

Especificación estándar para exposición y ensayo de plásticos que se degradan en el medio ambiente mediante una combinación de oxidación y biodegradación

ANTEPROYECTO

Advertencia

Este documento no es una norma oficial NORDOM. Él es distribuido en el comité técnico para su revisión, estudio y aprobación como Norma Dominicana NORDOM. Está sujeto a cambios siempre que se presentan la base científica.

Los poseedores de este documento están invitados a someter observaciones relevantes, provisto de la documentación que la sustente, en el periodo de consulta pública que se anunciara debidamente.

Índice

Prefacio	iii
1 Objeto y campo de aplicación.....	1
1.1 Objeto.....	1
1.2 Campo de aplicación.....	2
2 Referencias normativas.....	2
3 Términos y definiciones.....	3
4 Resumen	3
4.4 Metodología por niveles.....	4
4.5 Formación de gel y consecuencias durante la fase de oxidación - discusión	4
5 Significado y uso.....	5
6 Procedimientos	5
7 Informe.....	8
8 Verificación oxo-biodegradabilidad	9
Bibliografía	12

Prefacio

El Instituto Dominicano para la Calidad (INDOCAL), es el organismo oficial que tiene a su cargo el estudio y preparación de las Normas Dominicanas (NORDOM) a nivel nacional. Es miembro de la Organización Internacional de Normalización (ISO), Comisión Internacional de Electrotécnica (IEC), Comisión del Codex Alimentarius, Comisión Panamericana de Normas Técnicas (COPANT), representando a la República Dominicana ante estos Organismos.

La norma **NORDOM 83-2: 003 Especificación estándar para exposición y ensayo de plásticos que se degradan en el medio ambiente mediante una combinación de oxidación y biodegradación** ha sido preparada por la Dirección de Normalización del Instituto Dominicana para la Calidad (INDOCAL).

La elaboración de esta norma fue motivada por la Asociación Dominicana de la Industria de Plásticos (ADIPLAST), y apoyada por el comité técnico, debido a que no existía una Norma Dominicana sobre este producto.

El estudio de esta norma estuvo a cargo del Comité Técnico **CT 83:2 Plásticos**, integrado por representantes de los sectores de producción, consumidor y técnico, quienes iniciaron su trabajo tomando como base la Norma **ASTM D6954-18 Especificación estándar para exposición y ensayo de plásticos que se degradan en el medio ambiente por una combinación de oxidación y biodegradación**, del cual partió la propuesta de norma a ser estudiada por el comité.

Dicha Propuesta de norma fue aprobada como Anteproyecto por el comité técnico de trabajo, en la reunión **No. 05** de fecha **07 de octubre de 2021**.

Formaron parte del comité técnico, las entidades y personas naturales siguientes:

PARTICIPANTES:

Javier Fernández

Rita Gonzalez

Fernando Gonzalez

Yamil Attias
Álvaro Sousa

Alicia Tavárez

Alejandro Farach

William Keesee
Edilberto Cabral

Cristian González

Jorge Mayol

Manuel Lorenzo V.

REPRESENTANTES DE:

Plásticos Multiform

Observatorio Nacional para la Protección del Consumidor (ONPECO)

Consorcio Comercial del Caribe

Asociación Dominicana de la Industria de Plásticos (ADIPLAST)

Ministerio de Medio Ambiente

Plastifar, S.A.

Polyplas Dominicana

Instituto Nacional de Protección De Los Derechos Del Consumidor (Pro Consumidor)

Plásticos del Caribe

Grupo Fersan

Jorge Guerrero
German Espejo

Symphony Environmental Ltd.

Raúlín Zapata

Barrick Pueblo Viejo

Claudia Alonzo
Fabio Terrero
Greilin Castillo

Instituto Dominicano para la Calidad (INDOCAL)

Exposición y ensayo de plásticos que se degradan en el medio ambiente mediante una combinación de oxidación y biodegradación

1 Objeto y campo de aplicación

1.1 Objeto

1.1.1 Esta norma establece un marco u hoja de ruta para comparar y clasificar las tasas controladas de laboratorio de degradación y el grado de pérdida de propiedades físicas de los polímeros por procesos térmicos y de fotooxidación, así como la biodegradación y los impactos ecológicos en aplicaciones y entornos determinados en disposición. Los entornos de disposición se entienden desde la exposición en el suelo, relleno sanitario, y compostaje en los cuales se puede producir oxidación térmica, fotooxidación, cobertura de tierra y uso agrícola en los que también puede producirse la fotooxidación.

1.1.2 En esta norma, se utilizan normas establecidas en tres niveles para la aceleración y medida de pérdida de propiedades y de peso molecular debido a procesos térmicos y de fotooxidación y otros procesos abióticos (nivel 1), medición de la biodegradación (nivel 2) y evaluación del impacto ecológico de los productos de estos procesos (nivel 3).

