

SLOVENSKI STANDARD
oSIST prEN ISO 4484-2:2021
01-september-2021

Tekstil in tekstilni izdelki - Mikroplastika iz tekstilnih virov - 2. del: Kvalitativna in kvantitativna ocena mikroplastike (ISO/DIS 4484-2:2021)

Textiles and textile products - Microplastics from textile sources - Part 2: Qualitative and quantitative evaluation of microplastics (ISO/DIS 4484-2:2021)

Textilien und textile Erzeugnisse - Mikroplastik aus textilen Quellen - Teil 2: Qualitative und quantitative Bewertung von Mikroplastik (ISO/DIS 4484-2:2021)

Textiles et produits textiles - Microplastiques d'origines textiles - Partie 2: Évaluation qualitative et quantitative des microplastiques (ISO/DIS 4484-2:2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ebae0122-1231-40da-9115-7906b1890fd/osist-pr-en-iso-4484-2-2021>

Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 4484-2

ICS:

13.020.40	Onesnaževanje, nadzor nad onesnaževanjem in ohranjanje	Pollution, pollution control and conservation
59.080.01	Tekstilije na splošno	Textiles in general

oSIST prEN ISO 4484-2:2021

de

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[oSIST prEN ISO 4484-2:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ebae0122-1231-40da-9115-7f906b1890fd/osist-pren-iso-4484-2-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ebae0122-1231-40da-9115-7f906b1890fd/osist-pren-iso-4484-2-2021>

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF
prEN ISO 4484-2

Juni 2021

ICS 13.020.40; 59.080.01

Deutsche Fassung

Textilien und textile Erzeugnisse - Mikroplastik aus textilen Quellen - Teil 2: Qualitative und quantitative Bewertung von Mikroplastik (ISO/DIS 4484-2:2021)

Textiles and textile products - Microplastics from textile
sources - Part 2: Qualitative and quantitative evaluation
of microplastics (ISO/DIS 4484-2:2021)

Textiles et produits textiles - Microplastiques d'origines
textiles - Partie 2: Évaluation qualitative et quantitative
des microplastiques (ISO/DIS 4484-2:2021)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde von CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem CEN-CENELEC-Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens und Anwendbarkeit auf unterschiedliche Matrices	9
4.1 Allgemeine Informationen	9
4.2 Anwendung der Analyseergebnisse	10
4.3 Anwendungsgebiete und Anwendungsbeschränkungen	10
5 Materialien, Reagenzien, Geräte und Ausrüstung	11
5.1 Grundsätze und Verfahren zur Verringerung der Umgebungsbelastung	11
5.1.1 Verfahren zur Verringerung von Verunreinigungen	11
5.2 Reagenzien	11
5.2.1 15%ige Wasserstoffperoxidlösung	11
5.2.2 Natriumhypochlorit (1 M)	12
5.2.3 Waschlösungen	12
5.3 Glasgeräte und Ausrüstungen	12
5.3.1 Waschen der Glasgeräte, Ausrüstungen und Filtersysteme	13
5.3.2 Mikro-FTIR	13
5.3.3 Mikro-Raman	13
5.3.4 Lichtmikroskopie	14
5.3.5 Sonstige Laborgeräte	14
5.4 Filter	14
5.4.1 Mikro-FTIR-Filter	14
5.4.2 Mikro-Raman-Filter	15
5.4.3 Ablesen der Filter	15
5.4.4 Verunreinigungen und Reinigungsprozess	16
6 Herstellung von Standardproben	16
6.1 Herstellung von (faserförmigen) Mikroplastik-Standardproben	16
6.2 Herstellung von Standardproben (wasserbasiert)	19
6.3 Filtration der Standardfaser (wasserbasiert)	20
6.3.1 Filtrationsprozess	20
6.4 Qualitätskontrolle der Standardprobe und der Durchführung	21
6.5 Mikroplastikzählung mit Lichtmikroskop oder Mikro-FTIR bzw. Mikro-Raman	23
6.5.1 Untersuchung mit dem Mikroskop	23
6.5.2 Ablesung des Filters	23
6.5.3 Verunreinigungen	24
6.5.4 Zählung der Mikroplastik	24
6.5.5 Zählung der Mikroplastik mit Mikro-FTIR	24
6.5.6 Zählung der Mikroplastik mit Mikro-Raman	26
7 Probenvorbereitung	28
7.1 Feste Matrix (Faser, Textilgewebe oder Derivate)	28
7.2 Flüssige Matrix (wässrig)	28
7.2.1 Festlegung von Volumen/Masse der zu filtrierenden Probe und Anzahl der Filter	28

