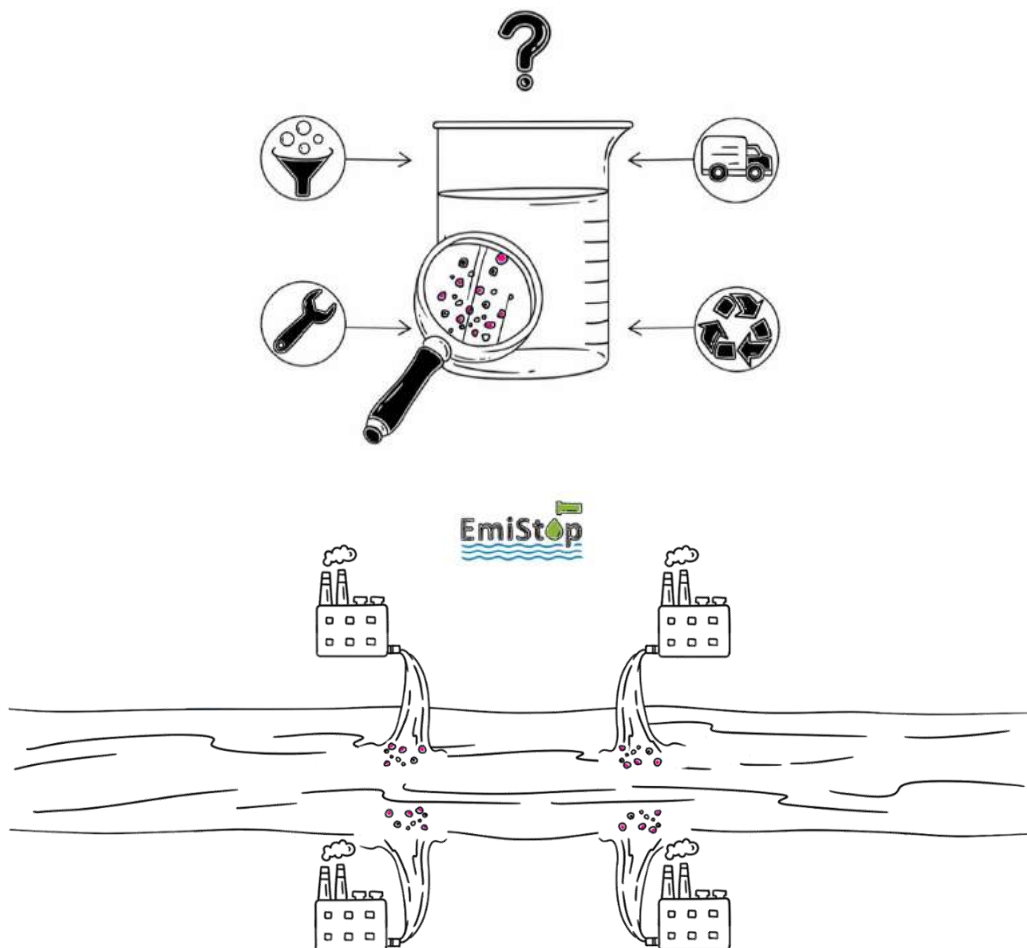


Identifikation von industriellen Plastik-Emissionen mittels innovativer Nachweisverfahren und Technologieentwicklung zur Verhinderung des Umwelteintrags über den Abwasserpfad

EmiStop



PROJEKTPARTNER:

EnviroChemie GmbH | Roßdorf

Technische Universität Darmstadt, Institut IWAR, Fachgebiet Abwasserwirtschaft | Darmstadt

Technische Universität Darmstadt, Institut IWAR, Fachgebiet Abwassertechnik | Darmstadt

Hochschule RheinMain, Institut für Umwelt- und Verfahrenstechnik | Rüsselsheim

inter 3 GmbH - Institut für Ressourcenmanagement | Berlin

BS-Partikel GmbH | Mainz

VERBUNDKOORDINATORIN:

Dr. Eva Bitter | EnviroChemie GmbH | Abteilung Verfahrenstechnik, Forschung und Entwicklung

In den Leppsteinswiesen 9 | 64380 Rosdorf | eva.bitter@envirochemie.com

LAUFZEIT:

01.01.2018 – 30.06.2021

Schlussbericht erstellt am: 30. Dezember 2021



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT



Hochschule **RheinMain**
University of Applied Sciences
Wiesbaden Rüsselsheim

I. KURZE DARSTELLUNG

Im Verbundforschungsvorhaben EmiStop wurden Eintragspfade von Plastikpartikeln über den Abwasserpfad aus relevanten Industriebranchen systematisch erfasst und Verfahren zur Entfernung von Plastikpartikeln aus Abwasserströmen evaluiert. Dabei wurde an verschiedenen Stellen der Wertschöpfungskette (Herstellung, Transport, Weiterverarbeitung) angesetzt. Geeignete Industriebetriebe wurden identifiziert und als assoziierte Partner gewonnen. In Kooperation mit den beteiligten Firmen wurden Betriebsflächen sowie werksinterne Abwasserreinigungsanlagen und Industriepark-Kläranlagen beprobt und bilanziert. Hierbei konnten neben einer Apparatur zur Probenahme, vor allem Probenahmeprozedere und -aufbereitung sowie Analysemethoden (Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK), Mikro-Raman-Spektroskopie) weiterentwickelt und standardisiert werden. Diese Ergebnisse wurde in einem Statuspapier zusammen mit anderen Verbundprojekten des Forschungsschwerpunkts "Plastik in der Umwelt" zusammengefasst. Weiterhin konnten erstmals größere Datenmengen zur Mikroplastikbelastung (Konzentration und Partikelanzahlen) in Industrieabwässern und Abscheideleistungen verschiedenen Industrieabwasseraufbereitungsverfahren zusammengestellt werden.

Zur Verbesserung der Leistungsfähigkeit physikalisch-chemischer Abscheideverfahren konnten verfahrensoptimierende Flockungsmittel für PE, PA und PVC hergestellt werden. In Versuchen in Labor-, Pilot- und Großmaßstab wurden unterschiedliche Verfahren (Fällung und Flockung, Bandfilter, Flotation, Sedimentation, Ultrafiltration und weitere) einzeln und in Kombination auf ihren Mikroplastikrückhalt hin evaluiert und verbessert. Durch Einsatz eines innovativen Tracer-Tests, mit eigens entwickelten PE und PA Tracerpartikeln (sowohl magnetisch als auch lumineszierend) konnten die Verfahren ebenfalls bilanziert werden. Es wurden Partikel aus verschiedenen Plastiksorten in unterschiedlichen Formen und Größen über „Top-down“- und „Bottom-Up“-Verfahren hergestellt werden.

Die technischen Entwicklungsziele im geplanten Vorhaben hinsichtlich der Vermeidung von industriellen Plastik-Emissionen ins Gewässer wurden mit Hilfe eines durch Expert:innen aus Industrie, Politik und Verwaltung sowie Wissenschaft gestützten Zukunftsszenarios zu den Anforderungen, Treibern und Hemmnissen gespiegelt und angepasst sowie auf Basis eines zu entwickelnden Kriterien- und Indikatoren-Sets auf Nachhaltigkeit analysiert und bewertet. Durch Delphi-Befragungen konnten Kriterien und Indikatoren erarbeitet werden, mit deren eine multikriterielle Analyse und Bewertung der entwickelten Vermeidungsstrategien auf Nachhaltigkeit erfolgte. Ergebnis ist eine multikriteriell von verschiedenen Stakeholdern geformte Bewertungsmatrix zu den Vor- und Nachteilen verschiedener Verfahrenstechniken im Hinblick auf Mikroplastikrückhalt.

Erkenntnisse aus 3,5 Jahren Forschungsarbeit sind in eine Handlungsempfehlung für die Industrie eingeflossen (Barkmann et al. 2021).

Inhalt

Abbildungsverzeichnis	6
Tabellenverzeichnis	10
Abkürzungsverzeichnis	11
1 Aufgabenstellung	12
1.1 Motivation	12
1.2 Wissenschaftliche und technische Arbeitsziele	13
2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde	15
3 Planung und Ablauf des Vorhabens	16
4 Stand des Wissens und der Technik	19
5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen	24
5.1 Assoziierte Partner	25
5.2 Kooperationen mit anderen Forschungsprojekten	25
5.3 Internationale Kooperationen	26
6 Verwendung der Zuwendung und der erzielten Ergebnisse	27
6.1 AP 1 Entwicklung analytischer Methoden für Plastikpartikel	27
6.1.1 Probenahmen	27
6.1.2 Probenaufbereitung	31
6.1.3 Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK)	36
6.1.4 Mikro-Raman-Spektroskopie	40
6.1.5 Wasserchemische Summenparameter	42
6.2 AP 2 Tracer-Tests	48
6.2.1 Suszeptibilitätsverfahren mittels magnetischer Suszeptibilitätswaage	48
6.2.2 Partikeldesign: Partikeldichte, Chemismus, Magnetismus und Form	52
6.3 AP 3 Identifikation industrieller Eintragspfade	59
6.3.1 Identifikation von Eintragspfaden	59
6.3.2 MP-Emissionen entlang der Wertschöpfungskette von Kunststoffprodukten	61
6.3.3 Bewertung der MP-Emissionen aus Industrien	66
6.4 AP 4 Bilanzierung technischer Systeme	68
6.4.1 Laborversuche zur Auswahl von Abwasserströmen und Verfahrenstechniken	68
6.4.2 Bilanzierungsversuche im Pilotmaßstab	72
6.4.3 Evaluierung von vorhandener Verfahrenstechnik	87
6.5 AP 5 Optimierung des Plastikrückhalts	90
6.5.1 Konstruktive Verfahrensoptimierung	90
6.5.2 Vermeidungsstrategien und Optimierung	92
6.6 AP 6 Entwicklung von Flockungsmitteln für Plastik	94
6.6.1 Entwicklung Flockungsmittel	94

6.6.2	Validierung Flockungsmittel mit Tracer-Tests	101
6.7	AP 7 Risiko- und Potenzialanalyse	103
6.7.1	Delphi-Befragung von Industrie und Branchenverbänden, Politik u. Wissenschaft	103
6.7.2	Delphi-Befragung zu Nachhaltigkeitskriterien und Indikatorik	121
6.7.3	Multikriterienanalyse	127
6.8	AP 8 Management und Kommunikation	130
7	Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises	133
8	Voraussichtlicher Nutzen	134
9	Veröffentlichungen	145
9.1	Fachveröffentlichungen	145
9.2	Vorträge	146
9.3	Konferenzen, Ausstellungen, Weitere	147
10	Literaturverzeichnis	149

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Projektpartner des Verbundprojekts EmiStop mit Zuständigkeiten	14
Abbildung 2: Aufbau und Schnittstellen, sowie Datentransfer des Verbundprojekts EmiStop	16
Abbildung 3: <i>Korrelation zwischen MP-Konzentration im Tuojiang und den Wirtschaftssektoren</i>	20
Abbildung 4: Polymerverteilung (A) und Größenverteilung (B) bei <i>Wang et al. (2020)</i>	21
Abbildung 5: Größenverteilung der MP in Zu- und Ablauf bei <i>Franco et al. (2020)</i>	22
Abbildung 6: EmiStop Entscheidungshilfe für Mikroplastikprobenahmen industrieller Abwässer	27
Abbildung 7: Puffergefäß mit Strömungsbrechern und Rührwerk gem. DIN 28131	28
Abbildung 8: Aufbau der Probenahmeapparatur (HSRM links; TU-Darmstadt rechts)	28
Abbildung 9: Entwicklung des Probenahmeaufbaus an einer Entnahmestelle (Filterfarben: Gelb für μ -Raman; blau für DDK)	30
Abbildung 10: Probenehmer WS 312	31
Abbildung 11: Beladener EKF nach Probenahme	32
Abbildung 12: Volumenreduzierte Probe (Filterkuchen) vor (A) und nach (B) der 2-stufigen Oxidation..	33
Abbildung 13: Eingefrorene Probe nach Dichteseparation (A) und anschließendes Überführen der MP Fraktion (B)	33
Abbildung 14: Schema der Vollglas-Vakuum-Filtrationsapparatur (A); Edelstahlkonus mit Silikondichtung und Si Filter (B)	34
Abbildung 15: Si Filterbeladung mit verkleinerter quadratischer Aussparung (A) und Si Filterbeladung mit runder ($d=8\text{ mm}$) Aussparung (B)	35
Abbildung 16: Draufsicht (A) und Seitenansicht (B) der Strömungsbrecherapparatur zur Probenaliquotierung	36
Abbildung 17: Aufbau eines DDK-Ofens (links) und Messprinzip (rechts) (NETZSCH 2020b)	37
Abbildung 18: Partikel der Größe 1 – 5 mm einer Schlammwasserprobe. Erste Aufheizung (a) eliminiert überlagernde Signale, zweite Aufheizung (b) zeigt sauber messbare Schmelzpeaks (PE-HD und PP) mit gerader Basislinie	38
Abbildung 19: Trennung der Schmelzpeaks von PE-HD und PET mit Quantifizierung	39
Abbildung 20: Kalibriergeraden für PE-HD, PE-LD, PP, PA6 und PET mit Bestimmtheitsmaß	39
Abbildung 21: Vergleich aufgenommenes Bild eines Agglomerats mittels Digitalmikroskop (A) und Optik des Ramanspektrometers (B)	41
Abbildung 22: PS-Partikel Konzentration über den mit Küvettentests ermittelten CSB-Wert. Die schwarze Linie zeigt den theoretischen Wert bei einem Aufschlussgrad von 100 % an.	44
Abbildung 23: CSB-Aufschlussgrad verschiedener Polymerpulver unterschiedlicher Größe	44
Abbildung 24: TOC-Aufschlussgrad verschiedener Polymerpulver unterschiedlicher Größe. Das Oberfläche/Volumenverhältnis ideal runder Partikel der Partikelgrößen ist ebenfalls dargestellt.	45
Abbildung 25: Korrelation zwischen TNb und verschiedenen Polyamiden	46
Abbildung 26: Mittlerer Aufschlussgrad von PVC-Pulvern verschiedener Partikelgröße mittels AOX-Bestimmung	46
Abbildung 27: Regressionsgeraden mit 2 σ Konfidenzintervallen der AOX Messungen von PVC-Suspensionen mit $d = 0,7\text{ }\mu\text{m}$ (links) und $d = 125\text{ }\mu\text{m}$ (rechts) Partikeldurchmesser. Der theoretisch berechnete AOX-Wert ist ebenfalls dargestellt.	47
Abbildung 28: Korrelationsmatrix von Daten PVC-haltigen Prozesswassers der letzten zehn Jahre	48
Abbildung 29: Magnetische Suszeptibilitätswaage des Herstellers Sherwood Scientific Ltd.	49
Abbildung 30: Rückhalterate magnetisierbarer "Bottom-up"-Partikel in laminarer Strömung in Abhängigkeit des Magnetabstands	49
Abbildung 31: Magnetabscheider, Ein-/Auslaufrohre und Kaskaden-Durchlauf (Quelle: MAGSY GmbH)	50
Abbildung 32: Rückhalterate von magnetisierbaren Partikeln in einem industriellen Magnetabscheider in Abhängigkeit der Reynoldszahl	50
Abbildung 33: Magnetisierbare "Bottom-up"-Partikel an einem industriellen Magnetabscheider	51

Abbildung 34: Vergleich der Suszeptibilitäten von Milli-Q-Wasser mit Permeat und Konzentrat der EC-Membrananlage jeweils zu Versuchsbeginn und -ende.....	52
Abbildung 35: „Top-down“-Partikel aus PE.....	53
Abbildung 36: „Top-down“-Partikel aus PVC.....	53
Abbildung 37: Magnetische Polymerpartikelsuspensionen aus PE und PCV.....	54
Abbildung 38: Exemplarische Mikroskopieaufnahme der Charge an $PE(Fe_xO_y)_{10\%}$	55
Abbildung 39: Exemplarische Mikroskopieaufnahme der Charge an $PET(Fe_xO_y)_{10\%}$	56
Abbildung 40: Exemplarische Mikroskopieaufnahme der hochskalierten Charge an $PE(Fe_xO_y)_{10\%}$	56
Abbildung 41: Exemplarische Mikroskopieaufnahme der hochskalierten Charge an $PET(Fe_xO_y)_{10\%}$	56
Abbildung 42: Visuelle Selektion einer Kehrlicht-Probe (oben: MP; unten: Nicht MP).....	60
Abbildung 43: Visuelle Selektion großer Kehrlichtfraktionen verschieden genutzter, betrieblicher Flächen (Mittelwert markiert, der Interquartilsabstand zwischen erstem und dritten Quartil umfasst 50 % der Datenpunkte, Ausreißer sind markiert).	60
Abbildung 44: Im Projekt EmiStop generierte Proben in Wässrigen Systemen innerhalb der Wertschöpfungskette von Kunststoffprodukten.....	61
Abbildung 45: Anzahl und Branche der beprobten Betriebe	61
Abbildung 46: Größenverteilung aller analysierten MPP (prozentual)	62
Abbildung 47: Prozentuale Verteilung analysierter MP-Massen über die Fraktionen der Filterkaskade ..	62
Abbildung 48: Gemessene MPP- Anzahl bei Kunststoff herstellenden Betrieben (logarithmische Darstellung)	63
Abbildung 49: Gemessene MP-Massenkonzentration bei Kunststoff herstellenden Betrieben (logarithmische Darstellung).....	63
Abbildung 50: Gemessene MPP-Anzahl bei Kunststoff weiterverarbeitenden Betrieben (logarithmische Darstellung)	64
Abbildung 51: Gemessene MP- Massenkonzentration bei Kunststoff weiterverarbeitenden Betrieben (logarithmische Darstellung).....	64
Abbildung 52: Gemessene MPP-Anzahl Ablauf von Industrieparkkläranlagen (IKA) (logarithmische Darstellung)	65
Abbildung 53: Gemessene MP-Massenkonzentration im Ablauf von Industrieparkkläranlagen (IKA) (logarithmische Darstellung).....	65
Abbildung 54: Aufnahme einer jährlichen Kanalreinigung in einem Kunststoff verarbeitenden Betrieb ..	66
Abbildung 55: MP-Emissionen durch die Produktion bei unterschiedlichen Verlustraten (* Expert:innenschätzung nach Boucher et al. 2020; Peano et al. 2020)	68
Abbildung 56: Vereinfachter Überblick Verfahrensoptionen nach Abwasserinhaltsstoffen	69
Abbildung 57: Vereinfachte Aufschlüsselung chemisch-physikalischer Verfahren	70
Abbildung 58: Einblick Laborversuche.....	71
Abbildung 59: Flockungsversuch Abwasser A (PVC-Hersteller) mit Flockungsmittelkombination A (links) und D* (rechts), bei unterschiedlichen Dosiermengen.....	71
Abbildung 60: Filtrationsbereiche.....	72
Abbildung 61: Ultrafiltrationsmembranteststand mit keramischen Plattenmodulen	72
Abbildung 62: Beispiel eines keramischen Plattenmoduls (Cembrane).....	73
Abbildung 63: Filtration mit keramischen Plattenmodulen (Cembrane)	73
Abbildung 64: Rückspülung mit keramischen Plattenmodulen (Cembrane)	74
Abbildung 65: Zu- und Ablauf (v.l.n.r) des Versuches mit keramischer Ultrafiltration	74
Abbildung 66: Flux und Druckbereich	75
Abbildung 67: Druck und Permeatfluss bei Spülintervall 20min	76
Abbildung 68: Druck und Permeatfluss ohne Belüftung	76
Abbildung 69: Druck und Permeatfluss mit 1 bar Belüftung	77
Abbildung 70: Druck und Permeatfluss mit 2 bar Belüftung	77
Abbildung 71: EmiStop Membranteststand (links), Visualisierung/Steuerung (rechts)	78
Abbildung 72: Partikelgrößenverteilung PVC-haltige Realabwasser (TU-AT)	80

Abbildung 73: Modular aufgebaute Pilotanlage mit Sedimentation oder Elektroflotation (v.l.n.r.: Gesamtanlage mit Schaltschrank; Fällungs- und Flockungsstrecke mit Sedimenter im Hintergrund; Chemieansatz- und Dosierstation; Elektroflotation).....	81
Abbildung 74: Elektroflotation mit vorgeschalteter Fällungs- und Flockungsstrecke Weitwinkelansicht.	81
Abbildung 75: Aufbau der Fällung-, Neutralisations- und Koagulationsstrecke mit nachgeschalteter Elektroflotation.....	82
Abbildung 76: Behandlung Abwasser A mit Elektroflotation ohne Chemie (links oben), mit Kombination D* (rechts, unten), mit Kombination A* (rechts, oben).....	82
Abbildung 77: Partikelentfernung (gemessen als AFS).....	83
Abbildung 78: AOX Reduktion (Zulauf/Ablauf).....	84
Abbildung 79: AOX-Konzentration Ablauf.....	84
Abbildung 80: Beutelfilter nach Filtration unterschiedlicher Abwässer	85
Abbildung 81: AOX-Rückhalteraten im Verfahrensvergleich.....	86
Abbildung 82: Klarwasserkonzentrationen im Verfahrensvergleich	86
Abbildung 83: MPP-Anzahl im Zu- und Ablauf einer Kammerfilterpresse (helle Markierungen sind Messungen zu Projektbeginn).....	87
Abbildung 84: MP-Massenkonzentrationen im Zu- und Ablauf einer Kammerfilterpresse	87
Abbildung 85: MPP-Anzahl im Zu- und Ablauf der Belegung (Ablauf der Nachklärgun) einer IKA	88
Abbildung 86: MP-Anzahlkonzentration im Zu- und Ablauf eines Sandfilters.....	88
Abbildung 87: R^2 der linearen Abhängigkeit zwischen Konzentrationsanstieg und Messwertanstieg	89
Abbildung 88: Lineare Projektion der Geradensteigungen aus den Konzentrationsreihen der gemessenen Stoffe und den verwendeten Sonden mit einem Bestimmtheitsmaß $> 0,7$	89
Abbildung 89: Schaum in Permeatleitung - Ultrafiltration (links), stark schäumende Elektroflotation (rechts).....	90
Abbildung 90: Petrischale (Durchmesser 12,5 cm) mit Störstoffen	91
Abbildung 91: Quetschrückstände in einem Container nach Absackung von Kunststoffgranulaten	92
Abbildung 92: Masse von abgespülten Containern zur Absackung von Granulaten ohne und mit Vorreinigung. Die Mittelwerte sind gekennzeichnet.....	93
Abbildung 93: Wiederfindungsraten mittels fluoreszierender PE-Partikel unterschiedlicher Größe von Kehrrountine und Nassabscheider (n=5)	93
Abbildung 94: Ergebnisse aller Kunststoffe zur Filtrationsrate aus Versuch B, F und H	96
Abbildung 95: Ergebnisse aller Kunststoffe zur Filtrationsrate aus Versuch C und J	96
Abbildung 96: Flockungsergebnisse von PE in Versuchen B, F, J, H (v.l.n.r.).....	97
Abbildung 97: Visuelle Bewertung der Flockung von PA (15 – 20 μm). Von links nach rechts: (a) PA ungeflockt – (b) PA geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und kationischem Polymer – (c) PA geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und anionischem Polymer – (d) PA geflockt mit anorganisch modifiziertem anionischem Polymer. Raster entspricht 1 mm.....	97
Abbildung 98: Visuelle Bewertung der Flockung von PE (40 – 48 μm). Von links nach rechts: (a) PE ungeflockt – (b) PE geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und kationischem Polymer – (c) PE geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und anionischem Polymer - (d) PE geflockt mit anorganisch modifiziertem anionischem Polymer. Raster entspricht 1 mm.....	97
Abbildung 99: Visuelle Bewertung der Flockung von PVC (80 – 200 μm). Von links nach rechts: (a) PVC ungeflockt – (b) PVC geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und anionischem Polymer – (c) PVC geflockt mit einer Kombination aus anionischem und kationischem Polymer - (d) PVC geflockt mit kationischem Polymer. Raster entspricht 1 mm.	97
Abbildung 100: Die Korrelation zwischen Filtrationsrate und Kunststoffpartikelgröße (links), zwischen Flockengröße und Kunststoffpartikelgröße (rechts).....	98
Abbildung 101: Flockungsversuche mit PVC-haltigem Realabwasser.....	100
Abbildung 102: Rückhalterate magnetisierbarer „Bottom-up“-Partikel durch verschiedene Kombinationen an Koagulierungs- und Flockungsmittel.....	102

Abbildung 103: Rückhalterate magnetisierbarer "Top-down"-Partikel durch Flockung mit Elektroflotation	103
Abbildung 104: Produktions- und Nutzungsphasen Kunststoffindustrie und Betrachtungsrahmen EmiStop	105
Abbildung 105: Rechtlich-regulative und Managementinstrumente die industrielle MP-Emissionen betreffen (Skizzenhafte Darstellung)	107
Abbildung 106: Übersicht Teilnehmer:innen und Stakeholdergruppen der Befragung	108
Abbildung 107: Angaben von Vertreter:innen von Industriestandorten der Kunststoffindustrie zu am Standort genutzten Kunststoffen (Anzahl Nennung; n=42)	109
Abbildung 108: Mikroplastikverluste an Industriestandorten n=42	110
Abbildung 109: Stakeholdermeinungen zu der Relevanz von verschiedenen Anforderungen an die Analytik und Probennahme von mittel relevant bis sehr relevant (n=44)	111
Abbildung 110: Angaben von Vertreter:innen von Industriestandorten der Kunststoffindustrie zu der Art der Abwasserentsorgung (Anzahl Nennung; n=42)	111
Abbildung 111: Angaben von Vertreter:innen von Industriestandorten der Kunststoffindustrie zu der Art der Regenwasserentsorgung (Anzahl Nennung; n=42)	112
Abbildung 112: Anfallende Abwassermengen bei den befragten Industriestandorten (Anzahl Nennung; n=42)	112
Abbildung 113: Stakeholder-Einschätzungen zu der Relevanz der Thematik industrieller MP-Emissionen der Kunststoffindustrie und Logistik (Mittelwert, n=108)	113
Abbildung 114: Stakeholder Einschätzung zu der Relevanz von Gründen für die Vermeidung von industriellen MP-Emissionen der Kunststoffindustrie und Logistik (Mittelwert, zweite Befragungsstufe, n=44)	114
Abbildung 115: Treiber für die Umsetzung von Maßnahmen für eine Reduzierung von MP-Emissionen von Standorten der Kunststoffindustrie (n=44)	115
Abbildung 116: Differenzierte Stakeholdermeinung zu den wirksamsten rechtlichen und organisatorischen Mitteln zur Reduzierung industrieller MP-Emissionen. Angabe in Prozent (Einfachauswahl, n=44)	115
Abbildung 117: Angaben der Vertreter:innen von Industriestandorten der Kunststoffindustrie zur Bekanntheit von Initiativen der Industrie zur Reduzierung der MP-Emissionen (Anzahl Nennung; n=35)	116
Abbildung 118: Nach Stakeholdereinschätzung geeignete Managementsysteme zur Reduzierung von industriellen MP-Emissionen (Mittelwert, n=44)	117
Abbildung 119: Einschätzung der Wirksamkeit von möglichen Regelungen für die Reduzierung von industriellen MP-Emissionen der Kunststoffindustrie (Mittelwert, n=44)	118
Abbildung 120: Laut Stakeholdermeinungen wahrscheinliches organisatorisches Umfeld zu MP-Emissionen in 2030 (n=108)	118
Abbildung 121: Erwartete Wirksamkeit von produktionsnahen Vermeidungsmaßnahmen zur Reduzierung von MP-Emissionen (Mittelwert, n=44)	120
Abbildung 122: Erwartete Wirksamkeit von Maßnahmen zur Optimierung des Abwassermanagements zur Reduzierung von MP-Emissionen (Mittelwert, n=44)	121
Abbildung 123: Oberziele, Unterziele und Kriterien für die Bewertung von Handlungsoptionen	123
Abbildung 124: Standardisierte Relevanz der Bewertungskriterien (summiert auf 100% auf) nach Stakeholder Befragung (n=54) inklusive Standartabweichung	124
Abbildung 125: Gruppierte Gewichtungen der Kriterien durch Stakeholdergruppen	124
Abbildung 126: Ablauf der multikriteriellen Bewertung im Projekt Emistop	128
Abbildung 127: Nutzwertanalyse für Verfahren der industriellen Abwasseraufbereitung	129
Abbildung 128: Kommunikationsstrategie Forschungsprojekt EmiStop	130
Abbildung 129: Messeauftritt auf der IFAT 2018 mit Elektroflotation und Animationsfilm	131

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Schnittstellendefinition zugehörig zu Abbildung 2.....	17
Tabelle 2: Angepasster Zeit- und Arbeitsplan des Verbundprojekts EmiStop.....	18
Tabelle 3: Ablaufkonzentrationen verschiedener Industriebetriebe, Art der Abwasserbehandlung.....	20
Tabelle 4: MP-Konzentration im Zu- und Ablauf zweier industrieller Kläranlagen (<i>Franco et al. 2020</i>)	21
Tabelle 5: Assoziierte Partner	25
Tabelle 6: Theoretisch berechnete, spezifische nasschemische Summenparameter von verschiedenen Kunststoffen	43
Tabelle 7: Ergebnisse der Sachbilanz eines betrachteten Kunststoffproduktes.....	67
Tabelle 8: Kenndaten Plattenmodul in Pilotanlage	73
Tabelle 9: Analytik Zulauf und Ablauf.....	74
Tabelle 10: Parameter Membranpilotversuche (mit für EmiStop umgebautem UF-Teststand).....	79
Tabelle 11: Analytik von Zulauf und Permeat verschiedener Versuchsnummern	80
Tabelle 12: Liste der in Flockungsversuchen untersuchten Plastiksarten.....	94
Tabelle 13: Liste der verwendeten Substanzen zur Flockung (1).....	95
Tabelle 14: Liste der verwendeten Substanzen zur Flockung (2).....	99
Tabelle 15: Eintrittswahrscheinlichkeit und Wirksamkeit von weiteren Initiativen der Kunststoffindustrie (Mittelwerte, n=44).....	116
Tabelle 16: Kriterien und Indikatoren für das Unterziel ökologische Effektivität	126
Tabelle 17: Kriterien und Indikatoren für das Unterziel geringe Jahreskosten.....	126
Tabelle 18: Kriterien und Indikatoren für das Unterziel hohe Integrationsfähigkeit im Betrieb.....	127
Tabelle 19: Zielerreichungsgrade (ZEG) der EmiStop Projektziele (0: nicht erreicht, 1: teilweise erreicht, 2: hauptsächlich erreicht, 3: voll erreicht)	134

Abkürzungsverzeichnis

AFS	Abfiltrierbare Stoffe
AOX	Adsorbierbare organisch gebundene Halogene
AP	Arbeitspakete
BS	BS-Partikel GmbH
BW	Blindwert
CSB	Chemischer Sauerstoffbedarf
DDK	Dynamische Differenzkalorimetrie
EC	EnviroChemie GmbH
EKF	Edelstahlkerzenfilter
ERF	Edelstahlrundfilter
FTIR	Fourier-Transform-Infrarot
HSRM	Hochschule RheinMain
IKA	Industrieparkkläranlage
IUVT	Institut für Umwelt- und Verfahrenstechnik
LOQ	Bestimmungsgrenze (limit of quantification)
MKA	Multikriterien-Analyse
MP	Mikroplastik
MPF	Mikroplastikfasern
MPP	Mikroplastikpartikel
MPV	Mikroplastikverluste
MSB	Magnetische Suszeptibilitätswaage (Engl.: Magnetic susceptibility)
NBR	Nitrile Butadiene Rubber
NF	Nanofiltration
NPOC	Nicht austreibbarer organischer Kohlenstoff
PA	Polyamid
PAC	Polyaluminiumchlorid
PAN	Polyacrylnitril
PE	Polyethylen
PE-HD	Polyethylen hoher Dichte (Engl.: high density)
PE-LD	Polyethylen niedriger Dichte (Engl.: low density)
PET	Polyethylenterephthalat
PMMA	Polymethylmethacrylat
PP	Polypropylen
PS	Polystyrol
PVC	Polyvinylchlorid
RW	Reinwasser
TNb	Gesamter gebundener Stickstoff
TOC	Total Organic Carbon (gesamter org. Kohlenstoff)
TP	Teilarbeitspaket
TS	Total Solids, Trockensubstanzgehalt
TSS	Total Suspended Solids
TU-AT	Technische Universität Darmstadt Fachgebiet Abwassertechnik
TU-AW	Technische Universität Darmstadt Fachgebiet Abwasserwirtschaft
UF	Ultrafiltration
WFR	Wiederfindungsrate

1 Aufgabenstellung

1.1 Motivation

Motivation (Hauptautoren: EnviroChemie GmbH (EC))

Im Gewässer werden Plastikpartikeln mit einer Größe bis zu 5 mm als Mikroplastik (MP) bezeichnet. Schätzungen von Breuninger et al. (2016) zufolge stammen die Plastikfragmente, die in europäischen Gewässern gefunden werden zu großen Teilen aus Pellets und Kunstfasern aus Textilien (jeweils ca. 50.000 t/a). Pellets werden als Grundmaterial für die Herstellung von Kunststoffgütern eingesetzt. Pellets können bei der Produktion (Redford et al. 1997), dem Transport und der Weiterverarbeitung in Industrieabwässer und, je nach Rückhalt in der industriellen Abwasserreinigungsanlage, in Gewässer gelangen. Nachweislich ist die Belastung von Oberflächengewässern durch MP in unmittelbarer Nähe zu Standorten der Pelletproduktion erhöht (Driedger et al. 2015; Lechner und Ramler 2015; Lechner 2014; Vianello et al. 2013; Zbyszewski und Corcoran 2011).

Zum Mikroplastikgehalt von Abwasserströmen unterschiedlicher Industrien oder zur Abscheideleistung industrieller Abwasserreinigungsanlagen und somit zu deren Beitrag zur Gesamtproblematik liegen bislang allerdings noch sehr wenig Daten vor. Aktuelle Studien beziehen sich überwiegend auf kommunale Abwasserreinigungsanlagen. In allen vorliegenden internationalen Studien wurde MP in Form von Textilfasern und Pellets im Zulauf und Ablauf gefunden (Bertling 2015; Mintenig et al. 2014; Murphy et al. 2016; Wagner et al. 2014; Brandsma et al. 2013). Der Rückhalt in Abwasserreinigungsanlagen hängt neben der Art und Form des Mikroplastiks, auch von den vorhandenen Verfahrensstufen ab. Ein Vergleich verschiedener Technologien (z.B. Filtration, Sedimentation, Flotation) ist bisher nicht möglich, da nur wenige Verfahrensstufen betrachtet wurden und mit den eingesetzten Nachweismethoden eine Bilanzierung von MP in Zu- und Ablauf mit großer Messunsicherheit behaftet ist. Probenahme, Probenahmeaufbereitung und Analyse sind komplex, aufwendig und noch kaum standardisiert. Somit besteht großer internationaler Forschungsbedarf vor allem bei der Erfassung von Plastikpartikeln aus Industrieabwässern und deren zuverlässiger Rückhalt, besonders bei hochbelasteten Wässern (Driedger et al. 2015; Lassen et al. 2015).

Um die Plastikbelastung der Umwelt heute und zukünftig zu minimieren, erfordert es interdisziplinäre Ansätze, die Kooperation zwischen Einleitern aus Industrie und Kommunen, sowie Universitäten und Verbraucher:innen (Barjenbruch und Venghaus 2016). Sollen industrielle Plastik-Emissionen bewertet werden, muss die gesamte Wertschöpfungskette betrachtet werden: Kunststoffproduktion, -transport und -weiterverarbeitung. Es müssen Quellen und Senken von MP ausgemacht, sowie, unter technischen und ökonomischen Gesichtspunkten, realisierbare Lösungen erarbeitet werden.

Die Abwasserreinigungsanlagen der Kunststoff-produzierenden Industrie bestehen, je nach Anbindung an einen Industriepark, aus einer Vielzahl an Kombinationen von mechanischen, biologischen und chemischem Verfahrensstufen. Gleiches gilt für Unternehmen, die Plastikpellets weiterverarbeiten. Es ist wenig über deren Mikroplastik-Abscheideleistungen bekannt. Entlang der Wertschöpfungskette finden sich zudem Transportverluste, vor allem bei Verladevorgängen und in den Waschwässern der Tankwageninnenreinigung.

Die Vereinigung PlasticsEurope hat mit der Zielsetzung „Zero Pellet Loss“ umfassende Strategien zur Minimierung von Produktverlusten vorgegeben, an der sich bereits viele Unternehmen wie z.B. die Covestro AG beteiligen. Die tatsächlichen Mikroplastikfrachten im Produktionsabwasser sind jedoch noch zu erfassen, insbesondere bei Unternehmen, die noch nicht auf „Zero Pellet Loss“ auditiert wurden.

Eine umfassende Analyse von Rohabwasserströmen aus Pelletproduktion, -transport und -weiterverarbeitung, sowie die Bilanzierung der verschiedenen Verfahrensstufen, sind daher notwendig, um den tatsächlichen Pelleteintrag zu bewerten. Gleichzeitig müssen die Abwasserreinigungstechnologien dahingehend optimiert werden, dass Pellets sicher abgeschieden werden und keine Betriebsprobleme verursachen. So erhobene Daten können als Grundlage zur

Bewertung des Eintrags durch Industriebetriebe dienen. Ziel und Anspruch ist es, Lösungsansätze zu entwickeln und Optimierungspotential aufzuzeigen, so dass der Eintrag von MP über Industrieabwasser in die Gewässer reduziert werden kann.

Vor dem Hintergrund der steigenden Gewässerbelastung durch MP muss der Erfassung der Massenströme von Plastik in den Wasserkreislauf und zeitgleich der Abtrennung aller erfassbaren Massenströme höchste Priorität gelten.