1.1.3 Las condiciones del nivel 1 seleccionadas para la oxidación térmica y fotooxidación aceleran la degradación probable a ocurrir en una aplicación y entorno de disposición elegidos. Las condiciones deben incluir un intervalo de humedad en el entorno de aplicación de disposiciones previstas. Se requiere la tasa de degradación medida a temperaturas de oxidación típicas para comparar y clasificar los polímeros que se evalúan en la aplicación elegida para alcanzar un peso molecular que constituya un residuo biodegradable demostrable. Se utilizan ensayos biométricos para la evolución de CO₂ apropiados para el entorno escogido. A modo de ejemplo, los datos de oxidación acelerada deben obtenerse a temperaturas y rangos de humedad típicos en el entorno de aplicación y eliminación elegido, por ejemplo, en el 20 °C a 30 °C e instalaciones de compostaje 30 °C a 65 °C. Para aplicaciones en suelos, se deben considerar los rangos de temperatura y humedad locales, ya que varían ampliamente con la geografía, al menos una temperatura debe estar razonablemente cerca del uso final o en el desecho, pero en ningún caso esta deberá alejarse en más de 20 °C, de aquella temperatura. También se debe establecer que el polímero no sufre un cambio de fase, como la temperatura de transición vítrea (*T_g*) dentro del rango de temperatura de prueba.

1.1.4 En el nivel 2, los residuos resultantes de la oxidación a continuación son expuestos a métodos de ensayo para medir la velocidad y el grado de biodegradación.

1.1.5 Los datos generados bajo la evaluación de nivel 1 y el tiempo determinado para la biodegradación en el entorno elegido (nivel 2) permiten la clasificación en relación con otros polímeros evaluados en condiciones ambientales similares con esta norma. El grado y el tiempo para la biodegradación deben ser constantes con los métodos de ASTM Internacional, y cualquier residuo de la etapa de oxidación intermedia y de la biodegradación debe demostrarse que es ambientalmente benigno y no persistente (Nivel 3).

NOTA La intención de uso de esta norma es la comparación y clasificación de datos para ayudar en el diseño y desarrollo, y en la reducción de impactos ambientales de los polímeros que requieren no más de 24 meses para oxidarse y biodegradarse en el uso previsto y en las opciones de disposición, y crean residuos no peligrosos o persistentes en las condiciones adecuadas de disposición (por ejemplo, condiciones de dos estaciones de cultivo en el suelo).

1.1.6 Estudios multidisciplinarios recientemente completados (i.e. Estudio Oxomar) concluyen que existe una correlación directa entre los resultados del proceso de biodegradación en laboratorio (ambiente controlado) y en ambiente abierto (no controlado) en el sentido en que en los dos casos se comprueba una biodegradación completa y acelerada del material, a pesar de que los tiempos de biodegradación en ambiente abierto puedan variar dependiendo de las condiciones propias de cada ecosistema.

NOTA No existe una norma ISO que sea equivalente a la presente norma.

1.1.7 Los valores indicados en unidades del Sistema Internacional de Unidades, SI, deben ser considerados como los estándares.

1.1.8 Esta norma no tiene el propósito de contemplar todo lo concerniente sobre seguridad, si es que hay algo asociado con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas apropiadas de seguridad y salud, y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias previo a su uso.

1.2 Campo de aplicación

Esta norma es aplicable para plásticos y productos fabricados de plásticos que están diseñados para descomponerse bajo una combinación de oxidación y biodegradación.

2 Referencias normativas

Los siguientes documentos se mencionan en el texto de tal manera que parte o todo su contenido constituye requisitos de este documento. Para las referencias con fecha, sólo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha, se aplica la última edición del documento referenciado (incluidas las enmiendas).

ASTM D882-18, Método de prueba estándar para las propiedades de tracción de láminas de plástico delgadas.

ASTM D883, Terminología relacionada con los plásticos.

ASTM D3826, Práctica para determinar el punto final de degradación en Polietileno y Polipropileno degradables mediante una prueba de tracción.

ASTM D3987, Práctica para la extracción por agitación de residuos sólidos con agua.

ASTM D5071, Práctica para la exposición de plásticos fotodegradables en un aparato de arco de xenón.

ASTM D5208, Práctica para la exposición a rayos ultravioleta fluorescente de plásticos fotodegradables (UV).

ASTM D5272, Práctica para las pruebas de exposición al aire libre de plásticos fotodegradables

ASTM D5338, Método de prueba para determinar la biodegradación aerobia de materiales plásticos en condiciones controladas de compostaje, incorporando temperaturas termófilas.

ASTM D5510, Práctica para el envejecimiento por calor de degradables oxidativamente plástica.

ASTM D5526, Método de prueba para determinar la biodegradación anaeróbica de materiales plásticos en condiciones de vertido acelerado.