7.3	Luftmatrizes	29
7.4	Voruntersuchungen.....	29
7.5	Leitfähigkeit	30
7.6	CSB	30
7.7	Vorbehandlung.....	30
7.8	Säurebehandlung (Waschen) (Salzentfernung).....	30
7.9	Oxidation (Entfernen von organischen Substanzen)	31
7.10	Volumen der H ₂ O ₂ -Lösung	31
7.10.1	Reaktionszeit	31
7.11	Homogenisierung/Hydratation und/oder Ultraschallbehandlung der Probe	32
7.12	Vorverdünnung.....	32
8	Analyseverfahren	33
8.1	Voruntersuchung.....	33
8.2	Zugabe des internen Standards.....	33
8.3	Filtrieren.....	33
8.4	Rückgewinnungsverfahren und letzter Waschvorgang.....	33
8.5	Bildanalyse	34
8.6	Molekülspektroskopie (Schwingungsspektroskopie).....	34
8.6.1	Festlegung der Gerätevoraussetzungen.....	34
8.6.2	Nachweisgrenzen	35
8.6.3	Berechnung der signifikanten Anzahl an Mikropartikeln für die Analyse	35
8.6.4	Gerätevoraussetzungen für Mikro-FTIR: Identifizierung des Mikroplastiks.....	36
8.6.5	Gerätevoraussetzungen für Mikro-Raman: Identifizierung des Mikroplastiks	37
8.6.6	Vergleichen von Spektren und Identifizierung des Mikroplastiks	38
8.6.7	Abschätzung der Außenfläche und des Volumens	39
8.6.8	Berechnung der Gesamtfläche und Gesamtmasse.....	39
8.6.9	Berechnung der Rückgewinnungsrate (<i>R_r</i>) für die ZÄHLUNG.....	40
9	Prüfbericht.....	41
9.1	Beispiel für einen Prüfbericht für Mikroplastik	41
10	Ökotoxikologischer Aspekt.....	43
10.1	Einleitung	43
10.2	Ziel und Kurzbeschreibung des Verfahrens	44
10.3	Vorausgehende Schritte.....	44
10.3.1	Probenahme	44
10.3.2	Probenkonservierung.....	45
10.3.3	Trennung von Mikroplastik.....	45
10.3.4	Filtrieren.....	45
10.3.5	Vorbereiten der Lösung für die Mikroplastik-Rückgewinnung/Exposition	45
10.4	Apikales Bioassay.....	45
10.4.1	Reproduktionstest an <i>Daphnia magna</i> (OECD-Guideline Nr. 211)	46
10.5	Biomarker-Reihe	47
10.5.1	Messbare Endpunkte auf verschiedenen biologischen Ebenen	48
10.5.2	Kritische Punkte	52
10.6	Statistischer Ansatz und Integration von Biomarkern.....	53
10.6.1	Empfehlungen.....	55
Anhang A (informativ)	56
A.1	Biomarker	56
A.2	Anleitungen zur Berechnung des BAI	56
Anhang B (informativ) Mikrotom für die Standardprobenherstellung	60
Anhang C (informativ)	61
C.1	Beispiele für die Ausarbeitung von Statistiken.....	61
Anhang D (informativ)	66

prEN ISO 4484-2:2021 (D)