1.2 Wissenschaftliche und technische Arbeitsziele

Wissenschaftliche und technische Arbeitsziele (Hauptautoren: EC)

Aus der einleitend skizzierten Einschätzung zum Stand der MP-Emissionen über den Industriewasserweg ergaben sich im Konsortium folgende notwendige wissenschaftliche und technische Zielstellungen:

I. Identifikation und Bezifferung der wichtigsten industriellen Plastikemissionen

Aus dem ersten übergeordneten Ziel, der Identifikation und Bezifferung der wichtigsten industriellen Plastikemissionen, ergeben sich folgende Arbeitsziele:

- Umfassende Datenaufnahme zu Produktions- und Verarbeitungsprozessen und Identifikation möglicher Emissionsstellen
- (Weiter)-Entwicklung analytischer Methoden
 - Etablierung eines einheitlichen Probenahme- und Probeaufbereitungsprotokolls für Plastikpartikeln in heterogenen Wassermatrizen in großen Volumenströmen
 - Entwicklung einer weitgehend automatisierten Raman-Spektroskopie-Messung und Auswertung zur Charakterisierung der Plastiksarten
 - Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK)-Methodenentwicklung zur qualitativen und quantitativen Analyse von Plastiksarten in heterogenen Proben
 - Abgleich nasschemischer Analysemethoden mit weiterführender Partikelanalytik in Korrelation mit DDK und Raman-Spektroskopie
- Umfassende Messkampagnen zur Aufnahme der Plastikemissionen einzelner Industriebetriebe zur Erstellung einer einheitlichen Datenbasis

II. Bewertung und Optimierung von Abwasserreinigungsanlagen hinsichtlich der Plastikpartikelentfernung

Das zweite übergeordnete Arbeitsziel, die Bewertung und Optimierung von Abwasserreinigungsanlagen hinsichtlich der Plastikpartikelentfernung, führt zu folgenden wissenschaftlichen und technischen Arbeitszielen:

- Tracer-Tests
 - Entwicklung eines Tracer-Tests mit magnetischen plastikähnlichen Modellpartikeln zur zuverlässigen und einheitlichen Bilanzierung verschiedener Systeme
 - Synthetisieren von Modell- und Referenzpartikeln für diese Tracer-Tests
- Verfahrensbewertung
 - Erfassen der Plastikpartikelentfernungsleistung gängiger Verfahrenstechniken in Abwasserreinigungsanlagen
 - Expert:innengestütztes Zukunftsszenario zu den Anforderungen, Treibern und Hemmnissen als Entwicklungskorridor für möglichst passfähige Abwasserreinigungsanlagen
 - Ableitung einer Bewertungsmatrix und spezifischer Kennzahlen als Entscheidungsinstrument für den Einsatz der Verfahrenstechniken zur Plastikpartikelentfernung und möglicher Optimierungsnotwendigkeiten

- Verfahrensentwicklung und -optimierung
 - Konstruktive Anpassungen zur Verbesserung der Plastikpartikelentfernungsleistung und Vermeidung von Betriebsproblemen durch Plastikpartikel und Plastikpellets
 - Entwicklung von Flockungsmitteln zur gezielten Agglomeration von Plastikpartikeln, um deren Entfernung aus Abwasser zu erleichtern
 - Minimierung zeitlicher Variationen des Mikroplastikeintrags und Steigerung der Energie- und Ressourceneffizienz technischer Abscheideverfahren durch Einsatz online-fähiger Messtechnik
 - Erarbeitung von Ansätzen zur Vermeidung von Plastikemissionen durch Anpassungen im industriellen Produktions- bzw. Verarbeitungsprozess
 - Frühzeitig einsetzendes (verbundinternes) Innovationsmanagement zur Ausgestaltung der Optimierungsansätze und Vermeidungsstrategien
 - Expert:innengestütztes Kriterien- und Indikatoren-Set für die Analyse und Nachhaltigkeitsbewertung der entwickelten Optimierungsansätze und Entwicklung von Implementierungs- und Diffusionsstrategien

Ein Überblick zu den Zuständigkeiten im Verbundprojekt ist in Abbildung 1 gegeben: Industrielle Eintragspfade von Plastik in die Umwelt wurden durch die TU Darmstadt AT (Prof. Markus Engelhart, Luisa Barkmann) identifiziert und bewertet. Probennahme und -aufbereitung sowie die Analytik der Plastikpartikeln wurden durch die TU Darmstadt AW (Prof. Susanne Lackner, Hajo Bitter) und Hochschule Rhein Main (Prof. Jutta Kerpen, Sebastian Wolff, Felix Weber) durchgeführt. Ein Tracer-Test (TU Darmstadt AW: Prof. Susanne Lackner, Hajo Bitter) wurde mit von BS-Partikel (Dr. Kyriakos A. Eslahian, Dr. Cornelia Hunger) synthetisierten Modellpartikeln durchgeführt und gab Aufschluss über die Eliminationsleistung einzelner Verfahren zur Abwasserbehandlung. Die Verfahren wurden bewertet und optimiert, sowie neue Technologien entwickelt (EnviroChemie: Dr. Bitter (ehemals Gilbert), Mark Masch). Das gesamte Projekt wurde von einer Nachhaltigkeits- und Multikriterienanalyse durch inter 3 begleitet (Wolf Raber, Dr. Anja Steglich, Joke Czapla).

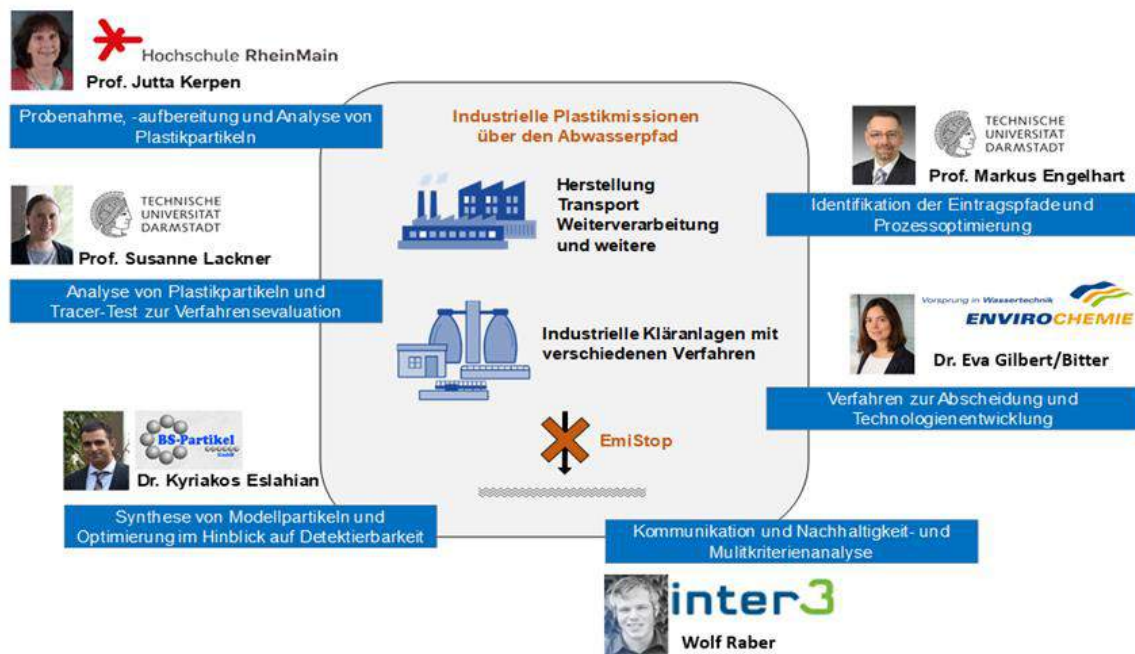


Abbildung 1: Projektpartner des Verbundprojekts EmiStop mit Zuständigkeiten

2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde (Hauptautoren: EC)

Alle in diesem Verbundvorhaben zusammenarbeitenden Projektpartner konnten die für die Realisierung des Projektvorhabens notwendigen Kompetenzen einbringen. Die Hochschule RheinMain (HSRM) sowie die Fachbereiche Abwassertechnik und Abwasserwirtschaft der TU-Darmstadt (TU-AT, TU-AW) erfüllten alle Voraussetzungen um die Umsetzung der Probenahme und -aufbereitung sowie die entsprechende Analytik (Raman-Mikrospektroskopie und dynamische Differenzkalorimetrie) durchzuführen (Laborausstattung, Messtechnik). Die EC sowie die TU Darmstadt (primär über das Fachgebiet Abwassertechnik) konnten durch ihr umfangreiches Netzwerk zur Industrie entsprechende erste Kontakte herstellen. Der geographische Schwerpunkt im Rhein-Main-Gebiet erleichterte nicht nur die Kommunikation innerhalb des Konsortiums, sondern auch die Organisation und Umsetzung der Probenahmen. Im Verlaufe des Projekts nutzte EnviroChemie seine engen Kontakte zur Industrie um den Projektpartnern Betriebsbegehungen und Probenahmen zu ermöglichen. Zudem half dieses Netzwerk, die richtigen Teilnehmer:innen für die Expert:innenbefragungen (Delphi-Befragung) zu finden. Insbesondere für die Ergebnisverwertung (Multikriterielle Bewertungsmatrix, Handlungsempfehlungen) waren die Kontakte von EnviroChemie und der TU Darmstadt wichtige Voraussetzung zur erfolgreichen Bewältigung der Zielstellung. Dennoch war der Prozess Vertrauen zu den Kunden aufzubauen, zum Teil unterstützt durch Geheimhaltungsvereinbarungen, langwieriger und intensiver als vermutet. Die BS-Partikel GmbH (BS) verfügte über die entsprechenden Geräte zur Herstellung und Evaluierung der Modell- und Tracerpartikel. Sie konnten diese in Abhängigkeit des Entwicklungsfortschrittes der Herstellungsverfahren gemäß Vorhabensbeschreibung in ausreichender Menge und Form den Partnern für weitergehende Versuche zur Verfügung stellen. EnviroChemie konnte durch die eigene Produktionshalle und Werkstatt, den Membranversuchsteststand zeitig umbauen und auch sonstige konstruktive Änderungen vornehmen. Durch die Labore und interne Produktentwicklung von EnviroChemie, konnten die Flockungshilfsmittel zügig entwickelt und in Labor-, Pilot- und Großanlagen getestet werden. Chemikalien und Pilotanlagen wurden den Partnern nach Bedarf zur Verfügung gestellt. Mit seinem stark interdisziplinär aufgestellten Team konnte inter3 die sozioökonomische Komponente des Projekts stärken. Konzepte und Tools zur Realisierung der Expert:innenbefragung, der multikriteriellen Analyse oder Webkonferenz waren vorhanden.

3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Planung und Ablauf des Vorhabens (Hauptautoren: EC)

Um die ambitionierten Ziele von EmiStop innerhalb der Laufzeit des Verbundprojektes zu erreichen, war eine klare Projektstruktur notwendig. Diese wurde mit insgesamt 20 Teilarbeitspaketen (TP), verteilt auf 8 thematische Arbeitspakete (AP) realisiert, die sich wie in Abbildung 2 dargestellt, 5 Kategorien (*Kommunikation und Technologiebewertung*, *Industrielle Plastik-Emissionen*, *Verfahren zum Rückhalt*, *Technologieentwicklung* und *Analytische Methoden*) zuordnen lassen. Die Schnittstellen der Arbeitspakete und Kategorien sind mit blauen Pfeilen gekennzeichnet und werden in Tabelle 1 näher aufgeführt.

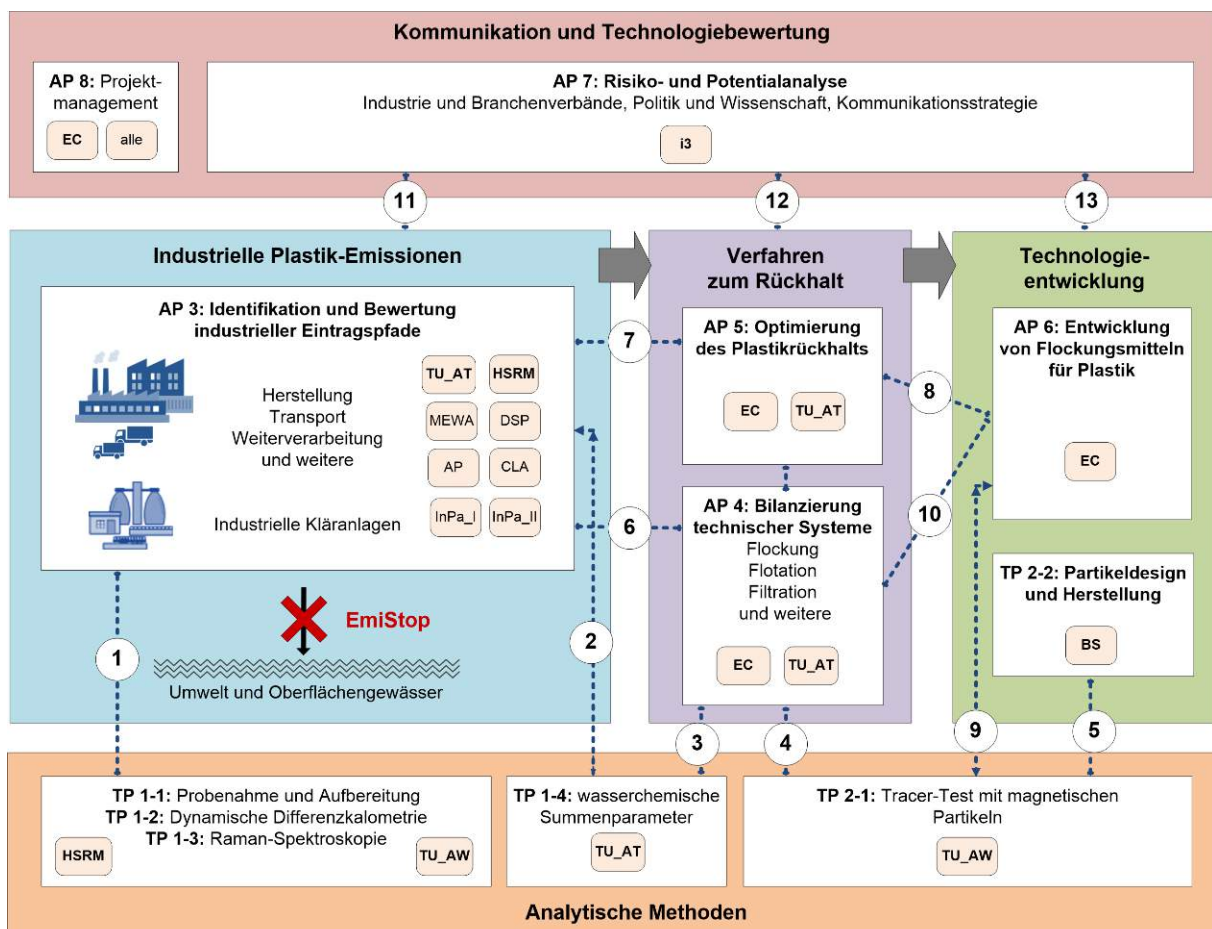


Abbildung 2: Aufbau und Schnittstellen, sowie Datentransfer des Verbundprojekts EmiStop

In AP1 und AP2 wurden übergreifend Analysemethoden und Tracer-Tests entwickelt. AP3 diente der Identifikation industrieller Eintragspfade entlang der Wertschöpfungskette. In AP4 wurden bestehende Abscheidetechnologien evaluiert, darauf aufbauend in AP5 konstruktive Optimierungen eingeführt und getestet sowie in AP 6 die Entwicklung von Flockungshilfsmitteln vorangetrieben. AP 7 vermittelte eine Teilprojekt-übergreifende Perspektive in Form eines Expert:innen-Delphis zu wahrscheinlichen Entwicklungskorridoren der ausgewählten Industriebranchen zum Thema Plastik und Gewässer (verbundinternes Innovationsmanagement). Außerdem unterstützte es mit einer multikriteriellen Analyse und Bewertung die Nachhaltigkeitsbewertung der erarbeiteten Optimierungsansätze und Vermeidungsstrategien und lieferte Strategieoptionen für eine Implementierung und Verbreitung der Ergebnisse aus dem Projektverbund. Im AP 8 wurden die Projektergebnisse mit Hilfe eines

Expert:innengremiums in Form von Leitlinien aufbereitet und in Fachöffentlichkeit und Gesellschaft kommuniziert. Insgesamt trug das Vorhaben durch den Diskurs mit Industrie, Wissenschaft und Gesellschaft zur Versachlichung der Diskussion auf Grundlage belastbarer Daten bei. Die Vermarktung neuer Technologien, Flockungshilfsmittel und Nachweisverfahren stehen im Fokus der wirtschaftlichen Ergebnisverwertung durch die Projektpartner.

Tabelle 1: Schnittstellendefinition zugehörig zu Abbildung 2

Nr.	Schnittstelle
1	Wechselseitiger Datenaustausch: Probenahmestellen und Analysenergebnisse
2	Erfassung von Betriebsdaten und Abgleich mit wasserchemischen Summenparametern
3	Abgleich der Datenerfassung zu Summenparametern und Anwendung in Labor- und Pilotversuchen
4	Quantifizierung des Rückhalts in technischen Systemen unter Einsatz eines Tracer-Tests
5	Zulieferung spezieller Modellpartikeln für Tracer-Test und Rückkopplung der Testergebnisse in Partikelproduktion
6	Wechselseitiger Datenaustausch zur Abscheideleistung verschiedener Verfahren
7	Konstruktive Optimierung im Pilotversuch gibt Hinweise für großtechnische Anpassungen
8	Iterativer Entwicklungsprozess für Flockungsmittel durch Verfahrenstests in Labor und Pilot
9/10	Einsatz des Tracer-Tests zur Quantifizierung des erhöhten Rückhalts durch FM-Entwicklung
11	Delphi-Befragung zu Relevanz und Risikobewusstsein in der Industrie, Politik und Wissenschaft
12	Einspeisung von technischen Kennwerten in Risiko- und Potenzialanalyse
13	Ableitung von Marktpotenzial aus Technologieentwicklung und Diffusionsstrategien

Durch die COVID 19 Pandemie wurde die für die geplanten Betriebsbegehungen und Probenahmen notwendige Reisetätigkeit stark eingeschränkt bzw. waren teilweise gar keine Dienstreisen möglich. Die Labore der Projektpartner mussten zeitweise vollständig geschlossen werden. Durch die im weiteren Projektverlauf fortdauernden Zugangsbeschränkungen und gültigen Hygienekonzepte war der Laborbetrieb seit Pandemiebeginn nur eingeschränkt möglich, was zu wesentlich längeren Probenbearbeitungszeiten führte. Bei vielen Industriepartnern hat sich die Kooperation ebenfalls stark verzögert. Durch die eingeschränkte Produktion in der Branche (Kurzarbeit, Produktionsstillstände) konnten für einen längeren Zeitraum keine Prozesswässer unter Normalbedingungen entnommen werden. Die Probenahmen erforderten zusätzlichen Planungsaufwand. So mussten jeweils individuelle Sicherheits- und Hygienekonzepte der einzelnen Industriebetriebe eingehalten werden.

Diese Umstände haben zu Verzögerungen im Gesamtprojekt und bei zwei Projektpartnern (HS RheinMain und TU Darmstadt) zu Mehraufwand geführt. Auf die ursprünglich guten Voraussetzungen für die planmäßige Fertigstellung des Projekts hatte dies einen negativen Einfluss. Deshalb beantragten EC, BS und inter3 eine kostenneutrale sowie beide Fachgebiete der TU-Darmstadt (TU-AT und TU-AW) und die HSRM eine geförderte Verlängerung um 6 Monate. Die sich durch die allgemeinen und Pandemie bedingten Umstände ergebenden Änderungen des Arbeitsplans sind in Tabelle 2 dargestellt. Änderungen zum ursprünglichen Zeitplan sind farblich intensiver dargestellt.

Tabelle 2: Angepasster Zeit- und Arbeitsplan des Verbundprojekts EmiStop

Arbeitspakete (AP), Teilarbeitspakete (TP)	Leitung	Mitarbeit	2018				2019				2020				2021	
			Q1	Q2	Q3	Q4	Q1	Q2	Q3	Q4	Q1	Q2	Q3	Q4	Q1	Q2
AP 1 <u>Analytische Methoden für Plastikpartikel</u>																
TP 1-1 Probenahme und Aufbereitung	HSRM	TU-AW														
TP 1-2 Dynamische Differenzkalometrie (DDK)	TU-AW	HSRM														
TP 1-3 Mikro-Raman-Spektroskopie	HSRM	TU-AW														
TP 1-4 Wasserchemische Summenparameter	TU-AT	TU-AW, EC, HSRM														
AP 2 <u>Tracer-Tests</u>																
TP 2-1 Suszeptibilitätsverfahren mittels magnetischer Suszeptibilitätswaage	TU-AW	BS														
TP 2-2 Partikeldesign: Partikeldichte, Chemismus, Magnetismus und Form	BS	TU-AW														
AP 3 <u>Identifikation industrieller Eintragspfade</u>																
TP 3-1 Identifikation relevanter Branchen und d Eintragspfade	TU-AT	EC, HSRM, TU-AW														
TP 3-2 Charakterisierung und Quantifizierung der Plastikemissionen	HSRM	TU-AW, TU-AT														
TP 3-3 Bewertung von Plastikemissionen	TU-AT	HSRM, TU-AW, EC														
AP 4 <u>Bilanzierung technischer Systeme</u>																
TP 4-1 Laborversuche z. Auswahl v. Abwasserströmen u. Verfahrenstechniken	EC	TU-AT, TU-AW														
TP 4-2 Bilanzierungsversuche im Pilotmaßstab	EC	TU-AT, TU-AW														
TP 4-3 Evaluierung vorhandener Verfahrenstechnik im großtechnischen Maßstab	TU-AT	EC														
AP 5 <u>Optimierung des Plastikrückhalts</u>																
TP 5-1 Konstruktive Verfahrensoptimierung	EC	TU-AT, TU-AW														
TP 5-2 Prozessoptimierung und Vermeidungsstrategien	TU-AT	EC, I3														
AP 6 <u>Entwicklung von Flockungsmitteln für Plastik</u>																
TP 6-1 Entwicklung Flockungsmittel	EC	TU-AT														
TP 6-2 Validierung Flockungsmittel mit Tracer-Tests	EC	TU-AW, TU-AT														
AP 7 <u>Risiko- und Potenzialanalyse</u>																
TP 7-1 Delphi-Befragung von Industrie und Branchenverbänden, Politik u. Wissenschaft	I3	TU-AT, TU-AW, HSRM, BS, EC														
TP 7-2 Delphi-Befragung zu Nachhaltigkeitskriterien und Indikatoren	I3	TU-AT, TU-AW, HSRM, BS, EC														
AP 7-3 Multikriterienanalyse	I3	TU-AT, TU-AW, HSRM, BS, EC														
AP 8 <u>Management und Kommunikation</u>	EC	I3, BS, TU-AW, TU-AT, HSRM														
M <u>Meilensteine</u>	alle Partner															
Identifikation von Eintragspfaden / Verfahren zum Rückhalt / Technologieentwicklung / analytische Methoden / Kommunikation und Bewertung																

4 Stand des Wissens und der Technik

Stand des Wissens und der Technik (Hauptautoren: HSRM, Technische Universität Darmstadt Fachgebiet Abwassertechnik (TU-AT), Technische Universität Darmstadt Fachgebiet Abwasserwirtschaft (TU-AW))

Mikroplastik wurde bereits in allen aquatischen Umweltmatrizes nachgewiesen: In Meeren (Schönlau et al. 2020; Lorenz et al. 2019), Oberflächengewässern (Mintenig et al. 2020; Mani et al. 2015; Leslie et al. 2017) und Sedimenten (Leslie et al. 2017; Xu et al. 2020; Dodson et al. 2020). Auch in der Nahrungskette ist MP nachgewiesen, beispielsweise in Schalentieren (Devriese et al. 2015; Li et al. 2018), Fischen (Bessa et al. 2018), Mineralwasser (Giese et al. 2021; Schymanski et al. 2018; Oßmann et al.) und Trinkwasser (Weber et al. 2021; Kirstein et al. 2021; Pivokonský et al. 2020; Pivokonsky et al. 2018). (Öko-)toxikologische Studien zeigen, dass potenziell schädliche organische Substanzen an MP adsorbieren (Mato et al. 2001). Gelangen diese Stoffe über die Nahrungskette in einen Organismus, reichern sie sich im Fettgewebe an (Batel et al. 2016). Neben Chemikalien kann MP auch als Vektor für pathogene Mikroorganismen dienen, die durch das MP zwischen Umweltkompartimenten, Ökosystemen oder in die Nahrungskette transferiert werden können (Miklos et al. 2016). Auch Additive (bspw. Weichmacher) in den Kunststoffen stellen ein Risiko dar (Teuten et al. 2009; da Costa Araújo et al. 2020).

Für Aussagen über das tatsächliche Risiko durch MP, muss die Exposition gegenüber dem untersuchten Stoff bekannt sein. Das heißt, die Konzentration von MP in Umweltmedien bzw. in Lebensmitteln müssen ermittelt werden. Die Analytik von MP in Umweltmatrizes ist komplex (Lusher et al. 2020), sodass es noch keine standardisierten Analyseverfahren gibt. Ergebnisse sind kaum vergleichbar. Fehlende Daten zur Repräsentativität von Ergebnissen und der Eignung von Methoden erschweren die Interpretation. Studien mit bereits als ungeeignet beschriebenen Methoden verzerren die Datenlage (Montecinos et al. 2020; Pimpke et al. 2020). Um Qualitätsanforderungen (Brander et al. 2020; Cowger et al. 2020) zu entsprechen, müssen Analysemethoden und ihre Probenaufbereitungsverfahren durch Wiederfindungsraten (WFR), Blindwerte (BW) und statistische Methoden validiert werden.

Neben dem Defizit an Validierung und Standardisierung in der MP-Analytik, stellt das fehlende Wissen über Quellen von MP eine Herausforderung dar. Während kommunale Kläranlagen in mehreren Studien untersucht wurden (Long et al. 2019; Conley et al. 2019; Wolff et al. 2019; Mintenig et al. 2017), sind industrielle Emissionen bisher weitgehend unbekannt. Außerhalb des Projekts EmiStop existieren keine Studien zu MP-Emissionen der kunststoffverarbeitenden Industrie.

Abwässer anderer Industriezweige wurden von Franco et al. (2020) und Wang et al. (2020) untersucht. Zhou et al. (2020) verglichen MP-Konzentration in einem Fluss mit ökonomischen Daten, um auf den Einfluss der Industrie zu schließen. Die Autoren untersuchten das Wasser des Flusses Tuojiang (China) in sieben am Fluss gelegenen Städten auf MP ($\geq 50 \mu\text{m}$). Durch eine Korrelationsanalyse untersuchten sie den Zusammenhang zwischen Industrie und MP-Konzentration im Fluss. Dazu wurden die Bruttoinlandsprodukte der primären (Landwirtschaft, Rohstoffförderung), sekundären (verarbeitende Industrie) und tertiären (Dienstleistung) Wirtschaftssektoren an den Probenahmestellen herangezogen. Die Produktion im primären Sektor wurde nicht als Einflussgröße auf die MP-Konzentration im Fluss identifiziert. Der tertiäre Sektor wies Anzeichen einer Korrelation auf (nicht signifikant). Das Produktionsvolumen im sekundären Sektor wies eine signifikante Korrelation mit der MP-Konzentration im Fluss auf (siehe Abbildung 3). Die Kunststoff- und kunststoffverarbeitende Industrie ist Teil des sekundären Sektors. Es ist wahrscheinlich, dass MP über industrielles Abwasser in den Fluss eingetragen wird. Daneben kann ein durch die Industrie erhöhter Eintrag von Makroplastik eine Rolle spielen. (Zhou et al. 2020).

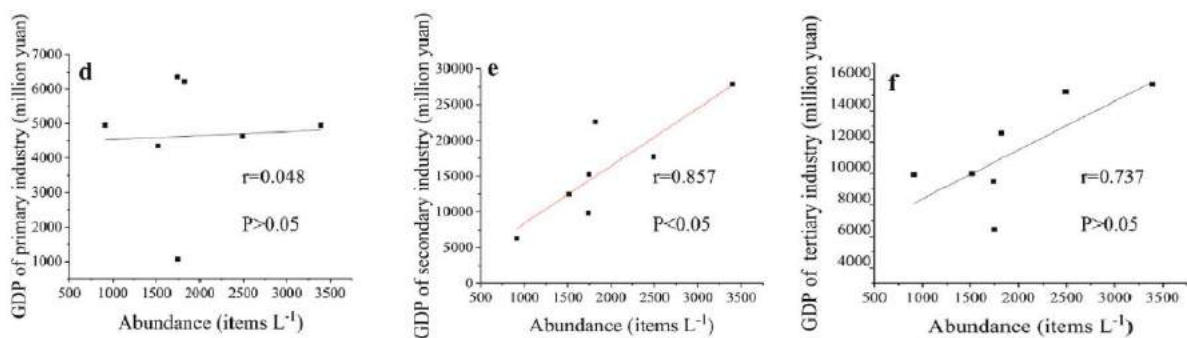


Abbildung 3: Korrelation zwischen MP-Konzentration im Tuojiang und den Wirtschaftssektoren (Zhou et al. 2020)

Wang et al. (2020) untersuchten neben dem Ablauf kommunaler Kläranlagen den Ablauf industrieller Kläranlagen sowie in die kommunalen Kläranlagen eingeleitete Industrieabwässer. Zwei industrielle Kläranlagen reinigen Abwässer der Textilindustrie, eine Abwässer des Maschinenbaus, eine der Stahlverarbeitung und eine der chemischen Industrie. Die in die betrachteten kommunalen Kläranlagen eingeleiteten Industrieabwässer stammen aus der chemischen Industrie ($n=4$), der Galvanisierungstechnik ($n=4$) und dem Maschinenbau ($n=2$). Daneben wurden Abwässer von landwirtschaftlichen Betrieben (Fischfarmen, Viehzucht) untersucht. Es wurden 2 L Stichproben enzymatisch (Cellulase) und mit Fentons Reagenz aufbereitet. Eine Dichteseparation wurde mit ZnCl_2 ($\rho = 1,6 \text{ g ml}^{-1}$) durch Zentrifugation durchgeführt. MP wurde mikroskopisch aussortiert. Der Polymertyp wurde mittels Ramanspektroskopie bestimmt. Der Blindwert (BW) wurde mit Mikroplastikpartikel (MPP) bzw. Mikroplastikfasern (MPF) pro BW angegeben. Die Wiederfindungsrate (WFR) für Partikel zwischen $400 \mu\text{m}$ - $600 \mu\text{m}$ Größe lag im Bereich 80-100 %. Die Bestimmungsgrenze lag bei $< 100 \mu\text{m}$ (sic!). In den behandelten Industrieabwässern wurde im Mittel eine Konzentration von $8.400 \pm 2.300 \text{ MP m}^{-3}$, in den unbehandelten Abwässern $15.400 \pm 8.600 \text{ MP m}^{-3}$ festgestellt (siehe Tabelle 3).

Tabelle 3: Ablaufkonzentrationen verschiedener Industriebetriebe, Art der Abwasserbehandlung (Wang et al. 2020)

	Industrie	Anlagentyp	Ablaufkonzentration in MPP m ³
Industrielle Kläranlagen	Textilindustrie	Biologisch (Anaerob-Aerob)	9.000
	Maschinenbau	Biologisch (Cyclic Activated Sludge, Aerob-Festbettreaktor)	8.000
	Chemische Industrie	Biologisch (Anaerob-Anoxisch-Aerob)	6.000
	Textilindustrie	Biologisch (Anaerob-Aerob)	12.000
	Stahlverarbeitung	Biologisch (Aerob-Festbettfilter)	7.000
Industrielle Abwässer	Chemische Industrie		15.000
	Chemische Industrie		13.000
	Chemische Industrie		15.000
	Galvanisierung		8.000
	Galvanisierung		8.000
	Chemische Industrie		23.000
	Maschinenbau		36.000
	Galvanisierung		11.000
	Galvanisierung		8.000
	Maschinenbau		17.000

Die Korrelation von Zhou et al. (2020) zwischen Industrie und der MP-Konzentration in Flüssen, in die Abwässer eingeleitet werden, wird durch die Daten von Wang et al. (2020) nicht bestätigt. Die Konzentrationen der Abläufe der kommunalen Kläranlagen (stellvertretend für den tertiären Sektor) lagen im Mittel bei $14.400 \pm 6.000 \text{ MP m}^{-3}$ und die der landwirtschaftlichen Betriebe (primärer Sektor) bei $19.500 \pm 11.600 \text{ MP m}^{-3}$. Am häufigsten werden von Wang et al. (2020) PE, PP und PS identifiziert (siehe Abbildung 4). Dies korreliert mit den am häufigsten hergestellten Kunststoffen (PlasticsEurope).

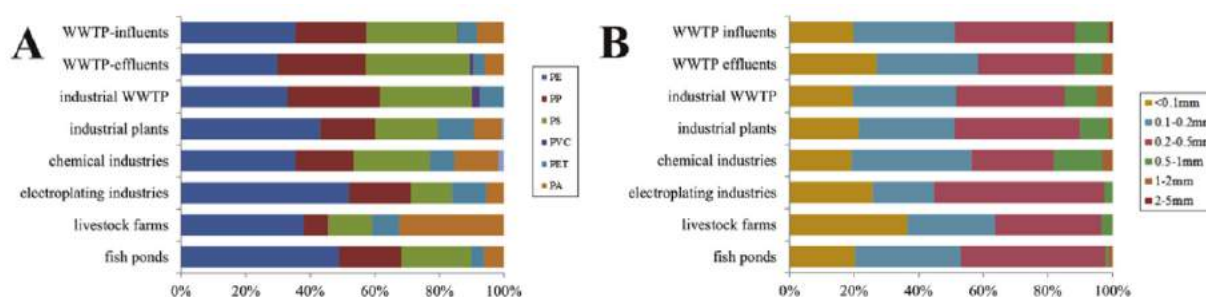


Abbildung 4: Polymerverteilung (A) und Größenverteilung (B) bei Wang et al. (2020)

Franco et al. (2020) untersuchten zwei Industriekläranlagen in Südspanien. Eine Kläranlage reinigt Abwässer eines Industrieparks (Käseproduktion, Schlachtereier, Lederwarenherstellung, Kartoffelverarbeitung, Möbelherstellung, Marmorverarbeitung). Die zweite Kläranlage reinigt Abwässer einer Werft. Proben wurden als einzelne Stichproben volumenreduziert durch Kaskadenfiltration ($1.000 \mu\text{m}$, $355 \mu\text{m}$, $100 \mu\text{m}$) genommen. Zuläufe wurden mit $5 - 10 \text{ L}$, Abläufe mit $20 - 25 \text{ L}$ beprobt. Nach Trocknung der Proben bei 75°C wurden die Proben durch Fentons Reagenz und einer Dichteseperation mit NaCl (5 M) aufbereitet. MP wurde mikroskopisch bestimmt, der Polymertyp durch Fourier-Transform-Infrarot (FTIR) Spektroskopie. Die Bestimmungsgrenze lag bei einem Partikeldurchmesser von $100 \mu\text{m}$.

Franco et al. (2020) geben die in Tabelle 4 gezeigten Zu- und Ablaufkonzentrationen gemeinsam mit Eliminationsraten von 96% (Industriepark) bzw. 92% (Werft) an. Auf Basis der angegebenen Daten liegt die Eliminationsrate des Industrieparks allerdings bei 72% , im Ablauf des gereinigten Werftabwassers wird sogar rund siebenmal mehr MP detektiert als im Zulauf. Die Daten der Studie sind daher bedingt glaubwürdig.

Tabelle 4: MP-Konzentration im Zu- und Ablauf zweier industrieller Kläranlagen (Franco et al. 2020)

	Abwasser-behandlung	Abwasseranfall	Zulaufkonzentration	Ablaufkonzentration
Industriepark	Biologisch, Keine P- und N-Elimination	$73.000 \text{ m}^3 \text{ a}^{-1}$	87.000 MP m^{-3}	24.000 MP m^{-3}
Werft	Biologisch, Keine P- und N-Elimination	$30.000 \text{ m}^3 \text{ a}^{-1}$	16.000 MP m^{-3}	$119.000 \text{ MP m}^{-3}$

Unter Vernachlässigung der falsch angegebenen Eliminationsrate, kann ein höherer Zu- als Ablaufwert mit der Probenahme (Einfachbestimmung, geringe Volumina, hohe Bestimmungsgrenze), die nicht repräsentativ war, erklärt werden. Daneben spielt die mikroskopische Analysemethode eine Rolle, da MP mikroskopisch nicht zuverlässig identifiziert werden kann (Hidalgo-Ruz et al. 2012; Lenz et al. 2015; L et al. 2016). Es werden keine BW angegeben. Eine Kontamination von Proben während der Aufbereitung ist wahrscheinlich.

Die Größenverteilung entspricht der von Wang et al. (2020), die eine vergleichbare Bestimmungsgrenze hatten. Ein Unterschied der Größenverteilung wurde zwischen Zu- und Ablauf nicht festgestellt (siehe Abbildung 5).

