

DIN EN ISO 24187

ICS 13.020.01; 83.080.01

Einsprüche bis 2022-01-26

Entwurf**Grundsätze für die Analyse von Kunststoffen und Mikroplastik in der Umwelt (ISO/DIS 24187:2021);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 24187:2021**

Principles for the analysis of plastics and microplastics present in the environment
(ISO/DIS 24187:2021);
German and English version prEN ISO 24187:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-11-26 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an fnk@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

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

Gesamtumfang 63 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)
DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 24187:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-03-01 AA „Kunststoffe und Umweltaspekte“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 472	siehe	DIN EN ISO 472
ISO 5667-6	siehe	DIN EN ISO 5667-6
ISO 5667-11	siehe	DIN ISO 5667-11
ISO 5667-13:2011	siehe	DIN EN ISO 5667-13:2011-08
ISO 9276-6:2008	siehe	DIN ISO 9276-6:2012-01
ISO 10870:2012	siehe	DIN EN ISO 10870:2012-10
ISO 16000-34:2018	siehe	DIN ISO 16000-34:2019-01
ISO 18400-203	siehe	DIN ISO 18400-203
ISO 23611-1:2018	siehe	DIN EN ISO 23611-1:2018-10
ISO 23611-2	siehe	DIN EN ISO 23611-2
ISO 23611-3	siehe	DIN EN ISO 23611-3
ISO 23611-4	siehe	DIN EN ISO 23611-4
ISO 23611-5	siehe	DIN EN ISO 23611-5
ISO 23611-6	siehe	DIN EN ISO 23611-6
ISO/IEC 17025:2017	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03
ISO/IEC 17043:2010	siehe	DIN EN ISO/IEC 17043:2010-05
ISO/TR 21960:2020	siehe	DIN CEN ISO/TR 21960:2020-03

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN CEN ISO/TR 21960:2020-03, *Kunststoffe in der Umwelt — Aktueller Wissensstand und Methodik (ISO/TR 21960:2020)*; Englische Fassung CEN ISO/TR 21960:2020

DIN EN ISO 472, *Kunststoffe — Fachwörterverzeichnis*

DIN EN ISO 5667-6, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 6: Anleitung zur Probenahme aus Fließgewässern*

DIN EN ISO 5667-13:2011-08, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 13: Anleitung zur Probenahme von Schlämmen (ISO 5667-13:2011)*; Deutsche Fassung EN ISO 5667-13:2011

DIN EN ISO 10870:2012-10, *Wasserbeschaffenheit — Anleitung zur Auswahl von Probenahmeverfahren und -geräten für benthische Makro-Invertebraten in Binnengewässern (ISO 10870:2012)*; Deutsche Fassung EN ISO 10870:2012

DIN EN ISO 23611-1:2018-10, *Bodenbeschaffenheit - Probenahme von Wirbellosen im Boden — Teil 1: Handauslese und Extraktion von Regenwürmern (ISO 23611-1:2018)*; Deutsche Fassung EN ISO 23611-1:2018

DIN EN ISO 23611-2, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme von Wirbellosen im Boden — Teil 2: Probenahme und Extraktion von Mikroarthropoden (Collembolen und Milben)*

DIN EN ISO 23611-3, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme von Wirbellosen im Boden — Teil 3: Probenahme und Extraktion von Enchytraeen*

DIN EN ISO 23611-4, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme von Wirbellosen im Boden — Teil 4: Probenahme, Extraktion und Bestimmung von Boden bewohnenden Nematoden*

DIN EN ISO 23611-5, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme von Wirbellosen im Boden — Teil 5: Probenahme und Extraktion von Makroinvertebraten (Großwirbellosen) im Boden*

DIN EN ISO 23611-6, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme von Wirbellosen im Boden — Teil 6: Anleitung für die Planung der Probenahme von Wirbellosen im Boden*

DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:2017)*; Deutsche und Englische Fassung EN ISO/IEC 17025:2017

DIN EN ISO/IEC 17043:2010-05, *Konformitätsbewertung — Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen (ISO/IEC 17043:2010)*; Deutsche und Englische Fassung EN ISO/IEC 17043:2010

DIN ISO 5667-11, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 11: Anleitung zur Probenahme aus Grundwasserleitern*

DIN ISO 9276-6:2012-01, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 6: Deskriptive und quantitative Darstellung der Form und Morphologie von Partikeln (ISO 9276-6:2008)*

DIN ISO 16000-34:2019-01, *Innenraumluftverunreinigungen — Teil 34: Strategien zur Messung von Schwebstoffen (ISO 16000-34:2018)*

DIN ISO 18400-203, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 203: Untersuchungen kontaminationsverdächtiger Flächen*

Titel de: Grundsätze für die Analyse von Kunststoffen und Mikroplastik in der Umwelt (ISO/DIS 24187:2021)

