



WORLD WIDE WEAVE

Patentierter Mikroliterfiltertiegel macht zeit- und kosteneffiziente Mikroplastikanalytik möglich

Filtern und detektieren mit einem Element

Weltweit untersuchen Wissenschaftler die Auswirkungen von Mikroplastikeinträgen in die Umwelt. Ein wesentlicher Aspekt ist hierbei die Bewertung potenzieller Risiken für Mensch und Umwelt. Mangels einheitlicher und schneller, praxistauglicher Methoden bei Probenahme und Analyse sind die derzeit vorliegenden Ergebnisse jedoch kaum vergleichbar. Nur die wenigsten Studien bewertet die Weltgesundheitsorganisation (WHO) in ihrem aktuellen Bericht *Microplastics in drinking water* zudem als wirklich verlässlich. Mit der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), dem Umweltbundesamt (UBA) und der international führenden technischen Weberei GKD – Gebr. Kufferath AG (GKD) ist jetzt einem gewichtigen Trio aus Forschung, regulatorischer Behörde und Industrie ein entscheidender Schritt zu einem ebenso schnellen wie sicheren Standardverfahren für die Mikroplastikanalytik gelungen. Ihre gemeinsame Entwicklung – ein patentierter Mikroliterfiltertiegel mit Optimiertem Tressengewebe (OT) von GKD zur Massengehaltsbestimmung von Mikroplastik in Umweltmedien – ermöglicht zügige und zuverlässige Routineanalysen auch bei komplexen Proben.

Seit über drei Jahren forschen BAM, UBA und GKD gemeinsam in verschiedenen, vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) geförderten Projekten an der Bestimmung von Mikroplastik in unterschiedlichen Wässern, zu Probenahmestrategien und Analysenverfahren. Abhängig von der jeweiligen Fragestellung, der zu ihrer



WORLD WIDE WEAVE

Beantwortung benötigten Ergebnisse und der Art des zu beprobenden Umweltmediums nutzen Wissenschaft und Praxis (Wirtschaft oder Behörden) zwei unterschiedliche Ansätze: spektroskopische oder thermoanalytische Verfahren. Die stark verbreitete spektroskopische Herangehensweise, zum Beispiel mittels μ -Raman oder μ -Infrarot Spektroskopie, ermittelt Partikelgröße, -anzahl, -form und -art. Ein entscheidender Nachteil dieser Verfahren ist die ebenso zeit- wie arbeitsaufwendige Probenvorbereitung für reale Proben. Sie verhindert den für Routineverfahren – beispielsweise zur Überwachung – benötigten hohen Probendurchsatz. Hinzu kommt die technisch bedingte Beschränkung der spektroskopischen Analysen in der Routine auf Partikel von kleiner zehn Mikrometern. Sie bedeutet – zum Beispiel bei der Untersuchung von Mineralwasser auf potenziell humantoxikologisch relevante Mikroplastikpartikel – eine begrenzte Aussagekraft der Analyseergebnisse. BAM und UBA setzen deshalb auf thermoanalytische Verfahren, insbesondere das eigens dazu entwickelte Analysenverfahren, TED-GC/MS (**T**hermo**e**xtraktion **D**esorption **G**aschromatographie **M**assenspektrometrie). TED-GC/MS ermittelt im Gegensatz zu den spektroskopischen Verfahren Massengehalte in festen Umweltproben schnell und zuverlässig – in der Regel ohne vorige Probenaufbereitung. Mit dem für dieses Verfahren zusammen mit GKD entwickelten Mikroliterfiltertiegel sollen in naher Zukunft Partikel bis zu einem Mikrometer erfasst werden. Das würde eine Reihe von Optionen im regulatorischen Bereich eröffnen. Europäische Rechtssetzungsinitiativen lassen vermuten, dass für künftige Regelungen im ersten Schritt Gesamtgehalte in Milligramm pro Liter oder pro Kilogramm wesentlich sein werden.