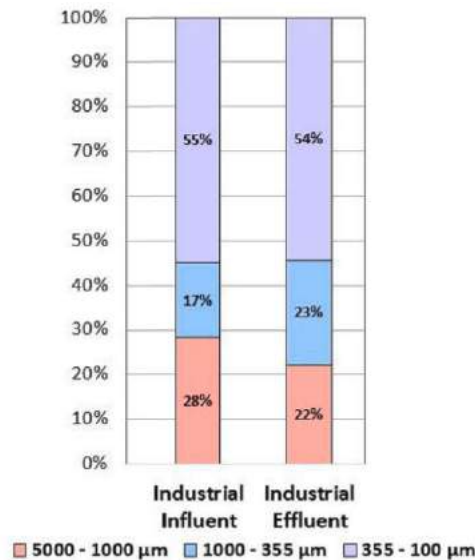


Abbildung 5: Größenverteilung der MP in Zu- und Ablauf bei *Franco et al. (2020)*

Zusammenfassend bleibt festzustellen, dass die Datenlage zu MP in industriellen Abwässern ungenügend ist. Die existierenden Studien weisen methodische Mängel auf (geringe Probenvolumina, keine Repräsentativität der Probenahme, mikroskopische Analysemethoden, mangelnde Qualitätskontrolle). Daher sind die Daten nur begrenzt geeignet, Rückschlüsse auf die Emissionen der Industriebetriebe zu ziehen. Unter Nichtbeachtung dieser Tatsache sind die Analyseergebnisse von *Franco et al. (2020)* und *Wang et al. (2020)* als hoch einzuordnen. Zum Vergleich: Die MP-Konzentration kommunaler Kläranlagen liegt i.d.R. $< 10.000 \text{ MPP m}^{-3} (\geq 10 \mu\text{m})$ (*Wolff et al. 2019; Mintenig et al. 2017*).

Steuerung von Innovationsprozessen

Die zunehmende Gewässerbelastung erfordert die Erfassung der Massenströme von Plastik in die Gewässer und zeitgleich ihre weitgehende Abtrennung. Es bedarf innovativer Technologien, Optimierungsansätze und Vermeidungsstrategien, um industrielle Produktionsprozesse nachhaltig zu optimieren und Plastikverluste zu verringern, sowie Abscheideverfahren, um anfallendes MP effizient zu entfernen. Jedoch treffen dringend erforderliche Technologie- und Prozessinnovationen im Wassersektor insbesondere auf zwei Hemmnisse. Zum einen existiert ein zwar stabiles, aber auch träges Akteurs- und Infrastrukturmilieu. Die gut ausgebaute und kapitalintensive, auf hohem Niveau funktionierende, aber auch stark regulierte Wasserinfrastruktur hat ein außerordentliches Beharrungsvermögen hervorgebracht. Ein solch starres Umfeld macht es dringend notwendigen Technologieinnovationen grundsätzlich schwer. Der heimische Markt schwächelt als Nachfrager für innovative Abwasserentsorgungssysteme und in der Wasserwirtschaft kursiert die Sorge um den deutschen Innovationsvorsprung in der Entwicklung und Anwendung von Wasser- und Abwassertechnologien (*BMU und BMBF 2008; Cuhls 1998; Edler et al. 2007; Mohajeri et al. 2008; Sartorios 2007*). Zum anderen entstehen Technologieentwicklungen zumeist in abgekapselten Räumen. Die Forschungs- und Entwicklungsarbeiten werden dominiert von einem originären Entwicklungsziel (Eigenschaft, Funktionalität), sodass entscheidende zukünftige Aspekte des Technologieeinsatzes am Anlagenstandort und Voraussetzungen einer Breitenanwendung ausgeblendet werden. Damit bleiben Entwicklungs- und Anwendungspotenziale einer Technologie regelmäßig ungenutzt. Die Technologie kommt nicht oder erst

mit erheblicher zeitlicher Verzögerung in die Anwendung. Um die Chancen für eine zukünftige Breitenanwendung innovativer Technologien, Optimierungsansätze und Vermeidungsstrategien von Plastik ins Wasser in den relevanten Industriebranchen zu verbessern sind die Hemmnisse in der Innovationsarena des Wassersektors aufzunehmen und auf einer möglichst frühen Entwicklungsstufe mitzudenken. Damit soll der Entwicklungsprozess zielgerichtet und mit Blick auf eine zukünftige Breitenanwendung erforderlicher Innovationen nachhaltig wirkend gesteuert werden (Rip und Schot 2002).

Der Ansatz eines frühzeitigen Innovationsmanagements wird in der Literatur zwar unterstrichen und propagiert, aber in der Praxis bisher nur selten praktiziert (bis auf wenige Fälle, die dann als best practice-Beispiele hervorgehoben werden, siehe auch Rip und Schot (2002). In Forschungsverbünden mit überwiegend technologischen Zielstellungen sind sie ebenso wenig präsent, zeigen jedoch bei Anwendung eine positive Wirkung auf die Technologieentwicklung und anwendungsorientierte Verbreitung der Ergebnisse (Gehrke et al. 2021). Weiterhin zeichnet sich ab, dass das Innovationsmanagement idealerweise organisatorisch vom Kerngeschäft – also hier dem Forschungs- und Erprobungsprozess – getrennt sein sollte, um den operativen Bereich nicht zu überlasten.

Zur Steuerung von Innovationsprozessen existiert ein bewährtes Instrumentarium, um Innovationsprozesse gezielt zu erkennen, zu analysieren und strategisch zu gestalten. Dazu gehören beispielsweise die Konstellationsanalyse als interdisziplinäres Brückenkonzept für die Nachhaltigkeits-, Technik-, und Innovationsforschung (Kröger und Rückert-John 2012; Schön et al. 2007) und das Kooperationsmanagement für transdisziplinäre Verbünde (Schophaus et al. 2004). Außerdem ist die Delphi-Methode ein etabliertes und anerkanntes Verfahren, das gleichermaßen bei Fragen zu technischen als auch gesellschaftlichen Entwicklungen angewendet wird (Cuhls 1998; Häder 2002). Es handelt sich hierbei um eine Form der Expert:innenbefragung, die meist schriftlich und in mehreren Wellen erfolgt. Die Befragten werden gebeten, zu einer bestimmten These Stellung zu beziehen. Ihre Aussagen werden durch eine:n neutralen Dritte:n zusammengefasst und wenn nötig gegensätzliche Auffassungen kontrastierend gegenübergestellt. Dieses Zwischenergebnis wird an die Expert:innen zurückgespielt, die sich dazu erneut äußern können. Ziel ist, einen Konsens zu erzielen, der dann als Grundlage für die konzeptionelle Weiterentwicklung von Innovationen dienen kann (Entwicklungskorridor) (Raber und Nuñez 2018).

Die ökonomische Bewertung ist ein fester Bestandteil technologisch getriebener Innovationen. Sie ist in ihrem Rahmen nachvollziehbar, schafft dadurch Transparenz, und vergleichende Analysen sind Grundlage der Wahl von Handlungsoptionen (Hanley und Spash 1993). Die Kriterien an sich und deren Gewicht sind jedoch fallspezifisch festzulegen (Tevfik 1996). Obwohl öffentliche wie industrielle Abwasserreinigungsanlagen wirtschaftliche Kriterien zu beachten haben, sind im Sinne der Daseinsvorsorge insbesondere die Wasserqualität aber auch betriebliche Aspekte von übergeordneter Bedeutung. Reine Wirtschaftlichkeitsbetrachtungen reichen nicht aus, um Entscheidungen im Sinne des Gemeinwohls zu treffen, denn es geht um die Nachhaltigkeit von Lebensgrundlagen und der Daseinsvorsorge. Daher muss die Bewertungsgrundlage ökonomischen, betrieblichen und ökologischen Nachhaltigkeitskriterien folgen. Dieses Spektrum decken Multikriterien-Analysen (MKA) ab, indem sie multidimensional monetäre, physikalische und qualitativ fassbare Entscheidungsmerkmale berücksichtigen (Saaty 1990; Nyga et al. 2018). Aus diesem Grund sind sie mittlerweile im Wassersektor ein anerkanntes Bewertungsinstrument (Scholz und Tietje 2002). Dabei gibt es eine Vielzahl unterschiedlicher Verfahren der MKA, die sich grundsätzlich in nutzenbasierte Verfahren (z.B. die Nutzwertanalyse) und so genannte Outranking-Verfahren (z.B. PROMETHEE – Preference Ranking Organisation Method for Enrichment Evaluations) unterscheiden lassen (Zimmermann und Gutsche 1991; Hein et al. 2015). Die Auswahl eines geeigneten MKA-Verfahrens hängt von Untersuchungsmerkmalen wie Datenbeschaffenheit, Stakeholder-Partizipation, Option der Gewichtung etc. sowie dem gewünschten Analyseziel ab.

5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Zusammenarbeit mit anderen Stellen (Hauptautoren: Alle Partner)

Mit unterschiedlichen Gremien von PlasticsEurope Deutschland e.V. wurde ein enger Austausch über geplante Forschungsarbeiten im Rahmen von EmiStop gepflegt und Teilergebnisse Vertreter:innen der Kunststoffindustrie vorgestellt. Am 08.08.2018 wurden mit dem PED Expert:innenteam Marine Litter (unter anderem Vertreter von PlasticsEurope Deutschland e.V., Verband Chemiehandel e.V., Covestro, Vestolit, DuPont und Umweltbundesamt) in Frankfurt a.M., Ansätze zur Erfassung und Verhinderung industrieller Plastikemissionen vorgestellt. In einem zweiten Vortrag am 13.02.2019 wurden Ansätze von betrieblichen Umweltmanagementsystemen zur Minimierung von Pelletverlusten der Industrie, sowie Themen und Fragestellungen der geplanten Delphi Befragung präsentiert und erörtert.

Im Rahmen einer Web-Konferenz wurden am 12.5.2020 Ergebnisse der EmiStop Delphi-Befragung dem Gemeinschaftsausschuss „Mensch und Umwelt“ erläutert und weitere Schritte im Forschungsverbund diskutiert. Der Austausch mit Dr. Ingo Sartorius, Geschäftsführer des Geschäftsbereichs Mensch und Umwelt von PlasticsEurope Deutschland e.V. über Projektfortschritt und die Einbindung von Teilergebnissen in die Arbeit von PlasticsEurope Deutschland e.V. lief fortwährend. Die Versendung der Delphi-Befragung an Ihre Mitgliedsunternehmen sowie die Einladung von Industrievertreter:innen zu der EmiStop Webkonferenz wurde durch PlasticsEurope Deutschland e.V. unterstützt.

Die Verbreitung der Delphi Befragung im Bereich Logistik wurde zudem durch den Deutschen Verband für Tankinnenreinigung (DVTI) unterstützt.

Mit dem Industrieverband Halbzeuge und Konsumprodukte aus Kunststoff e.V. (pro-K), dem Gesamtverband Kunststoffverarbeitende Industrie e.V. (GVK) und der Industrievereinigung Kunststoffverpackung e.V. (IK) wurden am 15.2. und 18.6.2019 geplante Forschungsarbeiten, die Delphi-Expert:innenbefragung und Formate der Ergebnisvermittlung von EmiStop dargelegt und besprochen. 2021 wurden in Einzelgesprächen mit Vertretern der Verbände die Formatierung und Vermittlung von EmiStop Projektergebnissen erneut diskutiert.

Zusätzlich zur Verbandsarbeit wurde mit allen in Kapitel 6.3.2 aufgeführten Partnern, die unter anderem durch Informations-Kampagnen gewonnen wurden, reger Austausch betrieben. Die Ergebnisse wurden bei allen Unternehmen intern vorgestellt und mit den Expert:innen erörtert.

Außerdem gab es Austausch mit weiteren Forschungseinrichtungen über studentische Abschlussarbeiten. Mit dem Lehrstuhl Sustainable Engineering der Technischen Universität Berlin wurde eine studentische Abschlussarbeit zum Thema „Managementansätze zur Kontrolle und Vermeidung von MP-Emissionen in der kunststoffproduzierenden Industrie“ gemeinsam vergeben. Weitere studentische Abschlussarbeiten wurden in Kooperation mit dem Fraunhofer Institut UMSICHT, der Fernuniversität Hagen, der Universität Koblenz-Landau und der Technischen Hochschule Georg Agricola Bochum vergeben und betreut.

Mit der BKV GmbH und PlasticsEurope Deutschland e.V. wurde 2020 eine hybride Konferenz zum Thema Industrielle Kunststoffemissionen für das Jahr 2021 geplant, welche aber wegen des begrenzten finanziellen Rahmens des Projekts EmiStop nicht stattfinden konnte.

Die Partner von EmiStop beteiligten sich aktiv an den Querschnittsarbeitsgruppen der Fördermaßnahme.

5.1 Assoziierte Partner

Assoziierte Partner (Hauptautoren: Alle Partner)

Tabelle 5: Assoziierte Partner

Nr. / Kürzel	Einrichtung	Art des Partners	Ansprech-partner
1 UW	University of Waterloo, Waterloo Institute of Nanotechnology, Kanada	Universität	Prof. Dr. Frank Gu
2 InPa_I	InfraServ Industriepark Kalle-Albert in Wiesbaden, zentr. Abwasserreinigungsanlage	Unternehmen	Herbert Lindofsky
3 InPa_II	InfraServ GmbH & Co. Höchst KG Frankfurt Ver- und Entsorgung	Unternehmen	Dr. Robert Schleich
4 DSp	Dietsch Speditionsgesellschaft mbH, Transportunternehmen für Plastikpellets	Unternehmen	Erich G. Schmidt
5 AP	AKRO-PLASTIC GmbH, Pelletverarbeitender Betrieb	Unternehmen	Jürgen Wahl
6 MEWA	MEWA Textil-Service AG & Co.	Unternehmen	Ralph Lehmann
7 CLA	CLARIANT Plastics & Coatings (Deutschland) GmbH	Unternehmen	Thilo Kind

5.2 Kooperationen mit anderen Forschungsprojekten

Kooperationen mit anderen Forschungsprojekten (Hauptautoren: Alle Partner)

2018 wurde ein projektübergreifender Ringversuch zu thermoanalytischen Messverfahren ("Microplastics (< 500 μm) in Suspended Particulate Matter") unter Federführung der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) durchgeführt. Das Fachgebiet Abwasserwirtschaft der TU Darmstadt nahm daran teil und stellte Ergebnisse von DDK-Messungen zur Verfügung. Der Nachweis und die Quantifizierung teilkristalliner Polymere konnte erfolgreich durchgeführt werden. Die Ergebnisse wurden im wissenschaftlichen Beitrag "Quantification of microplastics in a freshwater suspended organic matter using different thermoanalytical methods – outcome of an interlaboratory comparison" (Becker et al. 2020) veröffentlicht.

2019 wurde ein weiterer projektübergreifender Vergleichsversuch für thermoanalytische und spektroskopische Analysemethoden von der BAM durchgeführt. Die HSRM beteiligte sich erfolgreich an diesem Versuch und analysierte Referenzproben mittels μ -Ramanspektroskopie. 2020 richtete die BAM in Zusammenarbeit mit dem Joint Research Center der Europäischen Kommission einen europaweiten Ringversuch aus. Die HSRM (μ -Ramanspektroskopie) nahm auch an diesem Ringversuch erfolgreich teil.

Zur Entwicklung von Probenahmekonzepten von abflusswirksamen Flächen zur Abschätzung von MP-Emissionen fand ein reger Austausch mit der TU Berlin und dem Forschungsprojekt RAU statt. Die Methodik zum Kehren von Flächen wurde unter anderem durch die Verwendung baugleicher Werkzeuge angepasst.

Die HSRM stand während der Projektlaufzeit in Austausch mit u.a. folgenden Forschungsinstitutionen: Technologiezentrum Wasser (TZW) in Karlsruhe, Raman&SEM Group des Instituts für Wasserchemie der TU München, Alfred-Wegener-Institut Helmholtzzentrum für Polar- und Meeresforschung auf Helgoland, Arbeitsgruppe Spurenstoffe in der Umwelt des Lehrstuhls für Siedlungswasserwirtschaft der TU München. Inhalt des Austauschs waren Methoden der Probenahme, Probenaufbereitung und Analyse von Mikroplastikproben mittels μ -Ramanspektroskopie.

Am 23. Januar 2019 wurde in Präsenz das 91. Darmstädter Seminar mit dem Thema "Mikroplastik - Herausforderungen und Perspektiven in der Abwasser- und Abfallbehandlung" mit über 160 Teilnehmenden veranstaltet. Vortragende der Organisationen Fraunhofer UMSICHT, Leibnitz-Institut für Ostseeforschung Warnemünde, IPF Dresden, Universität Bayreuth und Universität der Bundeswehr München stellten aktuelle Ergebnisse aus der Mikroplastikforschung vor. Das Seminar wurde von dem der TU-AT in Kooperation mit dem Fachgebiet Stoffstrommanagement und Ressourcenwirtschaft der TU Darmstadt (Projekte PLASTOX und PLASTRAT) organisiert.

5.3 Internationale Kooperationen

Internationale Kooperationen (Hauptautoren: Alle Partner)

Es gab keine internationalen Kooperationen.

II EINGEHENDE DARSTELLUNG

6 Verwendung der Zuwendung und der erzielten Ergebnisse

6.1 AP 1 Entwicklung analytischer Methoden für Plastikpartikel

TP 1-1 Probenahme und Aufbereitung (Hauptautoren: HSRM+TU AT)

Im Rahmen von EmiStop wurden Prozessabwässer/Regenabwässer von Indirekteinleitern (kunststoffherstellende, -verarbeitende, -transportierende Unternehmen) sowie Abwässer von industriellen Kläranlagen untersucht. Probenahmen erfolgten nach Möglichkeit an unterschiedlichen Stellen der Prozesskette, um den Verbleib des Mikroplastiks innerhalb der Anlagen identifizieren zu können. Weiterhin wurde eine Untersuchungskampagne an Zu- und Abläufen von Sand-/Mehrschichtfiltern verschiedener Anlagen durchgeführt, um dessen Mikroplastik-Abscheideleistung zu bestimmen.

6.1.1 Probenahmen

TP 1-1 Probenahme und Aufbereitung (Hauptautoren: HSRM + TU AT)

6.1.1.1 Art der Probenahme

Die Art der Probenahme für die Analytik von MP in industriellen Abwässern unterscheidet sich nach Anlagentyp und nach Feststoffkonzentration. Für eine hohe Repräsentativität erfolgten die Probenahmen nach Möglichkeit an Stellen mit hoher Turbulenz. Die Proben wurden entweder aus einem offenen Gerinne oder aus einer bestehenden Entnahmestelle einer Rohrleitung entnommen. Die Probenahmen erfolgten volumenreduziert mittels Edelstahlkerzenfilter (EKF) (niedriger Feststoffanteil) oder als Flüssigprobe mittels Weithals-Glas-Standflasche (hoher Feststoffanteil). Probenart und -volumen wurde anhand der in Abbildung 6 dargestellten Entscheidungshilfe für jede Analysemethode festgelegt. Der Feststoffanteil und die Mikroplastikkonzentration (C_{MP}) wurden durch vorab entnommene Stichproben bestimmt. In wenigen Fällen war eine direkte Entnahme nicht möglich und es musste ein Puffergefäß zwischengeschaltet werden (Abbildung 7).

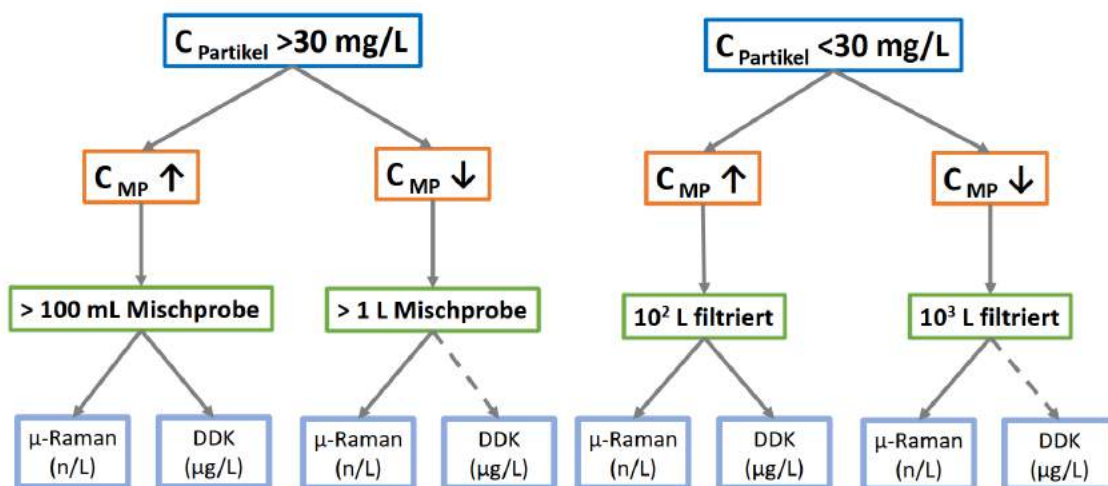


Abbildung 6: EmiStop Entscheidungshilfe für Mikroplastikprobenahmen industrieller Abwässer

Das Puffergefäß besitzt drei angeschweißte Strömungsbrecher und wurde nach DIN 28131 (Rührer und Stromstörer für Rührbehälter; Formen, Benennungen und Hauptmaße) konzipiert. Das Puffergefäß ermöglicht die Homogenisierung von Proben und gewährleistet eine hohe Repräsentativität.



Abbildung 7: Puffergefäß mit Strömungsbrechern und Rührwerk gem. DIN 28131

6.1.1.2 Probenahmeapparatur

Für die Proben der Raman Analytik wurde eine Apparatur entwickelt und konstruiert, mit der zwei EKF wahlweise in Reihe oder separat beschickt werden können (Abbildung 8, links). Die Probenahmeapparatur besteht aus einer Edelstahlkreiselpumpe (Nowax GPN 1500, EBARA Pumps Europe S.p.A.) und mehreren EKF (acuraScreen, Fuhr GmbH). Für die Proben der Analytik mittels DDK wurden drei in Reihe geschaltete EKF mit 1000 μm , 100 μm und 10 μm Porenweite verwendet (Abbildung 8, rechts). Zu Beginn des Projekts wurde die Pumpe druckseitig betrieben. Im Laufe der Methodenentwicklung wurde das System auf einen saugseitigen Betrieb (für die Proben der Raman Analytik) umgestellt. Dadurch wurde eine Probenkontamination durch die Pumpe verhindert.



Abbildung 8: Aufbau der Probenahmeapparatur (HSRM links; TU-Darmstadt rechts)

Ein gewebeverstärkter $\frac{3}{4}$ " Silikonschlauch mit einer Länge von 4 m diente als Zulaufschlauch. Dieser wurde an den Zulauf des Filtergehäuses angeschlossen. Am Ablauf des Filtergehäuses wurde ein $\frac{3}{4}$ " Unterdruckschlauch montiert, welcher mit der Pumpe verbunden wurde. Als Ablaufschlauch diente ein 10 m langer $\frac{3}{4}$ " Silikonschlauch am Auslauf der Pumpe. Zum Erfassen des Probenvolumens wurde ein induktiver Wasserzähler (Picomag, DMA20, Endress+Hauser GmbH+Co. KG) am Ablaufschlauch montiert. Der Vorteil gegenüber mechanischen Wasserzählern ist eine höhere Genauigkeit bei sehr kleinen Volumenströmen und bei Lufteinträgen.

Die Durchführung der Probenahme erfolgte mit der Apparatur in 10 min Intervallen über zwei Stunden. In dem 10 min Intervall wurde ein bestimmtes Volumen (meist 10 L) über den EKF für die μ -Ramananalyse gegeben und im Anschluss die EKF-Kaskade für die DDK für 5 min beschickt. Zwischen jedem Umschaltvorgang wurde Medium über den Bypass geleitet, um die Schläuche zu spülen. Die Pumpe wurde nicht ausgeschaltet, sondern nach der Beschickung der EKF Medium über den Bypass gefördert. Die gesamte Apparatur exklusive Filter wurde vor jeder Probenahme für 5 min mit Medium gespült.

Bei saugseitigem Betrieb der EKF zur μ -Ramananalyse wurde für die EKF-Kaskade für die DDK ein eigener Zulaufschlauch mit einem Messingsiebkorb (Maschenweite 5 cm) verwendet. Zulaufschläuche wurden bei offenen Gerinnen ca. auf $\frac{1}{3}$ der Tiefe des Gerinnes eingetaucht und nach Möglichkeit im Lot zur Strömung fixiert oder in Strömungsrichtung mittig in das Gerinne platziert.

6.1.1.3 Bedarfsgerechte Modifizierung der Probenahmeapparatur

Der Aufbau der in Kapitel 6.1.1.2 vorgestellten Apparatur musste teilweise für verschiedene Probenahmestellen in mehreren Versuchen modifiziert werden. Beispielhaft ist die Entwicklung des Probenahmeaufbaus in Abbildung 9 dargestellt. Hier wurde Probevolumen aus einem vollgefüllten Rohr (Zulauf betriebsinterne Probenehmer) entnommen. Bei der ersten Probenahme verblockte der Filter für die μ -Ramanspektroskopie nach vier Intervallen. Dies wurde auf einen starken Strömungsabfall und Ablagerungen in der Zulaufleitung während der Intervall Schaltung auf die DDK-Kaskade zurückgeführt. Als erste Optimierung wurde ein Bypass eingeführt, der durch die ständige Durchströmung der Zulaufleitungen zwischen den Intervallen Ablagerungen verhindern sollte. Diese Maßnahme führte zu einer Verbesserung des Verblockungsverhaltens. Zum Ende der Projektlaufzeit wurde dieselbe Probenahmestelle ein weiteres Mal untersucht. Wie in Kapitel 6.1.1.2 beschrieben, wurde der EKF für die μ -Ramananalyse nicht mehr druck-, sondern saugseitig eingesetzt. Dies hat zu höheren Beladungen der EKF geführt.

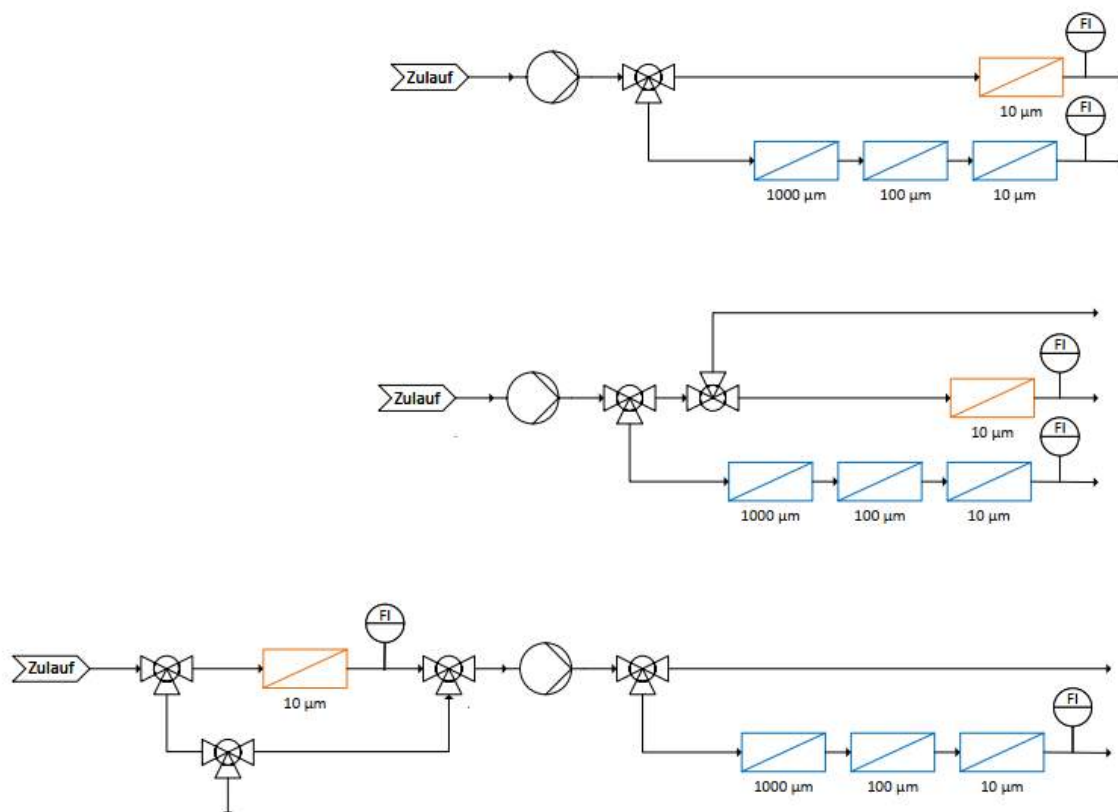


Abbildung 9: Entwicklung des Probenahmeaufbaus an einer Entnahmestelle (Filterfarben: Gelb für μ -Raman; blau für DDK)

6.1.1.4 Automatische Probenehmer

Für stark belastete industrielle Abwässer werden Flüssigproben entnommen (siehe Kapitel 6.1.1.1). Hierzu wurde ein automatischer Probenehmer (WS 312, Watersam GmbH & Co. KG) mit Silikonschlauch, Silikondichtungen und Vakuumsystem angeschafft (siehe Abbildung 10). In mehreren Probenahmekampagnen zur Beprobung von Kanalsystemen oder ähnlichen Probenahmestellen wurde der WS 312 verwendet. Mit dem feststehenden Dosiervolumen konnten die 1 L Glasflaschen insgesamt 8 mal befüllt werden, bevor ein Flaschenwechsel erfolgte. Teilweise wurde das Probenahmesystem für 2 L Glasflaschen umgebaut. Die Zeitspanne bis zum Flaschenwechsel betrug je nach Probenahmestelle und Fragestellung 2 h oder 24 h.

In einer Abschlussarbeit wurde die Repräsentativität von verschiedenen, konventionellen automatischen Probensammlern von Partikeln in Flüssigkeiten untersucht. Der hier verwendete WS 312 lieferte in ersten Voruntersuchungen sehr gute Ergebnisse zur Generierung von partikelhaltigen Proben.



Abbildung 10: Probenehmer WS 312

6.1.2 Probenaufbereitung

TP 1-1 Probenahme und Aufbereitung (Hauptautoren: HSRM + TU AT)

6.1.2.1 Kontaminationsvermeidung

MP ist ubiquitär vorhanden. Durch Luft, Geräte, Chemikalien oder die Kleidung gelangen MPP und MPF in Proben. Maßnahmen der Kontaminationsvermeidung dienen der Minimierung dieser Einträge.

Chemikalien wurden über einen Polycarbonatfilter (1,2 µm Porenweite) filtriert und bis zur Verwendung in gereinigten Glas Enghals-Standflaschen mit Stopfen gelagert. Reinwasser (RW) wurde mittels MilliDI (Milli-DI, Merck KGaA) hergestellt.

Die am Institut für Umwelt- und Verfahrenstechnik (IUVT) der HSRM für die Mikroplastikanalyse verwendeten Materialien und Geräte waren überwiegend aus Glas und Edelstahl. Es wurde ein Reinigungsverfahren entwickelt, das auf eine möglichst hohe Entfernungsleistung von MPP abzielt. Eine Tensidlösung, bestehend aus 5 % Natriumdodecylbenzolsulfonat, 2,5 % Polyalkylenglycolether und RW hat sich in Versuchsreihen mit unterschiedlichen Tensidkombinationen als besonders effektiv erwiesen (Weber et al. 2021). Vor der Analytik wurden alle probenberührenden Komponenten mit dieser Tensidlösung gründlich gereinigt. Anschließend wurde mit Leitungswasser und RW nachgespült und die Materialien bis zur Verwendung mit Alufolie abgedeckt.

Für Materialien, für die keine geeigneten, kunststofffreien Substitute existieren (Dichtungen, Schläuche, Einweg-Handschuhe, etc.), wurden Raman-Spektren aufgenommen. Diese wurden bei der Analytik nicht berücksichtigt (z. B. Silikon, PTFE, PFA, NBR). Zur Vermeidung von Partikel- und Fasereintrag über die Luft, wurde die Probenaufbereitung innerhalb einer Clean Bench (MSC Advantage 12, Thermo Fisher Scientific Inc.) durchgeführt.

6.1.2.2 Chemische Probenaufbereitung

Es wurde ein 2-stufiger oxidativer Aufschluss der industriellen Abwasserproben durchgeführt. Der beladene EKF (Abbildung 11) wurde nach der Probenahme im geschlossenen Kerzenfiltergehäuse ins Labor transportiert. Das Kerzenfiltergehäuse wurde innerhalb der Clean Bench geöffnet.



Abbildung 11: Beladener EKF nach Probenahme

Restliches Wasser im Gehäuse wurde mittels Vollglas-Vakuumfiltration (Abbildung 14A) über 10 µm Edelstahlrundfilter (ERF) (Spörl KG, Sigmaringendorf, Deutschland) filtriert (Abbildung 12A). Das innere Kerzenfiltergehäuse wurde mittels RW und n-Hexan über dem ERF ausgespült. Der beladene EKF wurde mit Silikonstopfen verschlossen. Dadurch wurde verhindert, dass Partikel, die sich während der Oxidation vom Filterkuchen lösen, in das Innere des EKF gelangten. EKF und ERF wurden in ein 1 L Becherglas überführt und der Glastrichter der Vollglas-Vakuumfiltration wurde über dem Becherglas mit RW und n-Hexan abgespült. Beide Filter wurden im Becherglas vollständig mit H_2O_2 ($c=50\%$) bedeckt und für 24 h bei 50 °C oxidiert. Anschließend wurde die Probe über einen weiteren ERF abfiltriert und der EKF mit RW und n-Hexan abgespült und anschließend aus dem Becherglas entfernt. Das Becherglas wurde über dem ERF mit RW ausgespült. Der neue EKF wurde in das Becherglas gegeben, mit Natriumhypochlorit bedeckt und für 6d bei Raumtemperatur oxidiert. Nach der 2-stufigen Oxidation waren organisch/biologische Bestandteile nahezu vollständig aufgeschlossen (Abbildung 12B).

Nach der oxidativen Behandlung wurde die Probe auf einen ERF abfiltriert und das Becherglas mit RW und n-Hexan ausgespült. Ein kleines Becherglas (250 mL) wurde mit 50 mL n-Hexan befüllt. Der ERF wurde mit beladener Seite nach unten in das Becherglas überführt. Mittels Ultraschallbehandlung (Elma S 100 H, Elma Schmidbauer GmbH) und anschließendem Spülen des ERF mit n-Hexan wurde die Probenmatrix abgelöst.

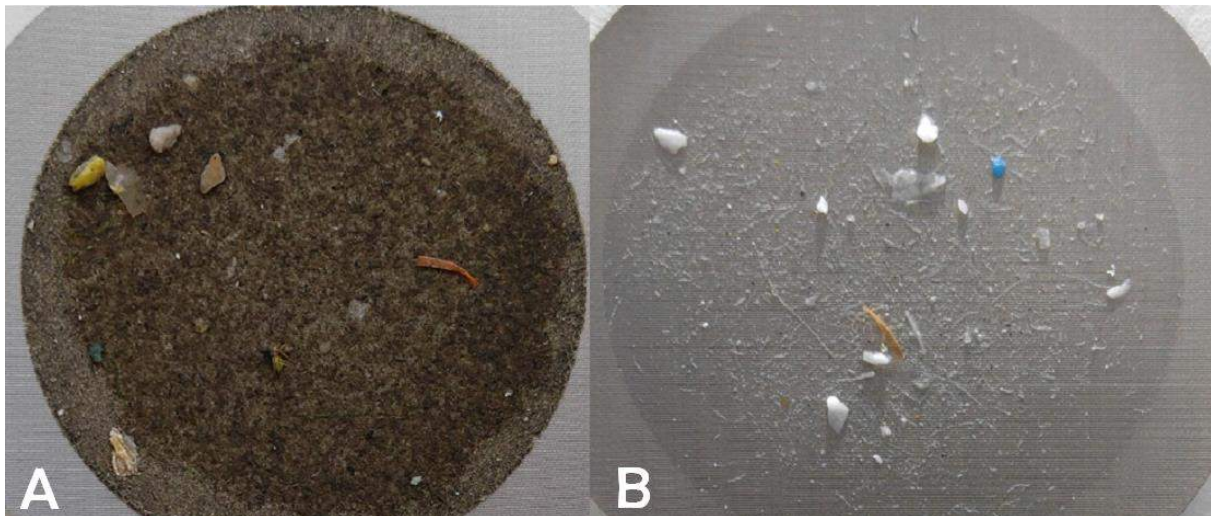


Abbildung 12: Volumenreduzierte Probe (Filterkuchen) vor (A) und nach (B) der 2-stufigen Oxidation

6.1.2.3 Dichteseparation

Die Dichteseparation erfolgte mittels Zentrifugation (Sigma 3-16L) in Natriumpolywolframat-Lösung ($\rho = 1,7 \text{ g/cm}^3$). Hierfür wurde die Probe in ein PTFE-Zentrifugengefäß überführt. Anfänglich wurde Zinkchlorid mit einer Dichte von $1,9 \text{ g/cm}^3$ als Trennmedium verwendet. Versuchsreihen haben gezeigt, dass bei der Verwendung von Zinkchlorid gegenüber Natriumpolywolframat, signifikant höhere Partikelverluste auftreten. Es wird vermutet, dass dies auf die höhere Viskosität des Zinkchlorids zurückzuführen ist. Bei der vergleichsweise niedrigen Viskosität des Natriumpolywolframat können sehr kleine Partikel ($<50 \mu\text{m}$) bei der Zentrifugation leichter auftreiben.

Das Zentrifugengefäß mit der Probe wurde ähnlich dem von Jekel et al. (2020) entwickelten Verfahren nach der Zentrifugation eingefroren (Abbildung 13A). Aufschwimmendes MP wird bei dieser Prozedur von Eis eingeschlossen und ein Vermischen mit der schweren Fraktion wird verhindert. Das isolierte MP wurde in ein 300 mL Becherglas überführt, indem ca. 2-3 cm der Eisschicht im Zentrifugengefäß mit warmen RW ausgespült wurden (Abbildung 13B).

