# Plastik vom Pazifik bis zur Nordsee: Bestandsaufnahme durch Spektren ohne Spektrometer

Erarbeitet von:	Urs-Felix Meyer
Jahrgangsstufe:	Jahrgang 12
Betreuende Lehrkraft:	Herr Dr. Thilo Eickhorst
Seminarfachlehrerin:	Frau Dr. Dominique Panzer
Erarbeitungsort:	Integrierte Gesamtschule Osterholz-Scharmbeck
	Mensingstr. 56
	27711 Osterholz-Scharmbeck

# Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung1
2.	Arbeitshypothesen2
	2.1 Arbeitshypothese 12
	2.2 Arbeitshypothese 23
	2.3 Arbeitshypothese 33
3.	Materialien und Methode4
	3.1 IR-Reflexionsspektrometer4
	3.2 Erstellung eines Probentabletts5
	3.3 Auswertung der Messdaten des IR-Reflexionsspektrometers
	3.4 Der Quotient
	3.5 Vorgehensweise7
	3.6 Materialien8
	3.7 Fehlerrechnung
4.	Experimente9
	4.1 Reflexionsspektren von Polymeren9
	4.2 Reflexionsspektren von Quarzsand-Polymer-Gemischen9
	4.3 Bestimmung des Verhältnisses von natürlichen zu künstlichen Polymeren in Quarzsand
5.	Auswertung der Messdaten11
	5.1 IR-Reflexionsspektren der Polymere Chitin, Lignin, PVC, PET, PE(HD) und PE(LD)
	5.2 Reflexionsspektren und Quotienten von Quarzsand / Polymergemischen
	5.3 Reflexionsspektren und Quotienten von Quarzsand mit Biopolymer Chitin
	und einer ansteigenden Menge künstlicher Polymere13
6.	Diskussion der Ergebnisse15
	6.1 Diskussion zu Arbeitshypothese 115

6.2 Diskussion zu Arbeitshypothese 2	15
6.3 Diskussion zu Arbeitshypothese 3	15
7. Zusammenfassung und Ausblick	16
7.1 Erweiterte Präzision der Stützstellen	16
7.2 Erweiterte Auflösung	16
8. Danksagung	17
9. Literaturverzeichnis	18
Selbstständigkeitserklärung	19
Anhang	20
Tabellen	20
Fotodokumentation	23
Messaufbau und dessen Kalibrierung	23
Probenvorbereitung	24
Messvorgang und Ergebnisaufzeichnung	25

# 1. Einleitung

Plastik ist ein Stoff mit vielfältigen Nutzungsmöglichkeiten<sup>1</sup>. Er ist leicht herstellbar, dementsprechend in großen Mengen vorhanden und widerstandsfähig. Daher wird er auch in großen Mengen entsorgt. Seine Widerstandsfähigkeit ist hier ein großes Problem<sup>2</sup>. Große Mengen des Plastikmülls gelangen in die Ozeane. Dort wird das Plastik nicht abgebaut, sondern verbleibt in den Meeren und hat auf zahlreiche Ökosysteme negative Auswirkungen<sup>3</sup>. Große Teile des Mülls haben eine größere Dichte als Wasser und sinken in die Tiefsee ab, wo sie von den kalten Tiefenströmungen in mikroskopisch kleine Partikel zerrieben werden. Diese Partikel nennt man unterhalb einer Größe von 5mm Mikroplastik<sup>4</sup>. Exemplarisch sei herausgestellt, dass dieses Mikroplastik durch kleine Fische, die es fressen über die Stufen der Nahrungskette sich in größeren Fischen anreichert, wo es Weichmacher abgibt, die sich auch im essbaren Teil des Fisches anreichern. So gelangen die Weichmacher in die menschliche Nahrung Zur Prävention dieses Phänomens ist es unabdingbar, die Konzentration von Mikroplastik in verschiedenen Teilen der Ozeane bestimmen zu können, sodass in besonders belasteten Bereichen der Fischfang eingeschränkt oder gestoppt werden kann, bis die Kontamination nachlässt.

Das aktuell gebräuchliche Verfahren zur Quantifizierung der Kontamination einer Sedimentprobe mit Mikroplastik besteht darin, das Sediment mit stark salzhaltigem Wasser einer Dichteseparation zu unterziehen, die aufschwimmenden Polymerpartikel zu dekantieren und diese anschließend im Attenuated-Total-Reflection-Verfahren (ATR) zu untersuchen<sup>5</sup>. Dieses Verfahren ist sehr zeit- und geldaufwändig. Um zweifelsfrei kontaminierte Regionen ausweisen zu können, müssen die benötigten Instrumente in großer Stückzahl zur Verfügung stehen und in kürzerer Zeit arbeiten, was mit einer zeitaufwendigen Dichteseparation und der kostenaufwendigen Technologie des ATR nicht zu realisieren ist.

Ich habe im Rahmen eines Jugend-forscht-Projekts im Jahr 2016 ein kostengünstiges Verfahren zur Erstellung von Spektren vorgestellt<sup>6</sup> und 2017 mit Hin-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> (Hupfer 1995)

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> (Gerdts 2017)

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> (Hupfer 1995)

<sup>4 (</sup>Gerdts 2017)

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> (Gerdts 2018)

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> (Meyer 2016)

blick auf die Eignung zur Bestimmung eines Werkstoffs erprobt<sup>7</sup>. Auch dessen Eignung zur Bestimmung des generellen Polymergehalts in Sedimentproben habe ich bereits im Jahr 2019 gezeigt<sup>8</sup>. In den Ozeanen verteilen sich allerdings große Mengen an natürlichen Polymeren, exemplarisch sei Chitin als Material von Krebspanzern herausgestellt. Es stellt sich also die Frage, ob diese Methode sich auch zur Differenzierung zwischen nicht schädlichen natürlichen und schädlichen künstlichen Polymeren in Meeressediment- und Wassersäulenproben eignet.

