

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