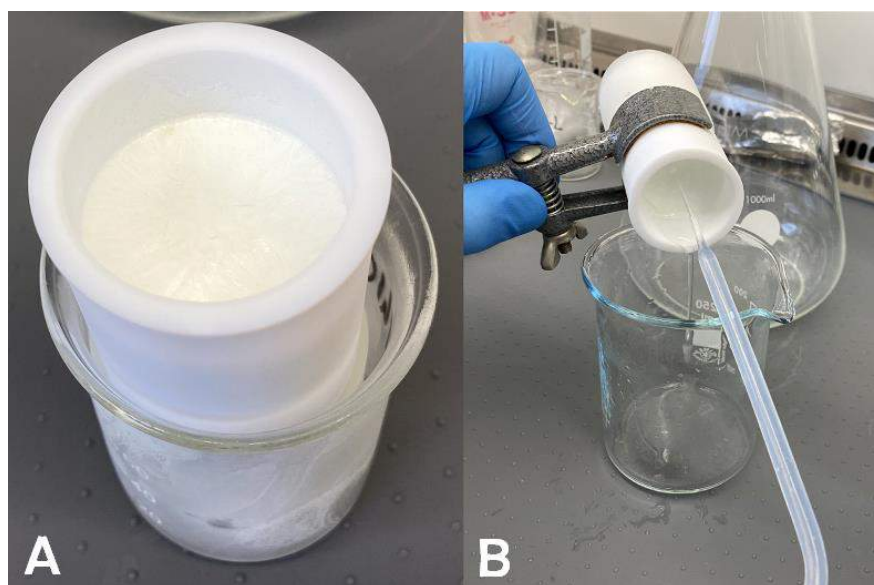


Abbildung 13: Eingefrorene Probe nach Dichteseparation (A) und anschließendes Überführen der MP Fraktion (B)

Anschließend wurde die MP-Fraktion über einen Silizium (Si)-Filter (MakroPor, Smartmembranes GmbH) mit einer Porenweite von 10 μm und einer Fläche von 1 cm^2 filtriert. Durch mehrmaliges Nachspülen mit n-Hexan wurde das MP quantitativ überführt.

Si bietet im Vergleich zu anderen Filtermedien ein sehr definiertes Raman Spektrum, welches nicht die Spektren der Polymere überlagert und keine störende Fluoreszenz verursacht (Käppler, et al., 2015). Dadurch können Polymere leicht identifiziert werden. Vorteilhaft sind außerdem eine glatte Oberfläche sowie gleichmäßige Filterporen (Größe, Abstand). Für die Überführung der Probe mittels Vakuumfiltration wurde zur Verkleinerung der Filtrationsfläche ein Edelstahlkonus entwickelt (Abbildung 14). Dieser reduziert den Durchmesser auf eine für den Si-Filter passende Größe von 47 mm auf 8 mm.

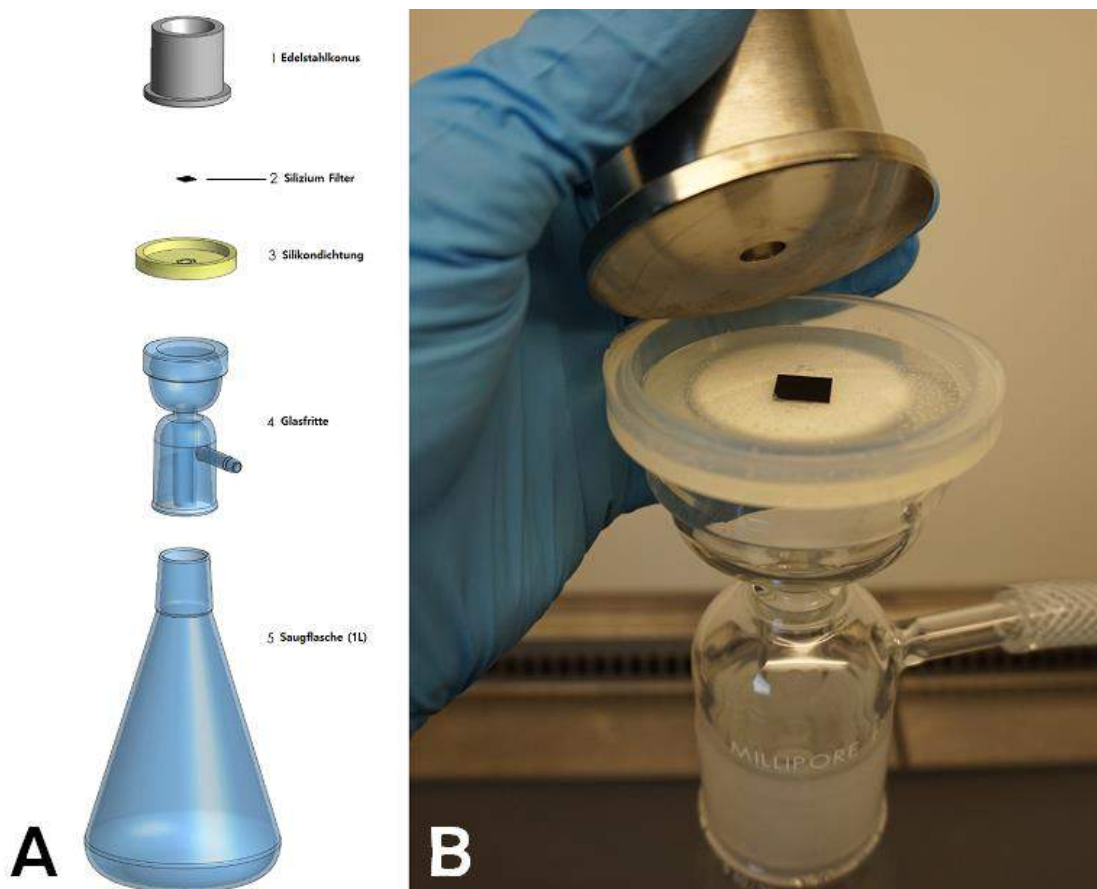


Abbildung 14: Schema der Vollglas-Vakuum-Filtrationsapparatur (A); Edelstahlkonus mit Silikondichtung und Si Filter (B)

Zum Abdichten der 47 mm Glasfritte der Vakuumapparatur dient eine Silikonmatte mit einer runden Aussparung für die 8 mm durchmessende Filtrationsfläche. Die Silikonmatte liegt auf der Glasfritte und darüber befindet sich der Si-Filter und der Edelstahlkonus (Abbildung 14). Es hat sich gezeigt, dass bei einer Aussparung von 8 mm (identisch zur Öffnung des Edelstahlkonus) in der Silikonmatte eine ungleichmäßige Filterbeladung mit einer Tendenz zur Agglomeratbildung am Rand der Filtrationsfläche entsteht (Abbildung 15B). Durch eine Verkleinerung der Aussparung in der Silikondichtung auf ein Quadrat mit 6 mm Kantenlänge kann die Agglomeratbildung am Rand vermieden werden (Abbildung 15A). Diese Methode wurde von Dr. E. von der Esch aus der Arbeitsgruppe von PD Dr. N.P. Ivleva, Institut für Wasserchemie, Technische Universität München, entwickelt.

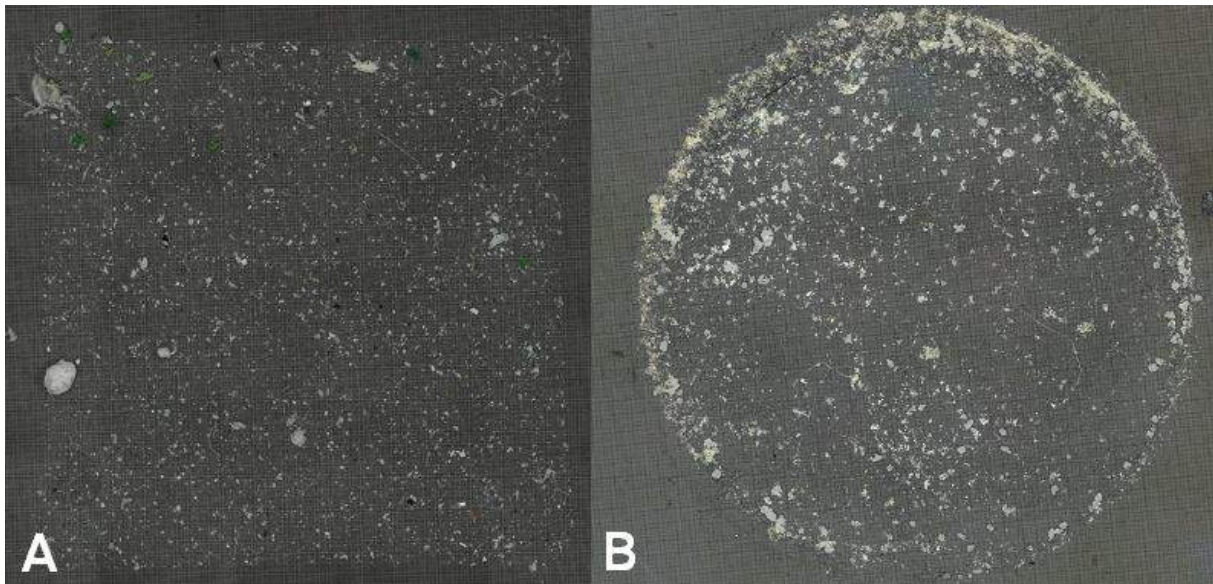


Abbildung 15: Si Filterbeladung mit verkleinerter quadratischer Aussparung (A) und Si Filterbeladung mit runder (d=8 mm) Aussparung (B)

6.1.2.4 Repräsentative Teilprobe – Aliquotierung

Erste Stichproben von industriellem Prozessabwasser, insbesondere von unbehandeltem Abwasser, haben zu Projektbeginn gezeigt, dass Partikelkonzentrationen von mehr als 10^9 MPP/m^3 möglich sind. Für die vollständige Analyse einer solchen Probe könnten nur wenige Milliliter untersucht werden. Die maximale Anzahl an MPP je Probe ist durch die Fläche des Si-Filters auf ca. 3000 Partikel begrenzt. Die Entnahme einer repräsentativen Probe (z. B. 2 h-Mischprobe) ist bei einem Volumen von wenigen Millilitern nicht möglich. Daher wurde ein Verfahren entwickelt, um Abwasserproben mit sehr hohem Feststoffanteil (beispielsweise Industrieabwässer) spektroskopisch analysieren zu können. Hierfür wird ein repräsentativer Teil (Aliquot) der Probe entnommen, analysiert und auf das Gesamtvolumen der Probe hochgerechnet.

Die aufbereitete Probe liegt auf einem Si-Filter vor und wird von diesen mit 2-Propanol in ein Becherglas (1 L, hohe Bauform) gespült. Die Suspension im Becherglas wird mit 2-Propanol auf ca. 300 ml aufgefüllt. Ein eigens entwickelter Edelstahl-Strömungsbrecher, dimensioniert nach DIN 28131, wird im Becherglas positioniert (siehe Abbildung 16). Ein Propellerrührer (3-Blatt, Durchmesser nach DIN 28131) wird mittig im Becherglas positioniert. Der Rührer wird möglichst nah zum Boden des Becherglases positioniert (diese Vorgehensweise weicht von der DIN 28131 ab). Die Suspension wird bei 350 rpm turbulent gerührt.

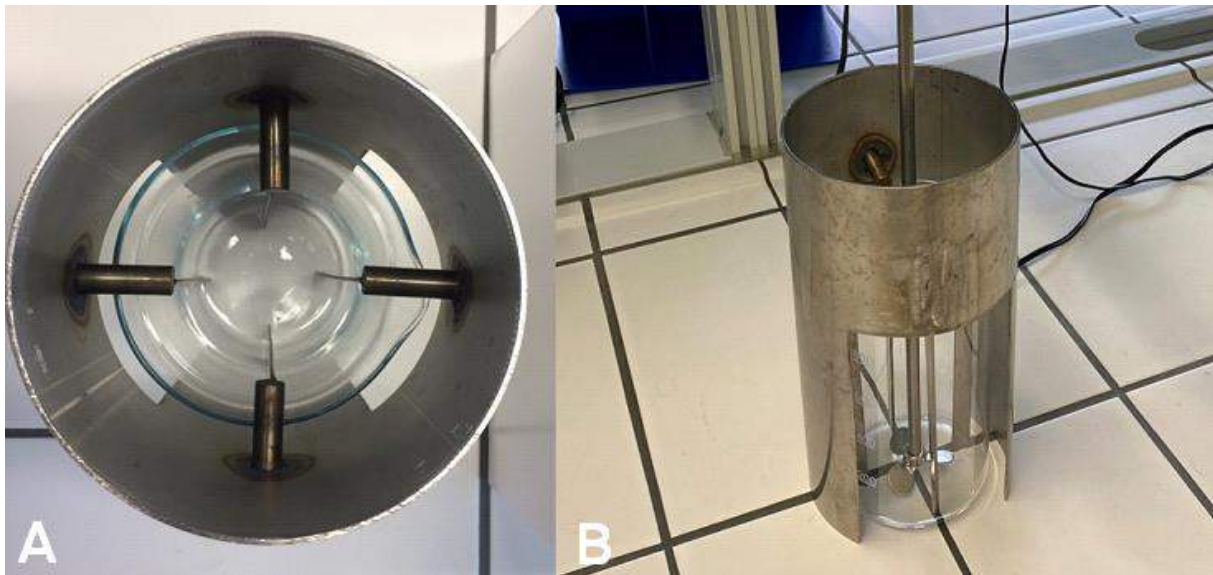


Abbildung 16: Draufsicht (A) und Seitenansicht (B) der Strömungsbrecherapparatur zur Probenaliquotierung

Mit einer gekürzten Vollpipette und einer elektrischen Pipettierhilfe (hohe Ansauggeschwindigkeit) wird das gewünschte Aliquotvolumen bei laufendem Rührwerk mittig aus der Suspension entnommen. Die Pipetten wurden mit einem Glasschneider gekürzt, um die Handhabung in der Clean Bench zu ermöglichen und v.a. den Querschnitt der Einströmöffnung zu vergrößern. Die Schnittkanten wurden geschliffen und umgeschmolzen, die Pipetten neu kalibriert. Das Aliquot in der Pipette wird auf den Analysefilter gegeben.

Das Verfahren wurde mit sphärischen PE Referenzpartikeln im Größenbereich $20\ \mu\text{m} - 100\ \mu\text{m}$ validiert. Die WFR beträgt $93\ \% \pm 8\ \%$ ($n = 18$) (Wolff et al. 2021).

6.1.3 Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK)

TP 1-2 Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK) (Hauptautoren: TU-AW)

Die Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK, engl.: Differential Scanning Calorimetry, DSC) wird klassischerweise eingesetzt, um thermische Eigenschaften von Kunststoffen zu bestimmen, wie z.B. spezifische Wärmekapazitäten und Glasübergangs- oder Schmelztemperaturen. Dabei werden in einem Ofen zwei Tiegel (leerer Referenztiegel und Proben Tiegel) gleichzeitig konstant aufgeheizt oder abgekühlt. Wird Wärme aufgenommen (endotherm) oder abgegeben (exotherm), werden Temperaturunterschiede durch Messfühler unterhalb der Tiegel aufgezeichnet und in Wärmeströme umgerechnet. Das Ergebnis besteht aus Thermogrammen mit Peaks oder Stufen (siehe Abbildung 17).

Schmelzprozesse gibt es nur bei Kunststoffen mit kristallinen Anteilen (z.B. PE, PP, PA oder PET). Sie sind endotherm und temperaturspezifisch für diese Kunststoffe. Eine weitere wichtige Größe ist die spezifische Schmelzenthalpie. Sie ist proportional zum kristallinen Anteil eines Kunststoffs und kann zur Quantifizierung von Einzelstoffen oder Mischungen genutzt werden. Kunststoffe ohne kristalline Anteile, wie z.B. PVC oder PS, können durch diese Methode nicht bestimmt werden.

Zur genauen Detektion werden zwei Informationen verarbeitet: Anhand der Schmelztemperaturen werden einzelne Kunststoffe identifiziert, die Fläche eines Schmelzpeaks ergibt dann die Schmelzenthalpie. Zur Kalibrierung werden unterschiedliche Massen bekannter Kunststoffe eingewogen, geschmolzen und die Flächen sowie die Temperaturen der resultierenden Schmelzpeaks bestimmt. Bei Proben unbekannter Zusammensetzung wird zunächst nach Schmelzpeaks gesucht, deren Peak-

Temperaturen aus eigenen Datenbanken oder wissenschaftlicher Literatur bekannt sind. Danach werden die Flächen der identifizierten Schmelzpeaks bestimmt und mittels Kalibriergeraden oder Literaturwerten in Massen umgerechnet.

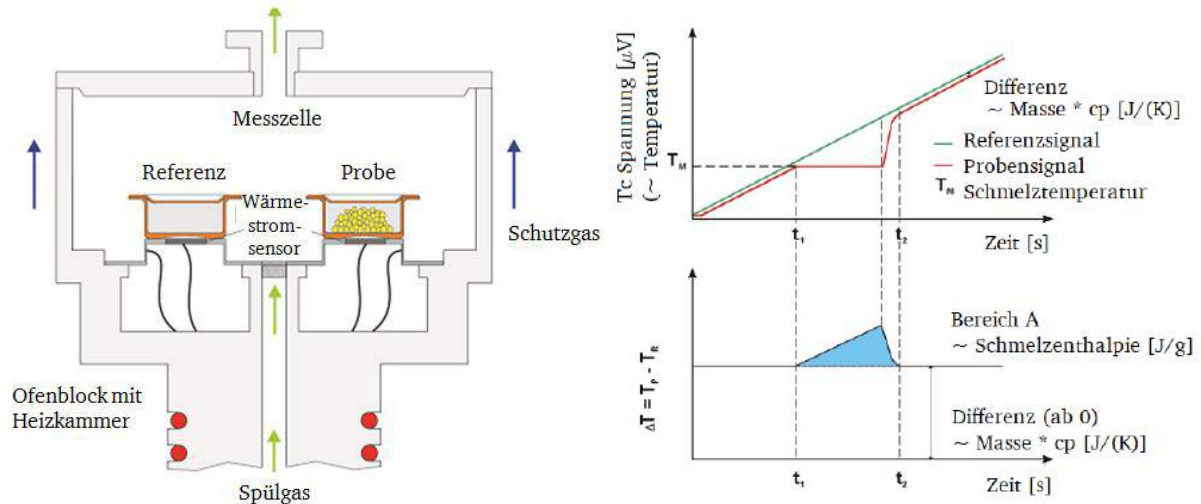


Abbildung 17: Aufbau eines DDK-Ofens (links) und Messprinzip (rechts) (NETZSCH 2020b)

Die im Rahmen von EmiStop entwickelte DDK-Messmethode besteht aus drei Stufen:

1. Aufheizung:

Organische Partikel biologischen Ursprungs können Signale aufweisen, die Peaks von teilkristallinen Polymeren überlagern. Nach Guo et al. 2016 stammen diese Signale höchstwahrscheinlich von kleinen Molekülteilen, die sich ablösen. Diese Art des Abbaus ist von Natur aus irreversibel und wird nur in der ersten Aufheizphase einer Analyse beobachtet. Je nach Probenvorbereitung ist es auch möglich, dass physikalisch gebundenes Wasser im Tiegel vorhanden ist. Auch dies kann möglicherweise ein Signal erzeugen, das die Analyse der Polymerpeaks stört.

2. Rekristallisation:

Eine mögliche Fehlerquelle bei der Quantifizierung von Polymeren anhand ihrer spezifischen Schmelzenthalpie ist der Grad der Kristallinität. Er wird hauptsächlich durch die Abkühlungsraten beim Übergang von der flüssigen in die feste Phase beeinflusst. Die ersten mathematischen Ansätze für Phasenübergänge und das Wachstum von Kristallen stammen von Johnson, Mehl, Avrami und Kolmogorov (Weinberg et al. 1997) und führten zur Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) oder einfach Avrami-Gleichung (Avrami 1939, 1940, 1941). Sie gibt den Grad der relativen Kristallinität $X(t)$ in einem isothermen Kristallisationsprozess als Funktion der Zeit wieder. Weitere Arbeiten von Evans 1945 und Flynn 1969 führten Ozawa 1971 zur Analyse von nicht-isothermen Kristallisationsprozessen als Funktion der Temperatur T :

$$X(T) = 1 - \exp(K^*(T)/\beta^n),$$

wobei β die Aufheiz-/Abkühlrate und K^* eine Aufheiz-/Abkühlfunktion darstellen, die die Geschwindigkeit der Kristallisation angibt. Letztere berücksichtigt nicht die möglichen keimbildenden oder hemmenden Effekte von Verunreinigungen oder heterogenen Proben. Weitere Ableitungen, die den Kristallinitätsgrad als Funktion der Zeit, der Temperatur oder beider Größen beschreiben, finden sich in Di Lorenzo und Silvestre 1999. Diese Prinzipien können verwendet werden, um unterschiedliche Kristallinitätsgrade in einem Polymertyp zu bestimmen, wie sie in Umweltproben vorkommen können. Für jede Modellsubstanz, die zur Kalibrierung verwendet wird, muss eine bestimmte Abkühlungsrate festgelegt und angewendet werden. In jedem nachfolgenden Heizschritt entspricht die Fläche des resultierenden

Schmelzpeaks einem charakteristischen Wert für die spezifische Schmelzenthalpie eines bestimmten Polymertyps und kann mit diesem bestimmt werden.

3. Zweite Aufheizung:

Unter der Voraussetzung, dass in einem ersten Aufheizzschritt alle externen Signalstörungen beseitigt wurden und die Kristallinitäten eines Polymertyps mit einer bestimmten Abkühlungsrate eingestellt wurden, ergibt die zweite Aufheizung eine gerade Basislinie. Dadurch ist es möglich, Polymertypen besser zu trennen und zu identifizieren (siehe Abbildung 18). Die Bestimmungsgrenze für PE-HD lag in der Antragsphase noch bei etwa 1 mg. Im Laufe des Projekts erfolgten durch die beschriebene Methode signifikante Verbesserungen. Folgende Bestimmungsgrenzen wurden validiert und in Bitter und Lackner 2021 veröffentlicht:

- PE-LD: 0,06 mg
- PE-HD: 0,05 mg
- PP: 0,07 mg
- PA6: 0,09 mg
- PET: 0,19 mg

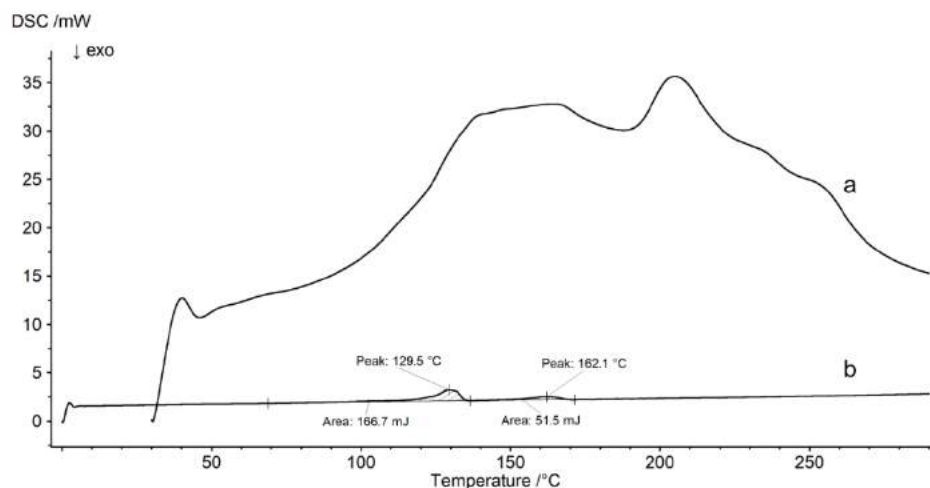


Abbildung 18: Partikel der Größe 1 – 5 mm einer Schlammwasserprobe. Erste Aufheizung (a) eliminiert überlagernde Signale, zweite Aufheizung (b) zeigt sauber messbare Schmelzpeaks (PE-HD und PP) mit gerader Basislinie

Alle DDK-Messungen wurden mit einer Netzsch DSC 214 Polyma (Netzsch-Gerätebau GmbH) mit folgenden Parametern durchgeführt:

- Erste Aufheizung: 20 K min⁻¹ von 30 bis 290 °C
- Abkühlung: 10 K min⁻¹ von 290 bis 0 °C
- Zweite Aufheizung: 5 K min⁻¹ von 0 bis 290 °C
- Stickstoffatmosphäre: 60 mL min⁻¹ Schutzgas, 40 mL min⁻¹ Spülgas (vgl. Abbildung 17).

Die Analyse der Schmelzpeaks erfolgte nach Frick und Stern 2013 mithilfe der Netzsch-Software Proteus®. Die Peaktemperaturen wurden zur Identifizierung und die Flächen der Schmelzpeaks zur Quantifizierung verwendet, wie in Abbildung 19 dargestellt. Das μ V-Signal des Geräts wird durch eine vom Hersteller festgelegte Kalibrierungskonstante elektronisch in mW umgewandelt. Die Integration der Peaks erfolgt durch Anlegen einer Tangente an die Basislinie nach dem Peak und deren Verlängerung bis zum Schnittpunkt mit dem Basisliniensignal vor dem Peak. Ist dies aufgrund unterschiedlicher

Basislinienniveaus vor und nach dem Schmelzpeak nicht möglich, wird eine gerade Linie vom Beginn zum Anfang gezogen. Die resultierenden Werte in mJ werden durch Integration des DDK-Signals über die Messzeit ermittelt. Zur Veranschaulichung wird die Temperatur auf der x-Achse dargestellt, da sie die relevantere Information für Peakvergleiche enthält und linear mit der Messzeit und der angewandten Heizrate korreliert. Eine anschließende Kalibrierungslinie wurde durch Auftragen der Peakflächen gegen ihre entsprechenden Massen erstellt (Abbildung 20).

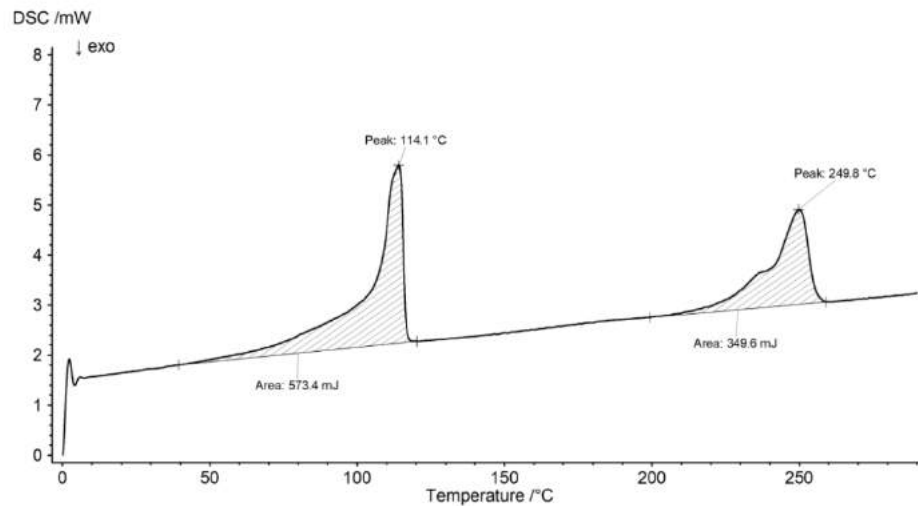


Abbildung 19: Trennung der Schmelzpeaks von PE-HD und PET mit Quantifizierung

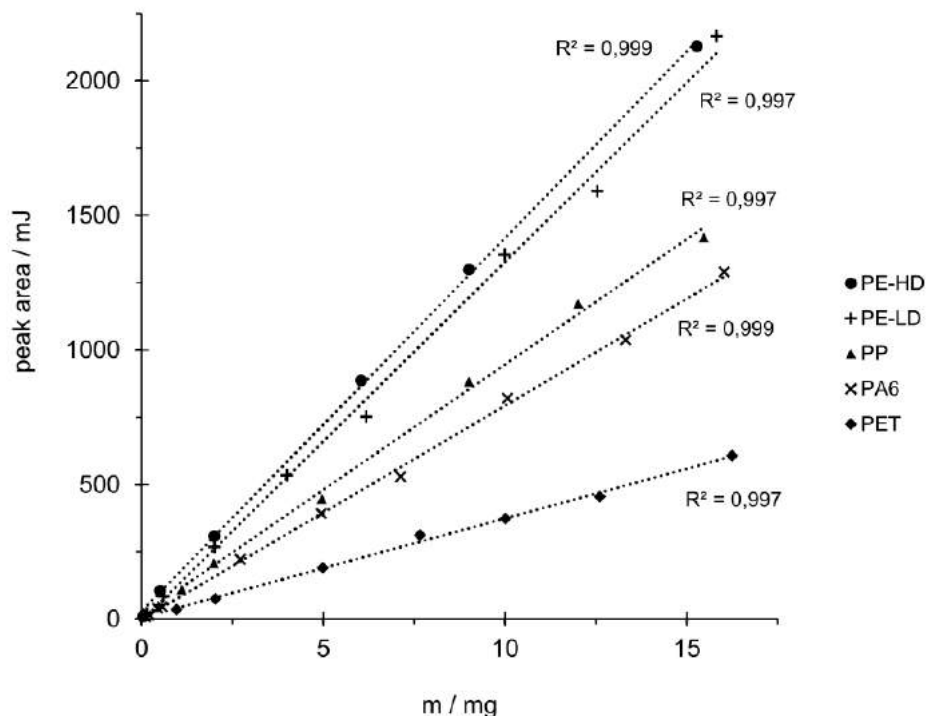


Abbildung 20: Kalibriergeraden für die Polymere PE-HD, PE-LD, PP, PA6 und PET mit Bestimmtheitsmaß

In einem verbundübergreifenden Ringversuch zu thermoanalytischen Messmethoden wurden 2019 durch die DDK sehr gute Ergebnisse geliefert. Diese wurden 2020 in einer Fachveröffentlichung publiziert (Becker et al. 2020). Außerdem wurden Analysen der Probenahmen bis zum Beginn der Pandemie

durchgeführt und Ergebnisse zu Industrieemissionen, die 2019 auf einer internationalen Konferenz vorgestellt wurden, in einer Fachveröffentlichung verarbeitet (Bitter und Lackner 2020).

6.1.4 Mikro-Raman-Spektroskopie

TP 1-3 Mikro-Raman-Spektroskopie (Hauptautoren: HSRM)

Die Analyse wurde mit einem Raman-Mikrospektrometer (DXR2xi, ThermoFisher Scientific) durchgeführt. Mit 100x Vergrößerung wurde ein optisches Bild der Probe erstellt. Anschließend erfolgte die Messung mit einem 785 nm Laser. Anfangs wurden aufgrund einer langen Messdauer nur Filter-Teilflächen mittels Raman-Imaging gemessen und diese auf die gesamte Filterfläche hochgerechnet. Als Messparameter wurde hierbei eine Laserleistung von 20 mW und eine Belichtungsdauer von 0,025 s gewählt. Weitere Parameter waren eine spektrale Auflösung von 5 cm^{-1} , ein Messpunktabstand von $4\text{ }\mu\text{m}$ sowie fünf Messwiederholungen und ein aktiver EM-Modus (electron-multiplier).

Im Projektverlauf wurde die Methode optimiert und eine halbautomatisierte Messung und Auswertung, gekoppelt mit einer Partikelerkennung, entwickelt. Dadurch konnte eine Messung der gesamten Filterfläche bei gleichzeitiger Verkürzung der Messdauer von drei Tagen auf ca. 16 Stunden realisiert werden. Alle Partikel $\geq 20\text{ }\mu\text{m}$ auf dem Analysefilter wurden mit der Partikelerkennung der Instrumentensoftware OMNICxi (v.2.3, Thermo Fisher Scientific Inc., Waltham, MA, USA) analysiert. Jeder detektierte Partikel wurde mit einer Laserwellenlänge von 785 nm, einer Laserleistung von 8 mW und einer Gesamtbelichtungszeit von 6,75 s (drei Wiederholungen á 2,25 s) analysiert. Das verwendete Objektiv hatte eine 20x-Vergrößerung und eine numerische Apertur von 0,45. Die Spektren wurden im Bereich von $50 - 3300\text{ cm}^{-1}$ mit spektralem Autofokus auf den Bereich $750 - 1750\text{ cm}^{-1}$ und einer Auflösung von 5 cm^{-1} aufgenommen.

Die aufgenommenen Spektren wurden mit der Referenzbibliothek P/N L60001 (S.T. Japan Europe GmbH, Köln, Deutschland) mittels der Software OMNICxi und OMNIC (vg.11.706, Thermo Fisher Scientific Inc., Waltham, MA, USA) verglichen. Die Spektren wurden akzeptiert, wenn der Übereinstimmungsfaktor $\geq 0,8$ war. Alle Spektren wurden zusätzlich manuell kontrolliert. Die Partikelgröße wurde von OMNICxi automatisch anhand des längsten Durchmessers eines Partikels bestimmt.

Das mittels Ramanspektrometer aufgenommene optische Bild der Probe liefert keine tiefenscharfen Bilder (Abbildung 21B). Insbesondere bei Agglomeraten ist es schwierig, einzelne Partikel zu differenzieren. Es wurde zusätzlich ein tiefenscharfes optisches Bild (Abbildung 21A) mittels Digitalmikroskop (VHX 7000 Digitalmikroskop, Keyence Corporation, Japan) aufgenommen. Durch die tiefenscharfe Aufnahme sind mehr Details erkennbar als im optischen Bild des Ramanspektrometers (Abbildung 21B).

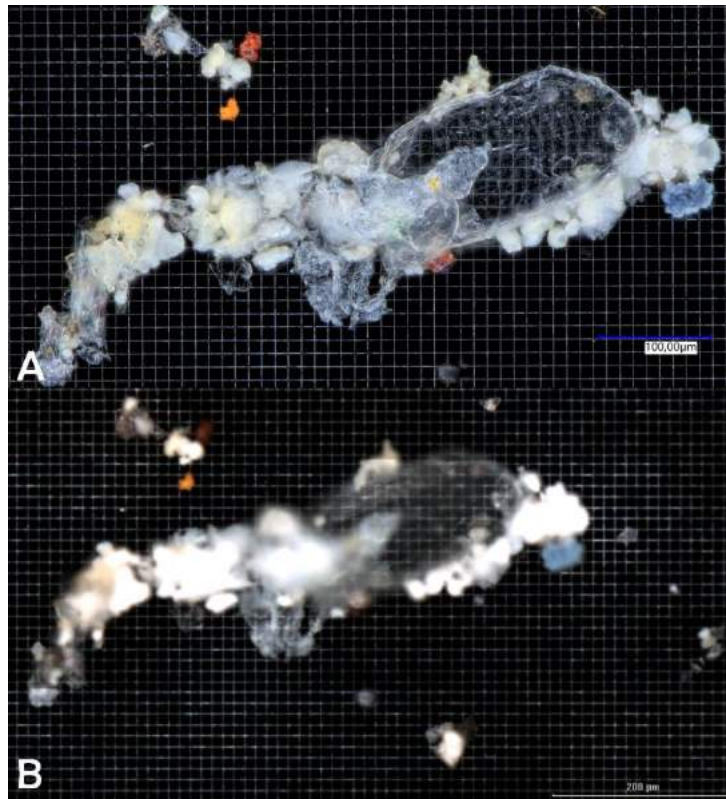


Abbildung 21: Vergleich aufgenommenes Bild eines Agglomerats mittels Digitalmikroskop (A) und Optik des Ramanspektrometers (B)

Jede Analyse wurde als Einfachbestimmung betrachtet. Im Laufe des Projektes wurde die Bestimmungsgrenze (LOQ) anhand kontinuierlich erstellter BW fortlaufend angepasst und entsprechend auf die jeweils aktuellen Proben angewandt. Die Bestimmungsgrenze wurde wie folgt bestimmt (DIN 32645):

$$LOQ = \bar{x}_{blank} + 10 * SD_{blank}$$

mit $\bar{x}_{blank}$: *arithmetisches Mittel der BW*

SD_{blank} : *Standardabweichung der BW*

Die LOQ wurde für jeden Polymertyp bestimmt. Größenfraktionen wurden nicht berücksichtigt. Für Polymere mit einem BW von Null wurde die Mindestanzahl der nachzuweisenden Partikel/Fasern auf n=2 pro Analyse festgelegt, um als signifikant über der LOQ zu gelten.

6.1.5 Wasserchemische Summenparameter

TP 1-4 Wasserchemische Summenparameter (Hauptautoren: TU-AT)

MP besteht aus Polymeren und damit größtenteils aus Kohlenstoff und Wasserstoff. In höheren Konzentrationen, wie sie ggf. in Abwässern und Abwasserteilströmen der Industrie vorkommen, kann sich MP somit theoretisch auf organische wasserchemische Summenparameter wie der gesamte organische Kohlenstoff (TOC) oder der chemische Sauerstoffbedarf (CSB) auswirken. Ebenfalls gibt es stickstoffhaltige Polymere wie PA, welche auf Parameter wie der gesamte gebundene Stickstoff (TNb) Einfluss nehmen könnten. Ein schon bekannter und bisher als unerwünscht wahrgenommener Aspekt ist der Einfluss von PVC-Teilchen auf den Summenparameter für adsorbierbare organisch-gebundene Halogene, AOX (Mertens 1996; Diehl et al. 1999). Ein Ziel war es, den Einfluss von MP auf diese nasschemischen Summenparameter in Laborversuchen systematisch zu untersuchen. Es konnten Zusammenhänge zwischen den nasschemischen Summenparametern und der Konzentration von MP sowie der Partikelgröße gezeigt werden, welche in den folgenden Unterkapiteln näher erläutert werden. Eine nähere Erläuterung der theoretischen Zusammenhänge ist in Kapitel 6.1.5.1 aufgeführt.