# 2. Arbeitshypothesen

Ziel dieser Arbeit ist es, eine Methode zu entwickeln, die es ermöglicht, die Kontamination von Meeressedimenten mit künstlichen Polymeren zu bestimmen, indem die IR-Reflexionsspektren einer gesamten Sedimentprobe betrachtet werden. Ich möchte versuchen, eine einfache und kostengünstige Methode zu entwickeln, die ohne zeitaufwändige Dichteseparation der Proben und ohne kostenaufwändige Apparaturen auskommt.

Zur Detektion der Polymere im Sediment möchte ich die Methode zur Erzeugung von Stützstellen-IR-Spektren nutzen, die ich in der Arbeit "Arduino entlarvt Kunststoffe; mit IR-LED's" entwickelt habe.

# 2.1 Arbeitshypothese 1

Sowohl künstliche, als auch natürliche Polymere haben ein charakteristisches Reflexionsspektrum im Infrarot Bereich zwischen 1300nm und 1800nm Wellenlänge. Anhand dieser typischen Reflexionsspektren können diese Polymere identifiziert werden.

Meine Hypothese ist, dass die IR-Reflexionsspektren von natürlichen und künstlichen Polymeren unterschiedlich sind zu dem IR-Reflexionsspektrum von Quarzsand. Somit galt es herauszufinden, ob das Vorhandensein von Polymeren in Quarzsand mit einem IR-Reflexionsspektrum der gesamten Probe überhaupt nachweisbar ist, ohne Reflexionsspektren einzelner Partikel zu betrachten.

<sup>7 (</sup>Meyer 2017)

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup> (Meyer 2019)

#### 2.2 Arbeitshypothese 2

Ich möchte mit meiner Methode Meeressedimente auf die Verunreinigung durch künstliche Polymere untersuchen. In Meeressedimenten befinden sich aber auch fast immer natürliche Polymere. In der Hauptsache ist das Chitin. Die IR-Reflexionsspektren von natürlichen und künstlichen Polymeren unterscheiden sich im Bereich zwischen 1500nm und 1800nm. Natürliche Polymere absorbieren zwischen 1500nm und 1800nm viel Energie, während die überwiegende Menge der künstlichen Polymere erst oberhalb einer Wellenlänge von 1550nm eine große Energieabsorption zeigen.

Meine Hypothese ist, dass dieser Unterschied auch bei Gemischen von Quarzsand und verschiedenen natürlichen und künstlichen Polymeren im IR-Reflexionsspektrum der gesamten Probe zu beobachten ist.

### 2.3 Arbeitshypothese 3

In IR-Reflexionsspektren von Gemischen künstlicher Polymere und Quarzsand ist die Steigung der Messkurve zwischen 1550nm und 1720nm größer als die Steigung zwischen 1300nm und 1550nm, im Gegensatz zu IR-Reflexionsspektren von Quarzsand mit natürlichen Polymeren, bei denen die Steigung zwischen 1300nm und 1550nm größer ist als die Steigung zwischen 1550nm und 1720nm. Meine Hypothese ist, dass das Verhältnis der Steigungen im Reflexionsspektrum von polymerbelasteten Sedimentproben zwischen 1550 und 1720nm bzw. zwischen 1300nm und 1550nm dem Verhältnis zwischen natürlichen und künstlichen Polymeren in einer Sedimentprobe entspricht.

# 3. Materialien und Methode

# 3.1 IR-Reflexionsspektrometer

Zur Erstellung von IR-Reflexionsspektren nutze ich eine Methode, die ich in zwei vorhergehenden Jugend forscht-Arbeiten entwickelt habe. Meine Idee war es, auf kostengünstige Weise ein einfaches, aber aussagefähiges IR-Reflexionsspektrum zu erzeugen<sup>9</sup>. Im Gegensatz zum ATR-Verfahren wird der Werkstoff nicht gleichzeitig mit einer großen Bandbreite an IR-Wellenlängen bestrahlt und anschließend die Reflexion aufgespalten. Stattdessen werden schmale günstig positionierte Frequenzbereiche emittiert und anschließend nur die Intensität der Reflexion gemessen. Das setzt voraus, dass die Wellenlänge der Reflexion der der Emission entspricht und funktioniert einen kostenaufwendigen IR-Kamerachip, wie er im ATR-Verfahren zur Anwendung kommt. Stattdessen wende ich einen selbst konstruierten Messkopf (s. Abb. 1).



Abb. 1: Der Messkopf

<sup>&</sup>lt;sup>9</sup> (Meyer 2016)

#### 3.2 Erstellung eines Probentabletts

IR-Reflexionsspektroskopie ist ein optisches Verfahren, das darauf beruht, dass gemessen wird, in welchem Spektralbereich Licht reflektiert bzw. absorbiert wird. Deshalb ist es unbedingt erforderlich, dass alle Anteile einer Probe vom Licht erreicht werden. Zu diesem Zweck habe ich ein Probentablett (s. Abb. 2) entwickelt, das so groß ist, dass 10g Quarzsand darauf so ausgebreitet werden können, dass nur eine dünne Schicht entsteht. Quarzsand hat eine Schüttungsdichte von ca. 1,5g/cm<sup>3</sup>, je nach Korngröße. 10g Quarzsand entsprechen einem Volumen von 6,67cm<sup>3</sup>. Gleichmäßig auf einer Fläche von 83,9cm<sup>2</sup> verteilt entsteht eine Schichtdicke von 0,79mm. Des Weiteren ist das Probentablett so geformt, dass es 50mm durchmessende Kreise so aneinanderfügt, dass diese sich nicht überschneiden. Diese 50mm entsprechen der Größe des Messbereichs des Messkopfes des IR-Spektrometers. Da in der Mitte des Probentabletts ein Raum entsteht, der vom Spektrometer nicht erfasst wird, führe ich in der Mitte des Tabletts eine fünfte Messung durch. Dadurch ergibt sich ein systematischer Fehler. Die fünfte Messung hat Überschneidungen mit den vier äußeren Messungen, sodass ein Teil der Oberfläche doppelt gemessen wird. Das Tablett wurde auf einem 3D-Drucker erstellt und mit einer geschwärzten Aluminiumfolie (ThorLabs BFK12) ausgekleidet, um eine Beeinflussung der Spektren durch den Kunststoff des Tabletts zu verhindern.



