气相色谱仪。

D3.2 用于每个堆肥容器的二氧化碳吸收装置:

D3.2.1 5 000 mL的瓶子至少3只,每瓶内装氢氧化钡 $[\text{Ba}(\text{OH})_2]$ 二氧化碳吸收液,并安有通气装置。

D3.2.2 不渗漏二氧化碳的弹性软管。

D3.2.3 装有采气部件的塞子。

D3.2.4 称量试样用的分析天平(±0.1 mg)。

D3.2.5 100 mL滴定管。

D3.2.6 pH计。

D3.2.7 测定干固体(105℃)、挥发性固体、挥发性脂肪酸的设备和分析仪器,凯氏测定总氮和测定原素碳含量的装置或分析仪器。

D3.3 可选设备:

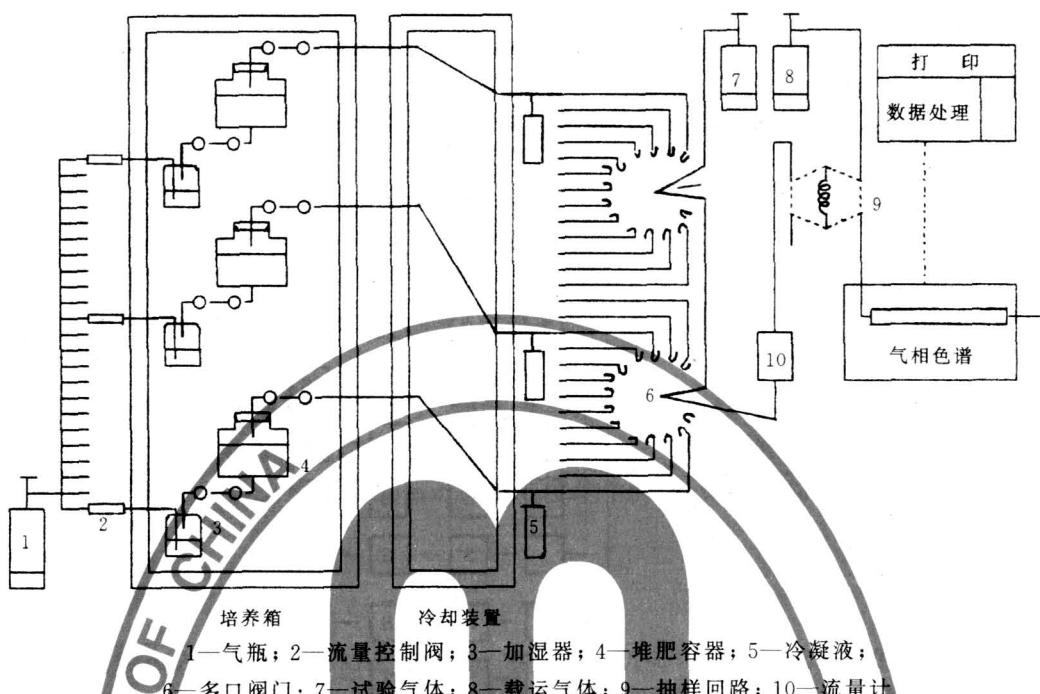


图 2 气相色谱法需氧堆肥试验装置

D4 试剂和材料

D4.1 0.005 mol/L 的氢氧化钡溶液: 每升蒸馏水溶解 4.0 g 的氢氧化钡 [$\text{Ba}(\text{OH})_2$]，标定并用滤纸过滤后密封保存，以防吸收空气中的二氧化碳。

D4.2 0.05 mol/L 盐酸。

D4.3 阳性对照用分析纯纤维素。选用色谱分析法时，其粒径要小于 20 μm 。

D4.4 阴性对照用聚丙烯，其形状必须与试样相同。

D5 堆肥接种物及堆肥条件

D5.1 接种物应符合以下要求

- a) 取自城市固体垃圾有机成分，并经 2~4 个月充分曝气的混合肥；
- b) 不含较大杂质（玻璃、石头、金属等），并经过孔径小于 10 mm 的筛子筛分；
- c) 其活性应在试验前 10 天中每克挥发性固体可产生 50 mg~150 mg 二氧化碳；
- d) 灰分量小于 70%，pH 值为 7~8。

D5.2 接种物与试样混合物的 C/N 比应在 10~40 之间，堆肥容器中的氧含量应保持不少于 6%，且不能有游离水存在，原料不得结团。

D6 操作步骤

D6.1 样品的准备

D6.1.1 按国家现行标准方法，测定接种物的挥发性固体、干固体及氮含量。

D6.1.2 按国家现行标准方法，测定所有试样的挥发性固体、干固体及碳含量。

D6.1.3 称取约 600 g 的干燥固体接种物，与大约 100 g 的干燥固体试样混合，再用蒸馏水将容器内混合物的干固体含量调整到约为 50%。如 C/N 比超过 40，可填加氯化氨。堆肥处理前要立即称量容器同所有内容物的总重。