D.1	Thermoanalytische Verfahren.....	66
D.2	TED-GC/MS.....	66
D.3	Behälter mit Proben (TED-GC/MS)	66
D.4	Referenzmaterialien für die TED-GC/MS.....	67
D.5	Analyseverfahren mithilfe von TED-GC/MS (zusätzlicher Abschnitt vor dem Abschnitt „Prüfbericht“).....	67
D.5.1	Sterilisation, Trocknung, Homogenisierung	67
D.5.2	Spezifische Identifizierung.....	68
D.5.3	Quantitative Bestimmung des Signals	69
D.5.4	Nachweisgrenze	69
D.5.5	Qualitätskontrolle	70
D.5.6	Beispiele für Prüfberichte für Mikroplastik.....	70
	Literaturhinweise.....	71

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[osIST prEN ISO 4484-2:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ebae0122-1231-40da-9115-7f906b1890fd/osist-pren-iso-4484-2-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ebae0122-1231-40da-9115-7f906b1890fd/osist-pren-iso-4484-2-2021>

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4484-2:2021) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN XXXX:XXXX ersetzen.

Im Vergleich zur Vorgängerausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Mandats erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Zum Zusammenhang mit EU-Richtlinien siehe informativen Anhang ZA, der Bestandteil dieses Dokuments ist.

[ANMERKUNG für den Verfasser: Gegebenenfalls Angaben zu verwandten Dokumenten oder anderen Teilen einer Normenreihe ergänzen. Eine Auflistung aller Teile einer Normenreihe kann auf der CEN-Internetseite abgerufen werden.]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[oSIST prEN ISO 4484-2:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ebae0122-1231-40da-9115-7f906b1890fd/osist-pren-iso-4484-2-2021)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ebae0122-1231-40da-9115-7f906b1890fd/osist-pren-iso-4484-2-2021>

prEN ISO 4484-2:2021 (D)

Einleitung

Da Mikroplastik ein Problem für die Umwelt darstellt, sind dessen Menge, Form und Größe ausschlaggebende Parameter für die Bewertung seiner Auswirkungen und die Erarbeitung einer Zähltechnik ist demzufolge der einzig logische Ansatz. Darüber hinaus sind nicht alle analysierten Mikropartikel synthetischen Ursprungs; diese gilt es zu identifizieren und von Mikroplastik zu differenzieren.

Das Verfahren ist so ausgelegt, dass die Art, die numerische Konzentration, die Oberfläche und die (geschätzte) Masse von Mikroplastik, das in der Textilbranche produziert bzw. freigesetzt und in einer festen, wässrigen oder gasförmigen Matrix gesammelt wird, ermittelt werden.

In Abhängigkeit von der Matrix kann eine Vorbehandlung der Probe notwendig sein, um die erforderliche Konzentration von Mikroplastik zu erzielen und anorganische sowie organische (z. B. biologischen Ursprungs) Verunreinigungen zu beseitigen, welche die Identifizierung behindern können. Das Verfahren besteht aus einer Voruntersuchung der Probe mit einem Lichtmikroskop und der anschließenden Identifizierung des Mikroplastiks durch Molekülspektroskopie. Das Verfahren bietet die Möglichkeit, zwei verschiedene Techniken der Molekülspektroskopie anzuwenden, d. h. Mikro-FTIR und Mikro-Raman, um Plastikpartikel kleiner als ein Mikrometer zu identifizieren und zu zählen.

Das Verfahren ist so ausgelegt, dass eine Neubewertung der Zählwerte von Mikroplastik möglich ist, wenn Hinweise auf toxikologische Wirkungen und Umweltauswirkungen vorliegen.

Diese Norm beschreibt das Analyseverfahren für einen Einfachfilter. Unsicherheiten bei der qualitativen und quantitativen Bestimmung von Mikroplastik, die auf vorhandene Verunreinigungen oder auf die Variabilität zwischen verschiedenen Filtern zurückzuführen sein können, bedeuten jedoch, dass Wiederholungen durchgeführt werden müssen, um Genauigkeit und Präzision zu ermitteln.

Dieses Verfahren liefert nützliche Informationen für die ausführliche Bewertung der Auswirkungen verschiedener Polymere auf die Gesundheit und die Umwelt.