Abb. 2: Das Probentablett

#### 3.3 Auswertung der Messdaten des IR-Reflexionsspektrometers

Die vom Spektrometer gemessenen Spannungswerte entsprechen der reflektierten Lichtmenge. Die Messwerte wurden auf den jeweiligen Maximalwert eines Spektrums und auf die Messung des Reflexionsnormals normiert. Die Normierung auf den größten Messwert in einem Spektrum ermöglicht es, unterschiedlich stark Licht reflektierende Sedimente zu vergleichen. Die Normierung auf die zu Beginn jeder Messreihe durchgeführte Messung des Reflexionsnormals gleicht den Einfluss von unterschiedlich stark leuchtenden LEDs und unterschiedlicher Empfindlichkeit der IR-Messdiode bei unterschiedlichen Lichtwellenlängen aus. Diese relativen Reflexionsintensitätsspektren habe ich in Graphen aufgetragen. So können sie gut miteinander verglichen werden.

Aus den normierten 10 Messungen, die ich für jedes Spektrum aufgenommen habe, habe ich die Standardabweichung mit n-Gewichtung berechnet. Diesen Wert habe ich als Fehler einer unabhängigen Messgröße betrachtet und per Fehlerfortpflanzung nach Gauß auf alle nachfolgenden Rechnungen übertragen (s. 3.7).

#### 3.4 Der Quotient

Beim Auswerten der Spektren ist auffällig, dass die Biopolymere Chitin und Lignin zwischen 1300nm und 1550nm eine stärkere Zunahme der Energieabsorption zeigen, als zwischen 1550nm und 1720nm. Lignin reflektiert bei 1720nm sogar etwas mehr Energie als bei 1550nm.

Die künstliche Polymere PVC, PET, und PE zeigen ein anderes Verhalten. Diese Polymere zeigen eine stärkere Zunahme der Energieabsorption zwischen 1550nm und 1720nm als zwischen 1300nm und 1550nm. Dieser Quotient ist für Biopolymere wie Chitin und Lignin kleiner als für künstliche Polymere wie PVC, PET und PE. Ich habe von allen relativen Reflexionsspektren den Quotienten der Steigungen wie beschrieben und, wie in Abb. 3 dargestellt, berechnet.



Abb. 3: Berechnung des Quotienten

#### 3.5 Vorgehensweise

Um meine Hypothesen zu überprüfen, habe ich die Experimente in drei Schritte gegliedert. Im ersten Schritt habe ich IR-Reflexionsspektren von künstlichen Polymeren (PVC, PET, PE(LD), PE(HD)) und natürlichen Polymeren (Holz (Lignin) und Chitin) erstellt. In einem zweiten Schritt habe ich Mischreihen von 10g Quarzsand mit unterschiedlichen Mengen (0,01g bis 1g in logarithmischer Reihe) künstlicher Polymere (PET, PVC) und natürlichen (Bio-)Polymeren (Chitin) verunreinigt und IR-Reflexionsspektren dieser Mischreihen gemessen. In einem dritten Schritt habe ich Mischproben aus Quarzsand, natürlichem Polymer (Chitin) und künstlichen Polymeren (PVC bzw. PET) erstellt und vermessen. Aus den hier entstandenen Reflexionsspektren habe ich Steigungsquotienten der Messungen zwischen 1300nm und 1720nm berechnet. Mit Hilfe dieses Quotienten versuche ich eine Aussage über das Verhältnis von künstlichen zu natürlichen Polymeren zu treffen.

#### 3.6 Materialien

Zur Durchführung der Experimente (s. 3.5) habe ich folgende Instrumente verwendet.

- IR-Reflexionspsektrometer (s. "Arduino entlatvt Kunststoffe mit IR-LED's")
- Reflexionsmormal Oceanoptics "WS-1"
- Probentablett
- Computer
- Feinwaage, Auflösung 1/10000g
- kleiner Spatel
- Probengefäße

Außerdem verwendete ich folgende Materialien, die mir durch das Alfred-Wegener-Institut (AWI) zur Verfügung gestellt wurden:

- Chemisch reine Proben der Kunststoffe PVC, PET
- Proben des natürlichen Polymers Chitin
- Quarzsand (CEN Normsand DIN EN 196-1)

# 3.7 Fehlerrechnung

Die Messungen, die ich anstelle, können prinzipiell fehlerbehaftet sein. Ich messe mit mehrfachen Wiederholungen und bestimmte die Standardabweichungen. Diese verfolgte ich nach dem Gaußschen Verfahren weiter:

Bei Addition und Subtraktion: F : absoluter Fehler

Fges : Summe der absoluten Fehler

$$F_{ges}^2 = F_{1}^2 + F_{2}^2 + F_{3}^2 + \dots + F_{n}^2$$

Bei Addition und Subtraktion addieren sich die Quadrate der absoluten Fehler der Messgrößen zum Quadrat der Summe des absoluten Fehlers.