Ein weiteres Ziel war es, die Laborversuche auf spezielle Prozesswässer in der Industrie zu übertragen und so einfachere und günstigere analytische Methoden zur Abschätzung von Mikroplastikfrachten in bestimmten Unternehmen zu schaffen. Dazu wurde bei allen MP-Probenahmen eine weitere Mischprobe generiert und nach Möglichkeit die hier genannten nasschemischen Summenparameter zuzüglich der abfiltrierbaren Stoffe (AFS) und die Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugung ermittelt. Es konnte in Prozesswässern von Herstellern nur bei einem Hersteller mit sehr einfacher Abwassermatrix eine Korrelation zwischen AFS und MP ermittelt werden. Bei EmiStop-Beprobungen von industriellen Kläranlagen und Weiterverarbeitern konnten keine Korrelationen zwischen den bestimmten Summenparametern und der gemessenen Mikroplastikkonzentration gefunden werden, da vermutlich vorhandene Stoffe in höheren Konzentrationen, wie Tenside oder Emulgatoren, die Parameter und deren Schwankungen stärker beeinflussen. Dies scheint nach den vorliegenden Daten ebenfalls für spezifischeres Prozesswasser aus der Kunststoffherstellung zuzutreffen.

In Mertens 1998 wird aufgrund von hohen AOX-Werten in einer Kläranlage mittels NMR ein PVC-Einleiter, in diesem Fall ein Fensterbauer, ermittelt und Maßnahmen zur Reduktion der PVC-Emission vorgeschlagen. Im Projekt EmiStop hat die Auswertung von Betriebsdaten des Prozesswassers eines PVC-Herstellers keine eindeutige Korrelation zwischen Feststoffgehalt (fast ausschließlich PVC) und AOX oder TOC ergeben (siehe Kapitel 6.1.5.5).

6.1.5.1 Berechnungsgrundlagen

Kunststoffe und somit auch Mikroplastik bestehen zum größten Teil aus Kohlenstoff und Wasserstoff. In der Abwassertechnik zur Standardanalytik zählende Summenparameter wie CSB und TOC erfassen Kohlenstoffverbindungen, sodass anhand der Summenformel von Kunststoffen theoretisch ermittelbare Werte mittels Summenparameter errechnet werden können. Bei oxidativen Verfahren wie CSB und TOC wird eine vollständige Oxidation der Kunststoffe zu CO_2 , H_2O und ggf. NH_3 angenommen. Für den Parameter CSB, der in zur vollständigen Oxidation benötigte Masse O_2 pro Masse Stoff ausgedrückt wird, kann so stöchiometrisch der theoretische, spezifische O_2 -Bedarf ermittelt werden. Der Parameter TOC wird über die Gesamtmasse an Kohlenstoff pro Masse Stoff ausgedrückt, sodass der theoretische, spezifische Wert über das Verhältnis der Molmassen von Kohlenstoff zur gesamten Molmasse ausgedrückt werden kann. Gleiches gilt für die Werte AOX (Molmasse Chlor zur gesamten Molmasse) und TNb (Molmasse Stickstoff zur gesamten Molmasse). Berechnungsbeispiele hierzu sind in Tabelle 6 aufgeführt.

Tabelle 6: Theoretisch berechnete, spezifische nasschemische Summenparameter von verschiedenen Kunststoffen

Kunststoff	Summenformel	Molmasse in g / mol	Theoretische, spezifische Werte			
			CSB in g O_2 / g Polymer	TOC in g C / g Polymer	AOX in g Cl / g Polymer	TNb in g N / g Polymer
Polyethylen PE	$(\text{C}_2\text{H}_4)_n$	28,05	3,422	0,856	0	0
Polypropylen PP	$(\text{C}_2\text{H}_6)_n$	42,08	3,422	0,856	0	0
Polystyrol PS	$(\text{C}_8\text{H}_8)_n$	104,15	3,072	0,923	0	0
Polyvinylchlorid PVC	$(\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl})_n$	62,50	1,408	0,384	0,567	0
Polyamid PA6	$(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO})_n$	113,16	2,121	0,637	0	0,124
	PA12 $(\text{C}_{12}\text{H}_{23}\text{NO})_n$	197,32	2,676	0,730	0	0,071
Polyacrylnitril PAN	$(\text{C}_3\text{H}_3\text{N})_n$	53,06	1,809	0,679	0	0,264

6.1.5.2 CSB

Zur Untersuchung von Korrelationen zwischen Kunststoffkonzentrationen und dem Summenparameter CSB wurden mit Unterstützung des Projektpartners BS-Partikel Suspensionen von Polystyrolpartikel definierter Größe und Konzentration hergestellt. Dazu wurden verschieden große „Bottom-up“ Polystyrolpartikel verwendet und eine betriebsinterne Einzelpartikelzählung von BS-Partikel GmbH als Kontrollmessung durchgeführt.

Die hergestellten Suspensionen wurden unfiltriert mittels CSB-Küvettentests (LCK314, LCK 514; Hach Lange GmbH) und zusätzlich nach DIN 38409-41 analysiert. Ein theoretischer CSB-Wert wird anhand der Summenformel der Kunststoffe ermittelt (siehe Kapitel 6.1.5.1). Beide Verfahren liefern vergleichbare Ergebnisse. In Abbildung 22 sind die mittels Küvettentest generierten Ergebnisse der PS-Suspensionen für die verschiedenen Größenklassen dargestellt. Kleine Partikel bis $12,5 \mu\text{m}$ zeigen eine dem theoretisch berechneten Wert sehr ähnliche Abhängigkeit zwischen Partikelkonzentration und CSB-Wert. Größere Partikel weisen eine Abweichung vom theoretisch erwarteten CSB-Äquivalent auf. Dies deutet darauf hin, dass mit zunehmendem Partikeldurchmesser die Oxidierbarkeit sinkt und die Partikel erwartungsgemäß einen geringeren Aufschlussgrad aufweisen. Somit wird nicht das gesamte PS in einer Probe der nasschemischen Oxidation zugänglich.

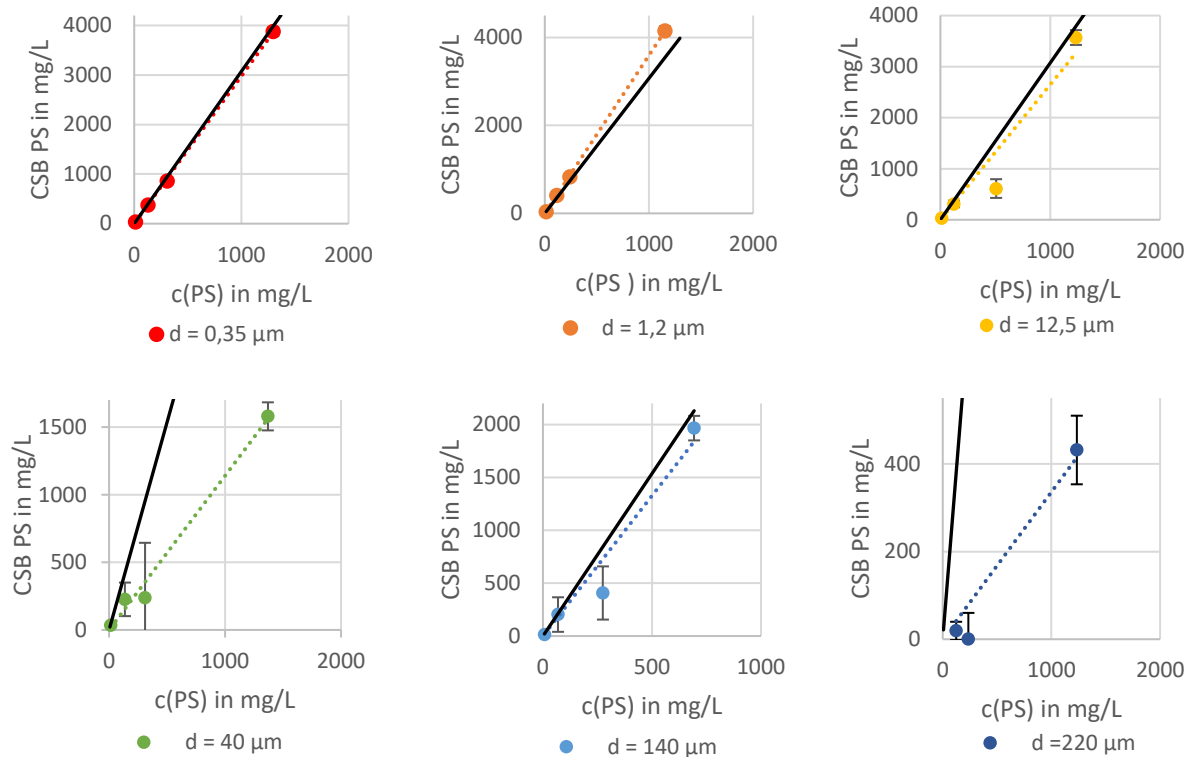


Abbildung 22: PS-Partikel Konzentration über den mit Küvettentests ermittelten CSB-Wert. Die schwarze Linie zeigt den theoretischen Wert bei einem Aufschlussgrad von 100 % an.

Zusätzlich zu PS wurde das CSB-Äquivalent von PA6-, PA12- und PVC-Pulvern mittels Küvettentests untersucht. Die Partikelgrößen wurden mittels Laserbeugung (Mastersizer 3000, Malvern Instruments; Einstellungen: 1600 rpm, Fraunhofer Annäherung) ermittelt und werden als mittlere Partikelgröße (D_{x50}) angegeben. Die Aufschlussgrade werden mit Hilfe des spezifischen, theoretischen Sauerstoffbedarfes jedes Kunststoffes (siehe Tabelle 6) ermittelt und sind in Abbildung 23 aufgezeigt. Wie in Abbildung 22 schon dargestellt, fällt bei den PS Partikeln eine breitere Streuung der Messergebnisse auf. Tendenziell nimmt der Aufschlussgrad mit zunehmender Größe der Partikel ab.

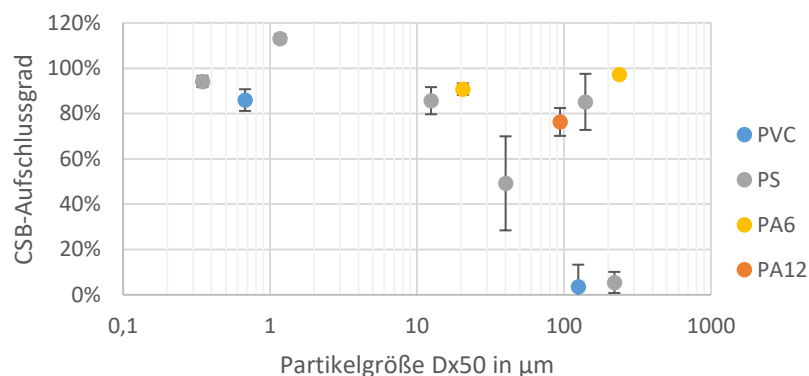


Abbildung 23: CSB-Aufschlussgrad verschiedener Polymerpulver unterschiedlicher Größe

6.1.5.3 TOC

Die in Kapitel 6.1.5.2 untersuchten Kunststoffpulver wurden ebenfalls zur Untersuchung von Korrelationen mit dem Parameter TOC in Reinwasserversuchen mit Küvettentests (LCK 385, LCK 386, Hach Lange GmbH) untersucht. Der TOC-Aufschlussgrad wird mit Hilfe des spezifischen Kohlenstoffgehaltes für jeden Kunststoff ermittelt (siehe Kapitel 6.1.5.1). Die Ergebnisse sind in Abbildung 24 dargestellt. Generell ist der TOC-Aufschlussgrad geringer als der CSB-Aufschlussgrad. Durch die im Projekt EmiStop hergestellten PS-Partikel können für dieses Polymer sechs unterschiedliche Größen untersucht werden. Der Aufschlussgrad der PS-Partikel nimmt mit sinkendem Oberfläche/Volumen-Verhältnis der unterschiedlichen Partikelgrößen ab. In Konzentrationsversuchen hat sich kein signifikanter Zusammenhang zwischen Konzentration und TOC-Aufschlussgrad gezeigt.

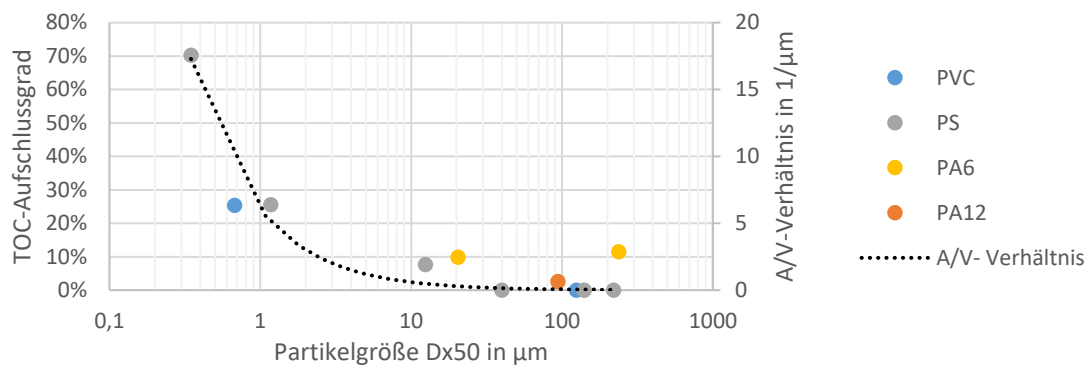


Abbildung 24: TOC-Aufschlussgrad verschiedener Polymerpulver unterschiedlicher Größe. Das Oberfläche/Volumenverhältnis ideal runder Partikel der Partikelgrößen ist ebenfalls dargestellt.

6.1.5.4 TNb

Polyamide enthalten Stickstoff, weshalb ein möglicher Einfluss von Polyamiden auf den Parameter TNb in Reinwasserversuchen mit Küvettentests (LCK 138, LCK 338; Hach Lange GmbH) untersucht wurde. Die Ergebnisse sind in Abbildung 25 dargestellt. Es wurden zwei PA6-Pulver unterschiedlicher Partikelgröße, zwei PAN-Pulver unterschiedlicher Molekulargewichte (230 g/mol und 80 g/mol) und ein PA12-Pulver untersucht. Der Aufschlussgrad wird als prozentualer Anteil des realen Messwertes zum theoretischen, spezifischen Wert ausgedrückt (siehe Kapitel 6.1.5.1). Die Partikelgrößen wurden mittels Laserbeugung (Mastersizer 3000, Malvern Instruments; Einstellungen: 1600 rpm, Fraunhofer Annäherung) ermittelt und werden als mittlere Partikelgröße (Dx50) angegeben. Alle untersuchten Polyamide bewirken mit steigender Konzentration einen Anstieg an TNb. Bei den PA6 Pulvern liegt der Aufschlussgrad bei 4 - 10 %. Der Stickstoffanteil in dem PA12-Pulver konnte erst ab einer Konzentration von 4 g/L gemessen werden mit einem mittleren Aufschlussgrad von 0,4 %. Beide PAN-Pulver weisen eine sehr ähnliche Korrelation zwischen Konzentration und TNb-Wert auf. Aufgrund der unterschiedlichen Molekulargewichte (theoretischer TNb: 0,061 und 0,165 g N/g Polymer) weist PAN 1 einen höheren mittleren Aufschlussgrad von 35 % und PAN 2 von 15 % auf. Für die Detektion stickstoffhaltiger MP in Wasser sind die Korrelationen unzureichend, da erst ab PA-Konzentrationen < 100 mg/L überhaupt ein Anstieg des TNb analytisch nachgewiesen werden konnte.

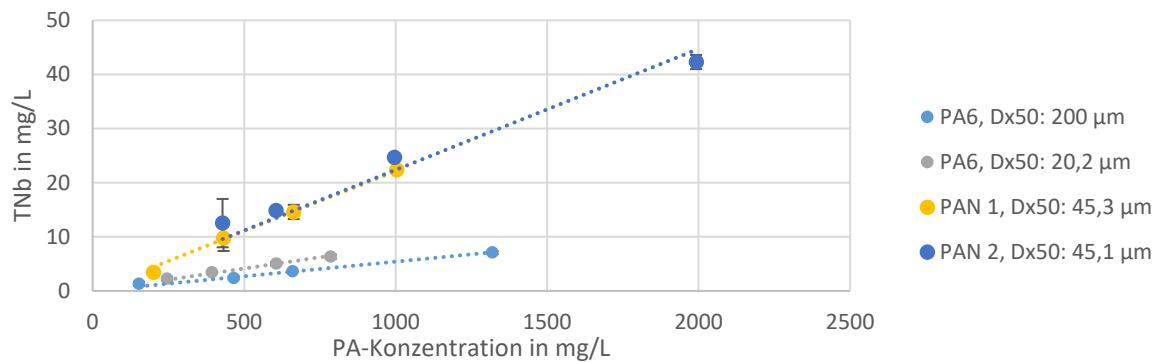


Abbildung 25: Korrelation zwischen TNb und verschiedenen Polyamiden

6.1.5.5 AOX

In Reinwasserversuchen konnte eine Korrelation zwischen PVC-Partikelkonzentration und AOX nachgewiesen werden. Hierzu wurden die Partikelgrößenverteilungen verschiedener PVC-Pulver mittels Laserbeugung (Mastersizer 3000, Malvern Instruments, Einstellungen: 1600 rpm, Fraunhofer Annäherung) bestimmt, welche als mittlere Partikelgröße (Dx50) angegeben werden, anschließend Dispersionen mit unterschiedlichen Konzentrationen hergestellt und an ein akkreditiertes Labor zur AOX Analyse nach DIN EN ISO 9562 (H 14) gegeben. Mit einem spezifischen theoretischen Chlorgehalt von 0,567 g Cl⁻ pro g PVC wird der Aufschlussgrad ermittelt (siehe Kapitel 6.1.5.1). In Abbildung 26 ist der mittlere Aufschlussgrad der Messungen über die ermittelte Partikelgröße aufgetragen. Es ist die Tendenz erkennbar, dass kleinere Partikel besser aufgeschlossen werden und somit einen größeren Einfluss auf das AOX-Messergebnis haben.

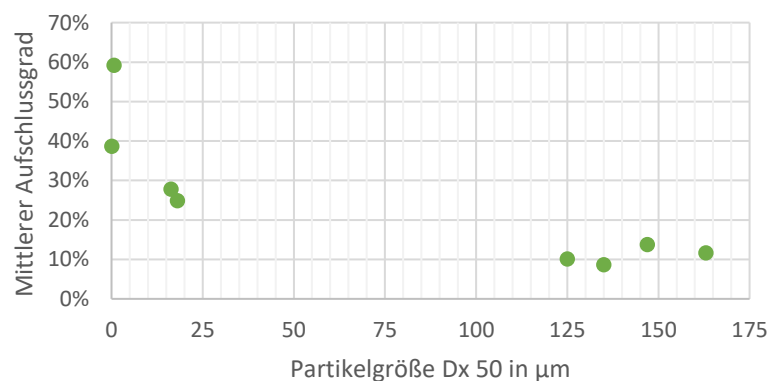


Abbildung 26: Mittlerer Aufschlussgrad von PVC-Pulvern verschiedener Partikelgröße mittels AOX-Bestimmung

In Abbildung 27 sind beispielhaft die Ergebnisse der Konzentrationsmessungen von zwei PVC-Pulvern mit je großem und kleinem Partikeldurchmesser dargestellt. Der Korrelationskoeffizient für kleinere Partikel ist erwartungsgemäß höher. Die Regressionsgeraden beider gemessenen Partikelgrößen erreichen, wie in Abbildung 26 schon gezeigt, nicht den theoretisch möglichen AOX-Wert und es ist bei großen Partikeln eine steigende Abweichung mit Konzentrationszunahme festzustellen.

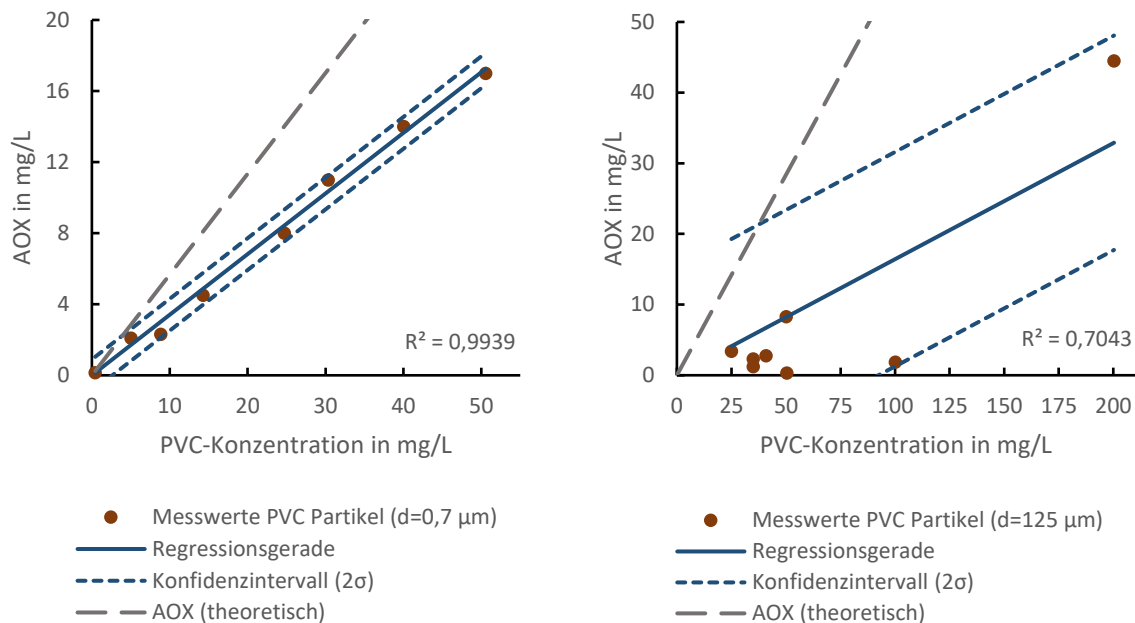


Abbildung 27: Regressionsgeraden mit 2σ Konfidenzintervallen der AOX Messungen von PVC-Suspensionen mit $d = 0,7 \mu\text{m}$ (links) und $d = 125 \mu\text{m}$ (rechts) Partikeldurchmesser. Der theoretisch berechnete AOX-Wert ist ebenfalls dargestellt.

In der Auswertung der Betriebsdaten von Wochenmischproben der letzten zehn Jahre von PVC-haltigem Industrieabwasser eines Projektpartners konnten entgegen der Laborergebnisse keine statistisch signifikanten Korrelationen zwischen Kohlenstoffgehalt (TOC), Partikelkonzentration (AFS) und AOX festgestellt werden. Es handelt sich hierbei um einen Prozessabwasserstrom aus verschiedenen Batch-Produktionen, dem ggf. anfallendes Regenwasser zugeführt wird. Dies lässt eine zeitlich schwankende Konzentration an Tensiden, Emulgatoren oder vom Regenwasser eingetragene, anorganische Partikel in dem untersuchten Industrieabwasser vermuten. Dies kann eine mögliche Ursache für den Widerspruch zwischen Laborversuchen und Realabwasser darstellen (siehe Abbildung 28). Zusätzlich wurden nachträglich sieben Rückstellproben aus dem Projekt EmiStop, in denen $>10^4$ PVC MPP pro m^3 mit einer Größe $>500 \mu\text{m}$ oder $>10^6$ PVC MPP pro m^3 mit einer Größe $<50 \mu\text{m}$ detektiert wurden, zur AOX Bestimmung gegeben. In allen Proben wurde ein AOX-Wert zwischen $0,02 - 0,26 \text{ mg pro L}$ gemessen. Diese Rückstellproben stammen von einer Tankwagenreinigungsanlage, einer Industriekläranlage, einem Weiterverarbeiter und einem Hersteller. Weitere Untersuchungen des Einflusses von MP aus PVC auf den Parameter AOX wurden aufgrund des hohen Analyseaufwandes beider Parameter in diesem Projekt nicht durchgeführt.

Obwohl ein statistisch gesicherter Zusammenhang zw. AOX- und AFS-Konzentration in Prozessabwässern in EmiStop nicht nachgewiesen werden konnte, so berichtet ein Industriekläranlagenbetreiber mit PVC-haltigen Abwässern (persönliche Mitteilung, 2021), dass die AOX-Konzentrationen in Messungen im Gesamtablauf der IKA bei Flockenabtrieb signifikant ansteigen. Dieses Phänomen lässt die Vermutung zu, PVC-Teilchen seien in den abgetriebenen Flocken gebunden und könnten so bei Flockenabtrieb die AOX-Messung beeinflussen. Der Einfluss von PVC auf AOX-Messungen in Klärschlämmen ist in der Literatur bereits dokumentiert (European Commission 2001; Diehl et al. 1999).

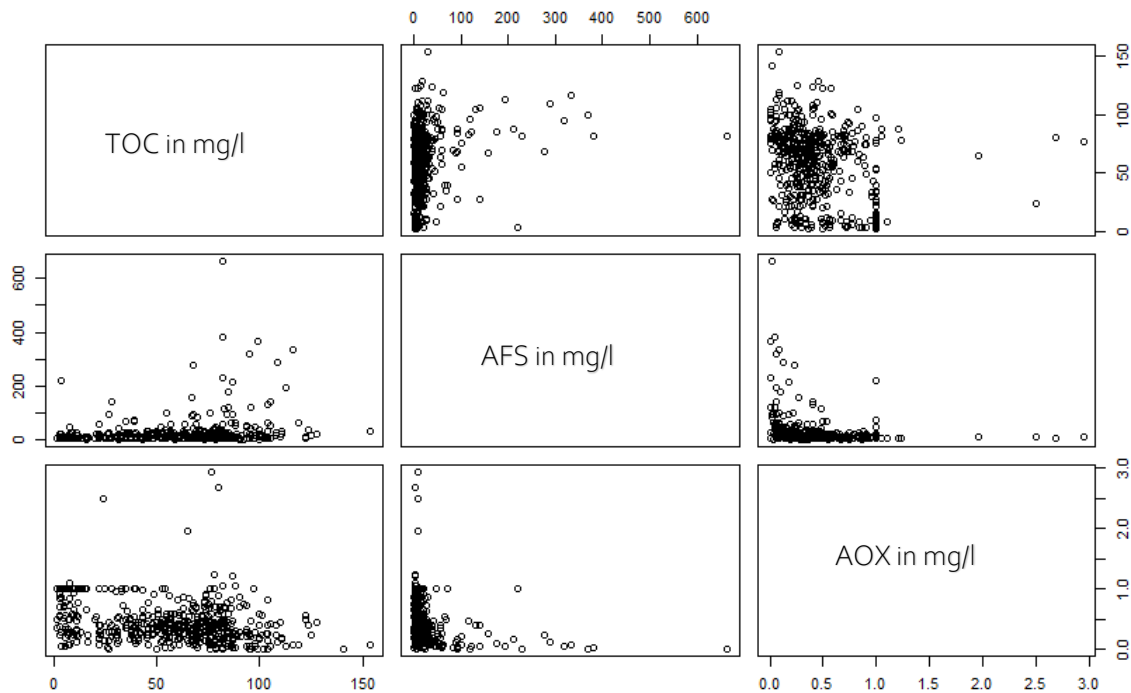


Abbildung 28: Korrelationsmatrix von Daten PVC-haltigen Prozesswassers der letzten zehn Jahre.

6.2 AP 2 Tracer-Tests

6.2.1 Suszeptibilitätsverfahren mittels magnetischer Suszeptibilitätswaage

TP 2-1 Suszeptibilitätsverfahren mittels magnetischer Suszeptibilitätswaage (Hauptautoren: TU-AW)

Die magnetische Suszeptibilität bezeichnet die Magnetisierbarkeit eines Stoffes. Die Suszeptibilität stellt also dar, in welchem Verhältnis das im Material erzeugte und daran gebundene Magnetfeld, das permanente, angelegte Magnetfeld verstärkt. Die magnetische Suszeptibilität ist daher dimensionslos und setzt sich aus dem Verhältnis von Magnetisierung M , multipliziert mit der materialspezifischen Permeabilität μ_0 , zur magnetischen Flussdichte B zusammen:

$$X_v = M \mu_0 / B$$

Die Suszeptibilität unterscheidet sich je nachdem, ob ein paramagnetischer, diamagnetischer oder ferromagnetischer Stoff vorliegt. Die hier verwendeten Tracerpartikel besaßen einen Eisenoxid-Kern und waren somit Ferromagneten. Diese Eigenschaft wurde während der Antragsphase identifiziert, um eindeutig messbare Partikel mit Magneten einfach von anderen Medien separieren zu können. Alle Messungen der magnetischen Suszeptibilität wurden mit einer "MSB Auto" des Herstellers Sherwood Scientific Ltd. durchgeführt (Abbildung 29).



Abbildung 29: Magnetische Suszeptibilitätswaage des Herstellers Sherwood Scientific Ltd.

In einer studentischen Arbeit wurden "Bottom-up"-Partikel des Partners BS in einem Laborversuch mit Scheibenmagneten eingesetzt (zur Beschreibung der Herstellung dieser Tracerpartikel siehe Kapitel 6.2.2.2). Die Tracerpartikel wurden in einem definierten Volumen durch eine Pumpe an einem Neodym-Scheibenmagnet vorbei- und zurückgeführt. Dabei wurden Umlaufdauer, Magnetabstand und Strömungsverhältnisse variiert und ihre Einflüsse auf die Rückhalterate analysiert.

Die höchste Rückhalterate von $99,7 \pm 10,8$ % wurde für das dreifache Passieren des Scheibenmagneten bei laminaren Strömungsverhältnissen erreicht. Bei Variation des Abstandes zwischen Magneten und Suspensionsvolumen, wurde ab einem Abstand von 3 cm bereits kein Rückhalt mehr nachgewiesen (siehe Abbildung 30).

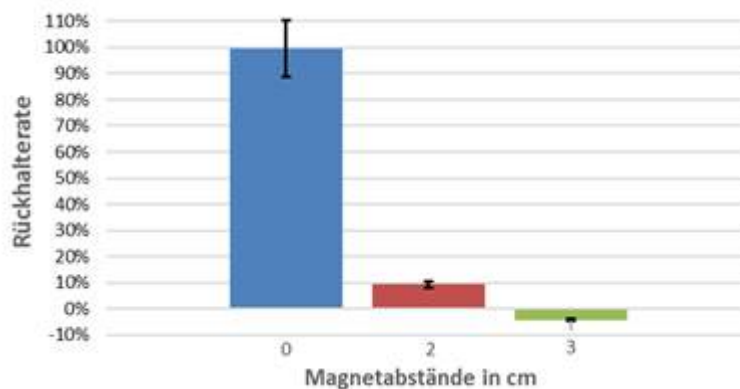


Abbildung 30: Rückhalterate magnetisierbarer "Bottom-up"-Partikel in laminarer Strömung in Abhängigkeit des Magnetabstands

Im Anschluss wurden erste Versuche mit einem industriellen Magnetabscheider (MF UP, MAGSY GmbH) gefahren (Abbildung 31). Diese wurden ebenso unter verschiedenen Umlaufdauern durchgeführt. Auch hier konnte durch mehrmaliges Passieren des Magnetabscheiders die Rückhalterate von $61,2 \pm 8,3$ % auf $103,0 \pm 8,3$ % gesteigert werden.

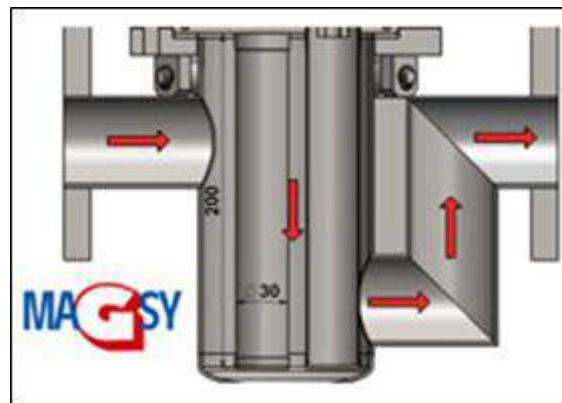


Abbildung 31: Magnetabscheider, Ein-/Auslaufrohre und Kaskaden-Durchlauf (Quelle: MAGSY GmbH)

In einer weiteren studentischen Arbeit wurden Versuchsreihen mit „Top-down“-Partikel am Magnetabscheider gefahren (siehe Kapitel 6.2.2.1 bzgl. der „Top-down“ Partikel). Hierbei konnten Partikelkonzentrationen nicht mittels Magnetischer Suszeptibilitätswaage bestimmt werden, da die Partikeldurchmesser sich als zu groß für das Analysegerät erwiesen. Stattdessen wurde die Partikelmasse gravimetrisch bestimmt.

Die Veränderung der Rückhalterate wurde in Abhängigkeit des Metalloxidanteils der Partikel, der Partikelart, der Partikelkonzentration, des Strömungsmediums und der Strömungsverhältnisse bezogen auf die Reynoldszahl erforscht. Bei Partikeln mit einem Metalloxidanteil von 5 % konnten geringere Rückhalteraten nachgewiesen werden als bei Partikeln mit einem magnetischen Anteil von 10 %. Des Weiteren konnte gezeigt werden: je geringer die Reynoldszahl, desto höher ist die Rückhalterate. Dieser lineare Zusammenhang wurde für PMMA 10 % Partikel in dem untersuchten Bereich der Strömungsverhältnisse nachgewiesen (Abbildung 32). Demnach empfiehlt es sich, im Magnetabscheider kleinere Fließgeschwindigkeiten einzustellen, da die Reynoldszahl direkt von dieser abhängt. Versuche zu unterschiedlichen Strömungsmedien kamen zu dem Ergebnis, dass es keinen Einfluss auf die Rückhalterate hat, ob Leitungswasser oder Wasser aus dem Ablauf der Nachklärung verwendet wird. Dies gilt, sofern der Blindwert an magnetischen Stoffen berücksichtigt wird, der bereits in dem jeweiligen Fluid enthalten ist.

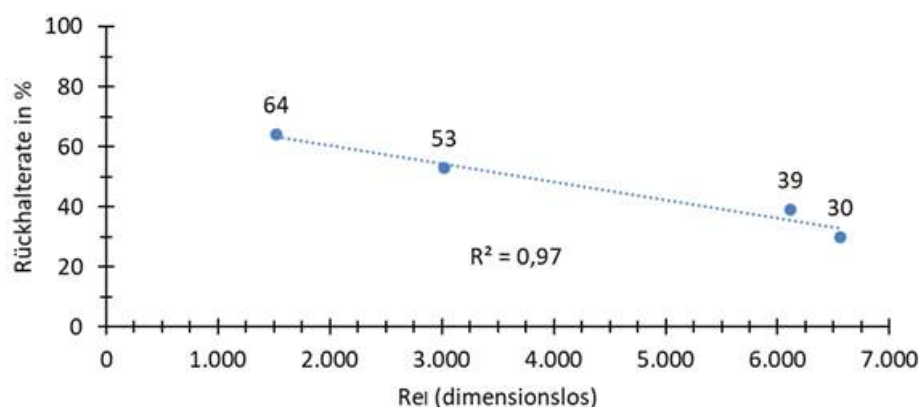


Abbildung 32: Rückhalterate von magnetisierbaren Partikeln in einem industriellen Magnetabscheider in Abhängigkeit der Reynoldszahl

Schließlich wurde der Tracer-Test an einer Membrananlage der EC eingesetzt (Details zu dieser Anlage finden sich in Kapitel 6.4.2). Neben der Kombination von magnetisierbaren "Bottom-up"-Partikeln, Magnetabscheider und magnetischer Suszeptibilitätswaage, wurde ein qualitativer Nachweis fluoreszierender "Bottom-up"-Partikel mit einem Fluoreszenzdetektor durchgeführt. Untersucht wurde der Einfluss der Partikelmenge und des Membrandrucks auf die Wiederfindungsrate und inwiefern sich der Betrieb in Kreislauf oder Aufkonzentrierung auf die Partikelkonzentrationen in der Anlage auswirkt.

Mit fluoreszierenden Partikeln wurden bei höherem Druck niedrigere Wiederfindungsraten beobachtet, eine Verdopplung der Partikelmenge zeigte keinen Einfluss. Mit zunehmender Versuchsdauer sank die Wiederfindungsrate im Konzentrat, wahrscheinlich aufgrund Ablagerung der Partikel im System. Im Permeat wurden keine Partikel nachgewiesen.

Von den verwendeten magnetisierbaren Partikeln wurden mehr als 50 % im Konzentrat und Spülwasser der Membrananlage nachgewiesen. Im Permeat wurden auch hier keine Partikel gefunden und somit die Integrität der Membran bzw. des Membranmoduls nachgewiesen (Abbildung 34). Die Kombination von "Bottom-up"-Partikeln und magnetischer Suszeptibilitätswaage konnte erfolgreich als qualitativer Nachweis in einem technischen System eingesetzt werden. Um das Verhalten der Partikel bezüglich ihres Verbleibs in Tanks und Rohrleitungen genauer nachvollziehen und dadurch einen quantitativen Nachweis garantieren zu können, sind weitergehende Untersuchungen notwendig.