Es ist bekannt, dass Mikroplastik aufgrund seiner Lipophilie Transportmittel für toxische Verbindungen sein kann (wie z. B. PCBs, PAHs, Dioxine) oder Transportmittel für pathogene Mikroorganismen, die an seiner Oberfläche haften und (mit ihrer Toxizitätsdosis) assimiliert werden können und in Organismen und Zellen eindringen können.

Zur Mikroplastikfamilie gehören Partikel auf synthetischer Basis, wie Polypropylen, Polystyren, Polyamid, Polyethylenterephthalat, Polyvinylchlorid, Polyacrylnitril, Polymethylacrylat, Elastomere und Silikonkautschuk, mit einer Größe unter 5 mm (15 mm, wenn faserförmig).

Der Ursprung von Mikroplastik ist vielfältig. Seine Form und Größe ebenso. Wird es aus Textilien herausgelöst, ist die typische (aber nicht die einzige) Morphologie faserförmig und sein Durchmesser und seine Länge können je nach den Aufbauparametern von Garnen und Geweben oder den Waschbedingungen variieren.

1 Anwendungsbereich

Dieses Verfahren gilt für die Bestimmung von Mikroplastik (in der Textilbranche), das sich in verschiedenen Matrices (z. B. Abwasser aus der Textilverarbeitung, Kleiderwaschwasser, Luftemissionen aus der Textilverarbeitung, Feststoffabfälle aus der Textilverarbeitung usw.) angesammelt hat.

Das Verfahren ermöglicht eine qualitativ-quantitative analytische Bestimmung des Mikroplastiks, bei der Folgendes definiert werden kann:

- die Anzahl;
- die Morphologie (die morphologischen Eigenschaften);
- die Größenverteilung;
- die Art, der chemische Ursprung oder die Eigenschaften der Polymere sowie ihre Farbe, falls vorhanden.

Mit dem Verfahren können auch die Ergebnisse bezüglich der geschätzten Oberfläche und Masse von Mikroplastik je Probeneinheit angegeben werden.

Die Ergebnisse der Quantifizierungen von Mikroplastik können mithilfe des Verfahrens eindeutig angegeben werden, und zwar mit einer Maßeinheit, die nicht von der Herkunft der untersuchten Probe abhängt (Rohmaterial, Herstellungsprozess, Umweltprobe (Abwasser, z. B. vom Wäschewaschen, Luft, industrielles Prozesswasser usw.)).

Das Verfahren ermöglicht die Bestimmung von Matrices unterschiedlicher Aggregatzustände (z. B. fest, flüssig oder gasförmig) an Proben aus dem Textilbereich:

- feste Proben aus dem Prozess der Textilherstellung;
- Wasserproben aus dem Prozess der Textilherstellung und/oder vom Wäschewaschen;
- Luftproben zur Prüfung der Luftqualität am Arbeitsplatz von Textilherstellungsbetrieben.

Das Verfahren, mit dem Informationen wie Größe, Form, Oberfläche und (geschätzte) Masse gesammelt werden können, ermöglicht die Weitergabe von Informationen an Spezialisten für die ökotoxikologische Bewertung.

Alternativ zur Bestimmung aller oben genannten Parameter besteht die Möglichkeit, auf einfachere Weise nur die Masse jedes in der Probe vorhandenen Polymers mithilfe der in Anhang D beschriebenen thermoanalytischen Verfahren zu bestimmen.

prEN ISO 4484-2:2021 (D)**2 Normative Verweisungen**

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

Verordnung (EU) Nr. 1007/2011 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 27. September 2011 über die Bezeichnungen von Textilfasern und die damit zusammenhängende Etikettierung und Kennzeichnung der Faserzusammensetzung von Textilerzeugnissen und zur Aufhebung der Richtlinie 73/44/EWG des Rates und der Richtlinien 96/73/EG und 2008/121/EG des Europäischen Parlaments und des Rates (Text von Bedeutung für den EWR).