Bei Multiplikation und Division:  $f = \Delta F/F$  : relativer Fehler

fges : Summe der relativen Fehler

$$f_{ges}^2 = f_1^2 + f_2^2 + f_3^2 + \dots + f_n^2$$

Bei Multiplikation und Division addieren sich die Quadrate der relativen Fehler der Messgrößen zum Quadrat der Summe des relativen Fehlers.

Um den absoluten Fehler des Ergebnisses einer Multiplikation oder Division zu berechnen, habe ich den relativen Fehler des Ergebnisses mit dem Ergebnis multipliziert.

# 4. Experimente

#### 4.1 Reflexionsspektren von Polymeren

Zu Beginn einer jeden Messreihe wird das IR-Reflexionsspektrometer kalibriert. Zu diesem Zweck wird ein Reflexionsspektrum des Reflexionsnormals "WS-1" erstellt und im Computer gespeichert. Das ist erforderlich, weil alle darauffolgend gemessenen Reflexionsspektren auf dieses Spektrum bezogen werden.

Zur Messung der IR-Reflexionsspektren der einzelnen Polymere wurde das Probentablett mit diesen Polymeren aufgefüllt bis die gesamte Fläche des Tabletts bedeckt war. Folgende Polymere habe ich spektrografiert (s. Tab. 1).

Zur Erstellung eines IR-Reflexionsspektrums wurden Reflexionsmessungen an 5 Punkten des Tabletts jeweils zweifach durchgeführt. Die Messungen wurden in den 4 Ecken des Tabletts und in der Mitte des Tabletts durchgeführt. Die so entstandenen 10 Messungen werden vom Spektrometer seriell an ein Terminalfenster in den PC übertragen (Arduino-Entwicklungsumgebung) und vom Terminal von mir kopiert und in ein Tabellenkalkulationsblatt übertragen. Die Ausgabewerte des Spektrometers werden in mV ausgegeben und so gespeichert. Um IR-Reflexionsspektren der Proben zu messen, wurden diese der Reihe nach auf dem Probentablett platziert und spektrografiert.

Tab. 1: Probenaufstellung Versuchsreihe 1

#### Name der Probe Polymer1(P)

Holz (Lignin)	Holz (Lignin)
Chitin	Chitin
PVC	PVC
PET	PET
PE (LD)	PE (LD)
PE (HD)	PE(HD)

### 4.2 Reflexionsspektren von Quarzsand-Polymer-Gemischen

Dieses Experiment habe ich vorbereitet, indem ich den gut getrockneten Quarzsand als Proben zu 10g in kleine Probengefäße abgefüllt habe. Mit einer Feinwaage habe ich Chitin, PET und PVC zu Proben von 0,01g, 0,02g, 0,05g, 0,1g, 0,2g,0,5g und 1g abgewogen und beschriftet. Diese Mengen an Polymeren habe ich den Quarzsandproben zugesetzt und so Mischproben mit unterschiedlichen Kontaminationen durch Polymere erhalten (s. Tab. 2 (s. Anhang)).

Zu Beginn jeder Messung wird das Spektrometer kalibriert, indem das Reflexionsnormal gemessen wird. Die Probe wird gleichmäßig auf das Probentablett aufgebracht und durch vorsichtiges Schütteln des Probentabletts auf dem Tisch gleichmäßig auf dem Probentablett verteilt. Sowohl Chitin als auch PVC und PET haben eine geringere spezifische Dichte als Quarzsand. Beim Schütteln werden die Anteile, die leichter sind als Quarzsand, an die Oberfläche transportiert und können gut vom Licht des Spektrometers erreicht und detektiert werden. Die Messungen werden nun für alle fünf Messpunkte auf dem Probentablett zweimal ausgeführt und anschließend die Messwerte aus dem Terminalprogramm in die Tabellenkalkulation übertragen und gespeichert. Diesen Vorgang habe ich für alle Proben durchgeführt.

# 4.3 Bestimmung des Verhältnisses von natürlichen zu künstlichen Polymeren in Quarzsand

Dieses Experiment habe ich vorbereitet, indem ich den gut getrockneten Quarzsand als Proben zu 10g in nummerierte Probengefäße abgefüllt habe. Bei der Auswertung des vorhergehenden Experiments ist aufgefallen, dass die Spektren der Proben mit geringen Polymeranteilen große Unterschiede aufweisen. Aus diesem Grund habe ich mich entschlossen für jede Probe dieses Experiments eine Hintergrund-Messung des nicht verunreinigten Quarzsandes zu machen. Im Anschluss an diese Hintergrundmessung habe ich mit der Feinwaage Chitin in Mengen zu 0,05g bzw. 0,2g abgewogen und dem Quarzsand beigemischt, sodass eine Messreihe mit 0,05g Chitin in 10g Quarzsand und eine Messreihe mit 0,2g Chitin in 10g Quarzsand entstanden sind. Auch diese Reihen habe ich spektrografiert. Die Ergebnisse dieser Messungen tragen die Bezeichnung "Erweiterter Hintergrund". Abschließend habe ich PET und PVC zu Proben von 0,01g, 0,02g, 0,05g, 0,1g, 0,2g,0,5g, und 1g abgewogen und den vorbereiteten Messreihen mit 0,2 bzw. 0,05g Chitin zugemischt. Folgende Messreihen wurden spektrografiert (s. Tab. 3 (s. Anhang)).

