

E DIN EN ISO 16094-2:2023-12 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2023-11-10

Wasserbeschaffenheit - Analyse von Kunststoff in Wasser - Teil 2: Verfahren mittels Vibrationsspektroskopie (ISO/DIS 16094-2:2023); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 16094-2:2023

Water quality - Analysis of microplastic in water - Part 2: Vibrational spectroscopy methods for waters with low content of suspended solids including drinking water (ISO/DIS 16094-2:2023); German and English version prEN ISO 16094-2:2023

| Inhalt | Seite |
|--|--------------|
| Europäisches Vorwort..... | 8 |
| Vorwort..... | 9 |
| Einleitung..... | 10 |
| 1 Anwendungsbereich..... | 11 |
| 2 Normative Verweisungen..... | 11 |
| 3 Begriffe und Abkürzungen..... | 12 |
| 3.1 Begriffe..... | 12 |
| 3.2 Abkürzungen..... | 13 |
| 4 Kurzbeschreibung..... | 14 |
| 5 Störungen..... | 14 |
| 6 Reagenzien, Verbrauchsmaterialien und Referenzmaterialien..... | 15 |
| 6.1 Partikelfreies Wasser bekannter Qualität..... | 15 |
| 6.2 Reinigungslösung..... | 15 |
| 6.3 Ethanol..... | 15 |
| 6.4 Kunststoff-Referenzmaterialien..... | 15 |
| 6.5 Behälter für den Transport der Filter..... | 15 |
| 7 Vorsichtsmaßnahmen für die Laborumgebung, Geräte und Materialien..... | 15 |
| 7.1 Betriebliche Vorsichtsmaßnahmen im Zusammenhang mit der Laborumgebung..... | 15 |
| 7.2 Technische Ausrüstung..... | 16 |
| 7.2.1 Mit einem Mikroskop gekoppeltes Infrarotgerät (IR), bestehend aus:..... | 16 |
| 7.2.2 Mit einem Mikroskop gekoppeltes Raman, bestehend aus:..... | 16 |
| 7.2.3 Filtersystem..... | 17 |
| 7.2.4 Merkmale der Filter: Typen und Größen..... | 18 |
| 7.3 Vorsichtsmaßnahmen und Reinigungsverfahren für Materialien..... | 18 |
| 7.4 Flaschen oder Behälter für die Probenahme..... | 19 |
| 8 Probenahme..... | 19 |
| 9 Arbeitsverfahren..... | 20 |
| 9.1 Volumen der Prüfprobe..... | 20 |
| 9.2 Verfahren der Probenfiltration..... | 20 |
| 9.3 Analytische Kontrollblindproben..... | 20 |
| 9.4 Justierung und Kalibrierung von Geräten..... | 21 |
| 9.4.1 Infrarot-Mikroskop..... | 21 |
| 9.4.2 Raman-Mikroskop..... | 21 |
| 9.5 Kartesische Koordinaten analysierter Partikel..... | 22 |
| 9.6 Analyse der Filteroberfläche..... | 22 |
| 9.6.1 Wahl der optischen Objektive..... | 22 |