D6.1.4 用大约 600 g 干燥固体接种物作空白对照，用分析纯纤维素作阳性对照，用聚丙烯作阴性对

照。

D6.2 开始步骤

先向堆肥容器输送无二氧化碳空气，其流量要保证排出气体的氧含量不低于 6%。第一周每天至少测定 2 次氧含量，按需要调整空气流量。

D6.3 操作步骤

D6. 3. 1 先将堆肥容器在35℃(±2℃)培养箱中暗培养一天，接着升高温度至58℃(±2℃)维持4天，再将温度降至50℃(±2℃)作为最佳堆肥条件保持28天。然后将温度降至35℃(±2℃)，共需暗培养45天。如二氧化碳仍明显产生，可延长一周，直到剩余接种物不明显产生二氧化碳为止。

D6.3.2 温度降至35℃第一周后，至少每隔6 h 测定一次排气中的二氧化碳和氧含量。

D6.3.3 试验期内每天要检测堆肥容器进、排气的空气流量,防止堆肥系统漏气,要及时调整气流使二氧化碳体积浓度至少维持在2%。

D6.3.4 每周要将堆肥容器振荡一次,以防止堆肥中出现大的空隙,保证试样受到均匀的侵蚀,并使堆肥湿度分布均匀。如湿度过高,例如容器内出现游离水或因高湿而结块,可通过注入干燥空气或通过进气排水装置将水除去;如堆肥条件过于干燥,要及时增加湿度。在整个试验期间,要反复调节以保证合适的堆肥条件。在完成调节后的72 h内必须严密监测二氧化碳和氧的浓度,每天至少测定两次,间隔要在6 h以上。

D6.4 试验结束

D6.4.1 培养结束后,称量容器同内容物的重量,并测定堆肥料中剩余的干固体含量。

D6.4.2 测定堆肥料的 pH 值(要用蒸馏水按 5 : 1 重量比将样品稀释, 用手摇匀立即检测)。

D6.4.3 如 pH 值 < 7, 表示堆肥容器内容物已酸化, 立即测定干料的挥发性脂肪酸。如每公斤堆肥容器中干料的挥发性脂肪酸含量超过 2 g, 则本次试验无效。

D7 计算

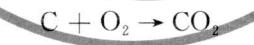
D7.1 如果试验材料的化学成分已知,也可用元素分析或通过计算确定总碳量。二氧化碳理论生成量可用式(D1)和(D2)计算:

$$C_i = \frac{W}{100} \times m$$

式中： C_i ——装入堆肥容器中的原始碳量，g；

W —每 100 g 试验材料的含碳量·g·

m—装入堆肥容器中的试验材料量。



12 g 碳生成 44 g CO₂

式中: C——二氧化碳理论生成量, g;

C_i —装入堆肥容器中的原始碳量, g。

D7.2 测定试验物质累积二氧化碳生成量(g)

D7.2.1 用 0.05 mol/L 盐酸分别对试验物质和空白对照的 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 吸收液进行滴定, 用二者滴定的不同毫升数确定 CO_2 生成量。

D7.2.1.1 CO₂进入吸收瓶后的反应详见附录C。

D7.2.1.2 BaCO_3 不溶于水而沉淀。用酚酞作指示剂,以盐酸滴定终点来确定吸收液中的 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 残留量(反应式详见附录C)。

- D9.1.1 有关接种物的资料,包括接种物来源、干燥固体的百分比、挥发性固体的百分比、克氏总氮量、接种物的活性(试验头10天的二氧化碳生成量)以及收集、存贮、手工整理的数据。
- D9.1.2 试验材料的碳含量,阳性和阴性对照以及二氧化碳最大生成量的理论计算值。
- D9.1.3 试验前及试验结束,堆肥容器同内容物的重量。
- D9.1.4 用图表显示整个试验期的累积二氧化碳测定值及氧流量,报告本试验方法所用的仪器设备。
- D9.1.5 试验材料及对照物的需氧生物降解率,百分率标准差和95%可信限范围。
- D9.1.6 与阳性对照生物降解率的百分比(纤维素=100%)。
- D9.1.7 试验的温度范围。
- D9.1.8 堆肥接种物及终末残留物的pH值,pH值小于7的容器终末残留物内挥发性脂肪酸的含量。

D10 精确度和偏差

平均标准差为2.5%,95%可信限范围平均为5%。



中华人民共和国
国家标准
一次性可降解餐饮具降解性能试验方法

GB/T 18006.2—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1½ 字数 34 千字
1999 年 12 月第一版 1999 年 12 月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066 · 1-16397 定价 13.00 元