Titel en: Principles for the analysis of plastics and microplastics present in the environment (ISO/DIS 24187:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Allgemeine Aspekte	9
5 Allgemeine Anforderungen für alle Analyseschritte	10
6 Identifizierung geeigneter Detektionsverfahren	11
6.1 Allgemeines	11
6.2 Klassifizierung der Detektionswerkzeuge	12
6.3 Identifizierung des Untersuchungsziels	13
7 Wasserproben	13
7.1 Allgemeines	13
7.2 Probenvolumen	14
7.3 Maschenweiten	14
7.4 Filtermaterialien	15
7.5 Probenahmegeräte	15
8 Beprobung von terrestrischen, semiterrestrischen und subhydrischen Böden	15
8.1 Allgemeine Aspekte	15
8.2 Beprobung von terrestrischen Böden	15
8.3 Beprobung von semiterrestrischen Böden	16
8.4 Beprobung von subhydrischen Böden (Sedimenten)	16
9 Luftprobenahme	16
9.1 Innenraumluft	16
9.2 Außenluft	16
10 Beprobung von Schlämmen und sonstigen ähnlichen Materialien	17
11 Beprobung mineralischer und anderer anorganischer Materialien	17
12 Biotaproben	17
13 Probenaufbereitung	18
13.1 Allgemeine Aspekte	18
13.2 Trocknung	18
13.3 Mahlen und Zerreiben	18
13.4 Entfernung anorganischer Stoffe	19
13.5 Entfernung organischer Stoffe	19
14 Datenverarbeitung	19
14.1 Allgemeine Aspekte	19
14.2 Interpretation eines einzelnen Spektrums / Chromatogramms	20
14.3 Interpretation von großen Spektren / Chromatogramm-Datensätzen	20
15 Qualitätssicherungsaspekte der Analytik	20

15.1	Referenzmaterialien	20
15.2	Durchführung von Ringversuchen	22
Anhang A (informativ) Erweiterte Datenverarbeitung.....		24
A.1	Einführung in die erweiterte Datenverarbeitung	24
A.2	Verfahren zur Bestimmung von Partikelzahl und -größen (spektroskopische Verfahren).....	25
A.2.1	Bestimmung der chemischen Struktur	25
A.2.2	Räumliche Analyse.....	26
A.3	Verfahren zur Bestimmung des Massengehalts (thermoanalytische und chemische Verfahren).....	26
A.3.1	Bestimmung der chemischen Struktur	26
A.3.2	Quantifizierung des Massengehalts.....	26
A.3.3	Allgemeine Empfehlungen für die Auswertung von Datenbanken und Datenverarbeitungsansätze	27
A.3.4	Klassifizierung.....	27
A.3.5	Regression.....	28
A.4	Datendateiformate.....	28
A.5	Praktisches Beispiel für die Berechnung von Klassifizierungsleistungsmaßen.....	29
Literaturhinweise.....		30

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 24187:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 24187:2021 wurde von CEN als prEN ISO 24187:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 14, *Environmental aspects* erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Die Analyse von Kunststoffen und Mikroplastik ist im Vergleich zu anderen Bereichen der Umweltanalyse ein relativ neues Arbeitsgebiet. Es existiert eine große Anzahl wissenschaftlicher Veröffentlichungen, die jedoch keinen einheitlichen Analyseansatz anwenden, was einen Vergleich der Ergebnisse erschwert.

Die Unterschiede in den Ansätzen beginnen bereits bei sehr grundlegenden Voraussetzungen, die sich deutlich vom Ansatz der konventionellen Umweltanalyse unterscheiden.

Diese Norm legt wichtige Grundsätze für die Untersuchung von Mikroplastik in der Umwelt dar, die bei der anschließenden Entwicklung spezifischer Verfahren für Probenahme, Probenaufbereitung und Detektion berücksichtigt werden sollten. Eine große Zahl der Grundsätze, die in diesem Dokument beschrieben werden, könnte analog auf andere Matrices und Produkte, einschließlich Lebensmittel und Trinkwasser, angewendet werden. Das Ziel besteht darin, einen möglichst harmonisierten Bestand von Verfahren und Anmerkungen darzustellen und diesen zur Anwendung in Wissenschaft, Wirtschaft und Verwaltung zur Verfügung zu stellen.

Was für die Analytik gilt, gilt gleichermaßen auf für die Begriffsdefinitionen. Einerseits beruhen die hier verwendeten Begriffe auf den im Fachgebiet bestehenden Definitionen, andererseits wurden aber auch analytische Anforderungen berücksichtigt. Dies gilt z. B. für die Begriffe „großes Mikroplastik“ und „kleines Makroplastik“. Die zu untersuchende Partikelgröße steht in engem Zusammenhang mit dem zu wählenden Detektionsverfahren. Im Zuge zukünftiger spezifischer Arbeiten wird es daher wahrscheinlich notwendig sein, bestehende Definitionen leicht abzuändern und sie an neue Erkenntnisse und Anforderungen anzupassen.

Die in diesem Dokument gewählten Definitionen sind Anpassungen aus dem ISO-Bericht über Kunststoffe. Die Klassifizierung beruht auf den metrischen Größen und zugehörigen Bezeichnungen. Der Begriff „Mikroplastik“ ist somit von der Einheit „Mikrometer“ abgeleitet.

ANMERKUNG Mikroplastik kann aus unterschiedlichen Quellen stammen, die in diesem Dokument nicht explizit aufgeführt sind, wie z. B. Textilien, Farben und Lacke sowie Reifen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt die Grundsätze, die bei der Analyse von Kunststoffen in verschiedenen Umweltmatrizes (Kunststoffprüfung) zu befolgen sind. Dazu gehören die Klassifizierung der Partikelgröße von Kunststoffen, die Verwendung bestimmter Apparaturen für die Probenahme, Probenaufbereitung und die Bestimmung von repräsentativen Probenmengen. Zweck dieser Norm ist es, Mindestanforderungen festzulegen, bis spezifische Normen für die verschiedenen Fallsituationen verfügbar sind. Dies ist wichtig, um sicherzustellen, dass die Entwicklung der spezifischen Normen auf einer konsistenten Grundlage erfolgt, um sicherzustellen, dass ein Vergleich oder eine Korrelation von Ergebnissen möglich ist.

