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