Staubanalyse in der Arbeitsumgebung

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.1 Mikroplastik
MP
Material, das aus einem festen Polymer besteht, das Partikel enthält, denen Additive oder andere Substanzen zugesetzt worden sein können, und bei dem ≥ 1 % Massenanteil an Partikeln Folgendes aufweisen:

- (i) alle Abmessungen $1 \text{ nm} \leq x \leq 5 \text{ mm}$;
- (ii) bei Fasern: eine Länge von $3 \text{ nm} \leq x \leq 15 \text{ mm}$ und ein Längen/Durchmesser-Verhältnis von > 3 ;

Polymere, die in der Natur vorkommen und chemisch nicht verändert wurden (außer durch Hydrolyse), sind hiervon ausgenommen, da es sich dabei um (biologisch) abbaubare Polymere handelt

[QUELLE: ECHA — ANNEX XV Restriction Report — Microplastics, 22 August 2019, Absatz 1.2.2.1]

3.2 signifikante Probenmenge

Volumen, das in Abhängigkeit von Qualität (Gehalt an suspendierten Feststoffen (TSS, en: total suspended solids), chemischer Sauerstoffbedarf (CSB)) und Herkunft der Probe filtriert wurde; siehe 7.2

3.3 Teilprobe

ein Aliquot (eine Teilmenge) der Primärprobe, verdünnt (soweit bekannt) mit entmineralisiertem Wasser; siehe 7.13

3.4 Waschlösung

Lösung zum Waschen der Ausrüstung, um sämtliche Mikroplastikrückstände zu entfernen

3.5

Bildanalyse

Identifizierung und Klassifizierung von Partikeln/Fasern nach ihrer Morphologie und Größe, woraus sich zusätzliche Informationen über die Probe ergeben, wie: prozentuale Verteilung, Anzahl und Größe der Mikropartikel und Mikropartikel mit Faserform

3.6

Molekülspektroskopie

Schwingungsspektroskopie

Analyse (FTIR oder Raman) in Verbindung mit Lichtmikroskopie für:

- die Identifizierung des Polymerbestandteils des Partikels;
- die Neuklassifizierung der Partikel entsprechend dem Polymer, aus dem sie bestehen, nachdem sie durch die Bildanalyse erfasst wurden, und die Sammlung von Informationen über das identifizierte Mikroplastik wie Verteilung, prozentualer Anteil, Anzahl und Größe

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens und Anwendbarkeit auf unterschiedliche Matrices

4.1 Allgemeine Informationen

Um das Mikroplastik in einer Matrix bestimmen zu können, ist es zunächst notwendig, einen aussagekräftigen Teil davon auf ein geeignetes Filter aufzutragen, um die anschließende mikroskopische Mengenanalyse durchführen zu können (Molekülspektroskopie und optische Spektroskopie/Bildspektroskopie). (standards.iteh.ai)

Um mit der Anwendung des Verfahrens fortzufahren, sind demnach je nach physikalischem Zustand der Ausgangsmatrix drei verschiedene Ansätze zu verfolgen:

- ein pulverförmiger Feststoff oder eine Verbindung von mehreren Feststoffen;
- eine wässrige (flüssige) Lösung;
- ein Gas.

Bei **festen Proben**, sofern sie pulverförmig sind, wird die vorläufige Dispergierung eines repräsentativen Aliquots der Proben in einem bekannten Volumen entmineralisierten Wassers oder einer Dispergierlösung bestehend aus einem Tensid in entmineralisiertem und filtriertem Wasser durchgeführt. Handelt es sich bei der Probe um einen Feststoff, der nicht in Pulverform vorliegt, ist zunächst eine geeignete Vorbehandlung für dessen Zerlegung vorzunehmen (z. B. mithilfe von Ultraschall und/oder Säure-/Basen-/Oxidationsaufschluss).

Filtrieren einer Suspension, die mindestens 5 mg der Probe enthält, mit einem Filter aus geeignetem Material, geeigneter Porengröße und geeigneter Form (abhängig von der angewendeten spektralanalytischen Technik).

Analyse des Materials auf dem Filter entsprechend der folgenden Beschreibung.

Feststellen der Zusammensetzung des Mikroplastiks durch Mikro-FTIR-/Mikro-Raman-Spektroskopie und Bestimmen seiner Maße durch Bildanalyse.