Zu Beginn jeder Messung wird das Spektrometer kalibriert indem das Reflexionsnormal gemessen wird. Die Probe wird gleichmäßig auf das Probentablett aufgebracht und durch vorsichtiges Schütteln des Probentabletts auf dem Tisch gleichmäßig auf dem Probentablett verteilt. Sowohl Chitin als auch PVC und PET haben eine geringere spezifische Dichte als Quarzsand. Beim Schütteln werden die Anteile, die leichter sind als Quarzsand, an die Oberfläche transportiert und können gut vom Licht des Spektrometers erreicht und detektiert werden. Die Messungen werden nun für alle fünf Messpunkte auf dem Probentablett zweimal ausgeführt und anschließend die Messwerte aus dem Terminalprogramm in die Tabellenkalkulation übertragen und gespeichert.

# 5. Auswertung der Messdaten

5.1 IR-Reflexionsspektren der Polymere Chitin, Lignin, PVC, PET, PE(HD) und PE(LD)

In Tab. 4 (s. Anhang) sind die verrechneten Ergebnisse (s. 3.3) numerisch und in Abb. 4 und 5 graphisch dargestellt.



Abb. 4: Multispektralanalysen gängiger Polymere



Abb. 5: Quotienten für gängige Polymere

# 5.2 Reflexionsspektren und Quotienten von Quarzsand / Polymergemischen

Die Messdaten der spektografierten Quarzsand-Polymer-Gemische wurden verrechnet (s. 3.3), in Tab. 5 (s. Anhang) numerisch und in Abb. 6 graphisch dargestellt. Abb. 7 zeigt den Quotienten als Funktion der Menge von PVC.



Stützstellenspektren von Proben 10g Quarzsand mit ansteigender Menge PVC

Multispektralanalysen von Proben 10g Quarzsand und ansteigende Abb. 6: Menge PVC



Quotient Proben 10g Quarzsand mit ansteigender Menge PVC

Abb. 7: Quotienten für Proben 10g Quarzsand und ansteigende Menge PVC

5.3 Reflexionsspektren und Quotienten von Quarzsand mit Biopolymer Chitin und einer ansteigenden Menge künstlicher Polymere Die Messdaten der Mischproben aus Quarzsand, Chitin und PVC bzw. PET wurden verrechnet (s. 3.3) und in Tab. 6 (s. Anhang) tabellarisch dargestellt. Die Grafik in Abb. 8 zeigt exemplarisch die Spektren der Reihe Quarzsand mit Chitin und einer ansteigenden Menge PVC. Die Abb. 9 zeigt den Quotienten als Funktion des Verhältnisses zwischen der Menge künstlichen Polymers zum Biopolymer Chitin.



Abb. 8: Multispektralanalysen von Proben 10g Quarzsand, 0,05g Chitin und ansteigende Menge PVC



Abb. 9: Quotienten für Proben 10g Quarzsand, 0,05g Chitin und ansteigende Menge PVC

# 6. Diskussion der Ergebnisse

Die IR-Reflexionsspektren der Biopolymere Chitin und Lignin zeigen deutliche Unterschiede zu den IR-Reflexionsspektren künstlicher Polymere. Der Quotient (s. 3.4) ist für natürliche Polymere kleiner 1, für die untersuchten künstliche Polymere PVC, PET und PE ist der Quotient 1 oder größer (s. Abb. 4).

#### 6.1 Diskussion zu Arbeitshypothese 1

IR-Reflexionsspektren von Quarzsand, der mit unterschiedlich großen Mengen von natürlichen (Chitin) und künstlichen Polymeren (PET, PVC) vermischt wurde (s. Tab. 5 und Abb. 6), zeigen, dass das Vorhandensein von künstlichen Polymeren das IR-Reflexionsspektrum einer Quarzsandprobe verändert. Es ist anhand des Spektrums einer Gesamtprobe möglich, künstliche Polymere nachzuweisen, ohne einzelne Partikel zu vermessen.

#### 6.2 Diskussion zu Arbeitshypothese 2

Mit IR-Reflexionsspektren von Quarzsand, der mit einer konstanten Menge des natürlichen Polymers Chitin versetzt war und zusätzlich mit einer ansteigenden Menge eines künstlichen Polymers (PET, PVC) verunreinigt wurde, war es möglich, das künstliche Polymer nachzuweisen (s. Abb. 8).

### 6.3 Diskussion zu Arbeitshypothese 3

Die Ergebnisse der Versuchsreihen mit primärer (Chitin) und sekundärer (PET, PVC) Verunreinigung (s. 5.3) haben gezeigt, dass der von mir eingeführte Kennwert "Quotient" (s. 3.4) in linearem Zusammenhang zum Verhältnis künstlichen Polymers zu natürlichem Polymer steht. (s. Abb. 9) Die Korrelation der Messpunkte mit einer linearen Funktion ist mit  $R^2 = 0.95$  vielversprechend.

Ich sehe meine Hypothesen durch die in dieser Arbeit durchgeführten Experimente bestätigt und bin sehr interessiert an der Anwendung meiner Methode sowohl in weiteren Tests an weiteren Kunststoffen, als auch unter Feldbedingungen an Sediment- und Wassersäulenproben.

# 7. Zusammenfassung und Ausblick

Ich habe im Rahmen dieser Facharbeit gezeigt, dass sich das Vorhandensein von künstlichen Polymeren in Sedimentproben überhaupt, und das Verhältnis von künstlichen zu natürlichen Polymeren in einer Probe durch die Analyse eines IR-Reflexionsspektrums der gesamten (nicht separierten) Probe bestimmen lässt. Folgende Erweiterungen des Messaufbaus erachte ich als sinnvoll.