ASTM D5951, Práctica para la preparación de sólidos residuales obtenidos después del método estándar de biodegradabilidad para plásticos en residuos sólidos para pruebas de toxicidad y calidad del compost.

ASTM D5988, Método de prueba para determinar la biodegradación aerobia de materiales plásticos en el suelo.

ASTM D6002, Guía para evaluar la compostabilidad de entornos plásticos mentalmente degradables.

E1440, Guía para la prueba de toxicidad aguda con Rotifer Brachionus.

EPA TITULO 40 CFA, 40CFR62, 40CFR50-189, 40CFR260-299, 40CFR300-399, 700-799 Y 49CFR100-180.

Directiva 207 de la OCDE, Lombrices de tierra, pruebas de toxicidad aguda

Directiva 208 de la OCDE, Plantas terrestres, prueba de crecimiento.

3 Términos y definiciones

A los efectos de este documento, se aplican los términos y definiciones dados en ASTM D883 y la guía D6002 y los siguientes:

3.1

Degradación ambiental de un plástico, *n*

Proceso de degradación abiótica o biótica o ambos que ocurre en un ambiente dado e incluye foto degradación, oxidación, hidrólisis y biodegradación. Los organismos vivos afectan los procesos de degradación biótica y los procesos de degradación abiótica son de naturaleza no biológica.

3.2

Geles

Estructuras de enlaces cruzados de polímero insolubles en solventes que no rompen los enlaces primarios o cruzados del polímero. Los enlaces cruzados creados durante la oxo-biodegradación de polímeros son enlaces químicos creados por el proceso de degradación, en su mayoría enlaces carbono-carbono y, por lo tanto, extremadamente resistentes a la degradación por solvente.

3.3

Oxidación

Proceso promovido térmicamente o por irradiación en presencia de oxígeno.

4 Resumen

4.1 Esta norma puede ser utilizada para comparar y clasificar la velocidad y el grado de degradación térmica oxidativa de un material plástico de forma relativa a un intervalo de peso molecular que se puede establecer como biodegradable en un entorno elegido. Posteriormente, la biodegradación de estos polímeros degradados en diversos ambientes como el suelo, compost, relleno sanitario, y agua pueden ser comparados y clasificados mediante métodos estándar de ensayo y medición de dióxido de carbono (ver la siguiente nota).

NOTA Si la ruta de disposición designada es el compostaje, la ASTM 6400 es la única especificación fundamental y definitiva aplicable para medir la biodegradación o la compostabilidad. Una oxidación seguida de una biodegradación bajo las condiciones que se encuentran en esta norma no confiere la denominación "compostable" o cualquier otra connotación de que las aplicaciones son aceptables para el compostaje en un centro de compostaje comercial o municipal.

4.2 Esta norma utiliza un enfoque basado en criterios diferenciados para evaluar la oxidación seguida por la biodegradación de los productos plásticos y los impactos ecológicos en aplicaciones definidas. Esto se muestra esquemáticamente en el capítulo 6. Cada nivel en esta norma incluye objetivos y un resumen que presenta los métodos de ensayos, principios del método, duración del ensayo e interpretación de los resultados.

4.3 El enfoque por niveles se elige en el laboratorio para la separación conveniente de la degradación oxidativa, la biodegradación y las etapas de impacto ecológico a pesar de que en el mundo real los tres puedan ser concurrentes en lugar de consecutivos.

4.4 Metodología por niveles

4.4.1 El nivel 1 mide la tasa y el alcance de la pérdida de peso molecular resultante de la oxidación que es iniciativa de pérdidas en las propiedades físicas por la oxidación. El nivel 1 requiere ensayos acelerados o ensayos a largo plazo en un intervalo de humedad relativa o cantidad de humedad. Las pruebas aceleradas deben realizarse en condiciones y temperaturas que sean aceptablemente típicas de la aplicación específica y los entornos de eliminación en consideración. Las normas ASTM D5209, D5510, D5071 pueden utilizarse para especificar las condiciones oxidativas y la ASTM D3826 puede utilizarse para definir el punto de fragilidad.

NOTA Para medir el grado de desintegración / fragmentación, se requiere una prueba de tamiz. En este nivel, los fragmentos se someten a análisis de peso molecular y se obtiene un balance de una masa total en el proceso. Las temperaturas de exposición pueden oscilar entre 20 °C y 70 °C en presencia de aire y niveles específicos de humedad o agua durante periodos de tiempo seleccionados. Al menos una temperatura debe estar razonablemente cerca de la temperatura de uso final o eliminación, pero bajo ninguna circunstancia debe estar a más de 20 °C de esta temperatura. También se debe establecer que el polímero no sufre un cambio de fase, como la temperatura de transición vítrea (Tg) dentro del rango de temperatura de prueba. Como proceso de degradación alternativo, las muestras de ensayo pueden exponerse a fotooxidación en el aire según las ASTM D5208 o D5071 y el cambio de masa del plástico registrado después de la exposición.