Edelstahlfiltertiegel mit Trennschärfe < 10 μ m für komplexe Proben

Die patentierte Lösung der TED-GC/MS besteht aus drei Komponenten, die zwei bekannte schnelle Analysetechniken intelligent kombinieren: Dabei

handelt es sich um die Thermogravimetrische Analyse (TGA) als Standard-Analyseverfahren für Polymere und eine in der Spurenanalytik gängige Gaschromatographie/Massenspektrometer (GC/MS) Analyse. Diese beiden Komponenten werden durch einen Festphasenextraktionsprozess gekoppelt, sodass ein hoher Durchsatz komplexer Umweltproben gewährleistet ist. Unter inerten Bedingungen werden die Proben zersetzt und die spezifischen Zersetzungsprodukte der Mikroplastikpartikel auf dem Festphasen-Absorber gesammelt. Dieser wird vollautomatisiert in das GC/MS überführt. Dort werden diese spezifischen Zersetzungsprodukte desorbiert, gaschromatisch getrennt und im Massenspektrometer erfasst. Anhand ihrer charakteristischen chemischen Struktur können sie verschiedenen Polymeren und letztlich Mikroplastiksorten zugeordnet sowie quantifiziert werden. Der Weg bis dorthin ist jedoch aufwendig: Zunächst müssen Proben gewonnen werden, die einen repräsentativen Anteil von Mikroplastikpartikeln enthalten. Bei Wasser- oder Luftproben geschieht das in der Regel durch Filtration der Medien. Mikroplastik aus Bodenproben oder Sedimenten muss zusätzlich durch einen Dichteseparationsschritt aufkonzentriert werden, die erhaltenen Überstände von der Lösung abfiltriert werden. Im Anschluss müssen die Proben getrocknet werden und in die Probentiegel der TED-GC/MS Analytik überführt werden. All diese Schritte bergen das Risiko eines Partikelverlusts und der Kontamination und müssen mit kunststofffreien Arbeitsmitteln und Umgebungsbedingungen durchgeführt werden.

Hier setzten BAM, UBA und GKD mit ihrer Idee an, den in der Anlage vorhandenen Mikroliterfiltertiegel aus Aluminiumoxid durch einen innovativen Tiegel zu ersetzen, der zugleich als Filter für Umweltproben dient. Der neue Filtertiegel kann direkt zur Filtration der Probenmedien oder Flotate genutzt werden, somit entfallen zusätzliche Arbeitsschritte und die Risiken des Partikelverlusts und der Kontamination werden minimiert. Basis war das von GKD im Rahmen des vom BMBF geförderten Projekts *OEMP* (Optimierte Materialien und Verfahren zur Entfernung von Mikroplastik aus dem



WORLD WIDE WEAVE

Wasserkreislauf) entwickelte Optimierte Tressengewebe mit einer geometrischen Porengröße von sechs Mikrometern (OT 6). Dieses Edeltstahlgewebe kennzeichnet eine einlagige Konstruktion aus einer besonders hohen Anzahl hochfeiner Schuss- und Kettdrähte. Die Öffnungen der schlitzartigen Porengeometrie sind an der glatten Gewebeoberfläche kleiner als im Gewebeinneren. Dadurch gewährleistet dieser Gewebetyp außergewöhnlich hohen Partikelrückhalt und Durchfluss. Die robuste Edeltstahlkonstruktion ist – anders als bislang in der Abwasserwirtschaft mehrheitlich eingesetzte Kunststoffgewebe – auch für große Volumenströme geeignet und verursacht keine Kontamination durch eigenen Plastikabrieb. Gleichzeitig gewährleisten die OT 6 durch ein bei GKD entwickeltes Verfahren, den Bubble-Point mit Hilfe von CFD-Simulation zu ermitteln, dass alle Partikel oberhalb der Trenngrenze von sechs Mikrometern sicher zurückgehalten werden. In der Funktion als Projektleiter im Projekt OEMP arbeitete GKD erstmals mit Dr. Ulrike Braun, Gruppenleiterin im Fachbereich Physik und chemische Analytik der Polymere BAM, und Dr. Claus Gerhard Bannick, Fachgebietsleiter Abwassertechnikforschung UBA, zusammen. Beide Forscher lernten in diesem Zusammenhang auch das von GKD entwickelte OT 6 kennen und schätzen.

