

# Mikromuovit: Käytetyt menetelmät ja analyysipaketit

Me ALS:llä olemme tarjonneet mikromuovimääryksiä vedestä jo vuodesta 2017. Nopeasti kasvanut kysyntä on mahdollistanut mikromuovitarjontaamme laajentamisen entistä useampiin matriiseihin. Uusia matriiseja ovat muun muassa maa- ja sedimenttinäytteet, elintarvikkeet (esimerkiksi merisuola ja maitojauhe) sekä eliöstönäytteet (esimerkiksi kalat ja simpukat). Valitsemme analyysiin soveltuvat erotusmenetelmät aina näytekohteisesti. Yleisesti esikäsittelyyn kuuluvat flotaatio ja sen jälkeinen epäorgaanisen aineen poisto. Tämän jälkeen orgaaninen materiaali hajotetaan entsyymaattisesti ja hapettamalla näyte ennen suodatusta. Analyysi tehdään  $\mu$ FTIR-tekniikalla (Fourier Transform Infrared Spectroscopy).

## Mikromuovit puhtaasta vedestä

A-7a-analyysipaketit sopivat mikromuovien tunnistamiseen puhtaista vesistä, kuten juomavedestä. Näyte suodatetaan 20  $\mu$ m metalliverkkosuodattimen läpi. Suodatin analysoidaan  $\mu$ FTIR-tekniikalla. Partikkelit, joiden halkaisija on 20  $\mu$ m – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään mustia partikkeleja lukuun ottamatta. Mustat hiukkaset, jotka ovat kooltaan 80  $\mu$ m – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään.

*A-7a-Bas Mikromuovit juomavedestä*

*A-7a-Plus Mikromuovit juomavedestä, sis. mustat hiukkaset*

## Mikromuovit likaisesta vedestä

A-7b-analyysipaketit sopivat mikromuovien tunnistamiseen likaisista vesistä, kuten jäte- ja pintavedestä. Näytteeseen lisätään vetyperoksidia, minkä jälkeen näytteen annetaan sekoittua miedossa lämpötilassa vuorokausi. Mineraalihiukkaset poistetaan näytteestä raskasneste-erottelulla suolaliuoksessa. Liuos suodatetaan 500  $\mu$ m:n metalliverkkosuodattimen läpi.

Suodatinta läpäisemätön materiaali käydään silmämääräisesti läpi ja kaikki mikromuovipartikkelit kerätään jatkoanalyysia varten. Näytteeseen lisätään Fentonin reagenssia ja sen annetaan sekoittua valvotussa lämpötilassa seuraavaan päivään. Tämän jälkeen näyte suodatetaan 40  $\mu$ m:n metalliverkkosuodattimen läpi.

Suodatin analysoidaan  $\mu$ FTIR-tekniikalla. Partikkelit, jotka ovat halkaisijaltaan 40  $\mu$ m – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään mustia partikkeleja lukuun ottamatta. Mustat hiukkaset, joiden halkaisija on 80  $\mu$ m – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään.

*A-7b-Bas Mikromuovit jätevedestä*

*A-7b-Plus Mikromuovit jätevedestä, sis. mustat hiukkaset*

## Mikromuovit maasta ja sedimentistä

A-7c-analyysipaketit sopivat maa- ja sedimenttinäytteille. Näytteestä otetaan edustava osanäyte kuiva-ainemääritystä varten ja jäljelle jäävä näyte kuivataan 50 °C:ssa. Kuivattu materiaali seulotaan 5

mm:n metalliverkon läpi ja edelleen 1 mm:n metalliverkon läpi. 5 mm:n metalliverkkoa läpäisemätön aines jätetään pois analyysista.

Aines, joka ei läpäise 1 mm:n metalliverkkoa, käydään läpi silmämääräisesti ja näytteen mahdolliset mikromuovihiukkaset kerätään FTIR-jatkoanalyysia varten. Seulotusta näytteestä otetaan edustava osanäyte, johon lisätään vetyperoksidia ja näytteen annetaan sekoittua miedossa lämpötilassa vuorokausi.

Mineraalipartikkelit erotellaan näytteestä raskasneste-erottelulla suolaliuoksessa, minkä jälkeen liuos suodatetaan 500  $\mu$ m:n metalliverkon läpi. Läpäisemätön materiaali tutkitaan silmämääräisesti ja löydetty mikromuovi kerätään  $\mu$ FTIR-analyysia varten. Liuokseen lisätään Fentonin reagenssia ja sen annetaan sekoittua valvotussa lämpötilassa vuorokausi. Lopuksi näyte suodatetaan 40  $\mu$ m:n metalliverkon läpi.