4.4.2 Los ensayos de oxidación acelerada del Nivel 1 no son indicadores de biodegradabilidad y no debe usarse con el propósito de cumplir con las especificaciones como se describe en la especificación ASTM D6400 y alegando compostabilidad o biodegradación durante el compostaje. (Si se cree que la oxidación es suficientemente rápida en el nivel 1, lo que sugiere que el compostaje puede ser un medio de disposición, entonces, debe cumplirse la ASTM D6400 y los requisitos del capítulo 6 de esta norma deben conocerse).

4.5 Formación de gel y consecuencias durante la fase de oxidación – discusión

4.5.1 La formación de gel es una reacción colateral frecuente de la degradación oxidativa de los polímeros, especialmente de las poliolefinas. Los geles son estructuras reticuladas derivadas de la naturaleza de radicales libres de la degradación oxidativa. Estos son insolubles en solventes no reactivos, es decir disolventes que no rompen enlaces adicionales. Normalmente, los geles no se prestan para la biodegradación. Algunos geles se disuelven más adelante, en la degradación oxidativa y llegan a la biodegradación al final. Sin embargo, el prooxidante (catalizador) puede ser excluido de la estructura del gel debido a los cambios de solubilidad en fase de gel. En este caso, el gel se convertiría en una fracción no degradable o muy lentamente degradable dentro del polímero. Es importante establecer la extensión del gel y su naturaleza o su permanencia en el residuo del polímero.

4.5.2 EL objetivo del nivel 2 es estimar la biodegradabilidad de los productos de fragmentación del nivel 1 en las condiciones a escala de laboratorio adecuadas para la aplicación, utilizando métodos de ensayo señalados en la ASTM D5988 y ASTM D5338. Todo el material de la exposición del nivel 1 se somete a ensayos de biodegradación. La biodegradación porcentual se debe calcular y reportar como se indica en las normas mencionadas anteriormente. Los resultados de los niveles 1 y 2 deben combinarse y utilizarse para fines de comparación y clasificación entre los polímeros de interés.

4.5.3 El nivel 3 implica consideraciones de los impactos ecológicos en el medio de disposición final, lo que es básicamente una comparación del medio de ensayo antes y después de la oxidación y la biodegradación.

5 Significado y uso

5.1 Esta norma es un conjunto secuencial de pruebas y prácticas estándar existentes, pero no conectadas para la oxidación y biodegradación de plásticos, que permitirá comparar y clasificar la tasa general de degradación ambiental de los plásticos que requieren fotooxidación o térmica para iniciar la degradación. Cada etapa de degradación se evalúa de forma independiente para permitir una evaluación combinada del desempeño ambiental de un polímero en un entorno de laboratorio controlado. Esto permite una evaluación de laboratorio de su desempeño de eliminación en suelo, abono, relleno sanitario y agua y para su uso en productos agrícolas tales como película de mantillo sin detrimento de ese ambiente en particular.

NOTA Para determinar las tasas de biodegradación en condiciones de compostaje, especificación D6400 se utilizará, incluidos los métodos de prueba y las condiciones especificadas.

5.2 La correlación de los resultados de esta norma con los entornos de eliminación (por ejemplo, películas de mantillo agrícola, compostaje o aplicaciones de rellenos sanitarios) no se han determinado y, como tal, los resultados deben usarse solo con fines comparativos y de clasificación.

5.3 Los resultados de la exposición de laboratorio no pueden ser directamente extrapolados para estimar la tasa absoluta de deterioro por el medio ambiente porque el factor de aceleración depende del material y puede ser significativamente diferente para cada material y para diferentes formulaciones del mismo material. Sin embargo, la exposición de un material similar de rendimiento al aire libre conocido, un control, al mismo tiempo que las muestras de prueba, permite comparar la durabilidad en relación con la del control en las condiciones de ensayo.

6 Procedimientos

6.1 Ensayar la muestra seleccionada, misma que debe presentar el espesor correspondiente a la aplicación para la cual se desarrolló el plástico.

6.2 El procedimiento de ensayo por niveles se describe esquemáticamente en figura 1.

6.3 En nivel 1, la muestra se expone a varias temperaturas discretas (una de ellas dentro de los 20 °C de la temperatura del uso final) dentro del intervalo de 20 °C a 70 °C en la presencia de determinados niveles de aire y niveles de humedad especificados para períodos definidos de tiempo utilizando el equipo y cálculos de la ASTM D5510. Los rangos de temperatura especificados en la ASTM D5510, los párrafos 8.3.1 y 8.3.4 no están relacionados con esta norma y no es necesario seguirlos. Para las películas finas, el período de exposición sería el tiempo requerido para que la película alcance el 5 % o menos de alargamiento en la rotura (ASTM D3826) y que la película fragmentada alcance un peso molecular promedio (PM) registrado de 5 000 o menos. Se debe establecer el tiempo en tres temperaturas diferentes, requeridas (con las salvedades mencionadas) para reducción de peso molecular.