## 7.1 Erweiterte Präzision der Stützstellen

Der Präzision meiner Messungen zuträglich ist eine scharfe Abgrenzung zwischen den Wellenlängenbereichen 1300nm, 1550nm und 1720nm, denn aus den Steigungen zwischen diesen berechnet sich der von mir eingeführte Kennwert, der Quotient (s. 3.4). Die von mir verwendeten IR-LEDs emittieren allerdings einen Wellenlängenbereich von ca. 20nm Bandbreite. Wie meine Messungen gezeigt haben, ist diese Bandbreite für das Messverfahren tolerierbar. Die Präzision ließe sich jedoch verbessern, wenn optische Filter sicherstellen würden, dass der jeweilige Wellenlängenbereich sich mit einer geringeren Bandbreite von bspw. 5nm auf den angegebenen Wert konzentriert. Mittels eines Kurzpassfilters ließe sich sicherstellen, dass die LED mit 1300nm oberhalb von 1300nm keine Energie emittiert. Mittels eines Bandpassfilters ließe sich sicherstellen, dass die LED mit 1550nm deutlich ober- und unterhalb von 1550nm keine Energie emittiert. Mittels eines Langpassfilters ließe sich sicherstellen, dass die LED mit halb von 1720nm keine Energie emittiert.

### 7.2 Erweiterte Auflösung

Die von mir verwendete Methode, Stützstellenspektren zu erstellen, nimmt ein durchschnittliches Spektrum eines Messbereiches auf. Da sie nur einen Pixel generiert, lässt sich keine Aussage über die Verteilung der Kontamination und die Größe der Partikel treffen. Außerdem lassen sich die Partikel nicht separat identifizieren. Deshalb halte ich die Verwendung eines im entsprechenden Wellenlängenbereich empfindlichen Kamerachips für sinnvoll. Ich habe in meiner Jugend forscht Arbeit 2017<sup>10</sup> gezeigt, dass diese Methode zur Identifizierung von Werkstoffen nutzbar ist. Mit einem solchen Chip ließen sich Stützstellenspektren

<sup>&</sup>lt;sup>10</sup> (Meyer 2017)

von so vielen Punkten aufnehmen, wie der Kamerachip Bildpunkte hat. Bei ausreichender Auflösung wäre es möglich, jeden Partikel einer Probe zu identifizieren, indem man je Stützstelle ein Bild aufnimmt, die Lichtintensität jedes Pixels ausliest und anschließend daraus Datenreihen zusammensetzt. Diese wären auszuwerten, wie ich bislang mit meinen Datenreihen verfahre. Die so entstandenen relativen Intensitätswerte wären mit den jeweiligen Werten aus in Datenbanken enthaltenen Spektren, wie das AWI sie benutzt, um Partikel zu identifizieren, zu vergleichen<sup>11</sup>. So ließe sich eine Aussage über das Material jedes einzelnen Partikels treffen.

# 8. Danksagung

Ich danke für ihre Unterstützung bei dieser Facharbeit der Wissenschaftlerin Dr. Antje Wichels und Marie Fischer vom Schülerlabor Open-Sea der AWI-Station auf Helgoland, die mir Antworten auf viele Fragen gaben und mich mit Material zur Herstellung definierter Quarzsandproben versorgten. Unter ihrer Anleitung erhielt ich Einblick in die Analyse von Wassersäulen und Sedimentproben und konnte Wassersäulenproben aus dem Pazifik mit dem ATR selbstständig untersuchen.

Herrn Dr. Thilo Eickhorst danke ich für die vielen Hinweise beim Schreiben wissenschaftlicher Artikel.

Ebenfalls gilt mein Dank der Plastik Crew von Sylt, deren Interesse an meiner Arbeit mich zu neuen Wegen der Weiterentwicklung meiner Methode inspirierte und M.Sc. Christina Kieserg vom Schülerlabor Open-Sea auf Helgoland, die es mir ermöglichte einen Vortrag über das vorangegangene Projekt zur Microplastikdetektion in Meeressedimenten zu halten.

Abschließend danke ich Dr. Gunnar Gerdts vom Alfred Wegener Institut, dessen ausführlicher Rat mir sehr half, den Aufbau dieses Projektes zu strukturieren und die Notwendigkeiten zu ihrer vollumfänglichen Ausführung festzulegen.

<sup>&</sup>lt;sup>11</sup> (Gerdts 2018)

#### 9. Literaturverzeichnis

- Gerdts, Gunnar. "Mikroplastik in der Umwelt." Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017.
- ...,Reference database design for the automated analysis of microplasticsamples based on Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy." 6. Juli 2018.
- Hupfer, Michael. "Handbuch Angewandt Limnologie." V-6.1 Mikroplastik in Binnengewässern. 30. November 1995.
- Meyer, Urs-Felix. "Spektrum-ohne-Spektrometer" *Jugend forscht Arbeit*. Landeswettbewerb Oldenburg, 10.-12. März 2016.
- ..., Arduino entlarvt Kunststoffe; mit Infrarot-LED's" Jugend forscht Arbeit.
  Landeswettbewerb Oldenburg, 16.-18. März 2017.
- ..., Arduino sucht Kunststoffanteile in Sedimenten" Jugend forscht Arbeit.
  Landeswettbewerb Clausthal-Zellerfeld, 18.-30. März 2019.

# Selbstständigkeitserklärung

"Ich erkläre, dass ich die Facharbeit ohne fremde Hilfe angefertigt und nur die im Literaturverzeichnis angeführten Quellen und Hilfsmittel benutzt habe. Ich habe keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und alle Zitate kenntlich gemacht."