Diese Norm enthält keine Anforderungen für Überwachungsmaßnahmen.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 472 und 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>

3.1

Analyse

Abfolge von Probenahme, Probenaufbereitung und Detektion

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Detektion darf Partikelzählung, Massebestimmung, Partikelgrößenbestimmung und Identifizierung der chemischen Zusammensetzung beinhalten.

3.2

Kunststoff

Werkstoff, der als hauptsächlichen Bestandteil ein Hochpolymer enthält und an einer gewissen Stufe seiner Verarbeitung zu Fertigprodukten durch Fließen geformt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Kunststoffe enthalten hauptsächlich Polymere und geringe Anteile von Additiven. Zusätzlich dürfen Verstärkungsmaterialien in sehr unterschiedlichen Mengen zugesetzt werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Zusätzlich zum Begriff „Kunststoff“ wird auch der Begriff „Kunststoffprodukt“ verwendet. Nach ISO 472 repräsentiert ein Kunststoffprodukt „jedes Material oder jede Materialkombination, Halbzeug oder Endprodukt im Bereich von ISO/TC 61, Kunststoffe“.

Anmerkung 3 zum Begriff: Kunststoffe umfassen sowohl thermoplastische als auch duroplastische Werkstoffe.

Anmerkung 4 zum Begriff: In der breiteren gesellschaftlichen Diskussion wird auch Gummi hinzugezählt.

[QUELLE: ISO/TR 21960:2020, 3.2, modifiziert — Begriffsnummerierung in den Anmerkungen zum Begriff entfernt, Anmerkung 4 zum Begriff hinzugefügt.]

3.3

Makroplastik

jeder feste Kunststoffpartikel oder jedes in Wasser unlösliche Objekt mit einer Größe von mehr als 5 cm

Anmerkung 1 zum Begriff: Typischerweise stellt ein Makroplastik-Objekt einen aus Kunststoff bestehenden Artikel oder einen Teil eines Endanwenderprodukts oder ein Fragment des jeweiligen Artikels dar.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die definierte Größe bezieht sich auf die größte Länge des Partikels.

[QUELLE: ISO/TR 21960:2020, 3.8, modifiziert — in Anmerkung 1 zum Begriff wurde „z. B. Becher, Becherdeckel“ gestrichen; in Anmerkung 2 zum Begriff wurde „Abstand“ durch „Länge“ ersetzt.]

3.4

kleines Makroplastik

jeder feste Kunststoffpartikel oder jedes in Wasser unlösliche Objekt mit einer Größe zwischen 5 mm und 5 cm

Anmerkung 1 zum Begriff: Typischerweise stellt ein Makroplastik-Objekt einen aus Kunststoff bestehenden Artikel oder einen Teil eines Endanwenderprodukts oder ein Fragment des jeweiligen Artikels dar.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die definierte Größe bezieht sich auf die größte Länge des Partikels.

3.5

großes Mikroplastik

jeder feste wasserunlösliche Kunststoffpartikel mit einer beliebigen Größe zwischen 1 mm und 5 mm

Anmerkung 1 zum Begriff: Mikroplastik darf verschiedene Formen aufweisen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Typischerweise stellt ein großes Mikroplastik-Objekt einen aus Kunststoff bestehenden Artikel oder einen Teil eines Endanwenderprodukts oder ein Fragment des jeweiligen Artikels dar.

Anmerkung 3 zum Begriff: Mikroplastik in diesem Größenbereich sind z. B. Kunststoffgranulate als Zwischenprodukte für die nachfolgende Weiterverarbeitung wie Formung, Extrusion usw. zu Halbzeugen, die keine Endanwenderprodukte darstellen.

[QUELLE: ISO/TR 21960:2020, 3.10, modifiziert — Begriffsnummerierung in Anmerkung 1 zum Begriff wurde entfernt.]

3.6

Mikroplastik

jeder feste wasserunlösliche Kunststoffpartikel mit einer Größe zwischen 1 µm und 1 000 µm (= 1 mm)

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein primäres Mikroplastik-Objekt stellt einen Partikel dar, der bewusst Endanwenderprodukten wie kosmetischen Produkten, Beschichtungen, Farben und Lacken usw. zugegeben wird. Ein sekundäres Mikroplastik-Objekt kann auch als Fragment des jeweiligen Artikels entstehen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Mikroplastik kann regelmäßige und unregelmäßige Formen haben (siehe ISO 9276-6:2017).

Anmerkung 3 zum Begriff: Die definierte Größe bezieht sich auf die größte Länge des Partikels.

[QUELLE: ISO/TR 21960:2020, 3.9, modifiziert — Anmerkung 1 zum Begriff wurde gestrichen, alle anderen Anmerkungen zum Begriff wurden geändert.]

3.7

Nanoplastik

Kunststoffpartikel mit einer Größe von weniger als 1 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Nach der OECD und ISO 19430 haben Nanopartikel eine Größe von bis zu 100 nm.

[QUELLE: ISO/TR 21960:2020, 3.13]

3.8

Degradierung

jede physikalische oder chemische Veränderung im Polymer aufgrund von Umweltfaktoren wie Licht, Wärme, Feuchtigkeit, chemische Bedingungen oder biologische Aktivität

3.9

Partikel

kleines Stoffteil mit festgelegten physikalischen Begrenzungen

[QUELLE: ISO 26824:2013, 1.1, modifiziert — Anmerkungen zum Begriff wurden entfernt.]