Abbildung 33: Magnetisierbare "Bottom-up"-Partikel an einem industriellen Magnetabscheider

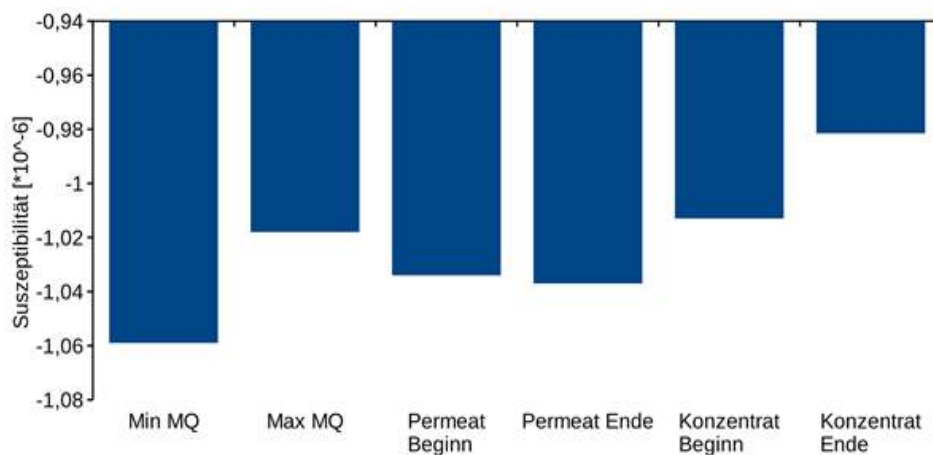


Abbildung 34: Vergleich der Suszeptibilitäten von Milli-Q-Wasser mit Permeat und Konzentrat der EC-Membrananlage jeweils zu Versuchsbeginn und -ende

6.2.2 Partikeldesign: Partikeldichte, Chemismus, Magnetismus und Form

TP 2-2 Partikeldesign: Partikeldichte, Chemismus, Magnetismus und Form (Hauptautoren: BS, TU-AW)

Zur Erreichung der Projektziele wurde eine zweigleisige Synthesestrategie für Tracerpartikel geplant und ausgeführt. Bei der „Top-down“-Strategie handelt es sich um die kontrollierte Zerkleinerung eines makroskopischen Körpers. Dabei entstehen üblicherweise Partikel mit zufälliger Morphologie. Bei der „Bottom-up“-Synthese werden Partikel durch kontrolliertes Wachstum in einer oder mehreren Stufen synthetisiert. In aller Regel entstehen bei der „Züchtung“ von Polymerkristallen kugelförmige Objekte.

6.2.2.1 „Top-down“-Partikel: Herstellung nicht-sphärischer Partikel mit magnetischen Eigenschaften

Stand der Technik bei der „Top-down“-Herstellung von Partikeln stellt im Allgemeinen die Anwendung einer Kryomühle dar, wobei die erzeugbaren Partikel in Bezug auf Morphologie und Größe limitiert sind. BS-Partikel verfolgt einen neuartigen Ansatz, der die Partikel in einem einzigen Event erzeugt und anschließend schonend im nativen Zustand belässt. Das Ziel dieser Vorgehensweise ist die Gewinnung von grundsätzlich kleineren und in ihrer Morphologie dem realen MP ähnlicheren Magnetpartikeln.

Zur Verifizierung der Anwendbarkeit der Methode auf das Thema der Tracerpartikel wurden zunächst zwei Versuchsreihen durchgeführt. Zum einen wurde eine von der TU Darmstadt bereitgestellte Folie aus PE mit eingebetteten Magnetpartikeln kontrolliert zerkleinert. Die Zerkleinerung erfolgte mit relativ geringer Ausbeute, wobei die typische Fließeigenschaft mit geringer Zähigkeit von PE beobachtet wurde. Dies führte zu den gewünschten und dem natürlichen Vorkommen ähnlichen, langgezogenen Morphologien. Beispielhaft sind typische Formen der entstandenen PE-Partikel in Abbildung 35 dargestellt. Die Partikelgröße lag über den gesamten μm -Größenbereich verteilt. Die „Top-down“-Partikel aus PE wiesen nur schwach ausgeprägte magnetische Eigenschaften auf. Dieser Umstand wird darauf zurückgeführt, dass bereits die zur Verfügung gestellte Folie eine kaum wahrnehmbare Magnetisierung aufwies.

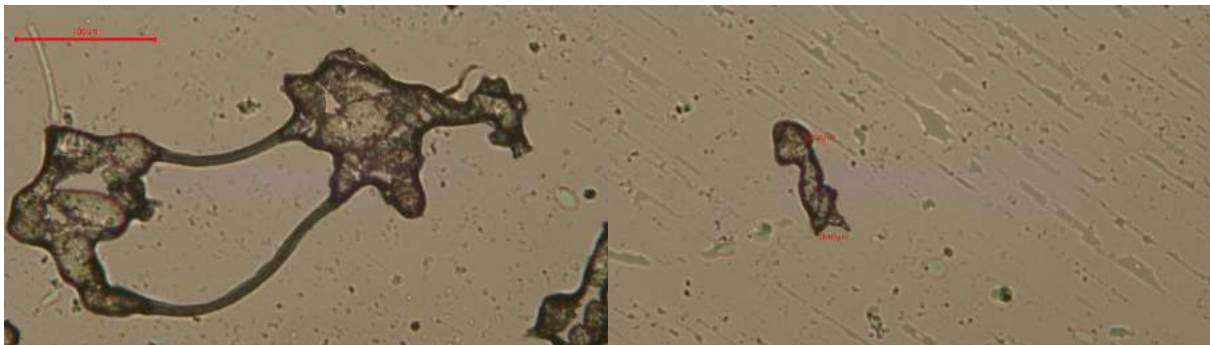


Abbildung 35: „Top-down“-Partikel aus PE

Die zweite Reihe an „Top-down“-Partikeln wurde aus einem im Versandhandel als „magnetische Abdeckfolie“ deklarierten Material hergestellt. Die Materialeigenschaften wiesen dabei darauf hin, dass es sich bei dem Kunststoff wohl um PVC handelte. Die Zerkleinerung der Folie erwies sich dabei, vor allem im Vergleich mit der Folie aus PE, als deutlich effizienter. So konnte eine große Ausbeute an Material erzielt werden, was auf eine gute Skalierbarkeit für einen späteren Einsatz schließen lässt. Exemplarische Aufnahmen des gewonnenen Materials sind in Abbildung 36 aufgezeigt.

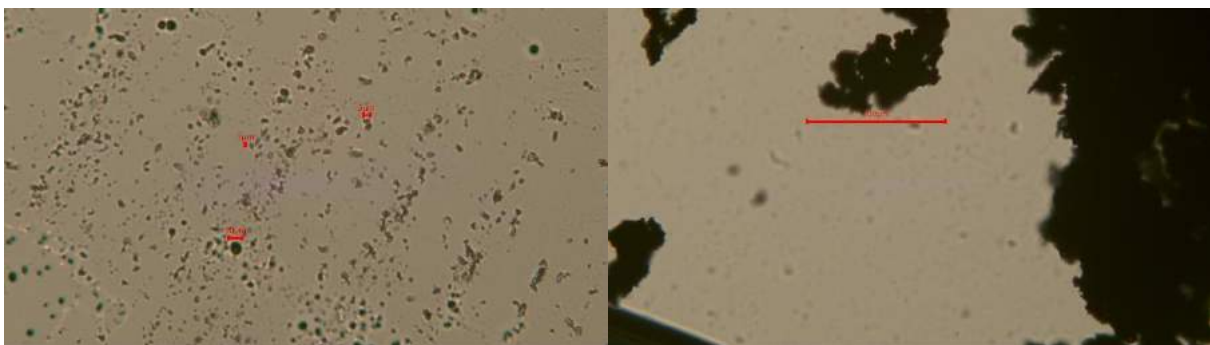


Abbildung 36: „Top-down“-Partikel aus PVC

Es ist erkennbar, dass sich unregelmäßig geformte Primärpartikel im Größenbereich $< 10 \mu\text{m}$ gebildet haben. Diese lagerten sich, wohl aufgrund des stark ausgeprägten Ferromagnetismus, spontan zu großen Aggregaten zusammen, welche $> 100 \mu\text{m}$ groß waren. Es wurde beobachtet, dass der Einsatz von Ultraschall zu einer Aufspaltung der Aggregate führte. Diese formten sich, trotz des Einsatzes von Stabilisatoren, jedoch wieder innerhalb kürzester Zeit zurück.

Vom Projektpartner Hochschule Rhein-Main wurde nach eingehender Untersuchung bestätigt, dass es sich bei dem eingesetzten Polymermaterial um PVC oder um ein Copolymer aus PVC/PVA handelte. Weiterhin kam man zur Erkenntnis, dass der Polymeranteil der hergestellten Partikel im Vergleich zum magnetischen Anteil sehr gering ist. Diese Erkenntnis erklärt, weshalb die entstandenen Partikel einen außergewöhnlich stark ausgeprägten Magnetismus aufwiesen.

Die Anwendung von kommerziell erhältlichen, magnetischen Folien oder Materialien wurde aufgrund der limitierten Variationsbreiten an verfügbaren Materialien als nicht zielführend erkannt. Entsprechend wurde ein Vorgehen erarbeitet, mit welchem das makroskopische Ausgangsmaterial hergestellt und die Zusammensetzung nach Bedarf variiert werden kann. Dieser „Top-down“-Prozess bietet den entscheidenden Vorteil, dass dadurch die Möglichkeit erlangt wird, skalierbar magnetische Plastikpartikel aus diversen Polymeren herzustellen.

Die Vorgehensweise war dabei, dass ein möglichst feinkörniges Kunststoff-Granulat mit magnetischen Nanopartikeln vermengt, gut durchmischt und anschließend verschmolzen wird. Das resultierende Material wird dann extrudiert und im Anschluss ein makroskopischer Körper daraus geformt. Diese

Vorgehensweise erwies sich als erfolgreich und es konnten magnetische Festkörper mit hohen Anteilen an Eisenoxid in PE (20%) und PVC (36,5%) erzeugt werden. Diese selbst hergestellten Festkörper ließen sich wie erwartet per „Top-down“-Prozess verarbeiten. Dabei war, wie bereits in vorherigen Versuchen beobachtet, die Prozessierungsrate (hergestellte Masse pro Zeiteinheit) bei PVC deutlich höher als bei PE. Die den Projektpartnern zur Verfügung gestellten Suspensionen sind in Abbildung 37 aufgezeigt.



Abbildung 37: Magnetische Polymerpartikelsuspensionen aus PE und PCV

Die mittels optischer Mikroskopie erfolgte Untersuchung der magnetischen Partikelsuspensionen ergab im Vergleich zu den Initialstudien übereinstimmende Morphologien und Partikelgrößen bei Anwendung von identischen Prozessparametern. Es wurde weiterhin beobachtet, dass die Partikel makroskopisch einen ausgezeichneten Magnetismus aufweisen.

Die Anwendung der hergestellten magnetischen Polymerpartikel hat sich jedoch als sehr schwierig erwiesen. Insbesondere wurden an der TU DA und HSRM die folgenden Erkenntnisse gewonnen:

Verdünnungsreihen und Untersuchungen mittels der magnetischen Suszeptibilitätswaage ergaben, dass eine homogene Verdünnung der zugesandten Partikelsuspensionen aufgrund der starken Selbstanziehung der magnetischen Partikel kaum erlangt werden kann. Entsprechend musste in der Folge eine Herangehensweise zur verlässlichen Verdünnung und zur Einstellung von Feststoffgehalten der magnetischen Polymerpartikelsuspensionen erarbeitet werden.

In der Raman-Spektroskopie konnte lediglich ein sehr starkes Signal an Eisenoxid erkannt werden, jedoch kein Polymersignal. Diese überraschende Erkenntnis könnte aufgrund einer Signalübersättigung getroffen worden sein. Allerdings könnte sie auch ein Hinweis auf Inhomogenitäten sein.

Folglich musste der Prozess zur Herstellung der „Top-down“-Partikel weiterentwickelt werden. So sollte der Eisenoxidgehalt bei Erhalt der magnetischen Funktionalisierung sukzessive herabgesenkt werden, so dass die Polymereigenschaften möglichst erhalten bleiben. Dabei wurden zunächst bei einem konstanten Anteil von Eisenoxid von 10% entsprechende Partikel aus PE und PMMA hergestellt. Während vor allem das PE sehr homogen und vielversprechend wirkte, hat das PMMA stark zu einer Phasenseparation von Polymer und Eisenoxidfunktionalität tendiert. Die Inhomogenität konnte analytisch bestätigt werden.

Weiterhin wurde in diesem Syntheseschritt auch das Medium variiert und dabei zunächst Wasser mit einer nichtionischen Tensidlösung vergleichend hergestellt.

In einer weiteren Versuchsreihe wurde auf Anregung der Projektpartner die magnetische Funktionalisierung der PE-Partikel weitergehend verringert und neben einem Eisenoxidanteil von 10% auch ein Anteil von 5% realisiert. Bei dieser Versuchsreihe wurde auf Ethanol als Dispergierungsmittel vertraut, so dass die anschließende Trocknung der Partikel effizienter und reproduzierbarer ablaufen konnte. Nach Verwendung der Partikel durch die Projektpartner zeigte sich jedoch, dass die Verwendung

von ausschließlich Ethanol als Dispergierungsmittel nicht zu dem gewohnt homogenen Ergebnis führte. Außerdem zeigte sich ein Eisenoxidanteil von lediglich 5% aufgrund von zu schwacher Magnetfunktion als wenig praktikabel für den Tracer-Test. Daher einigten sich die Projektpartner auf einen konstanten Eisenoxidanteil von 10% für alle weiteren Chargen. Zudem kamen die Projektpartner darin überein, dass bei der Synthese der Partikel weiterhin Ethanol als Dispergierungsmittel verwendet wird, aber vor der anschließenden Trocknung eine Tensidlösung zugegeben wird, um wieder das gewohnt homogene Verhalten zu erreichen.

In diesem Zusammenhang konnte weiterhin eine Hochskalierung von wenigen Milligramm auf mehrere Gramm an Partikeln der Zusammensetzung $\text{PE}(\text{Fe}_x\text{O}_y)_{10\%}$ erreicht werden. Exemplarisch ist die Partikelmorphologie dieser Charge in Abbildung 38 dargestellt.

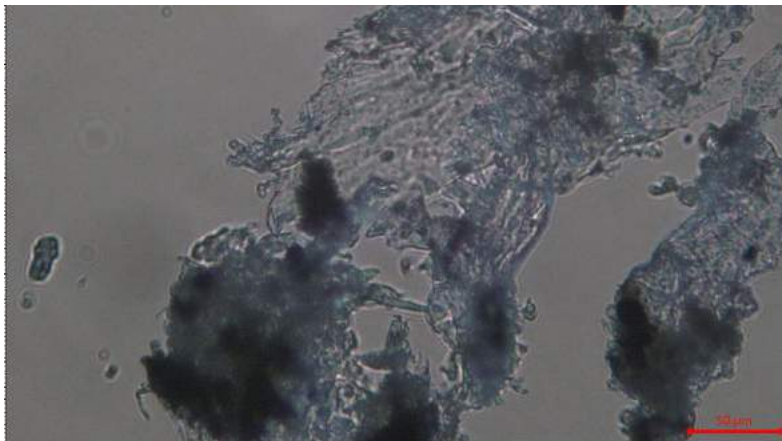


Abbildung 38: Exemplarische Mikroskopieaufnahme der Charge an $\text{PE}(\text{Fe}_x\text{O}_y)_{10\%}$

Den Erkenntnissen der beteiligten Projektpartner folgend, wurde PMMA als ungeeignete Polymerart befunden. Daher wurde PET als weitere Polymerart für die Herstellung der „Top-down“-Partikel verwendet, auch aufgrund der Relevanz dieses Polymers für reale Mikroplastikvorkommen. Dabei wurden bei einem konstanten Anteil von Eisenoxid von 10% entsprechende Partikel aus PET hergestellt. Auch hier konnte eine Ausbeute von mehreren Gramm an Material erlangt werden. Das Aussehen dieser Partikel ist exemplarisch in Abbildung 39 wiedergegeben.

Durch weitere Maßnahmen zur Hochskalierung der Synthese von PE-Partikeln konnte die Ausbeute von wenigen Gramm auf 40 g gesteigert werden. Dabei wurde, wie zuvor als pragmatischste Herangehensweise erkannt, Ethanol während der Synthese und Tensidlösung bei der Trocknung verwendet.

Auch die Hochskalierung der Synthese der PET-Partikel konnte eine Steigerung der Ausbeute einer Versuchsreihe von wenigen Gramm auf etwa 30 g bewirken. Auch hier wurde Ethanol während der Synthese und Tensidlösung bei der Trocknung verwendet. Die Hochskalierte Synthese von $\text{PET}(\text{Fe}_x\text{O}_y)_{10\%}$ wies sehr ähnliche Partikeleigenschaften (siehe Abbildung 41) und konnte erfolgreich in der Pilotierung des Tracertests eingesetzt werden.

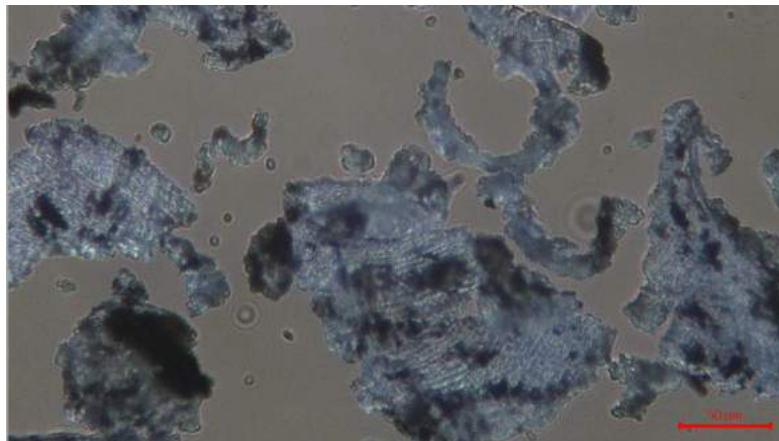


Abbildung 39: Exemplarische Mikroskopieaufnahme der Charge an PET(Fe_xO_y)_{10%}

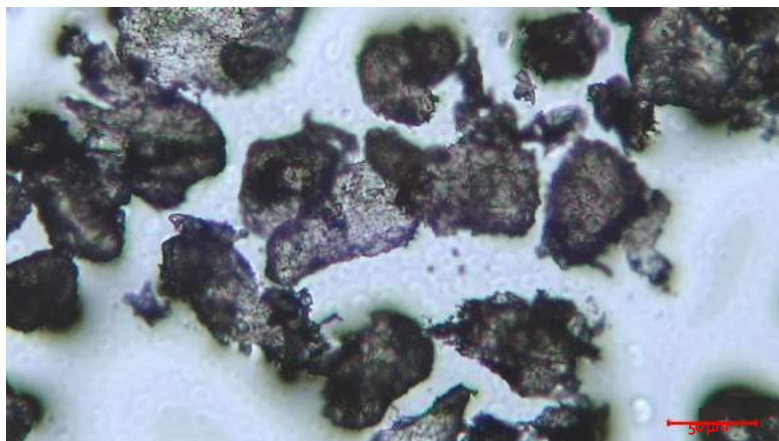


Abbildung 40: Exemplarische Mikroskopieaufnahme der hochskalierten Charge an PE(Fe_xO_y)_{10%}



Abbildung 41: Exemplarische Mikroskopieaufnahme der hochskalierten Charge an PET(Fe_xO_y)_{10%}

Als wichtige Erkenntnis konnte somit die Skalierbarkeit der Synthese wie geplant erreicht werden. Die Partikelgrößenverteilung verblieb dabei größtenteils unberührt und im Zielkorridor von $< 50 \mu\text{m}$. Anzahlbasiert wurden durchschnittliche Partikelgrößen von ca. $20 \mu\text{m}$ ermittelt, massenbasiert lag der Mittelwert bei etwa $50 \mu\text{m}$.

6.2.2.2 „Bottom-up“-Partikel: Herstellung größeinheitlicher magnetischer Polymerpartikel mit Kugelform

Im Kontext der Anwendung von „Top-down“-Partikeln wurde geschlussfolgert, dass es Schwierigkeiten bei der verlässlichen Anfertigung von Konzentrationsreihen gibt, wie sie beispielsweise zur Methodenvalidierung der magnetischen Suszeptibilitätswaage vonnöten sind. Daher sollten die wohldefinierten und einfach handhabbaren „Bottom-up“-Partikel in definierte Konzentrationsreihen überführt werden. Daraus resultierend sollte ein Maß für die Fehlertoleranzen und Genauigkeiten der Ergebnisse mittels der magnetischen Suszeptibilitätswaage erhalten werden.

Es wurde bei Projektbeginn davon ausgegangen, dass die Entwicklung von magnetischen Partikeln mit den Spezifikationen entsprechenden Eigenschaften einen gewissen Zeitraum in Anspruch nimmt. Als Startpunkt für die Entwicklung von Tracer-Partikeln und um den übrigen Projektpartnern einen möglichst sofortigen Beginn der Projektarbeit zu gewährleisten, wurden ihnen zunächst Proben an zugekauftem Material zur Verfügung gestellt. Auf derartige Partikel hat BS-Partikel als Vertreiber den direkten Marktzugang, so dass als primäres Ziel die Versorgungssicherung der Projektpartner sichergestellt werden konnte.

Die Herstellung der bereitgestellten Partikel erfolgt nach einem aufwändigen und patentierten Hochdruckverfahren. Dabei handelt es sich um stark magnetische Partikel mit Durchmessern von einigen 100 nm . Durch die Hochdruckpolymerisation können außergewöhnlich große Mengen an Eisenoxid-Nanopartikeln in die Polymerhülle eingekapselt werden und dadurch eine große magnetische Suszeptibilität erreicht werden. Die Partikel wiesen dabei eine Hydroxy- bzw. Carboxyfunktionalisierung auf. Die ersten Ergebnisse haben die Probe mit dem größeren Anteil an Eisenoxid als besser geeignet identifiziert.

Parallel wurde in den hauseigenen Laboratorien Literaturrecherchen und Studien zur Herstellung von magnetischen Partikeln durchgeführt. Nach erfolgten Vorversuchen wurden zwei Syntheserouten als relevant identifiziert. Die Herstellung „grafting from“ erfolgt, indem die Polymerhülle als Quervernetzer von magnetischen Partikeln fungiert und deren Oberflächenmodifikation ausnutzt. Auf die Art scheinen Partikel mit gutem Magnetismus herstellbar zu sein, jedoch mit noch unbefriedigender Größenverteilung. Die zweite Route „grafting onto“ basiert auf der Ankopplung oder Einkapselung von funktionalisierten Eisenoxid-Nanopartikeln an die Polymermatrix und an entsprechende Bindestellen. Diese Reaktionen verlaufen sehr kontrolliert, jedoch konnte im Rahmen der ersten Versuche kein befriedigender Magnetismus erzielt werden.

Hinsichtlich einer verlässlichen Verdünnung der magnetischen Partikel, insbesondere bei den „Top-down“-Partikeln, wurden die „Bottom-up“-Partikel zunächst in die Pulverform überführt, da sich die Handhabung von verdünnten Suspensionen auch bei den „Bottom-up“-Partikeln für die Analytik als schwierig herausstellte. Es wurden 20 Probengefäße à 50 mL der möglichst identischen Gehalte an „Bottom-up“-Magnetpartikel hergestellt und zur Quantifizierung des Auflösungsvermögens der magnetischen Suszeptibilitätswaage verwendet. Bei der Herstellung dieser Charge Emi_030C_192 wurde mit besonderer Akribie homogenisiert, so dass Variationen möglichst ausgeschlossen werden konnten. Zusätzlich wurde eine definierte Partikelsuspension von 50 mL der Charge Emi_02H_191 für die Pilotierung des Tracertests hergestellt.

Es wurde eine weitere Charge an „Bottom-up“-Partikel mit einem zur Referenzprobe Emi_030C_192 abweichendem Chemismus konfektioniert. Diese sollten hinsichtlich des Fällungsverhaltens getestet und

mit der Referenzprobe verglichen werden. Im weiteren Verlauf sollten diese Ergebnisse mit dem Fällungsverhalten von größenidentischen Polystyrolpartikeln mit und ohne hydrophiler Oberflächenfunktionalität verglichen werden.

6.2.2.3 *Fluoreszierende Partikel*

Aufgrund der Schwierigkeiten bei der Partikelquantifizierung mittels der Suszeptibilitätswaage wurde auch der Ansatz verfolgt, dass die Entwicklung des Tracertests durch Nutzung von fluoreszenzmarkierten Partikeln beschleunigt werden soll. Fluoreszierende Partikel aus Polystyrol kann BS-Partikel grundsätzlich verlässlich und in größerem Maßstab herstellen. Mithilfe der Fluoreszenzmarkierung sollte evaluiert werden, ob eine weitere Dimension der Partikeldetektion eröffnet werden kann.

Für zusätzliche Versuche zur Bestimmung der WFR wurden grün fluoreszierende Partikel der Größen 500 nm und 10 μ m hergestellt. Weiterhin wurde dazu übergegangen, auch Materialien alternativer Polymerspezies Fluoreszenzeigenschaften zu verleihen.

Die Quantifizierung der Fluoreszenz sollte im Tracertest mittels eines Durchfluss-Fluoreszenzspektrometers erfolgen, welchen BS-Partikel dem Projektpartner TU-AW zur Verfügung stellen konnte. Durch die Detektion einer zweiten Dimension ist davon auszugehen, dass der Tracertest stabiler (weniger störanfällig) und mit besserer Auflösung funktioniert. In Folge dessen, wurden erste wissenschaftliche Schritte unternommen, um die Fähigkeit zu erlangen, zu einem späteren Zeitpunkt magnetische und zugleich fluoreszierende „Top-down“-Partikel herzustellen.

Weiterhin wurde eine Charge von fluoreszierenden Polystyrolpartikeln mit einem Partikeldurchmesser von 400 nm (50 ml Volumen, 10% Feststoffgehalt), basierend auf einem „Bottom-up“-Prozess, hergestellt und für die Pilotierung des Tracertests verwendet.

6.3 AP 3 Identifikation industrieller Eintragspfade

6.3.1 Identifikation von Eintragspfaden

TP 3-1 Identifikation relevanter Branchen und Eintragspfade (Hauptautoren: TU-AT)

Der größte Anteil der chemischen Industrie, zu der die Kunststoffindustrie gehört, ist in Deutschland in insgesamt 35 Chemieparks organisiert (VCI 2021). Chemieparks besitzen meist eine eigene Infrastruktur, die die Firmen mit Rohstoffen ver- und Abfälle entsorgt. Dazu gehören auch eigene Abwasserreinigungsanlagen, in denen meist alle anfallenden Abwässer (auch kommunale Anteile) behandelt werden. Diese werden im Folgenden Industrieparkkläranlage (IKA) genannt. Da IKAs aufgrund ihrer besonderen Situation definierte, industrielle Einleiter besitzen, wird in EmiStop ein Hauptaugenmerk auf die Beprobung von IKAs gelegt. Es soll ebenfalls geprüft werden, ob durch die Analyse von Zulauf und Zulauf-Teilströmen detektiertes MP bestimmten Unternehmen zugeordnet werden kann.

Durch eine Werbekampagne in Form von personalisierten Anschreiben und Knüpfung von Kontakten auf industrienahen Veranstaltungen, konnten Unternehmen entlang der Wertschöpfungskette von Kunststoffprodukten für Begehungen und Probenahmen gewonnen werden. Durch die Abschießung von Geheimhaltungserklärungen wurden viele Probenahmen erst ermöglicht. Das genaue Vorgehen der Begehungen ist in den von EmiStop veröffentlichten Handlungsempfehlungen (Barkmann et al. 2021) aufgeführt. Es konnten jeweils drei Betriebe aus der Herstellung, Weiterverarbeitung und Logistik von Kunststoffen begangen werden. Bei Begehungen und Voruntersuchungen identifizierte, maßgebliche Eintragspfade werden im Folgenden näher erläutert, die Ergebnisse der Probenahmen wässriger Medien sind in Kapitel 6.3.2 dargestellt.

Kunststoffe werden meist in Form von Granulaten oder Pulver in Kunststoffsäcken, Oktabins, Big Bags oder Silofahrzeugen transportiert. In der Logistik können besonders bei nicht fachgerecht gestapelter und verpackter Sackware Havarien auftreten. Ausgetretenes Material wird trocken aufgenommen und entsorgt. Die meisten Prozesse, wie die Be- und Entladung von Paletten, Oktabins oder Big Bags werden in Hallen durchgeführt. Hier konnte bei den Betriebsbegehungen ein erhöhtes Staubaufkommen durch den Reifenabrieb der Flurförderfahrzeuge festgestellt werden. Ein wesentlicher MP-Eintrag in wässrige Medien im Bereich der Logistik kann die Reinigung von Silofahrzeugen sein, die für Transporte von Kunststoffgranulaten eingesetzt werden. Tankreinigungsanlagen sind in ganz Deutschland verteilt und die Reinigungsaufträge erfolgen meist ohne Termin. Es fallen Restmengen und Abwasser bei der Reinigung an, die einem Entsorgungsbetrieb zugeführt oder nach einer Wasserbehandlung als Indirekteinleiter in die Kanalisation gegeben werden. Zur Abschätzung des Eintragspotentials wurde eine Waschanlage für Kippsilofahrzeuge näher untersucht. Bei dieser Anlage hatten ca. 10 % der Kunden vor der Reinigung Kunststoffe geladen. In einem Probezeitraum von vier Wochen wurden an der Waschanlage sieben Kunststoff-transportierende Kippsilofahrzeuge beprobt. Es fallen Restmengen zwischen 7 g und 16 kg als ausgekehrter Rückstand vor der Nassreinigung an. Bei fünf Kippsilofahrzeugen konnte mittels Tuchfilter (10 µm Maschenweite) der Feinanteil an transportiertem Kunststoffprodukt im Waschwasser vor der Abwasserbehandlung ermittelt werden. Im Durchschnitt befinden sich demnach 30 g Rückstand im Waschwasser von Granulat transportierenden Kippsilofahrzeugen und ca. 670 g Rückstand im Waschwasser von Pulver transportierenden Kippsilofahrzeugen. Zusätzlich wurde die Hofffläche vor der Waschanlage in dem Untersuchungszeitraum wöchentlich mit einer Wiederfindungsrate von 83 % für Partikeldurchmesser bis 1 mm abgekehrt. Es wurden im Durchschnitt ca. 8 Granulate pro m² auf der Fläche gefunden mit einem Ausreißer von knapp 60 Granulaten pro m². Dies entspricht einer Verlustrate von Produkt pro Reinigung und Tanksilofahrzeug mit Granulat-Beladung (25 t) von 0,002 % bis 0,068 %. In die Abwasserbehandlung der Waschanlage gelangen so bei einer durchschnittlichen jährlichen Nutzung von 170 Kunststoff transportierenden Silofahrzeugen 49±24 kg Mikroplastik pro Jahr. Somit kann der MP-Eintrag durch Waschanlagen, die Kunststoff transportierende Fahrzeuge reinigen, als relevanter Indirekteinleiter gewertet werden. Ein diffuser Eintrag über Hoffflächen kann ebenfalls stattfinden.

Herstellende und weiterverarbeitende Betriebe weisen meist mehrere Prozesse und Arbeitsschritte auf, bei denen Wasser zur Synthese, Reinigung oder Kühlung verwendet wird. Prozesswässer werden an den meisten Standorten betriebsintern vorbehandelt und zusammen mit ggf. anfallendem, häuslichem Schmutzwasser aus Betriebsgebäuden in eine kommunale oder industrielle Kläranlage eingeleitet. Besonders Prozesswässer fallen definiert in kontrollierten Umgebungen an.

Bei allen begangenen Betrieben gibt es Arbeitsbereiche auf abflusswirksamen Flächen des Betriebsgeländes. Viele Betriebe besitzen eine Trennkanalisation und leiten das Regenwasser (teilweise) direkt in Fließgewässer ein. Der Eintragspfad über unbehandeltes Regenwasser von genutzten Betriebsflächen wurde bei allen Begehungen als relevant eingestuft. Zur Abschätzung der von Flächen abspülbaren Frachten wurden mittels definierter Aufnahme von Kehrlicht und mittels einer eigens entwickelten Saugapparatur (Barkmann et al. 2020) Proben unterschiedlich genutzter Flächen verschiedener Betriebe entnommen. Durch die charakteristischen, optischen Merkmale von großem, industriellem MP, konnten Partikel $>1\text{ mm}$ optisch selektiert werden (siehe Abbildung 42). Kleinere Partikelfractionen wurden mit Wasserstoffperoxid (50 %ig, 24 h, 40°C) aufbereitet und die Analyse mittels Dynamischer Differenzkalorimetrie in Vorversuchen als geeignet eingestuft. Eine systematische Untersuchung aller Feinfraktionen des Kehrlichts konnte in der Projektlaufzeit EmiStop nicht realisiert werden. Die Ergebnisse der visuellen Selektion der verschieden genutzten Flächen sind in Abbildung 43 dargestellt. Eine besonders hohe Flächenbelastung und damit hohes Eintragspotenzial von großem MP in das Niederschlagswasser ist bei Abfallcontainern und Be- und Entladezonen zu erkennen.



Abbildung 42: Visuelle Selektion einer Kehrlicht-Probe (oben: MP; unten: Nicht MP)

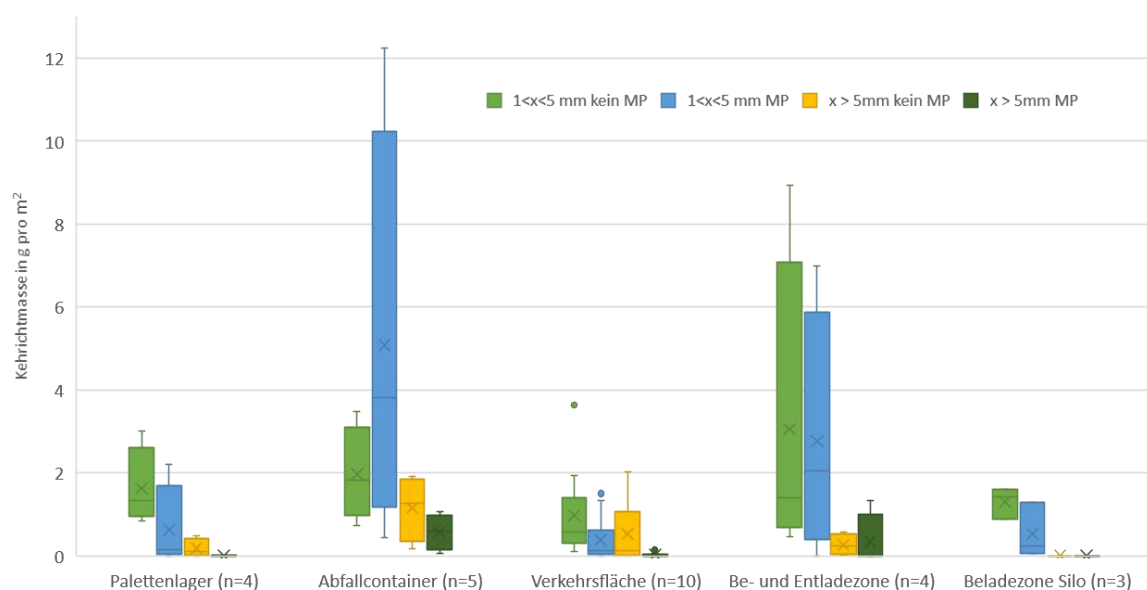


Abbildung 43: Visuelle Selektion großer Kehrlichtfraktionen verschieden genutzter, betrieblicher Flächen (Mittelwert markiert, der Interquartilsabstand zwischen erstem und dritten Quartil umfasst 50 % der Datenpunkte, Ausreißer sind markiert).

6.3.2 MP-Emissionen entlang der Wertschöpfungskette von Kunststoffprodukten

TP 3-2 Charakterisierung und Quantifizierung der Plastikemissionen (Hauptautoren: TU-AT)

Im Projekt EmiStop wurden insgesamt 141 wässrige Proben analysiert, wovon 122 Proben durch EmiStop-Probenahmen generiert wurden (siehe Kapitel 6.1.1). Hiervon wurden 134 Proben mittels Mikro-Raman-Spektroskopie (Raman) und 94 Proben mittels Dynamischer Differenzkalorimetrie (DDK) in 314 Messungen analysiert. Zu allen Proben wurden begleitend weitere Abwasserparameter erhoben. Die meisten Proben konnten in Industriekläranlagen generiert werden, gefolgt von herstellenden und weiterverarbeitenden Betrieben. Die geringste Probenanzahl in wässrigen Systemen wurde bei Logistikunternehmen erreicht (siehe Abbildung 44). Die Ergebnisse der Analysen werden im Folgenden näher erläutert.

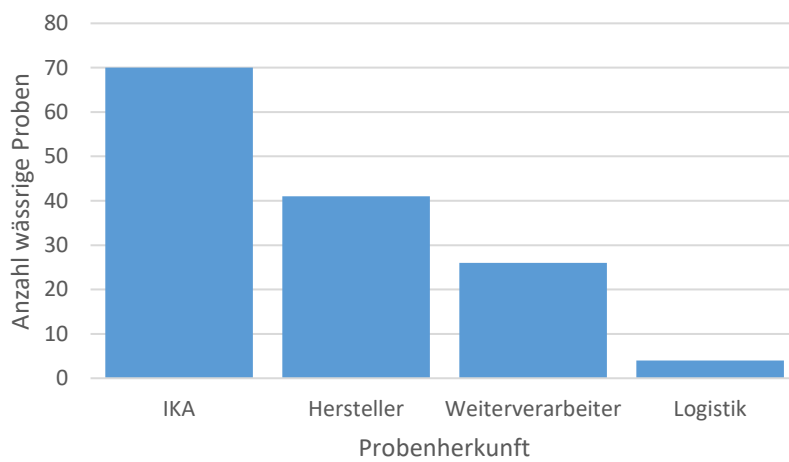


Abbildung 44: Im Projekt EmiStop generierte Proben in Wässrigen Systemen innerhalb der Wertschöpfungskette von Kunststoffprodukten

Die oben genannten Proben wurden in insgesamt 14 Betrieben entnommen. Eine Aufteilung nach Branche ist Abbildung 45 zu entnehmen. Es ist anzumerken, dass bis auf die IKA alle hier betrachteten Betriebe entlang der Wertschöpfungskette von Kunststoffprodukten Indirekteinleiter in industrielle oder kommunale Kläranlagen sind. Die im Folgenden angegebenen Ablaufwerte des abgegebenen Wassers sind somit nicht als direkter Eintrag in die Umwelt zu verstehen.