(Unterschrift)

# Anhang

# Tabellen

# Tab. 2: Probenaufstellung Versuchsreihe 2

Name der Probe	Sediment (S)	Menge S [g]	Polymer 1 (P)	Menge P1 [g]
10g Q. + 0,01g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,01
10g Q. + 0,02g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,02
10g Q. + 0,05g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,05
10g Q. + 0,1g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,1
10g Q. + 0,2g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,2
10g Q. + 0,5g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,5
10g Q. + 1g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	1
10g Q. + 0,01g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,01
10g Q. + 0,02g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,02
10g Q. + 0,05g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,05
10g Q. + 0,1g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,1
10g Q. + 0,2g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,2
10g Q. + 0,5g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,5
10g Q. + 1g PVC	Quarzsand	10	PVC	1
10g Q. + 0,01g PET	Quarzsand	10	PET	0,01
10g Q. + 0,02g PET	Quarzsand	10	PET	0,02
10g Q. + 0,05g PET	Quarzsand	10	PET	0,05
10g Q. + 0,1g PET	Quarzsand	10	PET	0,1
10g Q. + 0,2g PET	Quarzsand	10	PET	0,2
10g Q. + 0,5g PET	Quarzsand	10	PET	0,5

# Tab. 3: Probenaufstellung Versuchsreihe 3

Name der Probe	Sediment	Menge S	Polymer 1	Menge P1	Polymer 2	Menge P2
Mischproben	(S)	[g]	(P)	[g]	(P)	[g]
10g Quarzsand (22) + 0,05g Chitin + 0,01g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,01
10g Quarzsand (23) + 0,05g Chitin + 0,02g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,02
10g Quarzsand (24) + 0,05g Chitin + 0,05g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,05
10g Quarzsand (25) + 0,05g Chitin + 0,1g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,1
10g Quarzsand (26) + 0,05g Chitin + 0,2g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,2
10g Quarzsand (27) + 0,05g Chitin + 0,5g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,5
10g Quarzsand (28) + 0,05g Chitin + 1g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	1
10g Quarzsand (1) + 0,2g Chitin + 0,01g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,01
10g Quarzsand (2) + 0,2g Chitin + 0,02g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,02
10g Quarzsand (3) + 0,2g Chitin + 0,05g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,05
10g Quarzsand (4) + 0,2g Chitin + 0,1g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,1
10g Quarzsand (5) + 0,2g Chitin + 0,2g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,2
10g Quarzsand (6) + 0,2g Chitin + 0,5g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,5
10g Quarzsand (7) + 0,2g Chitin + 1g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	1
10g Quarzsand (8) + 0,05g Chitin + 0,01g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,01
10g Quarzsand (9) + 0,05g Chitin + 0,02g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,02
10g Quarzsand (10) + 0,05g Chitin + 0,05g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,05
10g Quarzsand (11) + 0,05g Chitin + 0,1g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,1
10g Quarzsand (12) + 0,05g Chitin + 0,2g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,2
10g Quarzsand (13) + 0,05g Chitin + 0,5g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,5
10g Quarzsand (14) + 0,05g Chitin + 1g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	1
10g Quarzsand (15) + 0,2g Chitin + 0,01g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,01
10g Quarzsand (16) + 0,2g Chitin + 0,02g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,02
10g Quarzsand (17) + 0,2g Chitin + 0,05g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,05
10g Quarzsand (18) + 0,2g Chitin + 0,1g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,1
10g Quarzsand (19) + 0,2g Chitin + 0,2g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,2
10g Quarzsand (20) + 0,2g Chitin + 0,5g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,5
10g Quarzsand (21) + 0,2g Chitin + 1g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	1

# Tab. 4: Ergebnisaufstellung Versuchsreihe 1

Name der Probe	Polymer 1 (P)	Ergebnis (Quotient)	Fehler (nach Gauss)
Probe ausschließlich Holz	Holz	-0,1396229487	-0,0029714179
Probe ausschließlich Chitin	Chitin	0,1619348143	0,0069364138
Probe ausschließlich PVC	PVC	1,0129109738	0,0145801452
Probe ausschließlich PET	PET	2,0795112277	0,0109541643
Probe ausschließlich PE (LD)	PE (LD)	2,383463074	0,0158969003
Probe ausschließlich PE (HD)	PE(HD)	2,1466783216	0,0189470738

# Tab. 5: Ergebnisaufstellung Versuchsreihe 2

Name der Probe	Sediment (S)	Menge S [g]	Polymer 1 (P)	Menge P1 [g]	Ergebnis (Quotient)	Fehler (nach Gau
10g Q. + 0,01g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,01	0,042201076	0,0136494195
10g Q. + 0,02g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,02	0,0313497377	0,0128493452
10g Q. + 0,05g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,05	0,0767594473	0,0187566842
10g Q. + 0,1g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,1	0,1005235827	0,0128493452
10g Q. + 0,2g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,2	0,224393723	0,0118617019
10g Q. + 0,5g PVC	Quarzsand	10	PVC	0,5	0,3781134938	0,0134266847
10g Q. + 1g PVC	Quarzsand	10	PVC	1	0,6378890064	0,0089215355
10g Q. + 0,01g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,01	0,0769132456	0,0136494195
10g Q. + 0,02g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,02	0,1111748681	0,020166247
10g Q. + 0,05g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,05	-0,0232331903	0,0139667595
10g Q. + 0,1g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,1	0,0955065956	0,020166247
10g Q. + 0,2g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,2	0,0251551104	0,0121189801
10g Q. + 0,5g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	0,5	0,1225063567	0,0070277626
10g Q. + 1g Chitin	Quarzsand	10	Chitin	1	0,0527505973	0,0079376896
10g Q. + 0,01g PET	Quarzsand	10	PET	0,01	0,1083633588	0,0136494195
10g Q. + 0,02g PET	Quarzsand	10	PET	0,02	0,1900770896	0,0122964928
10g Q. + 0,05g PET	Quarzsand	10	PET	0,05	0,1775686443	0,0134943499
10g Q. + 0,1g PET	Quarzsand	10	PET	0,1	0,1253386761	0,0122964928
10g Q. + 0,2g PET	Quarzsand	10	PET	0,2	0,1583756232	0,0170574359
10g Q. + 0,5g PET	Quarzsand	10	PET	0,5	0,3300564197	0,0198167628
10g Q. + 1g PET	Quarzsand	10	PET	1	0,6787853186	0,0077348221