Der im Rahmen des vom BMBF geförderten Folgeprojektes *RUSEKU* (**R**epräsentative **U**ntersuchungsstrategien für ein integratives **S**ystemverständnis von spezifischen **E**inträgen von **K**unststoffen in die **U**mwelt) gemeinsam entwickelte Mikroliterfiltertiegel hat einen Durchmesser von acht Millimetern bei einer Höhe von zehn Millimetern. Seinen Boden bildet Optimiertes Tressengewebe mit einer geometrischen Porenöffnung von fünf Mikrometern (OT 5), das an den Aufnahmekörper angeschweißt ist. Noch ist der Tiegel im Prototypenstadium, jedoch hat GKD die nächsten Schritte für eine Großserienproduktion bereits definiert. So soll die notwendige Leckagefreiheit der Konstruktion von GKD per Bubble-Point-Test



für jeden einzelnen Tiegel durch Beaufschlagung mit Flüssigkeit überprüft werden. Ein auf dem Tiegel aufgelasertes, individueller QR-Code führt dann zu einer Internetseite, wo jedes Prüfprotokoll für den Nutzer einsehbar sein wird. Diese tiegelspezifische Kennzeichnung schließt zugleich eine Verwechslung aus, wenn viele Proben untersucht werden. Für Ulrike Braun zeugt diese proaktiv entwickelte Lösung einmal mehr von der hohen Identifikation der technischen Weberei mit dem Produkt und dem Vertrauen in die Kompetenz von ihr und Claus Gerhard Bannick. Über die Jahre der Projektzusammenarbeit hat sich unter den Partnern ein ebenso vertrauensvolles wie konstruktives Miteinander entwickelt. Die Wissenschaftlerin schätzt an GKD „die Bereitschaft, etwas Neues auszuprobieren und nicht 100 Bedenken zu haben“. Ein Lob, das auch Claus Gerhard Bannick teilt: „GKD hat ein hohes Maß an Innovationsbereitschaft und ist auch bereit, diesbezügliche Risiken zu tragen.“ Durch die Filterfunktion des Mikroliterfiltertiegels entfallen das bisher risikobehaftete Umfüllen sowie die zeitaufwendigen Arbeitsschritte der Gefriertrocknung. Mit einer Trennschärfe von fünf Mikrometern leistet der Mikroliterfiltertiegel den letzten Filtrationsschritt und wird danach automatisch samt Filterkuchen in der TGA der TED-GC/MS eingesetzt.

Seit einem Jahr in der Praxis bewährt

Sowohl Ulrike Braun als auch Claus Gerhard Bannick haben mit ihren Teams bereits seit einem Jahr praktische Erfahrungen mit dem Mikroliterfiltertiegel in der Mikroplastik Analytik gesammelt. Das BAM-Team hat ihn erstmals im Rahmen der Erfindungsanmeldung für das Patentamt mit Mineralwasser aus PET Flaschen getestet. „Die Matrix von Flaschenwasser ist sehr einfach. Mit dem Tiegel als Probenahmekörper hat die Analyse sehr gut funktioniert“, erinnert sich Ulrike Braun. Sie ergänzt: „Binnen weniger Stunden waren die benötigten Ergebnisse generiert.“ Ähnliche Erfahrungen bestätigt auch Claus Gerhard Bannick: Bei einer Qualitätskontrolle



verschiedener wasserbasierter Getränke – Wasser, Cola, Limonade – lagen die Ergebnisse von sechs Proben und zwei Blindproben nach einem Tag vor. „Spektroskopisch wären dafür deutlich längere Zeiträume nötig gewesen“, so schätzt Bannick. Das erklärt seine Einschätzung, dass mit dem Mikroliterfiltertiegel eine lang erwartete, zeit- und kosteneffiziente Lösung für die Routineanalytik geschaffen werden konnte. „Alles, was von der Probenahme bis zum Endergebnis länger als 120 Stunden dauert, hat in der Praxis keine Chance“, weiß der Experte. So sieht er vielfältiges Einsatzpotenzial des Tiegels mit je nach Untersuchungsaufgabe unterschiedlichen Vorteilen: Paradebeispiele sind für ihn die Untersuchungen von behandeltem Abwasser oder Oberflächenwasser bei der Qualitätskontrolle verschiedener Reinigungsverfahren. Ein anderer zentraler Anwendungsbereich ist aus rein fachtechnischer Sicht von Bannick die Anwendung der Tiegel nach der Dichteseperation zum Beispiel bei der Analyse von organischen Düngemitteln, Böden oder Sedimenten. Sollten in diesen Bereichen weitergehende Anforderungen in Richtlinien oder Verordnungen erfolgen, würde der Filtertiegel hierbei laut Claus Gerhard Bannick mit Sicherheit wertvolle Dienste leisten, um in schnellen Routineverfahren effizient Ergebnisse zu liefern. Auch bei Homogenitätsprüfungen von Referenzmaterialien hat der mit OT 5 bestückte Mikroliterfiltertiegel bereits seine Leistungsfähigkeit erfolgreich unter Beweis gestellt: Für einen großen JRC (European Commission's science and knowledge service, the Joint Research Centre, JRC) Ringversuch, der im Rahmen einer europäischen Initiative einen Laborvergleich mit simuliertem Flaschenwasser anstellt, führte Ulrike Brauns Team die Homogenitätskontrolle der Materialien mit dem Mikroliterfiltertiegel durch. „Das hat wirklich perfekt funktioniert“, sagt die Forscherin und sieht deshalb ein wichtiges künftiges Einsatzfeld des Mikroliterfiltertiegels bei solchen Kontrolluntersuchungen. Großes Potenzial hat er nach ihrer Einschätzung auch bei der Luftbeprobung: Zur Analyse von Reifenabrieb sind