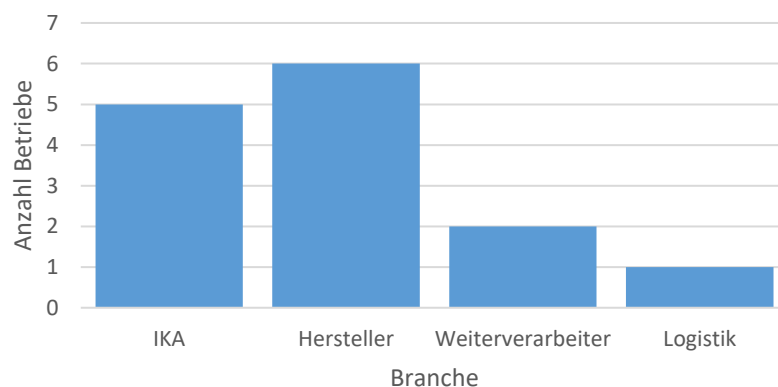


Abbildung 45: Anzahl und Branche der beprobten Betriebe

6.3.2.1 Charakterisierung der Partikel

Bei der Analyse mittels Raman wurden Partikelgrößen in fünf Größenklassen unterteilt (siehe Kapitel 6.1.4). Der prozentuale Anteil der MPP-Anzahl jeder Probe ist in Abbildung 46 dargestellt. Unabhängig von Entnahmeort (Zulauf, Ablauf oder Regenwasser) und Herkunft befinden sich die meisten MPP in einer Größenordnung kleiner 50 µm. MPP größer 500 µm werden sehr selten in den entnommenen, wässrigen Proben gefunden. MPF wurden nur vereinzelt und sehr selten detektiert, wobei anzumerken ist, dass keine herstellenden oder verarbeitenden Industrien von Kunststofffasern beprobt wurden.

Zur Bestimmung der Massenkonzentration wurde bei geeignetem Medium eine Filterkaskade eingesetzt, die ebenfalls eine Abschätzung der Größenverteilung zulässt. In Abbildung 47 ist zu erkennen, dass korrespondierend zu den Anzahl-Verteilungen, die größte Masse in der Fraktion 100 – 10 µm detektiert wurde.

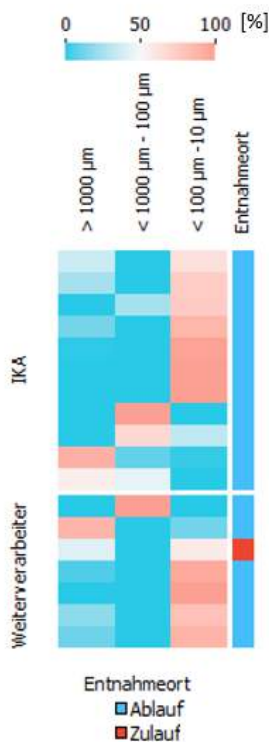


Abbildung 47: Prozentuale Verteilung analysierter MP-Massen über die Fraktionen der Filterkaskade

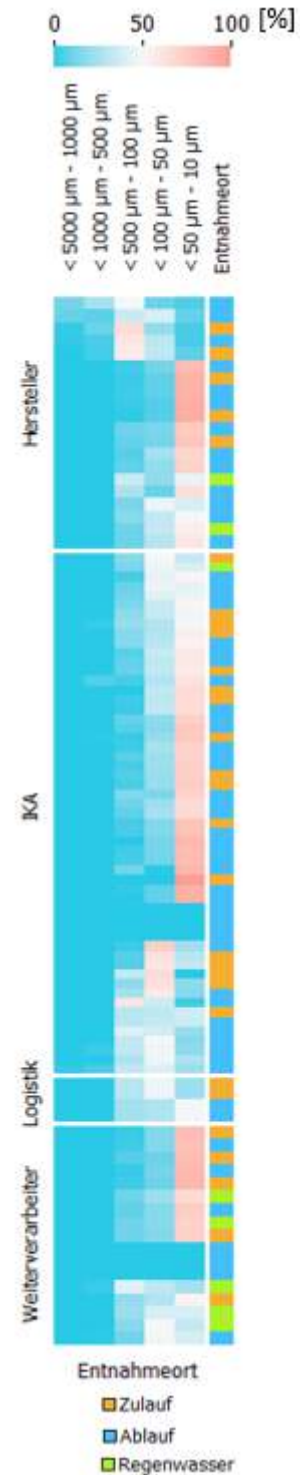


Abbildung 46: Größenverteilung aller analysierten MPP (prozentual)

6.3.2.2 Herstellende Betriebe

Bei herstellenden Betrieben konnte Prozesswasser aus z.B. der Aufarbeitung oder Reaktorreinigung beprobt werden. Die meisten von EmiStop untersuchten, herstellenden Betriebe besitzen eine Vorbehandlung des anfallenden Prozesswassers in Form von Kunststoffrückgewinnungsanlagen, Absetzbecken oder mechanischen Behandlungsstufen. Unterschiedliche Teilströme von Prozesswässern können dabei unterschiedlich behandelt werden. Jede betrachtete Anlage leitet das gesamte anfallende Prozesswasser anschließend in das Kanalsystem der Kommune oder des Industrieparks ein. Die Ergebnisse sind in Abbildung 48 und Abbildung 49 dargestellt. Die Behandlung von Prozesswasserteilströmen kann die MPP-Anzahl um bis zu drei log-Stufen reduzieren. In den durch DDK ermittelten Ergebnissen zeigt sich ebenfalls eine Reduktion der MP-Massenkonzentration. Generell schwankt die MPP-Anzahl und MP-Massenkonzentration in unterschiedlichen Prozesswässern stark. Die Abläufe der Betriebe weisen $10^4 - 10^6$ MPP pro m^3 auf und eine MP-Massenkonzentration von 5 mg m^{-3} bis 5 g m^{-3} .

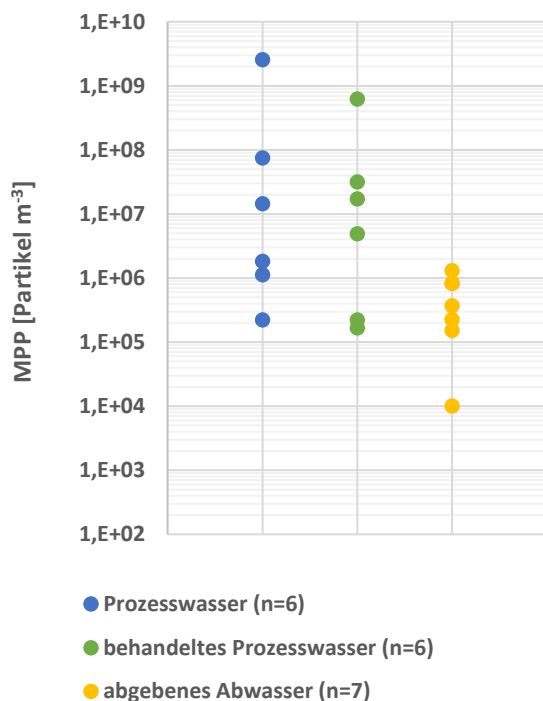


Abbildung 48: Gemessene MPP- Anzahl bei Kunststoff herstellenden Betrieben (logarithmische Darstellung)

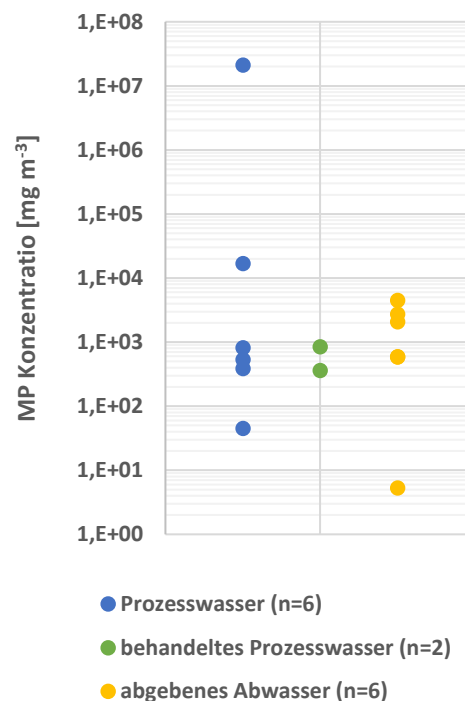


Abbildung 49: Gemessene MP-Massenkonzentration bei Kunststoff herstellenden Betrieben (logarithmische Darstellung)

Es wurde bei einer Anlage in offener Gerüstbauweise, in der Kunststoffe in Pulverform hergestellt werden, ein hoher Probenahmeblindwert ermittelt, indem eine leere Glasflasche parallel zur händischen, qualifizierten Mischprobe geöffnet wurde. Diese Probenahme fand während eines Regenereignisses statt. Es wurde ein BW von 632 MPP pro m^3 ermittelt. Es wurden in der Blindwertanalyse nur MPP mit gleicher Morphologie und aus dem gleichen Kunststoff, wie die im Ablauf gefundenen Partikel identifiziert. Daher ist zu vermuten, dass MPP durch den Regen aus der Umgebung, z.B. vom Gerüst oder aus der Luft in den BW eingetragen wurden. Der BW steht in einem Verhältnis zu den im Ablauf der Anlage analysierten MPP von 2 %.

Zur weiteren Ermittlung von MP in Regenwasser von herstellenden Betrieben wurde eine Probenahme entwickelt, bei der durch einen Wasserpegelmeldesensor mit einem Zeitversatz von 10 min ein

Magnetventil geöffnet wird und so ein Gemisch aus Kondensat eines Industriebetriebes (kontinuierlich in Kanalisation eingespeist) und Regenwasser aus einer Bypass-Druckleitung über einen EmiStop-Kerzenfilter kontinuierlich geleitet werden kann. Diese Druckleitung wird aus dem Kondensat-Regenwasserkanal kurz vor Einleitung in einen Fluss gespeist und dient zur Versorgung einer Messstation zur Abwasserüberwachung. So konnten zwei Regenereignisse (Niederschlagsmessungen: 7 mm und 8 mm) für jeweils 10 min beprobt werden. Die regenabflusswirksame Fläche des Herstellers beträgt ca. 26,6 ha. Bei beiden Ereignissen wurden über $3 \cdot 10^5$ MPP pro m^3 analysiert. Dies entspricht einer in diesen 10 min in das Gewässer eingeleiteten Fracht von $6 \cdot 10^7$ und $9 \cdot 10^7$ MPP. Bei Regenereignissen wird in der regelmäßig durchgeführten, betriebsinternen Analytik ein starker Anstieg von DOC und AFS festgestellt (siehe Kapitel 6.1.5).

6.3.2.3 Weiterverarbeitende Betriebe

Bei weiterverarbeitenden Betrieben konnte Prozesswasser, welches z.B. aus der Reinigung, Granulierung und Extrusion stammt, beprobt werden. Die meisten Betriebe besitzen eine werksinterne Prozesswasserbehandlung. Vor der Einleitung in das Kanalsystem der Kommune oder des Industrieparks konnten ebenfalls Proben generiert werden. An einem Standort wurde ebenfalls eine Messkampagne zur Regenwasserbeprobung durchgeführt. Die Ergebnisse der Anzahl- und Massenkonzentrationsanalyse sind in Abbildung 50 und in Abbildung 51 dargestellt. Unbehandeltes Prozesswasser weist erwartungsgemäß sehr hohe Anzahl- und Massenkonzentrationen auf. Durch die Behandlung kann die Anzahlkonzentration im Durchschnitt um 3 log Stufen reduziert werden. Die Massenkonzentration kann durch die Behandlung um 2-3 log Stufen gesenkt werden.

Das beprobte Regenwasser wird direkt in einen nahegelegenen Fluss eingeleitet. Die Mikroplastikanzahlkonzentrationen liegen zwischen 10^4 und 10^5 MPP pro m^3 . Aufgrund der komplexen Probenahmesituation fehlerhafte Proben ergaben eine Partikelanzahl unter dem BW.

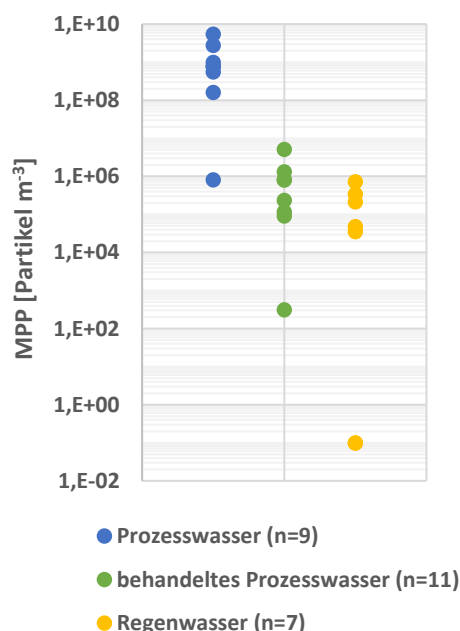


Abbildung 50: Gemessene MPP-Anzahl bei Kunststoff weiterverarbeitenden Betrieben (logarithmische Darstellung)

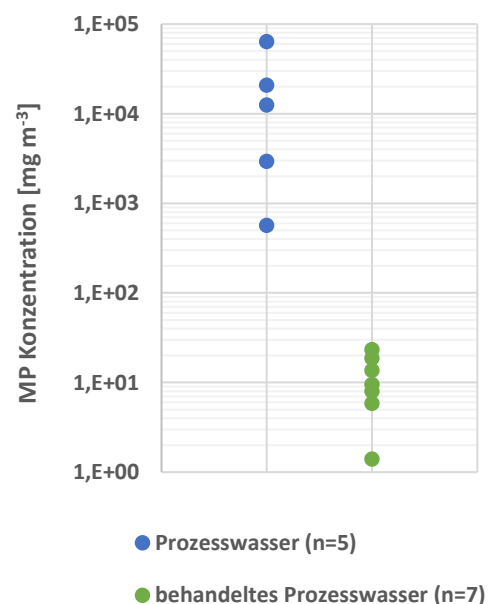


Abbildung 51: Gemessene MP-Massenkonzentration bei Kunststoff weiterverarbeitenden Betrieben (logarithmische Darstellung)

6.3.2.4 Logistik

Zur Untersuchung von MP-Emissionen durch den Transport von Kunststoffen wurde die Abwasserbehandlungsanlage, hier eine Druckentspannungsflotation, einer Silowagenreinigungsanlage in mehreren Probenahmekampagnen untersucht. Da es sich bei Silowagenreinigungen in der Regel um reine „Laufkundschaft“ handelt, ist die Abwassermatrix hoch komplex (siehe Kapitel 6.3.1). In der untersuchten Anlage wurden unter anderem auch Silowagen gereinigt, die z.B. anorganische Materialien, Aktivkohle, Mehl oder Milchprodukte transportieren. Besonders der sehr hohe organische Anteil in Kombination mit Aktivkohle lässt eine Aufreinigung der Proben und Analyse von MP nicht zu. Es konnten lediglich zwei Proben je aus Zu- und Ablauf analysiert werden. Diese weisen 10^6 und 10^7 MPP pro m^3 auf. Die MPP bestehen aus PE, PP und PVC, was den vorher geladenen Schüttgütern der gereinigten Silowagen entspricht.

6.3.2.5 Industriepark-Kläranlagen

Von fünf IKAs konnten Ablaufproben entnommen und analysiert werden. Die Mikroplastikanzahlkonzentrationen sind in Abbildung 52 dargestellt und liegen im Bereich $10^3 - 10^6$ MPP pro m^3 . Die Kunststofftypen PE, PET, PP, PS und PVC konnten nachgewiesen werden. Die Mikroplastikmassenkonzentrationen sind in Abbildung 53 dargestellt und schwanken zwischen 0,02 und 125 mg MP pro m^3 . Mit dieser Analyseverfahren konnten die Kunststofftypen PE-LD, PE-HD, PP, PA6, PA11 und PET nachgewiesen werden. Bei detektierten MPP aus PVC wurde die Probe der Massenanalyse ebenfalls auf PVC überprüft, was meist positiv bestätigt werden konnte. In beiden Datensätzen weist nur die fünfte IKA eine geringe Streubreite in den Ergebnissen auf.

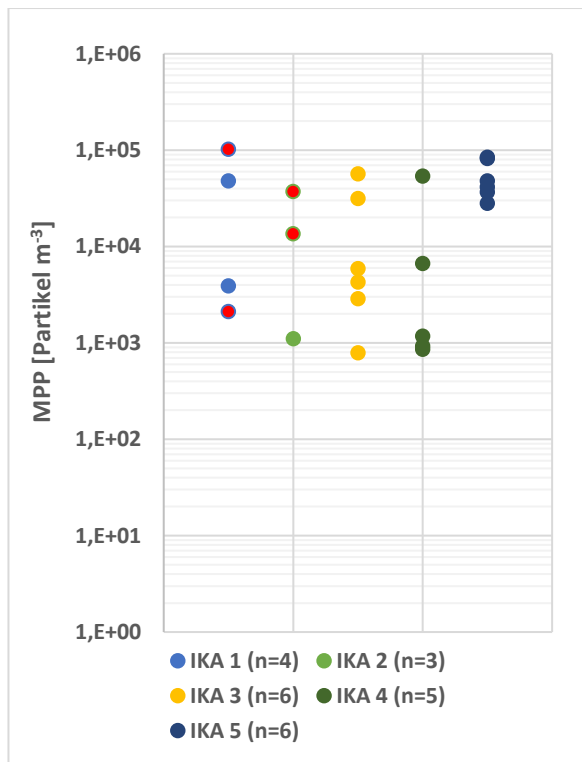


Abbildung 52: Gemessene MPP-Anzahl Ablauf von Industrieparkkläranlagen (IKA) (logarithmische Darstellung)

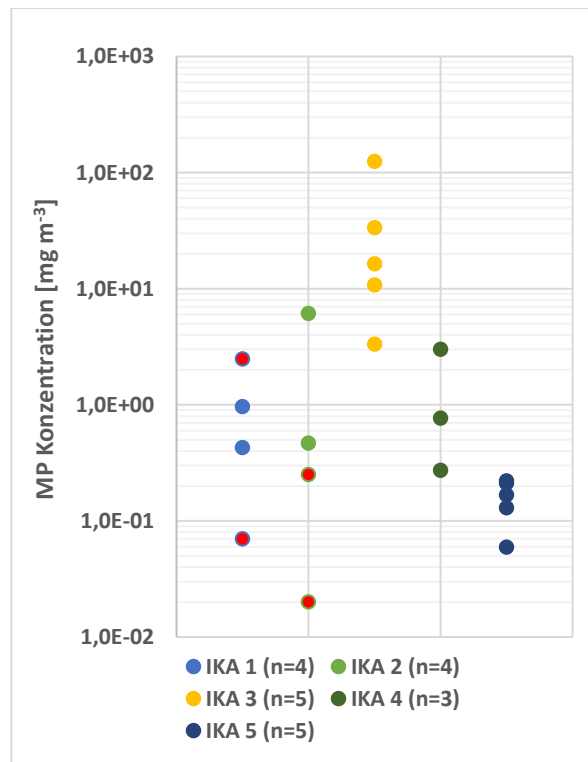


Abbildung 53: Gemessene MP-Massenkonzentration im Ablauf von Industrieparkkläranlagen (IKA) (logarithmische Darstellung)

Jeweils vier oben dargestellte Probenahmen (rot ausgefüllt) wurden durch ein akkreditiertes Auftragslabor als 24 h-Mischprobe durchgeführt. Diese Proben wurden mit einem in verschiedenen Forschungsprojekten entwickelten und getesteten Probenehmer entnommen und hintereinander mittels FTIR und GC-MS analysiert. Die 2 h-Mischproben von EmiStop wurden parallel in der ersten Hälfte der Probenahme des Auftragslabors entnommen. In den Ergebnissen der Anzahlanalytik unterscheiden sich die Ergebnisse zwischen beiden Laboren in der Größenverteilung. Bei dem Auftragslabor sind über 80 % der MPP in der Fraktion $<50 - 10 \mu\text{m}$. Bei den EmiStop Proben ist diese Fraktion mit knapp 40 % MPP vertreten und 60 % MPP in der größeren Fraktion $<100 - 50 \mu\text{m}$. Ebenfalls gibt es Unterschiede in der Kunststoffart der analysierten MPP. In allen Proben des Auftragslabores wird größtenteils PS nachgewiesen. In den EmiStop Proben wird hauptsächlich PE identifiziert und kein PS nachgewiesen. In den Zulaufproben wird in den EmiStop Proben PVC in großen Anzahlen analysiert, welches wiederum von dem Auftragslabor nicht nachgewiesen wird.

Von einer IKA konnte erfolgreich die MPP-Anzahl in drei Zulaufproben ermittelt werden. Diese betrug im Mittel $1 \cdot 10^6$ MPP pro m^3 , das Minimum lag bei $2 \cdot 10^5$ MPP pro m^3 und das Maximum bei $3 \cdot 10^6$ MPP pro m^3 . Bei zwei weiteren IKA konnten ebenfalls Teilströme des Zulaufs identifiziert werden. Im Mittel wurden $1 \cdot 10^7$ MPP pro m^3 ($n = 4$; Min.: $6 \cdot 10^4$ MPP pro m^3 ; Max.: $4 \cdot 10^7$ MPP pro m^3) in den Teilströmen identifiziert. Durch die Massenanalytik werden im Mittel 2916 mg MP pro m^3 ($n = 3$; Min.: 7 mg MP pro m^3 ; Max.: 7414 mg MP pro m^3) detektiert.

Es wurden in den Zulauf-Teilströmen in der Massen- und Anzahlanalytik größtenteils die Kunststoffsorten identifiziert, die von bekannten einleitenden, kunststoffherstellenden Betrieben produziert werden. Die Vermutung der Rückverfolgbarkeit von MPP im Zulauf von IKA zu bestimmten, am Standort vertretenen Produzenten lässt sich somit bestätigen.

6.3.3 Bewertung der MP-Emissionen aus Industrien

TP 3-3 Bewertung von Plastikemissionen (Hauptautoren: TU-AT)

Aus den in Kapitel 6.3.1 und Kapitel 6.3.2 dargestellten Ergebnissen der Betriebsbegehungen und MP-Analysen lassen sich Haupteintragswege von MP in die aquatische Umwelt entlang der Wertschöpfungskette von Kunststoffprodukten ableiten. Prinzipiell fallen zwei relevante Ströme an: Der erste Strom besteht aus definiert anfallenden, behandelten und abgeführten Prozess-, Spül- und Abwasser, der zweite Strom umfasst Niederschlagswasser.

Prozess- und Spülwässer können sehr hohe MP-Konzentrationen aufweisen, die durch Vorbehandlungsanlagen und später zentrale Kläranlagen deutlich reduziert werden (siehe Kapitel 6.4.3). Die gemessenen MP-Konzentrationen von IKAs befinden sich mit $10^3 - 10^5$ MPP pro m^3 in der Anzahlkonzentration im Bereich von vergleichbaren Messungen an Ausläufen kommunaler Kläranlagen (Wolff et al. 2019; Mintenig et al. 2017). Regenwasser wird auf vielen Betriebsgeländen nicht behandelt und direkt in z.B. Flüsse eingeleitet. EmiStop-Messungen haben gezeigt, dass die MPP-Anzahlkonzentration im Regenwasser bei bis zu 10^6 MPP pro m^3 liegen kann. Diese MP-Emission ist meist undefiniert und kann aufgrund der komplexen Probenahmesituation schlecht regulär erfasst werden. Besonders starke Emissionspotenziale gehen dabei von Abfallsammelplätzen oder Be- und Entladezonen auf abflusswirksamen Flächen aus. Ein eventueller Rückhalt von MP kann

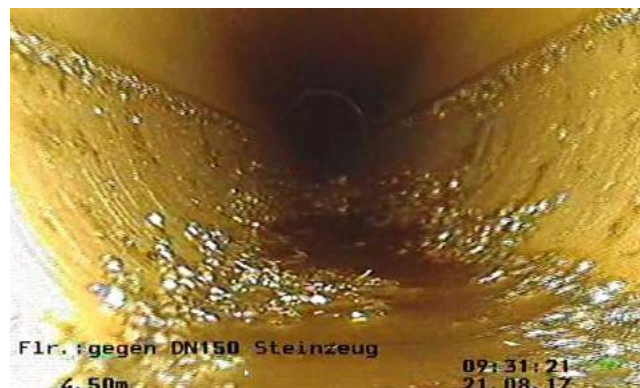


Abbildung 54: Aufnahme einer jährlichen Kanalreinigung in einem Kunststoff verarbeitenden Betrieb

durch Siebeinsätze in Gullis und durch Ablagerungen von Partikeln/Granulaten in der Kanalisation erfolgen (siehe Abbildung 54). Ablagerungen in Kanalsystemen können bei Starkregen ebenso abgetragen werden und so zu kurzzeitigen, hohen Mikroplastikemissionen führen. Generell wird die Mikroplastikzusammensetzung in Abwässern entlang der Wertschöpfungskette von Kunststoffprodukten immer komplexer.

Im Rahmen einer erweiterten Bewertung von MP-Emissionen wurde der Plastik-Footprint eines Kunststoffproduktes ermittelt und im Rahmen von EmiStop durchgeführte MP-Messungen der Produktionsanlage und der einleitenden IKA integriert. Ein Plastik-Footprint sagt aus, wie viel Mikroplastik im Lebenszyklus eines Kunststoffproduktes direkt oder indirekt entsteht und in die Umwelt emittiert wird. Diese Bilanz basiert meist auf Datenbanken und Schätzwerten von Experten (weiterführende Literatur: Boucher et al. 2020; Peano et al. 2020).

Hierzu wird zuerst eine Sachbilanz nach Boucher et al. 2020; Nessi et al. 2020 und Peano et al. 2020 erstellt. Es werden die Bereiche Rohstoffgewinnung, Transport, Produktion, Nutzungsphase und End-of-Life betrachtet und Firmendaten ausgewertet. Da hier ein Kunststoffhersteller betrachtet wird und das Produkt somit einen Reinkunststoff darstellt, welcher in viele verschiedenen Endprodukten verwendet wird, kann zu den Emissionen in der Nutzungsphase keine Aussage getroffen werden. Miteinbezogene MP-Emissionen sind LKW-Reifenabrieb, Abrieb von Schiffsbeschichtungen, Pelletverluste und die (unsachgemäße) Entsorgung des Produktes (End-of-life). Die Ergebnisse der Sachbilanz sind in Tabelle 7 dargestellt. In der Sachbilanz wird deutlich, dass die unsachgemäße Entsorgung die höchste Emission in die aquatische Umwelt im Lebenszyklus des betrachteten Kunststoffproduktes darstellt. Die durch EmiStop durchgeführten Messungen fließen hier in die Phase „Produktion“ ein, welche im Folgenden näher betrachtet wird.

Tabelle 7: Ergebnisse der Sachbilanz eines betrachteten Kunststoffproduktes

Lebenszyklusphasen	MP-Emissionen in die aquatische Umwelt	
	$\frac{\text{g}}{\text{kg Produkt}}$	%
Rohstoffgewinnung/-Herstellung	0	0
Transporte (Rohstoffe und Endprodukt)	0,002	0,03
Produktion	0,005	0,06
Nutzungsphase	n.a.	n.a.
End-of-life	8,0	99,91
Σ	8,01	100

Zur Erstellung der Sachbilanz wird die Jahresproduktionsmenge des Kunststoffes mit einer Verlustrate multipliziert. Dieser Wert wird dann wiederum mit einer Freisetzungsrate multipliziert, um die Emission in die aquatische Umwelt zu erhalten. Für die Freisetzungsrate wird ein Literaturwert von 5 % (Peano et al. 2020) angenommen. Für die Verlustrate werden in der Literatur durch Expert:innen Schätzwerte von 0,1–0,001 % angegeben (Peano et al. 2020; Boucher et al. 2020). Durch die EmiStop-Messungen konnten diese Literaturwerte überprüft werden. So ergibt sich in diesem Beispiel aus der höchsten, gemessenen Massenkonzentration des betrachteten Kunststoffes in Prozess-, Ab- und Regenwasser von 4,4 µg pro L unter Berücksichtigung der Volumenströme und Produktionsmengen eines Jahres eine Emission von 0,4 mg pro kg Produkt. Diese berechnete MP-Emission auf Basis eines maximalen Analysewertes entspricht den Ergebnissen der unteren Skala der in der Literatur geschätzten Verlustraten (siehe Abbildung 55).

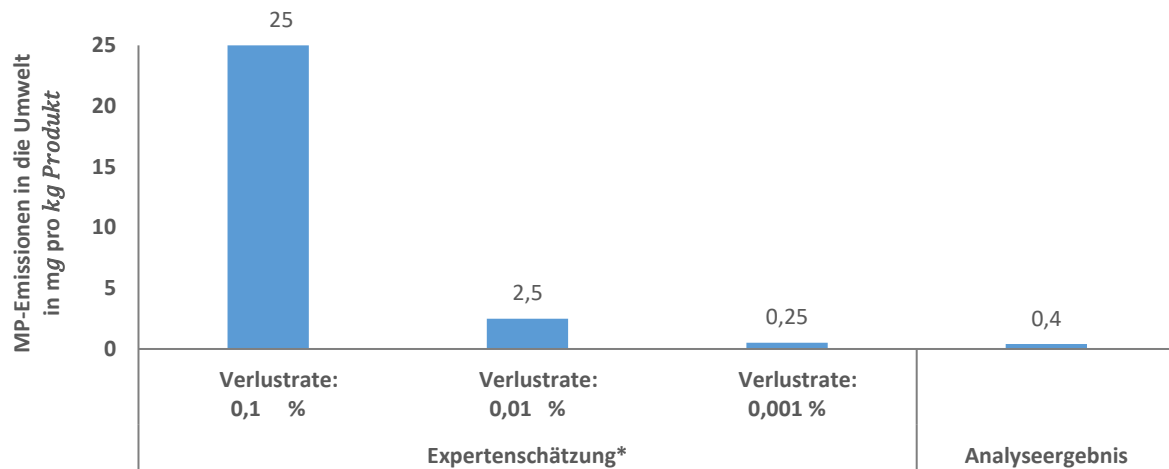


Abbildung 55: MP-Emissionen durch die Produktion bei unterschiedlichen Verlustraten (* Expert:innenschätzung nach Boucher et al. 2020; Peano et al. 2020)

6.4 AP 4 Bilanzierung technischer Systeme

6.4.1 Laborversuche zur Auswahl von Abwasserströmen und Verfahrenstechniken

TP 4-1 Laborversuche z. Auswahl v. Abwasserströmen u. Verfahrenstechniken (Hauptautoren: EC)

Um Doppelungen zu vermeiden wird an dieser Stelle auf den Inhalt des AP 6 (AP 6 Entwicklung von Flockungsmitteln für Plastik) verwiesen. Im Rahmen der dort getätigten Arbeiten wurden u.a. siebzehn verschiedene Kunststoffproben mit neun verschiedenen Flockungsmitteln behandelt. Die Laborversuche wurden sowohl mit synthetischen Kunststoff Suspensionen als auch mit realen Abwässern durchgeführt. Insgesamt wurden über 1000 Flockungsversuche durchgeführt. Das Ergebnis war, dass der Behandlungserfolg am stärksten von den begleitenden Abwasserinhaltsstoffen aus Produktions- und Reinigungsschritten abhängt. Diese können am besten über die klassischen Abwasserbewertungsparameter (wie z.B. CSB, TS, pH-Wert, Leitfähigkeit) abgeschätzt werden. Auch der meist sehr hohe Tensidgehalt ist entscheidend, denn er sorgt für die Dispergierung der Mikroplastikpartikel. Kunststoffsorte (sortenrein/gemischt), Partikelgröße und -verteilung sowie Dichte geben weitere Hinweise auf die Effektivität von Abscheidemaßnahmen. Häufig haben die Zusatzstoffe einen so großen Einfluss, dass sie die Flockungsmittel- und Verfahrensauswahl dominieren. Sollte aber z.B. die Dichte der im Abwasser vorzufindenden Mikroplastikpartikel geringer als die von Wasser sein, eignet sich tendenziell eine Flotation eher als eine Sedimentation zur Abtrennung. Eine Schlüsselrolle spielt neben der Auswahl des richtigen Flockungsmittels vor allem die Dosiermenge, aber auch weitere Parameter wie der pH-Wert, die Reaktionszeit und der Energieeintrag nehmen Einfluss.

Es hat sich ebenfalls schon früh gezeigt, dass die Mikroplastikanalytik extrem aufwändig ist und im Verlaufe der Projektzeit erst noch weiterentwickelt werden musste. Analysen durch die Projektpartner hätten nicht in einem Umfang realisiert werden können, um die große Anzahl an Labor- und Pilotversuchen auf MP zu untersuchen. Deswegen haben TU-AT und EC anfänglich die Arbeiten des TP 1 (6.1.5 Wasserchemische Summenparameter) vorangetrieben. Die dort festgestellte Korrelation zwischen PVC-Gehalt und AOX-Konzentration wurde zum Anlass genommen, primär mit PVC-haltigen Realabwässern zu arbeiten. Nur so war es möglich die große Anzahl an Proben indirekt auf MP hin zu untersuchen. Dabei ist zu erwähnen, dass die beobachtete Korrelation von der Partikelgröße abhängt und mit zunehmender Partikelgröße aufgrund des sinkenden Aufschlussgrads abnimmt. Weiterhin bestand

die Korrelation nur in reinen PVC-Suspensionen. Der Einfluss der Abwassermatrix wurde nicht tiefergehend untersucht. Nichtsdestotrotz ist der AOX-Wert der einzige Parameter der überhaupt eine starke Korrelation aufwies, weshalb er als Indikator für PVC genutzt wurde. Die AOX-Analytik erfolgte stets über ein externes Labor. Durch die Kontakte von EnviroChemie zu zwei PVC-Herstellern konnte Realabwasser in größeren Mengen bereitgestellt werden. Beide Hersteller haben einen AOX-Einleitgrenzwert von 5 mg/L und somit indirekt einen PVC-Einleitgrenzwert. Weitere Relevanz bekamen die Versuche auch durch den Druck der Behörden auf die Hersteller, denn die Einführung eines strengeren AOX-Grenzwertes (0,7 mg/l) stand in Diskussion. Aus behördlicher Sicht ist die Kontrolle der Einleitung von PVC durch den Zusammenhang von PVC mit dem Summenparameter AOX deutlich leichter als für andere Kunststoffe. Der einzige verlässliche Nachweis von Kunststoffen kann nur über die deutlich aufwendigeren und teureren Methoden wie z.B. Raman-Spektroskopie oder DDK erfolgen.

Es fand eine Literatursichtung zum Partikelrückhalt verschiedener Verfahrenstechnologien statt. Da MP organischen Ursprungs ist und ungelöst vorliegt, kommen grundsätzlich drei Klassen chemisch-physikalischer Verfahren in Betracht. Neben der Filtration sind das die Sedimentation und die Flotation (siehe Abbildung 56).