3.10

Leerprobe

Probe, die vor Beginn einer Dotierungsprüfung entnommen wird

3.11

Blindprobe

Probe eines festen oder flüssigen Materials ähnlich der echten Probe ohne die zu untersuchenden Objekte

3.12

Degradierungszustand

Zustand einer Substanz oder eines Materials nach Beeinflussung durch chemische, biologische oder physikalische Prozesse, z. B. Hydrolyse, Reduktion und Oxidation

3.13

Additive

Chemikalien, die Polymeren zugesetzt werden, um die jeweiligen Eigenschaften des spezifischen Kunststoffmaterials zu verbessern/verändern

Anmerkung 1 zum Begriff: Wichtige Additive wie Füllstoffe/Verstärkungsmaterialien, Weichmacher und Flammschutzmittel werden nach ISO 1043-2 bis ISO 1043-4 in Bezug genommen.

4 Allgemeine Aspekte

„Mikroplastik“ ist ein Begriff, mit dem unterschiedliche physikalische und chemische Eigenschaften wie Form, Größe/Größenbereich, Sorte des Polymers/der Polymere, Vorhandensein von Additiven, Vorhandensein von Füllstoffen, Degradierungszustand usw. verbunden sind. Die Menge an Mikroplastik in einer gegebenen Matrix kann auf verschiedene Weise gemessen werden, nämlich als Anzahl (der Partikel) oder Massengehalt/Massenanteil in Verhältnis zur Probenmenge, die wiederum in unterschiedlichen Einheiten angegeben sein kann (Volumen, Gewicht usw.). Deshalb müssen vor der Auswahl eines Verfahrens/einer geeigneten Reihe von Verfahren sorgfältig die zu beantwortenden Fragen und die zu messenden Eigenschaften festgelegt werden. Dies bezieht sich nicht nur auf Detektionsverfahren, sondern auch auf die darauf bezogenen Verfahren für Probenahme und -bearbeitung/-aufbereitung bis hin zur statistischen Auswertung der Ergebnisse. Am Ende des Dokuments ist eine Übersicht der Stärken und Beschränkungen der verschiedenen Verfahren im Hinblick auf ein gegebenes Problem zu finden. Eine wesentliche Zielsetzung bei der Bewertung der Verfahren bestand in der sicheren und nachvollziehbaren Untersuchung der Transportwege und Eintrittspunkte in verschiedene Umweltmedien wie Wasser und Boden mittels entsprechender Mess- und Analyseverfahren.

Bild 1 zeigt eine schematische Darstellung der Wechselbeziehungen bei der Mikroplastikanalyse. In der Regel liegt der/den Zielsetzung(en) einer Messung oder eines Messprogramms eine klare Fragestellung/Aufgabe oder ein Beurteilungskonzept mit erforderlichen Bewertungsparametern zugrunde (z. B. Integration in einen übergreifenden ökologischen Kontext oder Schwellenwerte für die Überwachung). Anschließend wird ein geeignetes Detektionsverfahren ausgewählt, das die gewünschten Ergebnisparameter (wie z. B. Polymersorte, Massengehalt, Anzahl, Form, Größe, Degradierungszustand) generiert.

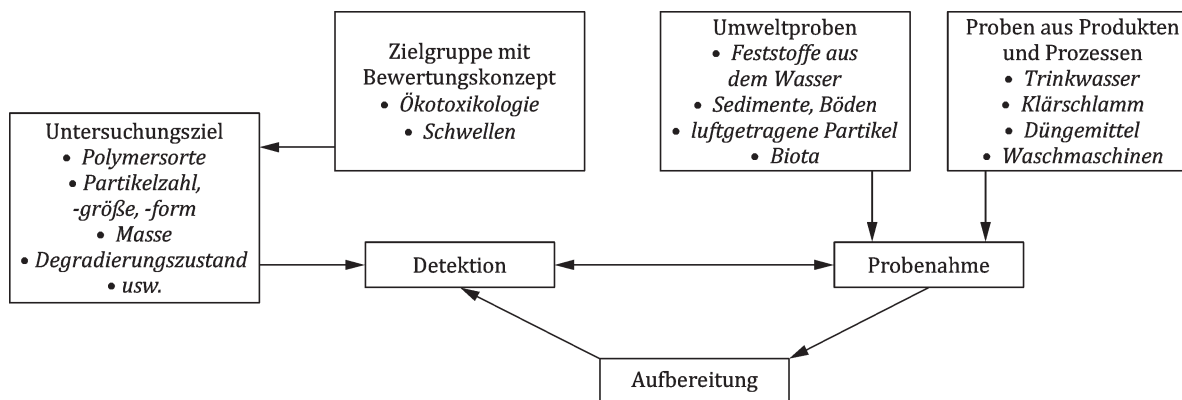


Bild 1 — Schematische Darstellung der Wechselbeziehungen bei der Mikroplastik-Analyse in Umwelt- und zugehörigen Matrices

5 Allgemeine Anforderungen für alle Analyseschritte

Sämtliche Analyseschritte (Probenahme, Probenaufbereitung, Detektion) müssen unter Arbeitsbedingungen durchgeführt werden, bei denen vollständig oder weitestgehend auf die Verwendung von Kunststoffen verzichtet wird. Dies schließt die Vermeidung von Standardprodukten aus Kunststoff (z. B. Rohre, Gefäße) ein. Kreuzkontamination muss verhindert werden, der Anwender sollte möglichst die Verwendung von Ausrüstung aus Kunststoff vermeiden. Stattdessen sollten Alternativen aus Metall, Glas oder Keramik verwendet werden. Als Ausnahme dürfen Kunststoffarten verwendet werden, die nicht zu detektieren oder zu bewerten sind. Es sollte darauf geachtet werden, dass auch persönliche Schutzausrüstung (z. B. Laborkittel, Handschuhe) aus nicht-synthetischem Material oder aus Material, das keinen Einfluss auf die Analysen hat, hergestellt ist. Für jeden Analyseschritt sollten Wiederfindungstests durchgeführt werden.