| | | |
|---------------|--|----|
| 9.6.2 | Auswahl der zu analysierenden Partikel oder Wahl des analysierten Oberflächenbereichs | 22 |
| 9.6.3 | TOTAL-Modell | 22 |
| 9.6.4 | RANDOM-Modell | 23 |
| 9.6.5 | CAKE-Modell | 23 |
| 9.6.6 | SPIRAL- oder HELIX-Modell | 24 |
| 9.6.7 | Auszählung der Partikel und Angabe der Größe | 25 |
| 9.6.8 | Erfassung der IR-Spektren und Partikelbestimmung | 25 |
| 9.6.9 | Erfassung der Raman-Spektren und Partikelbestimmung | 26 |
| 9.7 | Blindproben und analytische Kontrollblindproben | 26 |
| 9.8 | Behandlung der Spektren | 26 |
| 9.9 | Kriterien für die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung | 27 |
| 9.10 | Spektrale Störungen | 27 |
| 10 | Charakterisierung und Verifizierung des Verfahrens | 28 |
| 10.1 | Verifizierung der Genauigkeit der Partikelgrößenmessung | 28 |
| 10.2 | Verifizierung der Bestimmung und Klassifizierung von Mikrokunststoffen der angebotenen Größe | 28 |
| 10.3 | Ermittlung des minimalen HQI für die automatische Bestimmung | 28 |
| 10.4 | Ermittlung der Meldegrenzwerte des Verfahrens | 29 |
| 10.5 | Verifizierung der Wiederfindungsrate von Mikrokunststoffen bei dem Verfahren | 30 |
| 11 | Qualitätskontrolle der analytischen Kontrollblindproben in Versuchsreihen | 30 |
| 12 | Angabe des Ergebnisses | 31 |
| 13 | Prüfbericht | 32 |
| | Anhang A (informativ) Liste der charakteristischen Wellenzahlen der wichtigsten Polymere | 33 |
| | Anhang B (informativ) Erstellung einer internen Spektraldatenbank | 37 |
| | Anhang C (informativ) Beschreibung der bekannten Störungen bei der Erfassung des spektralen Fingerabdrucks — Vorhandensein von Pigmenten | 39 |
| | Anhang D (informativ) Beschreibung der bekannten Störungen bei der Erfassung des spektralen Fingerabdrucks — Störung durch die Ähnlichkeit von natürlichen und synthetischen Polyamiden (Proteine und Nylon) | 40 |
| | Anhang E (informativ) Beschreibung der bekannten Störungen bei der Erfassung des spektralen Fingerabdrucks — Störungen durch Moleküle mit langer C-H-Kette | 42 |
| | Anhang F (informativ) Quantenkaskadenlaser (QCL)-IR-Mikroskopie | 45 |
| | Literaturhinweise | 46 |
| | | |
| Bilder | | |
| | Bild 1 — TOTAL-Modell zur Analyse der Oberfläche S | 23 |
| | Bild 2 — RANDOM-Modell zur zufälligen Auswahl von N zu analysierenden Partikeln (gelbe Punkte) | 23 |
| | Bild 3 — CAKE-Modell zu Analyse der Oberfläche S (blauer Bereich) | 24 |
| | Bild 4 — SPIRAL-Modell zu Analyse der Oberfläche S (blaue Quadrate) | 25 |
| | Bild B.1 — Bestimmung des Partikels mit Hilfe der marktüblichen Spektraldatenbank | 37 |
| | Bild B.2 — Bestimmung des Partikels mit Hilfe der internen/verbesserten Spektraldatenbank | 38 |
| | Bild C.1 — Beispiel für Raman-Spektren von farbigen PE-Partikeln | 39 |

| | |
|---|-----------|
| Bild D.1 — Beispiel für die Ähnlichkeit der IR-Spektren von natürlichen und synthetischen Polyamiden (Proteine und Nylon) | 40 |
| Bild D.2 — Vergleich der Raman-Spektren von Proteinen und Nylon..... | 41 |
| Bild E.1 — Ähnlichkeit der Raman-Spektren von Verbindungen, die in Einweg-Laborhandschuhen (Stearat) oder bei der Probenvorbereitung verwendeten Reagenzien (Natriumdodecylsulfat, SDS) vorkommen | 42 |
| Bild E.2 — Beispiel für die Ähnlichkeit der Raman-Spektren von Polyethylen (PE) mit Verbindungen, die in abgefülltem Wasser vorkommen: Gleitmittel (Erucamid, Behenamid, Mg-Stearat), Verbindungen, die zur Herstellung von Verschlüssen verwendet werden (Wachs, Öl)..... | 43 |
| Bild E.3 — Beispiel für die Ähnlichkeit der IR-Spektren von Polyethylen (PE) mit Verbindungen, die in abgefülltem Wasser vorkommen: Gleitmittel (Erucamid, Behenamid, Mg-Stearat), Verbindungen, die zur Herstellung von Verschlüssen verwendet werden (Wachs, Öl)..... | 44 |
| Tabellen | |
| Tabelle 1 — Merkmale der verschiedenen Analyseverfahren und erhaltene Informationen..... | 10 |
| Tabelle 2 — Beispiele für HQI-Bereiche für die verschiedenen Arten der Bestimmung..... | 29 |
| Tabelle 3 — Beispiel für die Angabe von Mikrokunststoffpartikeln, klassifiziert nach der Größe der Partikel..... | 32 |
| Tabelle A.1 — Charakteristische Wellenzahlen der wichtigsten Polymere..... | 33 |