Name der Probe	Sediment	Menge S	Polymer 1	Menge P1	Polymer 2	Menge P2	Ergebnis	Fehler
Mischproben	(S)	[g]	(P)	[g]	(P)	[g]	Quotient	nach Gauss
10g Quarzsand (22) + 0,05g Chitin + 0,01g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,01	0,04921	0,01438
10g Quarzsand (23) + 0,05g Chitin + 0,02g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,02	0,05105	0,00893
10g Quarzsand (24) + 0,05g Chitin + 0,05g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,05	0,16014	0,01647
10g Quarzsand (25) + 0,05g Chitin + 0,1g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,1	0,15223	0,00893
10g Quarzsand (26) + 0,05g Chitin + 0,2g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,2	0,17332	0,02268
10g Quarzsand (27) + 0,05g Chitin + 0,5g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	0,5	0,29847	0,00800
10g Quarzsand (28) + 0,05g Chitin + 1g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PVC	1	0,49675	0,00912
10g Quarzsand (1) + 0,2g Chitin + 0,01g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,01	0,15697	0,08289
10g Quarzsand (2) + 0,2g Chitin + 0,02g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,02	0,20622	0,01048
10g Quarzsand (3) + 0,2g Chitin + 0,05g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,05	0,20102	0,01079
10g Quarzsand (4) + 0,2g Chitin + 0,1g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,1	0,17145	0,01048
10g Quarzsand (5) + 0,2g Chitin + 0,2g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,2	0,22200	0,01137
10g Quarzsand (6) + 0,2g Chitin + 0,5g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	0,5	0,44832	0,01378
10g Quarzsand (7) + 0,2g Chitin + 1g PVC	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PVC	1	0,55201	0,00838
10g Quarzsand (8) + 0,05g Chitin + 0,01g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,01	0,07519	0,02308
10g Quarzsand (9) + 0,05g Chitin + 0,02g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,02	0,03331	0,02169
10g Quarzsand (10) + 0,05g Chitin + 0,05g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,05	0,11632	0,01432
10g Quarzsand (11) + 0,05g Chitin + 0,1g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,1	0,20796	0,02169
10g Quarzsand (12) + 0,05g Chitin + 0,2g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,2	0,16152	0,01244
10g Quarzsand (13) + 0,05g Chitin + 0,5g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	0,5	0,38616	0,01703
10g Quarzsand (14) + 0,05g Chitin + 1g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,05	PET	1	0,57669	0,01532
10g Quarzsand (15) + 0,2g Chitin + 0,01g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,01	0,18925	0,02790
10g Quarzsand (16) + 0,2g Chitin + 0,02g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,02	0,28644	0,00972
10g Quarzsand (17) + 0,2g Chitin + 0,05g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,05	0,29857	0,01637
10g Quarzsand (18) + 0,2g Chitin + 0,1g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,1	0,26034	0,00972
10g Quarzsand (19) + 0,2g Chitin + 0,2g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,2	0,32951	0,01367
10g Quarzsand (20) + 0,2g Chitin + 0,5g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	0,5	0,40694	0,01581
10g Quarzsand (21) + 0,2g Chitin + 1g PET	Quarzsand	10	Chitin	0,2	PET	1	0,62370	0,01233



Foto 1: Die Steuerelektronik (Kap. 3.1, Kap. 3.6)



Foto 2: Der Messkopf (Kap. 3.1, Kap. 3.6)



Foto 3: Messkopfkonfiguration zur Kalibrierung (Kap. 3.1, Kap. 3.6)



Foto 4: Kalibrierungslaser des Messkopfes (Kap. 3.1, Kap. 3.6)

# Fotodokumentation

Messaufbau und dessen Kalibrierung



Foto 5: Eine Probe, das Probentablett, Probenschüttler (Kap. 3.2, Kap. 3.6)



Foto 6: Probe auf Probentablett im Probenschüttler (Kap. 3.2, Kap. 3.6)



Foto 7: Probe fertig vorbereitet (Kap. 3.2, Kap. 3.6)



Foto 8: Probentabletts für Probe und Reflexionsnormal (Kap. 3.2, Kap. 3.6)



Foto 9: Probe unter Messkopf (Kap. 3.1, Kap. 3.2, Kap. 3.6)



Foto 11: Arduino bedient Messkopf und Steuerelektronik (Kap. 3.1, Kap. 3.6)



Foto 10: Probe wird einmal in jeder Ecke und zuletzt auf mittlerer Markierung vermessen (Kap. 3.1, Kap. 3.2, Kap. 3.6)

or 🧧	
LED: B60nm 1468.96 mV LED: 940nm 1542.62 mV LED: 1060nm 1645.09 mV LED: 1360nm 1013.47 mV LED: 1360nm 639.25 mV LED: 1720nm 468.30 mV Max 1645.09 mV	
Weissabgleich LED: 860nm 1463.78 mV LED: 940nm 1543.38 mV LED: 1060nm 1645.85 mV LED: 1300nm 1016.06 mV LED: 1550nm 638.94 mV LED: 1720nm 466.78 mV Max 1645.85 mV	

Foto 12: Serieller Monitor überträgt Messdaten zwecks Verarbeitung (Kap. 3.3, Kap. 3.6, Kap. 3.7)

25