Wenn möglich, sollte der Umgang mit den Proben in mikrobiologischen Sicherheitswerkbänken (en: laminar flow box) im Labor oder in Reinräumen (Klasse 3 nach ISO 14644-1, insbesondere während des Probenaufbereitungsprozesses und während der Bestimmung der Partikelzahl) erfolgen.

Im Voraus muss bestimmt werden, ob eine Hygienisierung der Proben notwendig ist. Sterilisation ist eine Standardempfehlung für die Analyse von trockenen Proben aus Abwasser, Klärschlamm und organischen Abfällen. Es können unterschiedliche Verfahren angewendet werden, die jeweils spezifische Auswirkungen auf die Integrität der Mikroplastik-Partikel in der Probe haben:

- i) Dampfsterilisation: Risiko, dass Mikroplastik schmilzt (z. B. Polyethylen (PE), Polypropylen (PP));
- ii) Strahlungssterilisation (Gamma-, Beta-, UV-Strahlung): Risiko, dass die Polymerstruktur degradiert wird (Spaltung von Polymerketten und Oxidation);
- iii) chemische Sterilisation: Risiko, dass die Polymerstruktur der Partikeloberfläche chemisch verändert wird.

Relevante Informationen zu den Messbedingungen und Kontrollprozessen (Qualitätsbewertung und Qualitätskontrolle) müssen aufgezeichnet werden, einschließlich sämtlicher Analyseschritte. Zu allgemeinen Maßnahmen zur Qualitätskontrolle siehe ISO/IEC 17025:2017. Zu Ringversuchen siehe ISO 13528:2005.

Die Dokumentation und Messung von Leerproben oder Bestimmung von Blindwerten für die angewendeten Detektionsverfahren ist von wesentlicher Bedeutung, da es bei der Probenahme, Aufbereitung und Detektion leicht zu einer Kontamination kommen kann. Die Bestimmung von Blindwerten ist notwendig; die Anzahl der Blindwerte ist von dem konkret anzuwendenden Verfahren abhängig. Spezifischere Anforderungen sind in zukünftigen Normen zu stellen.

Eine Klassifizierung von Mikroplastik-Analysen nach Größenklassen in Übereinstimmung mit Tabelle 1 wird empfohlen. Kleine Partikel, die in größeren Mengen auftreten, werden in feinere Klassifizierungscluster gruppiert als die größeren Partikel, die hinsichtlich ihrer Masse relevanter sind und in gröbere Cluster klassifiziert werden. Die ermöglicht außerdem eine bessere methodische Anwendbarkeit von Prozessen (einschließlich Umsetzbarkeit der Filtration, Detektionsgrenzen in der Analytik) und eine bessere Einordnung der Partikelmengen/-massen bei Wirkungsanalysen (z. B. für Umweltbewertungen). Die vorgeschlagenen Größenklassen sind in Tabelle 1 angegeben. Die Größenklasse ist durch die maximale Größe/den maximalen Durchmesser eines Partikels definiert.

Tabelle 1 — Partikelgrößenklassifizierung

Klassifizierung		großes Mikroplastik	Mikroplastik					
Partikelgrößenklassen	µm	5 000 bis 1 000	< 1 000 bis 500	< 500 bis 100	< 100 bis 50	< 50 bis 10	< 10 bis 5	< 5 bis 1
Durchschnittliche Partikelgröße	µm	3 000	750	300	75	30	7,5	3
Masse ^a	mg	14	0,22	0,014	$2,2 \times 10^{-4}$	$1,4 \times 10^{-5}$	$2,2 \times 10^{-7}$	$1,4 \times 10^{-8}$
Anzahl der Partikel in 14,13 mg	Anzahl	1	64	1 000	$6,4 \times 10^4$	$1,0 \times 10^6$	$6,4 \times 10^7$	$1,0 \times 10^9$
^a Masse wird anhand der durchschnittlichen Partikelgröße unter der Annahme kugelförmiger Partikel mit einer Dichte von 1 g/cm ³ bestimmt.								

6 Identifizierung geeigneter Detektionsverfahren

6.1 Allgemeines

Die Auswahl eines oder mehrerer quantitativer oder qualitativer Detektionsverfahren ist insbesondere von den Zielsetzungen und Aufgaben eines Projekts oder einer bestehenden Anforderung abhängig. Die verschiedenen Detektionsverfahren unterscheiden sich bezüglich des durch die Messung ermittelten Ergebnisses. Dazu gehören die Identifizierung des Polymers (Polymersorte) und anderer qualitativer Eigenschaften (d. h. Vorhandensein von Additiven, chemische Zusammensetzung, Molekülmasse und Morphologie der Partikeloberfläche, Partikelgröße und -form) sowie quantitativer Eigenschaften (Partikelzahl, Partikel-Massenanteil).