Berechnen der Gesamtmasse des auf dem Filter vorhandenen Mikroplastiks basierend auf der Fläche der Probenablagerung, dem untersuchten Oberflächenanteil des Filters, der Anzahl und Größe der untersuchten Partikel und Fasern.

prEN ISO 4484-2:2021 (D)

Bei der Analyse von **wässrigen Flüssigkeiten** werden eine Vorfiltrierung und die damit verbundenen Reinigungs-, Wasch- und Abscheideprozesse auf geeigneten Filtern aus Celluloseester mit einer Porengröße von 0,45 Mikrometer durchgeführt.

Das Mikroplastik wird vorher unter einem Lichtmikroskop im Auflicht bei 50- und 100-facher Vergrößerung untersucht und vermessen (Länge und Durchmesser); hierfür wird ein Filter verwendet, das ein Raster für die Feststellung der Position der Partikel für die anschließende Analyse und für den Ausschluss von Fasern (z. B. natürlichen Ursprungs) oder von verunreinigten Partikeln von der Zählung besitzt.

Filtern eines bekannten Volumens der (zuvor behandelten) Wasserdispersion auf ein Filter aus einem für die gewählte spektralanalytische Technik (z. B. Silizium mit Mikro-FTIR) geeigneten spezifischen Material zur Identifizierung und Zählung des vorhandenen Mikroplastiks mit spektralanalytischen Techniken.

Bei **gasförmigen Proben** werden Luftproben in Übereinstimmung mit den spezifischen Referenznormen für die Staubsammlung in Luft (Luftemissionen, Luft der Arbeitsumgebung) genommen.

4.2 Anwendung der Analyseergebnisse

Unabhängig von den verschiedenen Matrizes, die analysiert wurden, sind alle Ergebnisse aus den Bewertungen des Mikroplastiks miteinander vergleichbar. Werte aus erzeugten Abfällen, aus dem Abwasser, aus der Luft am Arbeitsplatz oder aus den Emissionen in die Atmosphäre können analysiert und miteinander verglichen werden, so dass eine Bilanz des Mikroplastiks erstellt werden kann für:

- eine bestimmte Textilherstellung;
- die textilen Erzeugnisse, die auf den Markt gebracht werden (was vielmehr eine Analyse der potentiellen Erzeugung von MP während ihrer Lebensdauer als Kleidungsstück ermöglicht);
- einen beliebigen anderen betrachteten Prozess/Halbzeug/Fertigprodukt.

Bei der Durchführung der Analyseverfahren sind die verschiedenen Probenahme-, Vorbereitungs- und Reinigungsprozesse zu berücksichtigen, die entsprechend den Eigenschaften der zu untersuchenden Probe gewählt wurden.

Das Analyseverfahren ist für alle Proben, die im Vorfeld herzustellen sind, anwendbar und geeignet.

4.3 Anwendungsgebiete und Anwendungsbeschränkungen

Entsprechend den verschiedenen Vorbereitungs- und Reinigungsprozessen der Proben und den anschließend angewendeten Analysetechniken können sich spezifische Anwendungsgebiete und Anwendungsgrenzen ergeben.

Besonders bei Proben unbekannter Herkunft in der Textilbranche, die möglicherweise Salze und organische Stoffe enthalten, müssen zunächst Untersuchungen durchgeführt werden, wie beispielsweise im Fall von flüssigen Proben mit wässriger Matrix:

- Bestimmung der Leitfähigkeit;
- Bestimmung des CSB;
- Bestimmung des Gesamtgehalts an suspendierten Feststoffen (mit technischer Filtrationsmembran);
- Voruntersuchung mit Lichtmikroskop zur Abschätzung der mikroskopischen Bildqualität.

5 Materialien, Reagenzien, Geräte und Ausrüstung

5.1 Grundsätze und Verfahren zur Verringerung der Umgebungsbelastung

Die Verunreinigung durch luftgetragene Fasern tritt immer wieder auf, und es wird empfohlen, ein Verfahren zur Verringerung dieser Verunreinigung anzuwenden.