6.3.1 Una muestra de residuo del nivel 1 debería disolverse en un disolvente no reactivo apropiado y la fase de gel, cuando aplique, separarse por filtración, el gel se seca y la cantidad de gel se reporta como fracción en peso de la muestra total. Esta debería considerarse como la fracción no degradable del polímero.

6.3.2 El gel puede someterse a una mayor degradación oxidativa y reportarse el grado de la subsiguiente reversión a material soluble y degradable.

6.3.3 La cantidad aceptable de gel dependerá de la aplicación particular y del máximo % en peso aceptable de gel establecido en las especificaciones para la clase particular de usos finales (ver la siguiente nota).

NOTA Como regla general, menos del 5 % en peso de gel parecería aceptable (una cantidad elegida sin base científica). Es evidente que grandes cantidades de gel, del 30 % o más, impedirían que el sistema alcance un 60 %

de evolución de CO₂. Sin embargo, cantidades intermedias, por ejemplo, un residuo con un 20 % de gel, puede exhibir un total de 60 % mediante una generación por encima del 80 % de CO₂ proveniente de los fragmentos lineales y sin mostrarse ninguna evolución de CO₂ en la fracción de gel.

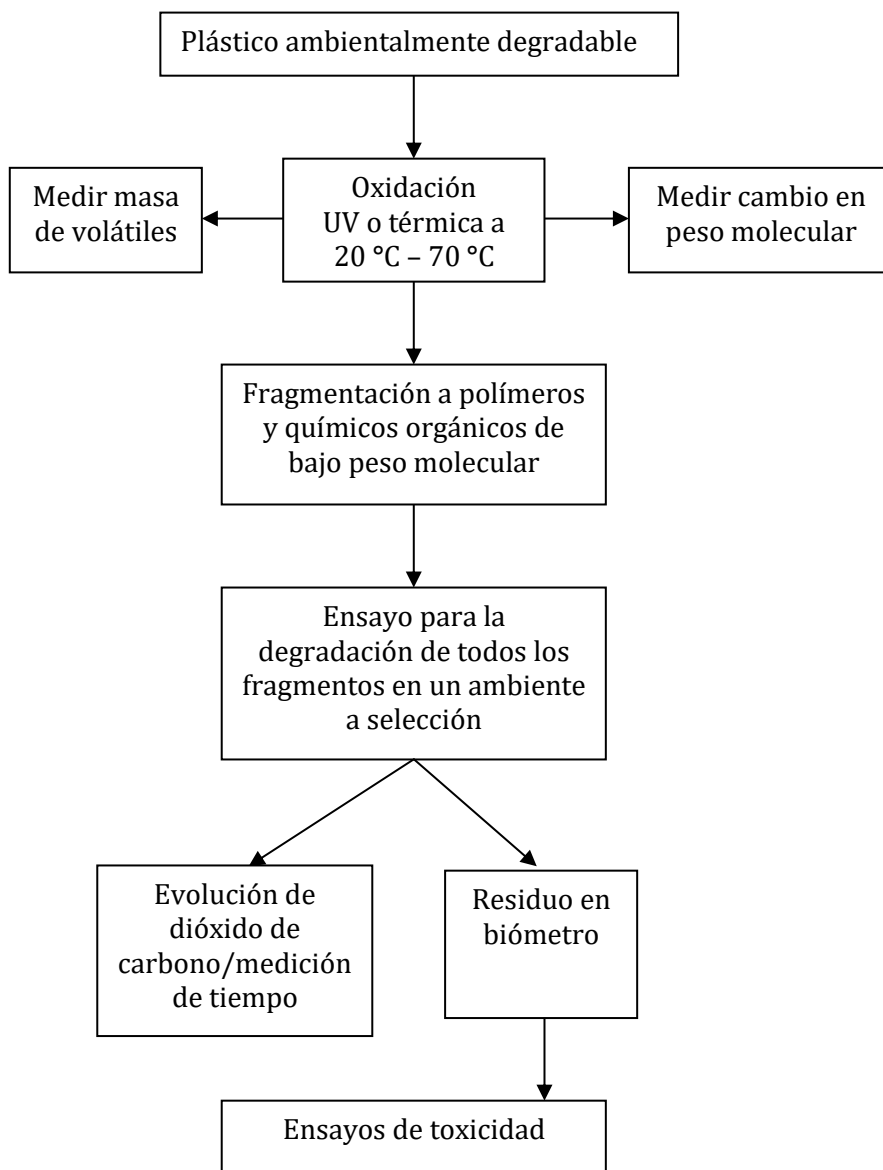


Figura 1 - Flujo esquemático de la guía

6.4 En el nivel 1, se mide la pérdida de peso de la muestra. El peso molecular y el índice de polidispersidad o alargamiento por tracción (ASTM D3826) de las muestras antes y después de la exposición deben determinarse y registrarse, junto con el % de gel.