Je nach Zielsetzung der Analyse kann es ausreichend sein, ein Vorversuchsverfahren anzuwenden, das einen begrenzten Informationsumfang bereitstellt, jedoch keine aufwändigen Messeinrichtungen benötigt. Für Vorversuchszwecke könnten relativ einfache und kostengünstige Techniken zur Anwendung kommen, die Informationen in einem gewissen Umfang bereitstellen. Ebenso könnten kosteneffektive Routineanalysen

mit einem höheren Durchsatz durchgeführt werden als performantere, aber hochgradig zeit- und kostenintensive Techniken.

6.2 Klassifizierung der Detektionswerkzeuge

Für die Mikroplastik-Analyse stehen verschiedene Detektionsverfahren zur Verfügung, die auf unterschiedlichen Messprinzipien beruhen.

Spektroskopische Verfahren können Merkmale der spezifischen chemischen Struktur von Polymeren erfassen und mit Hilfe von Referenzspektren zuordnen. Allgemein angewendete Verfahren basieren auf Techniken der Infrarotspektroskopie (auch auf mikroskopischer Ebene) unter Einbeziehung unterschiedliche Messanordnungen:

- Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (en: Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR),
- Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie mit abgeschwächter Totalreflexion (en: attenuated total reflection Fourier transform infrared spectroscopy, ATR-FTIR),
- Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie mit Focal-Plan-Array-Detektor (Detektormatrix) (en: focal plan array detector Fourier transform infrared spectroscopy, FPA-FTIR),
- Quantenkaskadenlaser-induzierte Infrarotspektroskopie (en: quantum cascade laser induced infrared spectroscopy, QCL-IR),
- Nah-Infrarotspektroskopie (en: near infrared spectroscopy, NIR) oder kurzwellige Infrarotspektroskopie (en: short-wave infrared spectroscopy, SWIR).

Alternativ kann Raman-Spektroskopie verwendet werden, auch auf mikroskopischer Ebene.

In thermoanalytischen Verfahren wird die Probe unter Inertgas pyrolysiert und spezifische Zersetzungsprodukte der einzelnen Polymere werden detektiert. Derzeit weithin eingeführt sind Verfahren der gaschromatographischen Massenspektrometrie (en: gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS). Diese unterscheiden sich bezüglich der Erwärmungsverfahren (Mikro-Ofen, Curie-Punkt), der Probenmenge oder Probenaufbereitung einzelner ausgewählter oder aufkonzentrierter Partikel (Pyrolyse-Gaschromatographie-Massenspektrometrie – en: pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry, Py-GC-MS) sowie der Pyrolyse der kompletten Filtrerrückstände (Thermoextraktion-Desorption-Gaschromatographie-Massenspektrometrie – en: thermal extraction desorption-gas chromatography-mass spectrometry, TED-GC-MS). Eine Alternative ist die Anwendung von Verfahren, die den spezifischen Schmelzprozess von teilkristallinen Polymermaterialien detektieren (dynamische Differenzkalorimetrie – en: differential scanning calorimetry, DSC).

Chemische Verfahren werden verwendet, um die Proben zu zersetzen und spezifische Fragmente von Polymeren oder Elementen zu detektieren. Als Beispiele hierfür sind die Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (en: inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS) für Abriebpartikel von Reifen und Straßen und die Flüssigkeitschromatographie (en: liquid chromatography, LC) für Polyethylenterephthalat (PET) zu nennen.

Weitere Verfahren sind geeignet, wie z. B. die visuelle Sortierung größerer Artikel mittels Mikroskopie, der Hot-Needle-Test oder die Detektion eingefärbter Partikel mittels Fluoreszenzspektroskopie. Diese Verfahren sind (teilweise) Einschränkungen hinsichtlich der analytischen Genauigkeit der Polymerpartikel unterworfen, gehen jedoch auf den Bedarf schneller Screening-Lösungen ein.

Alle diese Werkzeuge unterscheiden sich in Bezug auf die Aufbereitung der Proben, die maximale Anzahl und Größe der messbaren Partikel oder Probenmasse, die Messdauer und das untere Detektionsniveau bezüglich der lateralen Auflösung oder des Detektionslimits.

Für den Fall, dass eine Probe zu aliquotieren ist, muss die Homogenität der Probe sichergestellt werden.

6.3 Identifizierung des Untersuchungsziels

Massengehalte sind ein Überwachungsparameter für die Einschätzung des Vorhandenseins von Mikroplastik. Sie eignen sich für die regelmäßige, wiederholte Bestimmung von Mikroplastik im Rahmen der Überwachung und Kontrolle der Wirkung von Maßnahmen gegen Kunststoffeinträge. Der nominelle Partikelgrößenbereich, für den diese Detektionsanalysen durchzuführen sind, muss vorab festgelegt werden. Diese Gruppierung in Größenklassen (Tabelle 1) ermöglicht die Zuordnung der Gesamtgehalte zu einem spezifischen Partikelgrößenbereich. Die Gehalte der verschiedenen Kunststoffe können konsistent gemessen werden, ungeachtet der Partikelform, -zahl und -größe. Grundsätzlich ist zu berücksichtigen, dass wenige große Partikel viele kleine Partikel in der Massenbilanz überprägen.