Suodatin analysoidaan  $\mu$ FTIR-menetelmällä. Partikkelit, jotka ovat halkaisijaltaan 40  $\mu$ m – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään mustia partikkeleja lukuun ottamatta. Mustat hiukkaset, jotka ovat halkaisijaltaan 80  $\mu$ m – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään.

*A-7c-Bas Mikromuovit maaperästä ja sedimentistä*

*A-7c-Plus Mikromuovit maaperästä ja sedimentistä, sis. mustat hiukkaset*

## Mikromuovit lietteestä

A-7d-analyysipaketit sopivat mikromuovien tunnistamiseen lietenäytteistä. Näytteestä otetaan edustava osanäyte kuiva-ainemääritystä varten ja jäljelle jäävä näyte kuivataan 50 °C:ssa. Kuivattu materiaali seulotaan 5 mm:n metalliverkon läpi ja edelleen 1 mm:n metalliverkon läpi. Materiaali, joka ei läpäise 5 mm:n metalliverkkoa, jätetään pois analyysista.

Aines, joka ei läpäise 1 mm:n seula käydään läpi silmämääräisesti ja näytteen mahdolliset mikromuovit kerätään FTIR-jatkoanalyysia varten. Seulotusta näytteestä otetaan edustava osanäyte, johon lisätään vetyperoksidia ja näytteen annetaan sekoittua matalassa lämpötilassa vuorokausi. Tämän jälkeen seokseen lisätään pH:ta

nopeuttamiseksi. Näytteen annetaan sekoittua miedossa lämpötilassa (enintään 50 °C) vuorokausi. Mineraalipartikkelit poistetaan raskasneste-erottelulla suolaliuoksessa. Näyte suodatetaan edelleen 500 µm:n metalliverkon läpi. Aines, joka ei läpäise suodatinta käydään läpi silmämääräisesti ja näytteen mahdolliset mikromuovit kerätään FTIR-jatkoanalyysia varten. Liuokseen lisätään Fentonin reagenssia ja sen annetaan sekoittua valvotussa lämpötilassa vuorokausi. Lopuksi näyte valutetaan 40 µm:n metalliverkkosuotimen läpi.

Suodatin analysoidaan µFTIR-menetelmällä. Partikkelit, jotka ovat halkaisijaltaan 40 µm – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään mustia partikkeleja lukuun ottamatta. Mustat hiukkaset, jotka ovat halkaisijaltaan 80 µm – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään.

*A-7d-Bas Mikromuovit lietteestä*

*A-7d-Plus Mikromuovit lietteestä, sis. mustat hiukkaset*

## Mikromuovit eliöstöstä

A-7e-analyysipaketit sopivat mikromuovien tunnistamiseen eliöstönäytteistä, kuten kalasta ja simpukoista. Näyte leikataan osiin, hajotetaan ja homogenisoidaan. Näytteeseen lisätään vetyperoksidia ja näytteen annetaan sekoittua vuorokausi miedossa lämmössä. Tämän jälkeen seokseen lisätään pH:ta säätelevää puskuriliuosta sekä entsyymiä hajoamisen nopeuttamiseksi. Näytteen annetaan sekoittua miedossa lämpötilassa (enintään 50 °C) vuorokausi. Tämän jälkeen mineraalipartikkelit poistetaan raskasneste-erottelulla suolaliuoksessa. Liuokseen lisätään Fentonin reagenssia ja sen annetaan sekoittua valvotussa lämpötilassa vuorokausi. Lopuksi näyte valutetaan 40 µm:n metalliverkkosuotimen läpi.

Suodatin analysoidaan µFTIR-menetelmällä. Partikkelit, jotka ovat halkaisijaltaan 40 µm–5 mm, lasketaan ja yksilöidään mustia partikkeleja lukuun ottamatta. Mustat hiukkaset, jotka ovat halkaisijaltaan 80 µm–5 mm, lasketaan ja yksilöidään.

*A-7e-Bas Mikromuovit kalasta ja simpukoista*

*A-7e-Plus Mikromuovit kalasta ja simpukoista, sis. mustat hiukkaset*

## Mikromuovit elintarvikkeista

A-7f-analyysipaketit sopivat mikromuovien tunnistamiseen elintarvikkeista, kuten merisuolasta, maitojauheesta, teestä, hunajasta ja oluesta. Näytteiden orgaaninen aines hajotetaan entsyymaattisesti (ihmisen luontaisten ruuansulatusentsyymien kaltaisilla entsyymeillä). Näytteeseen lisätään vetyperoksidia ja Fentonin reagenssia ennen suodatusta. Lopuksi näyte valutetaan 40 µm:n metalliverkkosuotimen läpi.