6.5 Todos los fragmentos de residuos del nivel 1 deben ser recogidos y sometidos, en el nivel 2, a los ensayos para determinar la velocidad y grado de biodegradación en el uso escogido o en el ambiente de disposición.

6.6 En el nivel 2, después de que las muestras de ensayo son expuestas al proceso de degradación abiótica descrito en el nivel 1, la totalidad del material de prueba debe someterse a ensayos de biodegradación de acuerdo con los métodos de ensayo para ambientes apropiados, métodos de ensayo ASTM D5988, ASTM D5338 y ASTM D5526. Se registra el perfil temporal de la evolución de dióxido de carbono y se indica el tiempo para alcanzar los límites adecuados.

6.6.1 Para los productos consistentes en un polímero único (homopolímeros o copolímeros aleatorios), el 60 % del carbono orgánico debe convertirse a dióxido de carbono antes de terminar el ensayo, y el contenido de gel generado en el nivel 1 no debe ser superior al 10 % (ver nota la siguiente nota).

NOTA Se puede continuar con el ensayo para determinar mejor la extensión de tiempo que el material necesita para biodegradarse.

6.6.2 Para los productos consistentes en más de un polímero (copolímeros de bloque, copolímeros segmentados, mezclas, o agregación de aditivos de bajo peso molecular), el 90 % del carbono orgánico debe convertirse a dióxido de carbono, antes de terminar el ensayo.

6.6.3 Como alternativa, un punto final de 90 % de evaluación de CO₂ puede utilizarse para demostrar que no se han formado cantidades excesivas de gel.

6.7 El nivel 3 se centra en el análisis posdegradación tras la finalización de los ensayos del nivel 2.

6.8 Se han desarrollado métodos estándar para determinar la biodegradación de plásticos simulando sistemas de tratamiento de residuos sólidos. Además de la velocidad y el grado de biodegradación, el impacto de los plásticos descompuestos biológicamente en la calidad del compost, el suelo y el agua es importante, en particular con respecto a cualquier toxicidad que los plásticos residuales puedan presentar en el producto final, suelo o agua. Por lo tanto, deben medirse los efectos de los plásticos residuales sobre la toxicidad, así como el impacto en la calidad del suelo para evaluar la seguridad de la degradación biológica aeróbica o anaeróbica.

6.9 El método de ensayo ASTM D5951 proporciona una guía para preparar sólidos residuales de los ensayos que simulan condiciones de degradación del material sólido para la toxicidad posterior a la biodegradación o el ensayo de compost. A continuación, se presenta un resumen de esa preparación:

6.9.1 Después de la biodegradación en el entorno elegido, elimine los sólidos residuales y mezcle cuidadosamente el contenido de cada recipiente replicado. Continúe mezclando hasta que el contenido se mezcle de forma homogénea. La mezcla homogénea resultante debe tener un contenido y apariencia de humedad uniforme. Repita el mismo procedimiento para referencias positivas y réplicas en blanco.

6.9.2 Se toman tres sub muestras de la mezcla homogénea en la que se determinan los sólidos secos de acuerdo con el método APHA 2540E.

6.9.3 El resto de la mezcla se seca a una temperatura de 20 °C a 45 °C hasta que se alcanza un contenido de sólidos secos de 65 % ± 2 %. El contenido de sólidos secos se determina después del secado.

6.9.4 Las mezclas secas se pueden almacenar durante un máximo de cuatro semanas a 4 °C. Las mezclas deben abrirse semanalmente para evitar la acumulación lenta de ácidos en las mezclas como resultado de condiciones anaeróbicas.

6.9.5 Para los ensayos de toxicidad terrestre y la determinación de una mayor biodegradación de los materiales plásticos en el suelo, la mezcla final seca al 65 % de sólidos secos se utiliza tal cual. Para los ensayos de toxicidad acuática, se realiza una extracción de acuerdo con el método de ensayo ASTM D3987.

6.9.6 Se han desarrollado varios métodos para la determinación de los efectos toxicológicos. Se puede hacer una distinción entre los ensayos de toxicidad acuática y los ensayos de toxicidad terrestre. Se sugieren los siguientes ensayos de ecotoxicidad terrestre y acuática para obtener evidencia sobre los efectos del producto en la vida vegetal y animal. Además, también se requiere el cumplimiento de los respectivos requisitos reglamentarios nacionales. El material de ensayo de suelo o acuático debe evaluarse antes y después de los ensayos de oxo-biodegradación en el nivel 2; los materiales pesados y otras sustancias de preocupación deben determinarse directamente en el material de ensayo antes de la degradación para verificar que su concentración esté dentro de los límites aceptables de acuerdo con la

lista de materiales tóxicos de la agencia de protección ambiental (EPA, por sus siglas en inglés) enumerados en 40CFR62, 40CFR150-189, 40CFR260-299, 40CFR300-399, 700-799 o 49CFR100-180. Finalmente, el material de prueba de suelo o acuático debe evaluarse antes y después de la prueba de oxo-biodegradación para detectar más de dos unidades de pH o un cambio mayor del 30 % en la capacidad del suelo para retener y filtrar agua.