Die Bestimmung der exakten Anzahl, Größe und Form der Partikel ergibt ein umfassendes, detailliertes Bild des Auftretens von Mikroplastik in Umweltproben. Dies ist für toxikologische Studien und Bewertungen von Bedeutung. Die Eignung des Messverfahrens für den zu untersuchenden nominellen Partikelgrößenbereich muss im Voraus sichergestellt werden. Bei spektroskopischen Ergebnissen ist es möglich, die Partikelgröße während der Messung oder danach zu bewerten. Die Partikel der verschiedenen Kunststoffe können dadurch konsistent entsprechend ihrer Form, Anzahl und Größe gemessen werden. Die Klassifizierung in Größenklassen (Tabelle 1) ermöglicht den Vergleich der Gesamtgehalte für einen bestimmten Partikelgrößenbereich. Die Analyse sehr kleiner Partikel ($< 5 \mu\text{m}$) ist aufwändig und für reale Proben nur begrenzt möglich. Die Bewertungsverfahren müssen die Homogenität der analysierten Umweltproben-Aliquoten sicherstellen, da häufig nur ein Teil der Probe analysiert werden kann.

Die individuelle Charakterisierung der spezifischen Eigenschaften identifizierter Kunststoffpartikel, z. B. Degradierungszustand, Oberflächenstruktur oder -beschaffenheit, sowie die Analyse von Additiven kann für die Bewertung der Wechselwirkungen mit der Umwelt, aber auch für die Bewertung ihrer Quellen, Eintragspfade und ihres Verbleibs relevant sein. Für derartige Analysen ist jedoch möglicherweise eine vorherige und in einigen Fällen sehr aufwändige Isolierung einzelner Partikel erforderlich.

7 Wasserproben

7.1 Allgemeines

Die Untersuchung von Mikroplastik in den verschiedenen Umweltmatrizes ist ein relativ neues Forschungsgebiet. Im Folgenden wird auf vorhandene Normen Bezug genommen, von denen einige jedoch nicht für die Entnahme von Mikroplastik-Proben erarbeitet wurden. Sie geben aber erste Hinweise auf die Verfahrensweise. Mikroplastik entspricht in Form, Größe und Dichte natürlichen Partikeln. Die Möglichkeiten einer vollständigen Übertragung des vorgenannten Verfahrens wurden noch nicht angewandt.

Grundsätzlich enthält die Normenreihe ISO 5667 von ISO/TC 147 „Water quality“ eine große Anzahl von Verweisungen für die Entnahme von Wasserproben. Dies umfasst die Probenahme aus Süßwasser (z. B. Seen, Flüsse und Grundwasser) und marinen Gewässern. Diese Normen wurden jedoch nicht spezifisch für die Entnahme von Mikroplastik-Proben erarbeitet. Sie bilden eine gute Grundlage, müssen jedoch im Detail auf ihre Eignung im Zusammenhang mit den vorliegenden Problemstellungen untersucht und ggf. angepasst werden.

Die Kühlung von Proben (auf max. 4 °C) wird empfohlen, um mikrobiologisches Wachstum und die langsame Degradierung von Proben zu vermeiden und zur Verlängerung der Lagerzeit beizutragen.

Für Makroplastik müssen andere Probenahmestrategien angewendet, weiterentwickelt und validiert werden.

7.2 Probenvolumen

Das Probenvolumen ist vom Größenbereich des untersuchten Makroplastiks und der erwarteten Partikelzahl oder -masse abhängig. Es wird angenommen, dass die Anzahl bestimmter Partikel im untersuchten Umweltmedium (z. B. Wasser) desto größer ist, je kleiner ihr Durchmesser ist. In dieser Hinsicht ist ein kleineres Probenvolumen möglicherweise ausreichend, wenn viele kleine Partikel vorhanden sind. Je kleiner der Partikelgehalt, desto mehr Proben müssen entnommen werden, um eine ausreichende Anzahl von Partikeln untersuchen zu können.

Das Probenvolumen im unteren Mikrometerbereich kann geringer sein (im Millimeter- oder Liter-Bereich), da sich die statistische Wahrscheinlichkeit, einen repräsentativen Querschnitt erwarteter kleiner Partikel zu erhalten, mit einer großen Partikelzahl erhöht. Wenn bei der Probenahme der gesamte Größenbereich bis hinunter in den oberen Mikrometerbereich abzudecken ist, müssen erheblich größere Wasservolumina gefiltert werden (mehrere Liter bis zu mehreren Kubikmetern). Um repräsentative Proben zu erhalten, müssen aus Gewässern, die nahezu keine Feststoffe enthalten, sehr große Probenvolumina entnommen werden. Je nach Detektionsverfahren können die Probenvolumina jedoch unterschiedlich sein. Insbesondere im Bereich der kleinen und sehr kleinen Partikel kommen mikroskopische Spektroskopieverfahren mit geringeren Wassermengen aus. Diese Unterschiede sind für Routinemessungen jedoch nicht entscheidend.

Für Makroplastik müssen zur Entnahme einer repräsentativen Probe andere Probenvolumina bestimmt oder anderweitig festgelegt werden.

7.3 Maschenweiten

Es wird empfohlen, für alle Wasserfiltrationsprozesse die in Tabelle 1 angegebenen Partikelgrößenklassen zu verwenden, damit die Ergebnisse nach Größenklassen ausgewertet werden können und ein Vergleich unterschiedlicher Untersuchungen möglich ist. Bei hohen Feststoffkonzentrationen in der Wasserprobe und großen Probenvolumina trägt eine fraktionierte Filtration dazu bei, die Entstehung von Filterkuchen und die daran anschließende Verstopfung oder teilweise Verstopfung von Filtern zu vermeiden.