Suodatin analysoidaan µFTIR-menetelmällä. Partikkelit, jotka ovat halkaisijaltaan 40 µm – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään mustia partikkeleja lukuun ottamatta. Mustat partikkelit, jotka ovat halkaisijaltaan 80 µm – 5 mm, lasketaan ja yksilöidään.

*A-7f-Bas Mikromuovit elintarvikkeista*

*A-7f-Plus Mikromuovit elintarvikkeista, sis. mustat hiukkaset*

Matriisi	Juomavesi	Jätevesi	Maa, sedimentti	Liete	Eliöt	Elintarvikkeet
<b>Paketti</b>	A-7a-Plus/-Bas	A-7b-Plus/-Bas	A-7c-Plus/-Bas	A-7d-Plus/-Bas	A-7e-Plus/-Bas	A-7f-Plus/-Bas
<b>Näytemäärä</b>	1 l	500 ml	500 g	500 g	100 g	100 g
<b>Akkreditointi</b>	ei	ei	ei	ei	ei	ei
<b>LOR</b>	5 kpl/l	25 kpl/l	25 kpl/100 g	25 kpl/100 g	25 kpl/100 g	25 kpl/100 g
<b>FTIR</b>	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä
<b>Mustat hiukkaset</b>	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä
<b>Hapetus, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	--	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä
<b>Hapetus, Fentonin</b>	--	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä
<b>Entsyymihajotus</b>	--	--	--	kyllä	kyllä	kyllä
<b>Erottelu</b>	--	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä	--
<b>Suodatus 20 µm</b>	kyllä	--	--	--	--	--
<b>Suodatus 40 µm</b>	--	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä	kyllä
<b>Suodatus 500 µm</b>	--	kyllä	kyllä	kyllä	--	--
<b>Siivilöinti 1 mm</b>	--	--	kyllä	kyllä	--	--
<b>Siivilöinti 5 mm</b>	--	--			--	--
<b>Kuivapaino</b>	--	--			--	--
<b>Kuivaus</b>	--	--			--	--
<b>Esikäsittely, biota</b>	--	--	--	--	kyllä	--

**Taulukko 1.** Yhteenveto mikromuovien analyysipaketeista. Lisätietoa käsitteistä seuraavalla sivulla.

## Lisätietoa taulukon käsitteistä:

**Matriisi:** ALS tarjoaa mikromuovien määrittystä juomavedestä, jätevedestä, maasta, sedimentistä, lietteestä, kaloista, simpukoista ja elintarvikkeista (kuten merisuolasta, hunajasta, maitojauheesta ja teestä).

**Paketit:** ALS tarjoaa kuusi erilaista analyysipakettia mikromuovien määrittämiseen. Paketit sisältävät laajan valikoiman tuotteita mielenkiintoisille näyttematriiseille. Pakettien hinta vaihtelee matriisiin käytettävän esikäsittelyajan mukaan näytekohteisesti.

**Näytemäärä:** Näytemäärän tulisi olla noin 2-5 kertainen analyysiin käytettävästä määrästä. Ylimääräisiä näytteitä varastoidaan 4 viikkoa (vesinäytteet) tai 8 viikkoa (kiinteät näytteet) uusinta- ja muita analyysijä varten.

**Akkreditointi:** Mikromuovien määrittämiseen käytettävät menetelmät eivät ole akkreditoituja. Määrittäykset sisältyvät kuitenkin omaan laadunvalvontajärjestelmäämme.

**Analyysi:** Polymeerien yksilöinti ja kvantitatiivinen määrittäminen tehdään  $\mu$ FTIR-menetelmällä. Hiukkaset, joiden halkaisija on 40  $\mu$ m – 5 mm (20  $\mu$ m juomavedelle) voidaan laskea ja yksilöidä mustia hiukkasia lukuun ottamatta. ATR-tekniikkaa käytettäessä jokainen hiukkanen on tunnistettava manuaalisesti yksi kerrallaan, mikä vie aikaa. Mustat hiukkaset lasketaan ja määritetään 80  $\mu$ m:n ja 5 mm:n välillä.

**Mustat hiukkaset:** Mustat hiukkaset (esimerkiksi auton renkaista) vaativat ATR-tunnistuksen (Attenuated Total Reflectance). ATR-tekniikkaa käytettäessä jokainen hiukkanen on tunnistettava manuaalisesti yksi kerrallaan, mikä vie aikaa. Tämän vuoksi mustien hiukkasten määrittäminen nostaa analyysin hintaa.

**Raportointiraja:** Raportointiraja puhtaalle vedelle on 5 hiukkasta litraa kohden ja muille näytetyypeille 25 hiukkasta litraa tai 100 grammaa kohden. Raportointiraja voi nousta vaikeiden matriisien, kuten huonosti hajoavien orgaanisten aineiden kohdalla.