6.9.7 Ensayo de toxicidad acuática con *Rotifer brachionus* de acuerdo con ASTM E1440. La duración del ensayo es de un día.

6.9.8 Germinación de plantas: el efecto potencial de los materiales sobre la germinación de plantas se puede evaluar con el ensayo de semillas de berro. Este paso puede ser especialmente valioso para evaluar los aditivos de proceso utilizados al 1 % o menos en el plástico. Las muestras de suelo provenientes de los suelos utilizados para ensayos de biodegradación tienen que evaluarse al comienzo y al final del ensayo para establecer el efecto potencial de los productos de degradación microbiana. En el ensayo de berro, el suelo se extrae con agua y se filtra. El sobrenadante se utiliza para el ensayo de germinación. Se preparan diversas diluciones del sobrenadante y se añaden alícuotas a placas de Petri forradas con papel de filtro. Las semillas de berro se colocan en el papel húmedo y se dejan germinar en la oscuridad durante cuatro días a temperatura ambiente. El porcentaje de semillas germinadas se determina después de cuatro días y se compara con un control de agua, los suelos que contienen materiales de ensayo no deben ser significativamente diferentes del blanco con un intervalo de confianza del 95 %.

6.9.9 Ensayo de crecimiento de la planta como se describe en la directriz 208 de la OCDE: Este procedimiento determina la fitotoxicidad al mezclar el compost que contiene el material con el suelo. Se evalúa la supervivencia y crecimiento de la planta emergente. Generalmente se ensayan tres especies de plantas. La duración del ensayo es de aproximadamente un mes. Los resultados del material de suelo de ensayo biodegradado se comparan con un material de suelo.

6.9.10 Ensayo de lombrices de tierra de acuerdo con la Directriz 207 de la OCDE: Este procedimiento determina la posible toxicidad al mezclar el material biodegradado con un suelo específico. Se mide el cambio de peso y la supervivencia de la lombriz. Los resultados del material de ensayo que contiene el suelo se comparan con los controles del suelo.

7 Informe

7.1 La sección de informe debe incluir clara y objetivamente las aplicaciones reales propuestas y los entornos de eliminación para los cuales el plástico se está desarrollando con la exposición indicada y las expectativas de vida útil.

7.2 Nivel 1. El informe deberá incluir lo siguiente:

7.2.1 Grado de resina más el nombre comercial del aditivo de formulación o porcentaje de concentraciones de catalizador.

NOTA La identificación de las muestras de ensayo debe ser suficiente para informar a los lectores de la identificación comercial de la formulación y de los aditivos y su disponibilidad en el mercado.

7.2.2 El medio o medios de eliminación propuestos para el plástico deben indicarse con una expectativa de vida prevista.

7.2.3 Las condiciones de exposición tales como temperatura, tiempo, humedad y concentraciones de oxígeno.

7.2.4 Las condiciones de exposición a la radiación (kJ/m². Nm a 340 nm) y tiempo de exposición, en el caso que incidan como variables del ensayo.

7.2.5 El peso molecular y el porcentaje de geles de las muestras antes y después del tiempo indicado para el ensayo de exposición abiótica.

7.2.6 Se deben informar los balances de masa completos.

7.3 Nivel 2. El informe debe contener lo siguiente:

7.3.1 El alcance de la biodegradación (perfil de evolución del dióxido de carbono hasta una meseta, de acuerdo a las normas) y se expresa como un porcentaje del balance total teórico de carbono.

7.3.2 El porcentaje de gel u otras fracciones no degradables.

7.3.3 Los volátiles producidos por el proceso de oxidación.

7.3.4 Las condiciones de temperatura y humedad.

7.3.5 La adición de inoculantes y la humedad, y su temporalidad, y cualquier procedimiento adicional de mezcla, en caso de que aplique.

7.4 Datos resultantes del Nivel 1 combinados con datos del Nivel 2 para la comparación y clasificación de los polímeros bajo ensayo.

7.5 Nivel 3. El informe debe incluir lo siguiente:

7.5.1 La descripción detallada de la preparación del material a ensayar.

7.5.2 Los ensayos específicos realizados según lo descrito en el numeral 6.9 con especial énfasis en cualquier efecto nocivo del suelo y aditivo acuático.