5.1.1 Verfahren zur Verringerung von Verunreinigungen

Ausrüstung für die Reinigung

- 1) Alle Geräte aus Glas sind vorab mit entmineralisiertem Wasser, das auf Filtern mit einer Porengröße von 0,45 Mikrometer (Nitrat-/Acetat-Celluloseestergemisch) gefiltert wurde, und mit einer Waschlösung zu waschen und anschließend vor jeder Nutzung zu spülen.
- 2) Alle Geräte aus Glas sind vorab mit einem Ethanol/Wasser-Gemisch (1 : 1) (das auf Filtern mit einer Porengröße von 0,45 Mikrometer (Nitrat-/Acetat-Celluloseestergemisch) gefiltert wurde) und mit einer Waschlösung zu waschen und anschließend vor jeder Nutzung zu spülen. Nach der Waschung muss das Glasgerät mit geeigneten Schutzmaßnahmen (z. B. Aluminiumfolie zum Verschließen der Öffnungen) gelagert und geschützt werden, um eine mögliche Ablagerung von in der Luft vorhandenem MP zu verhindern.
- 3) Gleiches gilt für die Teilproben und die Probenbehälter, die bevorzugt aus Glas und Metall bestehen sollten.
- 4) Vor der Untersuchung jeder Probe werden alle Oberflächen abgewischt.
- 5) Alle Pinzetten, Messfühler und die Hände werden vor jedem Vorgang wie Filtrieren oder das Öffnen einer Petrischale zu Untersuchungszwecken abgespült.
- 6) Schutzkleidung (einschließlich Laborkittel), die während der Handhabung der Proben von den Analytikern getragen wird, sollte bevorzugt aus Naturfasern statt synthetischen Fasern bestehen und sollte nicht aus synthetischem Fleecegewebe oder ähnlichen Materialien bestehen.
- 7) Im Laboratorium oder am Arbeitsplatz wird der Durchgangsverkehr auf ein Mindestmaß beschränkt.

Die „Belastung der Umgebung“ kann aber berücksichtigt werden, indem gleichzeitig für jedes Analyselos eine „Blindprüfung“ durchgeführt wird, bei der eine Probe von entmineralisiertem Wasser und einer anderen für die Prüfung verwendeten Waschlösung einmal analysiert werden. Der festgestellte MP-Wert wird als „Belastung der Umgebung“ definiert und bei den verschiedenen analytischen Bewertungen der zu untersuchenden Proben berücksichtigt.

Die „Blindprüfung“ ist für jedes Analyselos durchzuführen.

5.2 Reagenzien

5.2.1 15%ige Wasserstoffperoxidlösung

Für die Oxidation von organischen Stoffen vor der Filtration darf Wasserstoffperoxid RPE verwendet werden.

prEN ISO 4484-2:2021 (D)

5.2.2 Natriumhypochlorit (1 M)

Frisch hergestellte Natriumhypochloritlösung mit (35 ± 2) g/l aktivem Chlor (± 1 M) entsprechend Methode Nr. 2 „Bestimmte Eiweißfasern/Bestimmte andere Fasern/Hypochlorit“ der Verordnung (EU) Nr. 1007/2011 vom 27. September 2011 über die Bezeichnungen von Textilfasern und die damit zusammenhängende Etikettierung und Kennzeichnung der Faserzusammensetzung von Textilerzeugnissen. Sie wird zum Auflösen von Wolle bei der Herstellung von Standards verwendet.

5.2.3 Waschlösungen

5.2.3.1 Waschlösung mit 1 % (m/V) Natriumchlorid

10 g analysenreines NaCl werden in 1 000 ml entionisiertem Wasser gelöst.

Die Lösung muss durch Verdünnen des reinen NaCl-Salzes in entmineralisiertem Wasser hergestellt werden.

Eine Probe dieser Lösung muss ebenfalls analysiert werden, um den MP-Gehalt des Salzes zu bestimmen, um ihn bei der Durchführung der Analyse berücksichtigen zu können.

5.2.3.2 Waschlösung mit 1 % (m/V) Tensid

10 g analysenreine nichtionische Tenside werden in 1 000 ml entionisiertem gereinigtem Wasser gelöst.