WORLD WIDE WEAVE

spektroskopische Verfahren im Gegensatz zum TED-GC/MS nicht anwendbar. Mit der TED-GC/MS haben Ulrike Brauns Mitarbeiter bereits Mikroplastikpartikel und Reifenabriebpartikel gleichzeitig in realen Proben detektiert und quantifiziert – allerdings noch ohne Einsatz des Mikroliterfiltertiegels. Durch die verbesserte Messgenauigkeit und Schnelligkeit wird er für weitere Forschungsprojekte, die im Rahmen der Feinstaubverordnung untersuchen, zu welchen Anteilen Ruß und Reifenabrieb zur Feinstaubbelastung beitragen, aus ihrer Sicht wichtigen Mehrwert bringen.

Aktuell ist der Tiegel für die TGA eines speziellen Anbieters in der TED-GC/MS ausgelegt. Aber schon jetzt denken Ulrike Braun, Claus Gerhard Bannick und GKD eine Fertigung nach dem gleichen Baumuster für Geometrien von Thermo-Waagen anderer Hersteller an. Erklärtes Ziel ist es, den Mikroliterfiltertiegel in möglichst viele Anwendungen zu bringen, um durch eine standardisierte Routineanalytik auf breiter Basis vergleichbare Daten zu erhalten. Signifikante Arbeitserleichterung im Labor und damit einhergehende erhebliche Kosten- und Zeitersparnis durch den Mikroliterfiltertiegel werden dieses Ziel voraussichtlich schnell realisieren.

12.945 Zeichen inkl. Leerzeichen

GKD – WORLD WIDE WEAVE

Die GKD – Gebr. Kufferath AG ist als inhabergeführte technische Weberei Weltmarktführer für Lösungen aus Metallgewebe, Kunststoffgewebe und Spiralgeflecht. Vier eigenständige Geschäftsbereiche bündeln ihre Kompetenzen unter einem Dach: Industriegewebe (technische Gewebe und Filterlösungen), Prozessbänder (Bänder aus Gewebe oder Spiralen), Architekturgewebe (Fassaden, Innenausbau und Sicherheitssysteme aus Metallgewebe) und Mediamesh[®] (Transparente Medienfassaden). Mit dem



WORLD WIDE WEAVE

Stammsitz in Deutschland, fünf weiteren Werken in den USA, Südafrika, China, Indien und Chile sowie Niederlassungen in Frankreich, Spanien und weltweiten Vertretungen ist GKD überall auf dem Globus marktnah vertreten.

Nähere Informationen:

GKD – GEBR. KUFFERATH AG
Metallw eberstraße 46
D-52353 Düren
Telefon: +49 (0) 2421/803-0
Telefax: +49 (0) 2421/803-227
E-Mail: industriegewebe@gkd.de
www.gkd-group.com

Abdruck frei, Beleg bitte an:

impetus.PR
Ursula Herrling-Tusch
Charlottenburger Allee 27-29
D-52068 Aachen
Telefon: +49 (0) 241/189 25-10
Telefax: +49 (0) 241/189 25-29
E-Mail: herrling-tusch@impetus-pr.de