7.5.3 Las concentraciones de metales regulados, pH y capacidad de retención y percolado del agua, antes y después de los ensayos de oxobiodegradación.

8 Verificación oxo-biodegradabilidad

8.1 Para garantizar que los productos que se etiqueten o promocionen como oxo-biodegradables los proveedores o suplidores deberán presentar una certificación de conformidad vigente y correspondiente a su aditivo bajo el estándar ASTM 6954 u otra certificación equivalente. Las pruebas de verificación realizadas en el país deben hacerse bajo las normas de los métodos de ensayos normalizados ASTM u otros métodos normalizados o validados aplicables. Se aceptarán como válidas, las pruebas realizadas en laboratorios nacionales e internacionales debidamente acreditados bajo la norma ISO 17025 (requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración).

8.2 A continuación, se describen los métodos y el criterio utilizado para la biodegradación de plásticos oxo-biodegradables:

Tabla 1- Protocolo de Prueba de Productos Oxo-biodegradables

	Método	Estándar	Equipos	Criterio	Comentarios
Nivel 1: Oxidación / Degradación Abiótica					
Envejecimiento Acelerado	Termo oxidación / Envejecimiento térmico	ASTM D5510-94 (2001)	Horno de ventilación forzada	Duración de la exposición requerida para cumplir con los criterios de Mw	La termo-oxidación o la fotooxidación se pueden utilizar individualmente o en combinación.

	Fotooxidación / Envejecimiento UV fluorescente	ASTM D5208-14	Cámara de exposición fluorescente UV, lámparas UVA 340 (Prácticas G 151 y G 154)	Duración de la exposición requerida para cumplir con los criterios de Mw	
Fragmentación	Propiedades de tracción	ASTM D882-18	Tensiómetro	El 75% de las probetas ensayadas tienen un alargamiento por tracción a la rotura $\leq 5\%$	Paralelo o alternativo a la reducción de Mw. Se recomienda encarecidamente que el punto final del nivel 1 está determinado por criterios de Mw.
		ASTM D3826-18			
Reducción del Peso Molecular	Cromatografía de permeación en gel (GPC), también conocida como cromatografía de exclusión por tamaño (SEC)	-	Cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) + columna y periféricos adecuados	$\leq 5,000 \text{ g mol}^{-1}$	
Formación de Gel	Contenido de gel / Fracción insoluble	-	Química húmeda. Disolventes no reactivos. Filtración. Balance analítico	$\leq 5\% \text{ w/w}$	
Determinación de Metales Pesados y Sustancias Preocupantes	Cualquier técnica capaz de determinar metales en plásticos: Espectrometría de emisión óptica / absorción atómica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES, ICP-AAS.) + Electrodo selectivo ISE / Fluoruro para determinar el flúor.	-	Espectrómetro e ISE apropiados. Instalaciones para disolver polímeros en disolventes no reactivos.	[Zn]/ppm 150; [Cu]/ppm 50; [Ni]/ppm 25; [Cd]/ppm 0.5; [Pb]/ppm 50; [Hg]/ppm 0.5; [Cr]/ppm 50; [Mo]/ppm 1; [Se]/ppm 0.75; [As]/ppm 5; [F]/ppm 100	
Nivel 2 - Biodegradación / Mineralización					
Mineralización	Evolución de dióxido de carbono, condiciones de compostaje	ASTM D338-15	Configuración de respirómetro. Aparato de captura y titulación de	" $\leq 60\%$ de mineralización, 24 meses (homopolímero)	Preferido. El umbral de mineralización generalmente se alcanza en ~ 6 meses

	Evolución de dióxido de carbono, condiciones del suelo	ASTM D5988-18	dióxido de carbono o cromatógrafo de gases (GC)	≤90% de mineralización, 24 meses (copolímero o mezcla de polímeros) "	El umbral de mineralización generalmente se alcanza en ~ 24 meses
Nivel 3 - Impacto Eco- toxicológico					
Ecotoxicidad de Plantas Terrestres	Aparición de plántulas	OECD 208	Configuración y competencia especializada. Suelo artificial y acceso a / cuidado de especies / muestras apropiadas de plásmido. Cristalería de laboratorio especializada.	Sin diferencia significativa al 95% respecto al control	
	Prueba de crecimiento de plántulas			Sin diferencia significativa al 95% respecto al control	
Toxicidad Aguda al Lombriz de Tierra	Mortalidad de las lombrices de tierra	OECD 207	Configuración y competencia especializada. Suelo artificial y acceso a / cuidado de especies / muestras de organismos apropiados.	Sin diferencia significativa al 95% respecto al control	No se deben realizar pruebas de detección / contacto directo. Pase a la prueba de suelo (usando sustrato de nivel 2)

Bibliografia

- [1] ASTM D6954-18, Standard Guide for Exposing and Testing Plastics that Degrade in the Environment by a Combination of Oxidation and Biogradation.