**Hapetus H2O2:lla:** Vetyperoksidia lisätään näyteliuokseen ja pH säädetään natriumhydroksidilla. Fe (II) katalysoi reaktiota. Liuoksen annetaan sekoittua seuraavaan päivään valvotussa lämpötilassa (max. 25 °C).

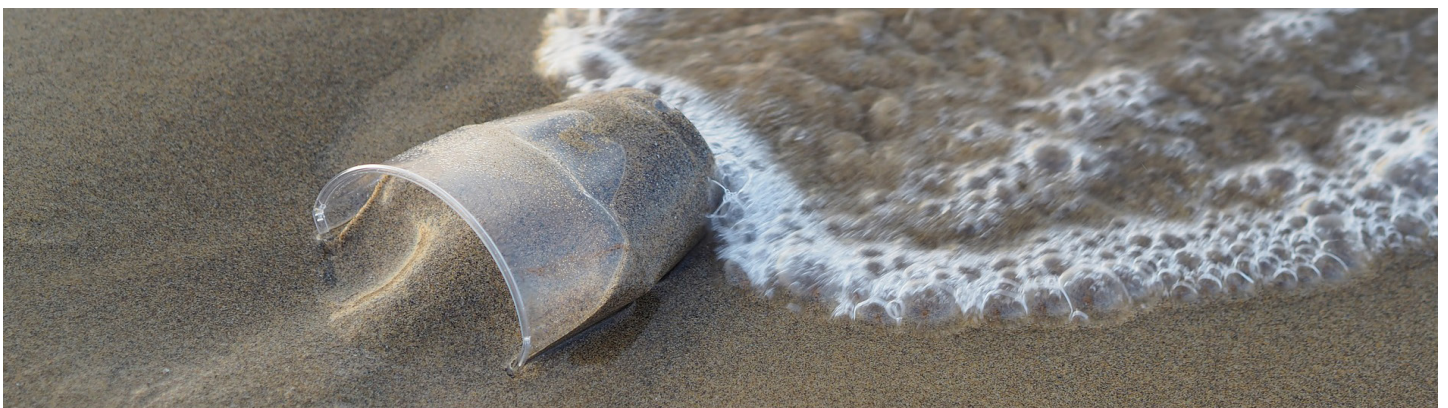
**Entsymaattinen käsittely:** Entsymaattinen käsittely sisältää käsittelyn sellulaasilla ja/tai proteaasilla. pH:ta säätelevä puskuriliuos ja entsyymi lisätään näyteliuokseen hajoamisen nopeuttamiseksi. Näytteiden annetaan sekoittua vuorokausi miedossa lämmössä (max. 25 °C).

**Erottelu:** Mineraalihiukkaset erotellaan näytteestä raskasneste-erottelulla sinkkikloridiliuoksessa, jonka tiheys on 1.7 g / cm<sup>3</sup>. Erottelun jälkeen mineraalipitoinen osuus erotetaan ja jäännös kerätään jatkokäsittelyyn. Erotteluliuos kierrätetään seuraavaan erotteluun.

**Suodatin:** Suodattimet esikäsittelyssä ja analyysissä ovat ruostumattomasta teräksestä valmistettuja metalliverkkoja, joiden suodatuskoot ovat 20, 40 ja 500 mikrometriä. FTIR analyysiin käytetyt suodattimet ovat 20  $\mu$ m juomavesille ja 40  $\mu$ m muille näyttematriiseille.

**Kuivaus / siivilöinti / kuiva-aine:** Kuivanäytemäärittäystä varten tehdään edustava osanäytteenotto. Jäljelle jäävä osuus näytteestä kuivataan 50 °C. Kuiva-aine seulotaan 5 mm:n metalliverkon läpi ja edelleen 1 mm:n metalliverkon läpi. Osuus, joka ei läpäise 5 mm:n suodatinta poistetaan. Aines, joka ei läpäise 1 mm:n siivilää tarkastellaan silmämääräisesti ja kaikki mikromuovi kerätään FTIR-analyysiä varten. 50 gramman edustava osanäyte kerätään seulotusta aineksestä jatkokäsittelyä varten.

**Esikäsittely, biota:** Kalojen ja simpukoiden esikäsittely sisältää näytteen pilkkomisen, hajotuksen ja homogenisoinnin.



Asiakaspalvelumme auttaa mielellään sopivan mikromuovimäärittäksen valinnassa ja vastaa mahdollisiin kysymyksiin.



**ALS Finland Oy**  
Ruosilankuja 3 A  
00390 Helsinki  
Finland

puhelin: +358 10 470 1200

sähköposti: asiakaspalvelu.hki@alsglobal.com

[www.alsglobal.fi](http://www.alsglobal.fi)

version 11-05-2021