Die Lösung muss durch Verdünnen des Tensids in entmineralisiertem Wasser hergestellt werden, vorzugsweise nichtionisch (Zusammensetzung und/oder IR/Raman-Spektrum müssen bekannt sein, um bei der Analyse subtrahiert werden zu können).

Eine Probe dieser Lösung muss ebenfalls analysiert werden, um den MP-Gehalt zu bestimmen, um ihn bei der Durchführung der Analyse berücksichtigen zu können.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ebae0122-1231-40da-9115-06b1890fd/osist-pr-en-iso-4484-2-2021>

5.2.3.3 Wasser/Ethanol-Lösung (1 : 1)

99,5%iges Ethanol und entmineralisiertes Wasser im Mischungsverhältnis 1 : 1. Es ist möglich, die zuvor mit einem Filter aus Celluloseester oder Cellulosenitrat filtrierte Ethanollösung zu verwenden.

5.3 Glasgeräte und Ausrüstungen

- Filtersystem aus Stahl oder Glas mit einem Trichter mit Fassungsvermögen von 100 ml, 500 ml, 1 000 ml, 2 000 ml komplett mit Sinterwand, Klemme und kodiertem Erlenmeyerkolben;
- Glaskolben und Glasflaschen mit Glaskappe;
- Pinzette;
- Mikropipetten;
- Petrischalen (aus Glas);
- Mikro-Objektträger;
- Kolben (20 ml bis 2 000 ml);
- Filterhalterung.

5.3.1 Waschen der Glasgeräte, Ausrüstungen und Filtersysteme

Alle verwendeten Materialien müssen zunächst mit entmineralisiertem Wasser und anschließend mit einem Wasser/Ethanol-Gemisch (1 : 1) gewaschen werden, um alle MP-Rückstände zu entfernen; unmittelbar nach dem Waschen müssen sie an der Luft trocknen, wobei sie mit Aluminiumfolie oder mit einem Uhrglas bedeckt werden. Bild 1 a und Bild 1 b zeigen das verwendete Filtersystem und das Filter.

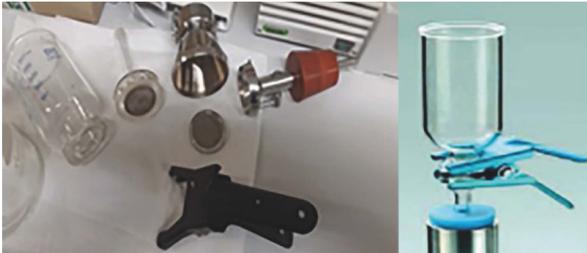


Bild 1 a — Filtersystem aus Stahl oder Glas



Bild 1 b — Filterhalterung

Bild 1

Laborgeräte

— Kombinierte Mikroskope zur molekülspektroskopischen Analyse, die verwendet werden können:

- 1) Mikro-FTIR für Partikel zwischen 5 Mikrometer und 10 Mikrometer (20 Mikrometer);
- 2) Mikro-Raman für Partikel zwischen 0,2 Mikrometer und 0,5 Mikrometer.

5.3.2 Mikro-FTIR

Erfassungsmodus: Transmission
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ebae0122-1231-40da-9115-71906b1890fd/osist-pr-en-iso-4484-2-2021>

Detektor: gekühlt

Spektrale Auflösung: hoch

Erfassungsdauer: 22 s (Abtastungen: 64)

Spektrenformat: Absorption

Blende: Breite 150 Mikrometer, Höhe 150 Mikrometer

Bereich der Detektorspektren (gekühlt): 4 000 cm^{-1} bis 675 cm^{-1}

Auflösung: 4,0 cm^{-1}

5.3.3 Mikro-Raman

Anregung: Laser könnten eine Wellenlänge von 457 nm, 532 nm, 633 nm und 785 nm haben.

Objektive: verschiedene Objektive mit unterschiedlichen Vergrößerungen und numerischen Blenden.

Spektroskopische Systeme

Ultra-high-throughput-Spektrometer (Ultrahochdurchsatz) (UHTS300) im sichtbaren Bereich, Gitter: 600 g/mm