Bei Filterkartuschen oder Siebkaskaden muss eine Überprüfung der festgelegten Porengröße oder der nominellen Maschenweite durchgeführt und dokumentiert werden. Die Filtrierbarkeit muss über die gesamte Probenahmedauer sichergestellt sein, ebenso wie die vollständige Entfernung von Filtrerrückständen aus vorherigen Messungen bei wiederholter Verwendung der Materialien. Zur Qualitätssicherung des Filtrationsprozesses werden Wiederfindungstests empfohlen. Die Empfehlung bezieht sich auf die Filtermaterialien (Porengrößen) unter Anwendung genormter Verfahren (ISO 2942). Bei der Probenahme von Partikeln mit einer Größe von weniger als 10 µm ist aufgrund der geringen Wasserdurchlässigkeit der Filter eine Druckfiltration (mit ~ 20 bis 60 Pa) erforderlich.

Die Eintauchtiefe und Ausrichtung des Probenahmeröhrchens im Hinblick auf die Fließrichtung (Winkel zum Abfluss) während des Probenahmevorganges muss dokumentiert werden. Idealerweise sollten auch die hydrodynamischen Bedingungen (Möglichkeit der isokinetischen Probenahme) dokumentiert werden. Wenn Neuston- oder Planktonnetze oder -kaskaden verwendet werden (insbesondere für Salzwasser), sollte dieselbe Partikelklassifikation wie oben beschrieben (Tabelle 1) verwendet werden.

ANMERKUNG Es können auch andere Probenahmeverfahren verwendet werden, wie z. B. Sedimentfallen, Membranfiltersysteme und Durchflusszentrifugen, jedoch wurden diese noch nicht hinreichend für Mikroplastikmessungen charakterisiert. Daher werden dazu noch keine Empfehlungen ausgesprochen. Darüber hinaus werden auch keine Empfehlungen gegeben zur bevorzugten Probenahme mittels Stichproben oder Sammelproben. Bei der Verwendung von Sammelbehältern für die kontinuierliche Probenahme muss auf die Homogenisierung der Probe bei der weiteren Aufbereitung (biologischer Aufwuchs, Sedimentations- oder Flotationseffekte) geachtet werden.

Bei der Dokumentation von Probenahmeverfahren muss grundsätzlich das beprobte Wasservolumen und das effektiv gefilterte Wasservolumen dargestellt werden.

7.4 Filtermaterialien

Die Auswahl des Filtermaterials kann im Hinblick auf die wissenschaftliche Fragestellung und die geplanten Analyseverfahren von entscheidender Bedeutung sein. Die Filtermaterialien sollten außerdem keine Kunststoffe enthalten. Filter aus Edelstahl haben sich als sehr nützlich erwiesen.

Vor der Anwendung ist der Filter auf anorganische oder organische Verunreinigungen oder Rückstände zu überprüfen.

7.5 Probenahmegeräte

Die nachstehenden Normen der Normenreihe ISO 5667 enthalten detailliertere Angaben zu Probenahme und Probenahmegeräten:

ISO 5667-4, *Water quality — Sampling — Part 4: Guidance on sampling from lakes, natural and man-made*

ISO 5667-6, *Water quality — Sampling — Part 6: Guidance on sampling of rivers and streams*

ISO 5667-8, *Water quality — Sampling — Part 8: Guidance on the sampling of wet deposition*

ISO 5667-9, *Water quality — Sampling — Part 9: Guidance on sampling from marine waters*

ISO 5667-11, *Water quality — Sampling — Part 11: Guidance on sampling of groundwaters*

Spezifische Anweisungen zur Probenahme von suspendierten Feststoffen sind enthalten in:

ISO 5667-17, *Water quality — Sampling — Part 17: Guidance on sampling of bulk suspended solids*

8 Beprobung von terrestrischen, semiterrestrischen und subhydrischen Böden

8.1 Allgemeine Aspekte

Sämtliche Normen zur Entnahme von Bodenproben beziehen sich auf Nährstoffe oder Kontaminationen, die entweder in Bodenpartikel absorbiert oder wahrscheinlich fein dispergiert werden. Für die Beprobung und Vorbehandlung von terrestrischen, semiterrestrischen und subhydrischen Böden sowie festen Stoffen sind grundsätzlich Validierungsprüfungen erforderlich.

8.2 Beprobung von terrestrischen Böden

In diesem Unterabschnitt werden erste Hinweise für die Beprobung von terrestrischen Böden gegeben. Bislang liegen noch nicht viele Erfahrungen mit der Mikroplastik-Analyse von Böden vor. Wie bei Entnahme von Wasserproben ist auch hier die Bestimmung einer repräsentativen Probe der entscheidende Faktor. Diese ist von der Anzahl der Partikel und der Partikelgröße abhängig. Als erster Schritt sollten die Normen von ISO/TC 190 „Soil quality“ für die Probenahme beachtet werden:

ISO 18400-205, *Soil quality — Sampling — Part 205: Guidance on the procedure for investigation of natural, near-natural and cultivated sites*

ISO 18400-203, *Soil quality — Sampling — Part 203: Investigation of potentially contaminated sites*

ISO 23611-2, *Soil quality — Sampling of soil invertebrates — Part 2: Sampling and extraction of microarthropods (Collembola and Acarina)*

ISO 23611-3, *Soil quality — Sampling of soil invertebrates — Part 3: Sampling and extraction of enchytraeids*