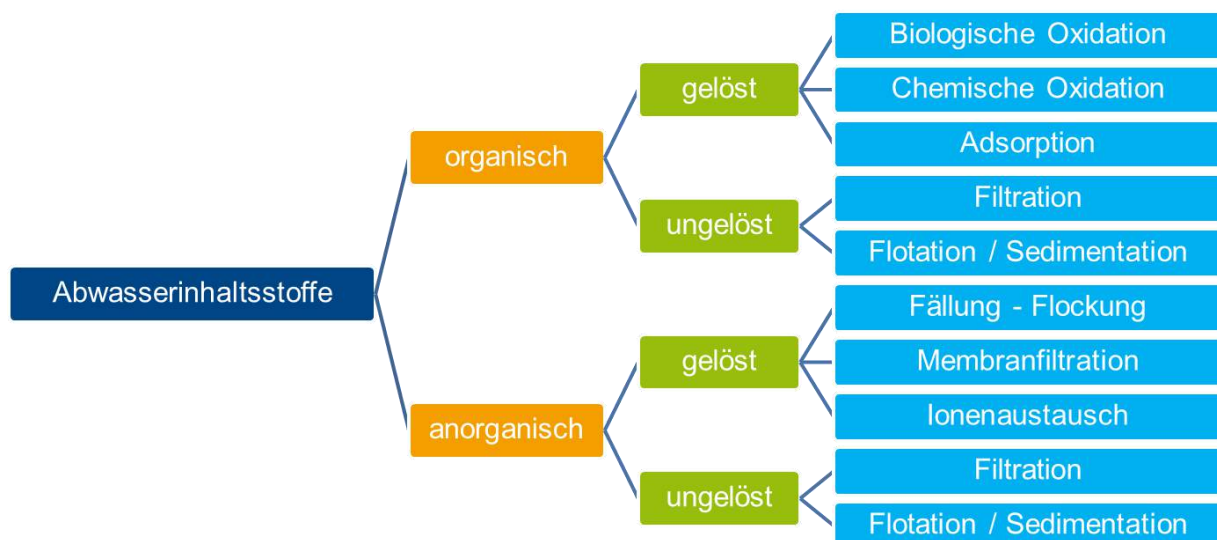


Abbildung 56: Vereinfachter Überblick Verfahrensoptionen nach Abwasserinhaltsstoffen

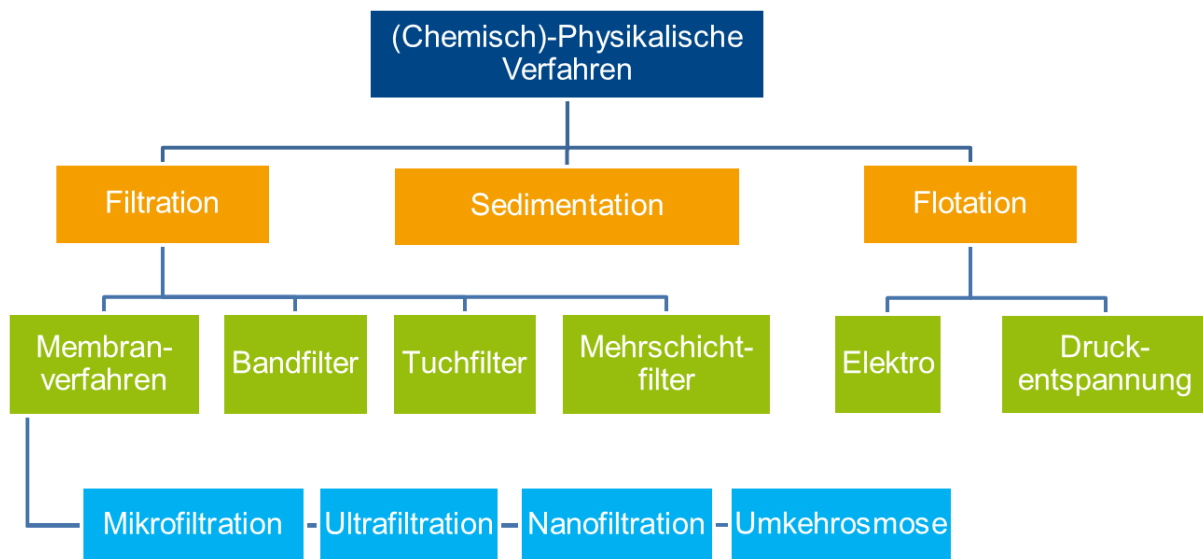


Abbildung 57: Vereinfachte Aufschlüsselung chemisch-physikalischer Verfahren

Diese Verfahren können weiter untergliedert werden, z.B. Flotationsverfahren in Elektro- und Druckentspannungsflotation. Grundsätzlich funktionieren einzelne Verfahren wie die Druckentspannungsflotation nach den gleichen physikalischen Prinzipien. Die Ausgestaltung dieser Verfahren ist aber wahrscheinlich so groß wie die am Markt verfügbaren Anbieter. Bauformen, Maße und Materialien, insbesondere Filtermaterialien, variieren unter den Anbietern. Die unter TP 4-2 dargestellten Ergebnisse basieren auf Verfahren und Anlagen der EnviroChemie, welche seit über 45 Jahren als Anlagenbauer in der industriellen Wasseraufbereitung tätig ist. Ziel war es, alle drei Verfahrensklassen zu bilanzieren, wenn zeitlich und anlagentechnisch möglich auch mehrere Varianten. Insgesamt wurden während der Projektlaufzeit Pilotversuche mit zwei Ultrafiltrationsanlagen (keramische Plattenmodule, keramische Rohrmodule, Polymer-Wickelmodul), einem Beutelfilter, einer Elektroflotation, zweier Druckentspannungsflotationen sowie einer Sedimentation durchgeführt. Die Verfahren wurden mit und ohne vorgeschaltete Koagulation, Neutralisation und Flockung betrachtet. Ziel war es, die Abscheideleistung der Verfahren durch die Zugabe speziell unter AP 6 entwickelter Flockungsmittel zu erhöhen.

Vor der Durchführung der Pilotversuche wurden die zwei unterschiedlichen realen PVC-haltigen Industrieabwässer mit den unter AP 6 entwickelten und explizit in Tabelle 14 (Seite 99) aufgeführten Produkten behandelt (Becherglasversuche). Zur Bewertung wurden CSB, NPOC (nicht austreibbarer org. Kohlenstoff über multi N/C 2100S TOC/TNb-Analysator der Firma Analytik Jena), AFS nach DIN 38 409 Teil 2), Trübung (Infrarot-Messung mit WTW Trübungssonde VisoTurb 900-P), Leitfähigkeit (WTW - Universal-Leitfähigkeitsmesszelle TetraCon 325), Tensidgehalt (über Hach Lange Küvetten z.B. LCK 332, 432) sowie die AOX-Konzentrationen nach DIN EN ISO 9562) bestimmt (siehe auch Kapitel 6.1.5). Die Parameter wurden in der Rohwasserprobe sowie in der Klaphase bestimmt. Abbildung 58 gibt einen Eindruck der Laborarbeiten (v.l.n.r.: Feinwaage zur Bestimmung der Dosiermengen; Becherglas auf Rührplatte, Dosierung der Chemikalie; Trübungsmessung; Bestimmung AFS).



Abbildung 58: Einblick Laborversuche

In Abbildung 59 werden beispielhaft die Flockungsergebnisse mit Abwasser von Betrieb A mit zwei verschiedenen Flockungsmittelkombinationen bei unterschiedlichen Dosiermengen dargestellt. Zu erkennen ist, dass das Flockungsergebnis maßgeblich von der gewählten Kombination als auch deren Dosierung abhängt. Das obere rechte Bild zeigt das optisch beste Flockungsergebnis.

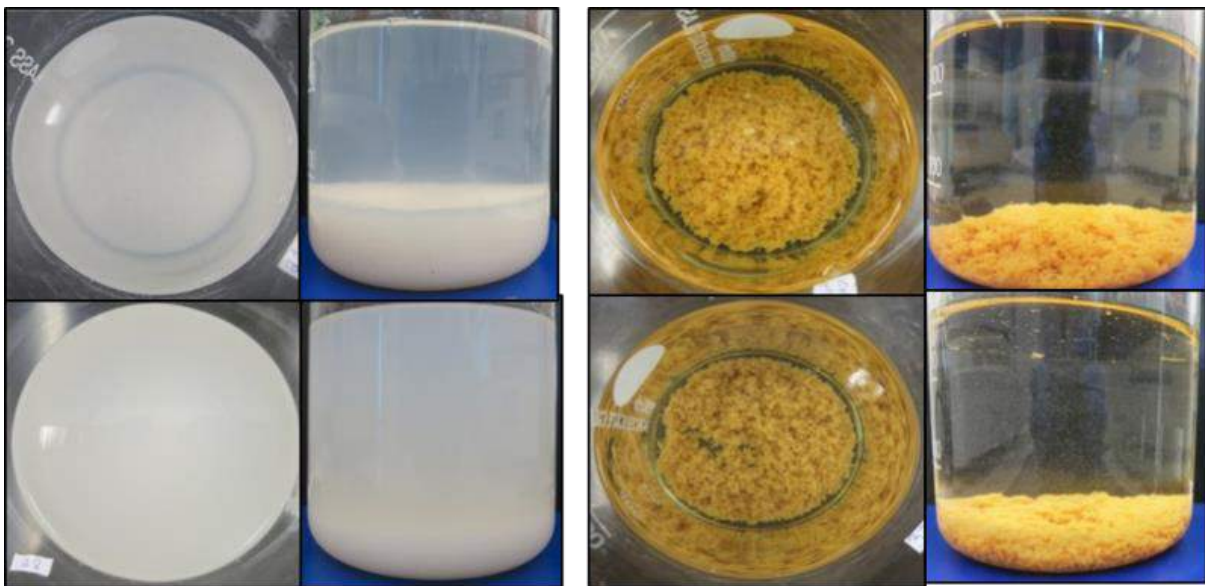


Abbildung 59: Flockungsversuch Abwasser A (PVC-Hersteller) mit Flockungsmittelkombination A (links) und D* (rechts), bei unterschiedlichen Dosiermengen

Im Anschluss an die Laborversuche wurden die zwei Flockungsmittelkombinationen und Dosiermengen mit den besten Ergebnissen in den Pilotanlagen getestet. Flockungsmittel A* und D* erzielten die besten Ergebnisse in den Laborversuchen (für Details siehe 6.6, AP 6 Entwicklung von Flockungsmitteln für Plastik).

6.4.2 Bilanzierungsversuche im Pilotmaßstab

TP 4-2 Bilanzierungsversuche im Pilotmaßstab (Hauptautoren: EC)

Ultrafiltrationsmembranen stellen porenbedingt (0,01 – 0,1 μm) eine absolute Barriere für MPP dar. Zur Bewertung aller weiter zu testender Verfahren (z.B. Elektroflotation, Sedimentation oder Tuchfiltration) wurde die Ultrafiltration als Referenz genommen.

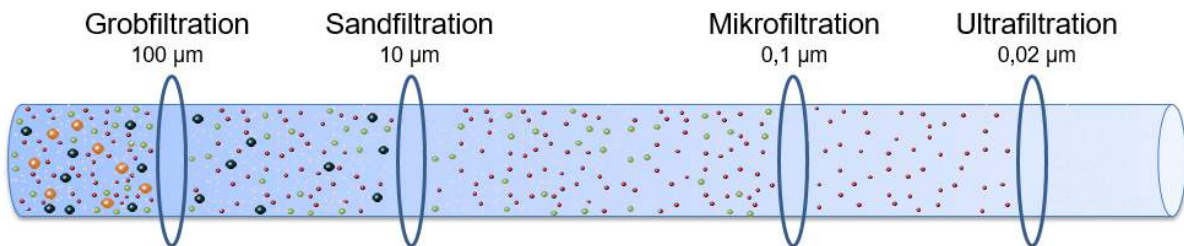


Abbildung 60: Filtrationsbereiche

Getauchte Ultrafiltration

Da der im Rahmen von EmiStop geplante Umbau einer bestehenden Ultrafiltrationsanlage bei Projektstart erst anlief, wurden erste Versuche mit einer weiteren Ultrafiltrationsanlage aus dem Bestand der EC (Abbildung 61) im Technikum durchgeführt. Kernstück der Anlage sind keramische Plattenmodule, die sich vor allem durch ihre chemische Robustheit auszeichnen, wodurch sie intensiver rückgespült und gereinigt werden können. Weiterhin kann damit bei passender Anwendung ein sehr hoher Flux erzielt werden. Membranen wie sie in Abbildung 63 - Abbildung 64 zu sehen sind, werden zu einem Modul wie in Abbildung 62 zusammengeführt und sitzen getaucht im Reaktor (rechter Tank Abbildung 61). Kenndaten des verwendeten Membranmoduls der Firma Cembrane sind in Tabelle 8 aufgeführt.



Abbildung 61: Ultrafiltrationsmembranteststand mit keramischen Plattenmodulen

Tabelle 8: Kenndaten Plattenmodul in Pilotanlage

Parameter	Einheit	Wert
Membranfläche	m ²	0,826
Anzahl der Membranen	-	12
Abstand zwischen Membranen	mm	6
Porenweite	µm	0,1
Wasserfluss	L/h	870
Max. Betriebsunterdruck	bar	0,7
Max. Rückspüldruck	bar	3
Betriebstemperatur Membran	°C	5-80



Abbildung 62: Beispiel eines keramischen Plattenmoduls (Cembrane)

Die Membranen werden im Cross-Flow betrieben, Klarwasser (Filtrat) wird über Unterdruck abgezogen und die Membranen sind rückspülbar und können variabel belüftet werden (siehe auch Abbildung 63-Abbildung 64).

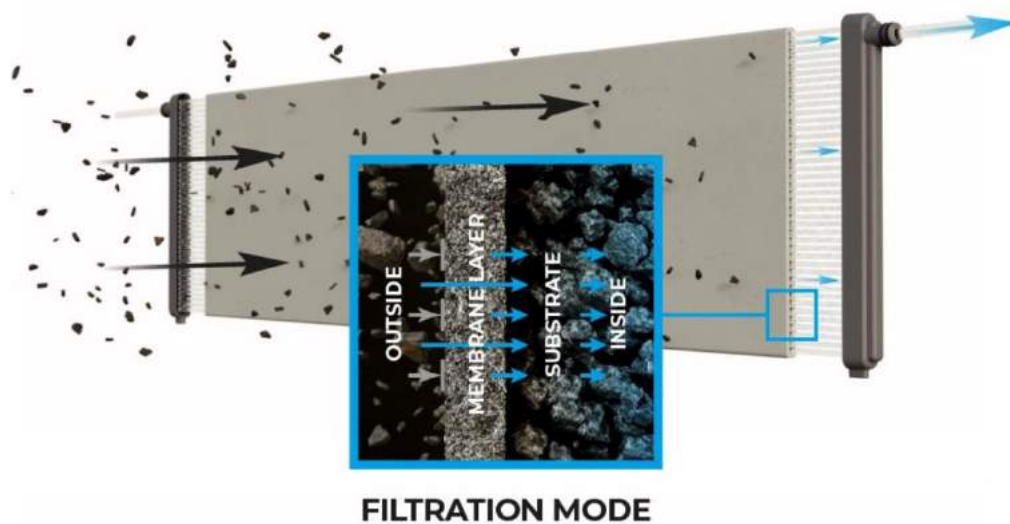


Abbildung 63: Filtration mit keramischen Plattenmodulen (Cembrane)



Abbildung 64: Rückspülung mit keramischen Plattenmodulen (Cembrane)

Tabelle 9 und die zwei Bilder (Abbildung 65) zeigen zum einen die Zusammensetzung des Realabwassers eines PVC-Herstellers (Zulauf), sowie die Ablaufqualität (Filtratqualität), die mit den keramischen Ultrafiltrationsmembranen erzielt werden konnte. Es ist zu sehen, dass der AOX-Gehalt deutlich reduziert werden konnte, von bis zu 7,3 mg/L auf bis weit <0,7 mg/L. Der restliche AOX muss gelöst vorliegen. Es ist somit davon auszugehen, dass das MP vollständig durch die Membran zurückgehalten werden konnte. Weiter konnten die Feststoffe bis unter die Bestimmungsgrenze, der CSB hingegen nur geringfügig reduziert werden, es handelt sich entsprechend um gelöste bzw. Verbindungen <0,1 µm (Porenweite der Membran).

Tabelle 9: Analytik Zulauf und Ablauf

Parameter	Zulauf	Ablauf
CSB [mg/L]	577 417 594	466 389 572
CSB _{Filtriert} [mg/L]	395 412 565	-
AFS [mg/L]	771 647	u.B.
Organikanteil vom AFS [%]	89 87	u.B.
Leitfähigkeit [µS/cm]	578 568	562 539 569
Chlorid [mg/L]	91 86	< 70
pH-Wert	6,8 7,0	7,1 7,2 7,1
AOX [mg/L]	3,3 7,3	0,2 0,08
Anionische Tenside [mg/L]	0,6 0,9	-
Kationische Tenside [mg/L]	<0,20	-
Nichtionische Tenside [mg/L]	0,21 1,2	-



Abbildung 65: Zu- und Ablauf (v.l.n.r) des Versuches mit keramischer Ultrafiltration

Der optimale Betriebspunkt wird festgelegt indem der sogenannte kritische Flux bestimmt wird. Dafür wird der Flux kontinuierlich gesteigert und der Druckverlauf aufgezeichnet. Die Ergebnisse sind in Abbildung 66 dargestellt. Es ist zu sehen, dass bei geringen Durchflüssen der Druck nahezu konstant ist und erst bei höheren Durchflüssen eine Steigung aufweist. Wird keine Drucksteigerung innerhalb von 30 Minuten bei einem bestimmten Durchfluss gemessen, werden keine Feststoffe an der Membran angelagert, die diese zusetzen. Ab einem bestimmten, abwasserabhängigen Durchfluss, steigt der Druck über die Testdauer an, da der Unterdruck durch die Membran so groß ist, dass die Feststoffe an die Membran gezogen werden und diese zusetzen. Mit weiterer Steigerung des Durchflusses wird dieser

Effekt immer deutlicher erkennbar. Wird eine Gerade durch die Punkte mit geringer Steigung und eine durch die mit hoher Steigung gelegt, weist der Schnittpunkt der Geraden auf den optimalen Betriebspunkt hin. Im permeatflussgesteuerten Betrieb wurde ein optimaler Betriebspunkt von ca. 27 $\text{L}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ ermittelt (Abbildung 66). Hierbei stellt sich ein Unterdruck von ca. 350-450 mbar ein. Bei höherem Flux nimmt der Druck rapide zu und der Betrieb wird unwirtschaftlich (Abbildung 66).

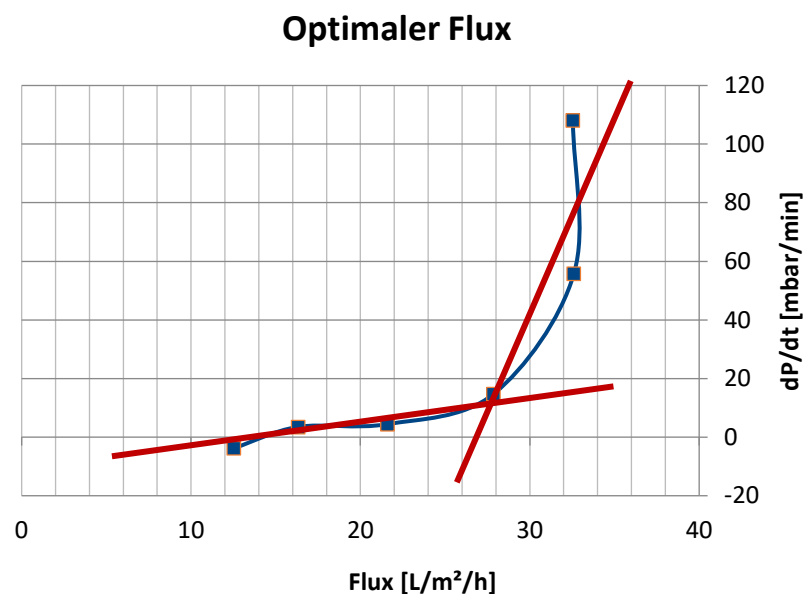


Abbildung 66: Flux und Druckbereich

Ebenfalls wurde unterschiedliche Betriebsweisen untersucht. Abbildung 68 - Abbildung 70 zeigen den Effekt eines Betriebs ohne, mit 1 bar sowie mit 2 bar Belüftung (der Druck ist hierbei nur ein Indiz für die Belüftungsmenge, die sich zwischen 0-10 $\text{Nm}^3/\text{h} \cdot \text{m}^2$ bewegte). Daraus geht hervor, dass kein Vorteil durch die Belüftung entstanden ist. Eine Rückspülung alle 20 min erwies sich bei einem Betrieb ohne Belüftung als sinnvoll und sehr effizient, die Membran konnte fast wieder in den Ausgangszustand versetzt werden (siehe Abbildung 67). Es ist mit einer Standzeit von 3-6 Monaten bis zu einer chemischen Reinigung zu rechnen. Ein stabiler Dauerbetrieb ist bei niedrigeren Flux ($< 30 \text{ L}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$) bis dahin möglich.

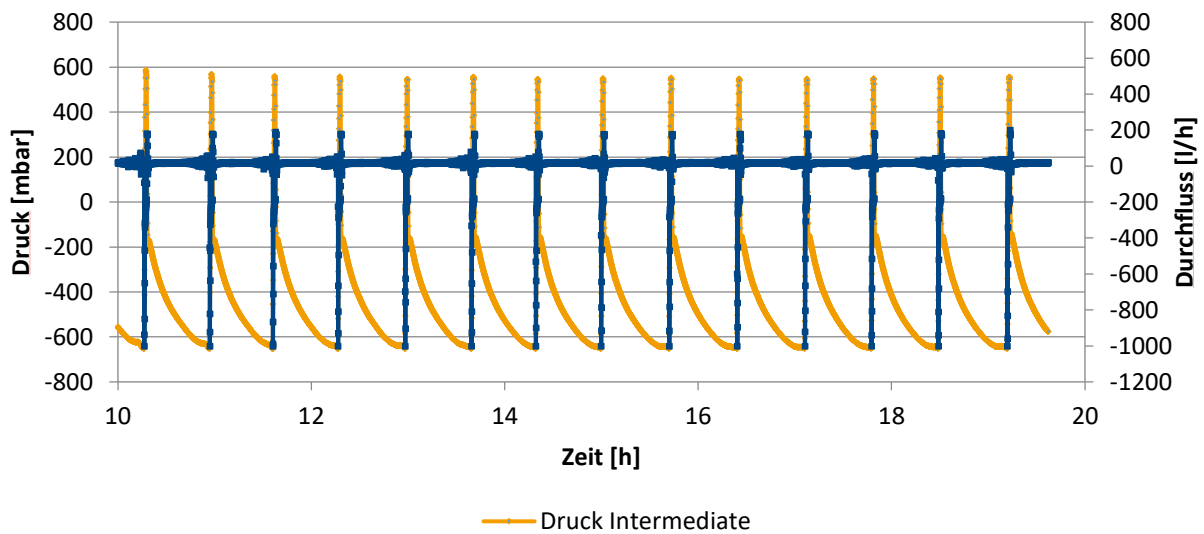


Abbildung 67: Druck und Permeatfluss bei Spülintervall 20min

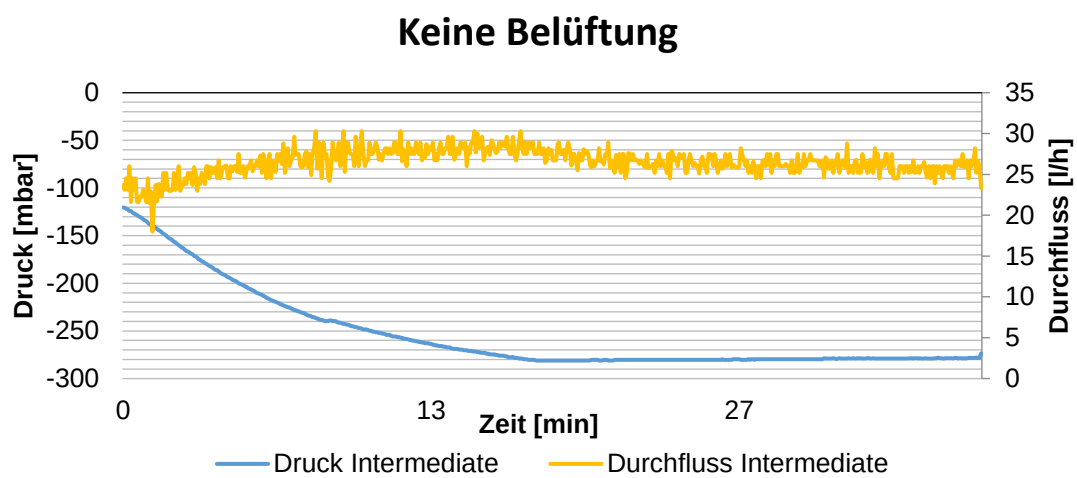


Abbildung 68: Druck und Permeatfluss ohne Belüftung

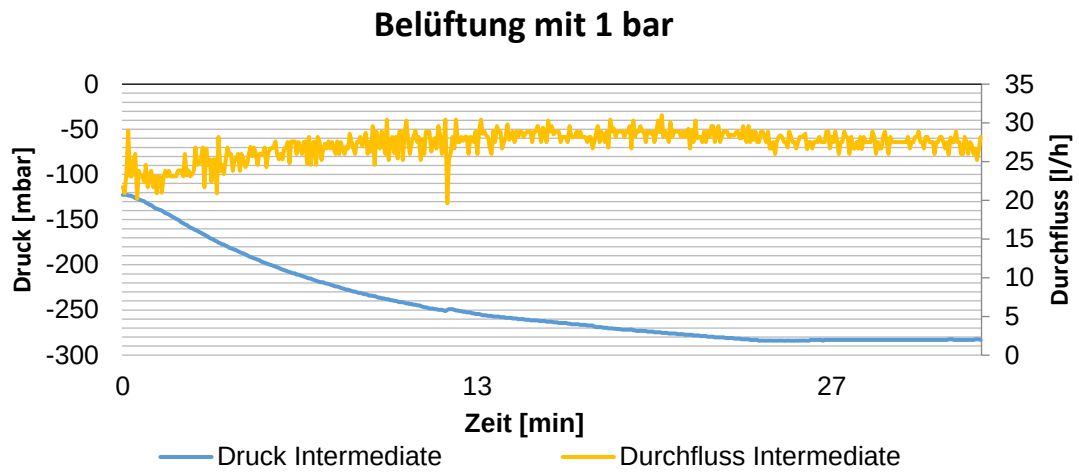


Abbildung 69: Druck und Permeatfluss mit 1 bar Belüftung

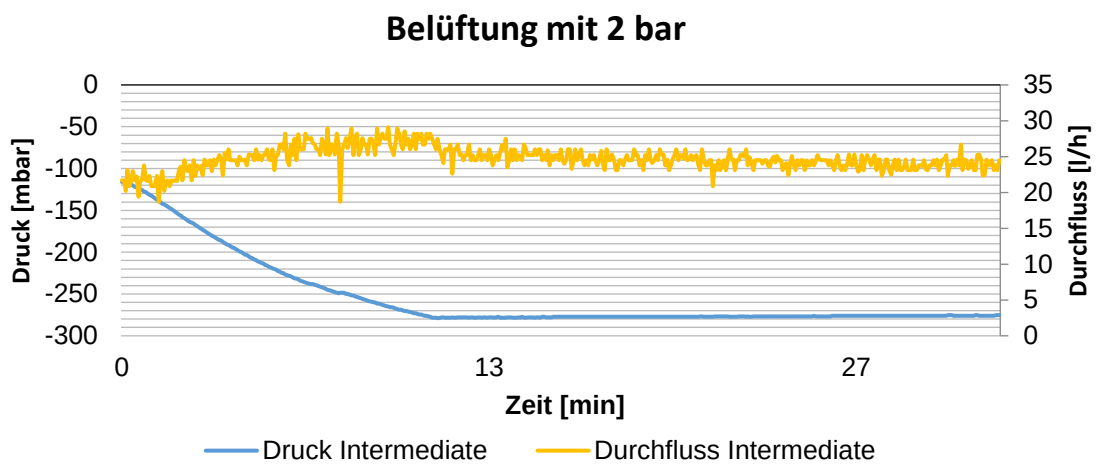


Abbildung 70: Druck und Permeatfluss mit 2 bar Belüftung

Ultrafiltration mit Mehrkanal-Rohrmodul / Wickelmodul

Nach Fertigstellung des eigens für EmiStop umgebauten Ultrafiltrationsteststand (Abbildung 71) (wie im ersten Absatz angesprochen), wurden weitere Ultrafiltrationsversuche mit neuem frischem PVC-haltigem Realabwasser durchgeführt. Die umgebaute Anlage war direkt auf die notwendigen Randbedingungen zugeschnitten worden. Unterschiedliche Membranmodultypen konnten sowohl mit ein und derselben Anlage im Kreislaufbetrieb als auch im Konzentrationsmodus betrieben werden. Frequenzumrichter gesteuerte Pumpen regeln die Überströmungsgeschwindigkeit, ein leistungsfähiges Temperieraggregat ermöglichte die Durchführung der Versuche bei konstanten Temperaturen in einem breiten Bereich. Durchflussmessungen auf Zulauf- und Filtratseite, Druckmessungen an unterschiedlichen Stellen als auch pH-, Redox- und Leitfähigkeitssonden lieferten alle Daten zur Bewertung des membrangestützten Trennprozesses.



Abbildung 71: EmiStop Membranteststand (links), Visualisierung/Steuerung (rechts)

Die Versuche wurden unter anderem mit keramischen Ultrafiltrationsmembranen (1 Zoll Kleansep) der Firma Orelis Environnement durchgeführt. Die Membranfläche betrug rund $0,25 \text{ m}^2$ je Keramikstab. Die zwei Modulgehäuse fassen in Summe vierzehn Keramikstäbe, somit ergab sich eine maximale aktive Membranfläche von $3,5 \text{ m}^2$. Das Trägermaterial bestand aus Aluminiumoxid und die aktive Schicht aus Titandioxid. Die Trenngrenze lag bei 300 kD, die Porenweite entsprach in etwa 50 nm. Die Membran war also noch feiner als die der keramischen Plattenmodule der Firma Cembrane, die wie oben beschrieben in einem ersten Schritt getestet wurden. Somit galt auch hier, dass die Membran porenbedingt eine absolute Barriere für MPP darstellte. Zusätzlich wurden Versuche mit einer Nanofiltrations-Membran vom Typ TriSep 4040-TS80-TSA der Firma Lenntech durchgeführt. Das NF-Modul wurde zum einen getestet um einen verlässlichen Betrieb des umgebauten Teststandes auch mit anderen Membrantypen (organisches Wickelmodul) und denen sich daraus ergebenden Anforderungen zu gewährleisten. Des Weiteren ermöglichte dies die Überprüfung, ob es bezogen auf die gesamte Realabwassermatrix einen Mehrwert gegenüber der UF gibt. Das Wickelmodul besteht aus einem aromatischen Polyamid mit einer aktiven Fläche von $7,9 \text{ m}^2$. Alle Versuche wurden mit Hilfe eines Kühl- und Heizgerätes temperiert. Die Anlage wurde im Cross-Flow betrieben, allerdings wurde hier das Permeat nicht über Unterdruck abgezogen. Außerdem sind die Membranen in der Rohrleitung verbaut (trocken aufgestellt, nicht getaucht).

Insgesamt wurden Versuche mit vier unterschiedlichen Einstellungen durchgeführt. Die auf Erfahrungswerten und Herstellerangaben beruhenden Betriebsparameter sind in Tabelle 10 aufgeführt.

Bei den Versuchen 1-3 handelte es sich um Ultrafiltrationsversuche mit keramischen Rohrmodulen, bei Versuch 4 kam das NF-Modul zum Einsatz.

Tabelle 10: Parameter Membranpilotversuche (mit für EmiStop umgebautem UF-Teststand)

Versuch		1	2	3	4
Membran		UF	UF	NF	UF
Medium		PVC-haltiges Realabwasser			
Steuerung		Druck	Permeatfluss	Druck	Druck
Verschaltung		Parallel	Reihe	-	Reihe
Betriebsart		Konzentrierung	Konzentrierung	Konzentrierung	Konzentrierung
Permeatfluss	[L/h]	-	200	-	-
Druck	[bar]	4	-	14	5,5
Überströmung	[m³/h]	20	16	2,5	16

Tabelle 11 zeigt zum einen die Zusammensetzung des Realabwassers (Zulauf), sowie die Ablaufqualität (Filtrat/Permeatqualität), die mit den keramischen Ultrafiltrationsmembranen sowie dem Wickelmodul (NF) erzielt werden konnte. Auffällig ist, dass sich das Abwasser in seiner Zusammensetzung, insbesondere durch den PVC/AOX-Gehalt, stark von der ersten Realabwasserprobe unterscheidet. Die AOX-Belastung ist zum Teil 30-mal höher. Der CSB bewegte sich bei der ersten Probe noch bei 400-600 mg/L, bei der zweiten Probe schon bei 550-900 mg/L. Der Chloridgehalt war in etwa gleich, die Leitfähigkeit in der neuen Probe sogar leicht niedriger. Allerdings lag der Gehalt an anionischen Tensiden zum Teil 20-mal über denen der ersten Probe. Die Korngrößenverteilung in diesem zweiten Realabwasser eines PVC-Herstellers lag im Größenbereich von 0,2 bis 2000 µm (Abbildung 72) mit ausgeprägten Maxima zw. 1 - 10 µm und bei 500 µm. Die verwendete UF-Membran hatte eine Porenweite von 0,05 µm. Erwartungsgemäß konnten >99,9% aller Partikel zurückgehalten werden, im Permeat lag die Partikelkonzentration < 0,5 Partikel/L. Die Analysen (Tabelle 11 und Abbildung 72) zeigen, dass der AOX-Rückhalt bei den Konzentrierungsversuchen bei über 99,9 Prozent lag. Der AOX-Gehalt konnte von bis zu 240 mg/L bis weit < 0,7 mg/L, dem potentiell zukünftig gültigem Grenzwert, reduziert werden. Im Permeat lag der AOX-Gehalt unterhalb der Nachweisgrenze von 0,15 mg/L. Die bei den in UF-Versuchen ermittelte AOX-Restkonzentration im Permeat kann gelöst oder in Form von Partikeln < 0,05 µm vorliegen. Diese hätten theoretisch mit der NF weiter reduziert werden können. Da die AOX-Konzentration bereits im UF-Permeat unter der Nachweisgrenze lag, konnte hier allerdings kein weiterer Rückhalt nachgewiesen werden. Mit Hinblick auf die anderen bestimmten Parameter sind die Versuche und der Einfluss der Betriebsparameter sehr schwer zu bewerten, da die erhaltenen Proben sehr großen Schwankungen unterlagen. Es scheint so, als wenn die besten Ergebnisse bei Versuch 3 mit der Nanofiltration erzielt werden konnten. Der Versuch wurde bei höherem Druck (14 bar) und bei niedrigerer Überströmung 2,5 m³/h durchgeführt. Der Organik-Rückhalt liegt bei allen UF-Versuchen im Bereich von 50-75% (CSB, NPOC), die NF-Membran konnte hier 80-90% eliminieren. Zusammenfassend lässt sich für das PVC-Abwasser sagen, dass eine Ultrafiltration mit den verwendeten keramischen Membranen für die Eliminierung von AOX, CSB und NPOC die geforderten Ergebnisse erreicht. Eine Weiterbehandlung (UF-Permeat) mittels NF-Membranen kann sinnvoll sein, wenn die Eliminierung anderer Parameter wie z.B. von Chlorid oder anionischer Tenside erforderlich ist.

Tabelle 11: Analytik von Zulauf und Permeat verschiedener Versuchsnummern

Parameter	Zulauf (1 3 4)	Permeat (1 2 3 4)
AOX [mg/L]	240 150 67	<0,15 37 <0,15 <0,15
CSB [mg/L]	880 758 540	212 471 103 148
Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	417 461 434	438 461 359 506
pH-Wert	7,8 7,1 7,4	7,7 7,5 7,6 7,8
Anionische Tenside [mg/L]	23,7 22,5 11,4	207 420 2,2 267
NPOC [mg/L]	574 322 195	64 154 34 48
TN [mg/L]	1995 1320 1130	269 747 842 1051
Sulfat [mg/L]	453 385 233	89 100 <70 <70
Chlorid [mg/L]	85 83 74	34 41 64 55

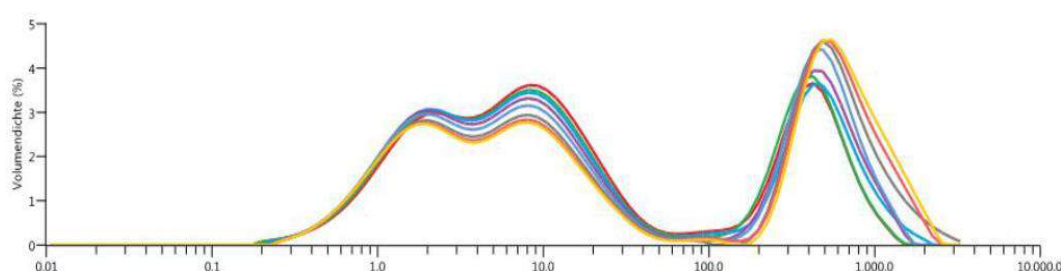


Abbildung 72: Partikelgrößenverteilung PVC-haltige Realabwasser (TU-AT)

Zusammenfassend wurden also neben keramischen Plattenmodulen (UF) und keramischen Membranstäben (UF), eine organische NF-Membran in Form eines Wickelmoduls mit unterschiedlichen PVC-haltigen Realabwässern getestet. Die Ergebnisse dieser Versuche zeigten einen möglichen AOX-Rückhalt von >99,9%.

Flotation und Sedimentation

Im Anschluss an die Behandlung mittels Ultrafiltrationsmembranen (und NF-Membran) wurden die Flotation und die Sedimentation als etablierte Verfahrenstechniken bewertet. Die Verfahren wurden mit und ohne flockungsunterstützende Hilfsprodukte mit erneut zwei verschiedenen Realabwässern von zwei PVC-Herstellern getestet (Abwasser A und Abwasser B). Dazu wurde eine weitere Pilotanlage umgebaut. Es wurde eine Fällungs- und Flockungsstrecke mit anschließender wahlweise einsetzbarer Elektroflotation oder Sedimentation konzipiert (Abbildung 73).

Der Versuchsaufbau der Elektroflotation wird in Abbildung 74 bildlich und in Abbildung 75 schematisch dargestellt. Das Abwasser wurde in einem als Vorlage dienenden IBC gerührt. Mittels einer Kreiselzulaufpumpe und einer magnetisch-induktiven Durchflussmessung wurde der Zulauf der Anlage gesteuert. Nach dem das Abwasser in den Koagulationstank gepumpt wurde, lief es über Neutralisations- und Flockungstank in die Elektroflotation. In den Fällungs-, Neutralisations- und Flockungstanks wurden pH-Wert gemessen und angepasst, sowie Koagulierungs- und Flockungsmittel hinzudosiert. Die in

diesem Abschnitt gebildeten Flocken wurden dann in der Elektroflotation flотиert. Durch Anlegen einer Spannung und in Abhängigkeit der Stromstärke bilden sich durch Elektrolysevorgänge sehr feine Gasblasen in einer Größenordnung von $5\ \mu\text{m}$. Je feiner die Gasblasen eingetragen werden, desto größer ist die Kontaktfläche. Anschließend schwimmen feste Partikel an die Wasseroberfläche und können mit einem Räumern in Form von Schlamm abgezogen werden. Dieser fuhr in definierbaren Zeitintervallen die Oberfläche ab, um den entstandenen Schlamm abzusaugen. Die Elektroflotation wurde mit einem Durchsatz von 150-250 l/h betrieben. Die Oberfläche betrug $0,351\ \text{m}^2$, die hydr. Oberflächenbeschickung lag entsprechend bei ca. 0,4-0,7 m/h.



Abbildung 73: Modular aufgebaute Pilotanlage mit Sedimentation oder Elektroflotation (v.l.n.r.: Gesamtanlage mit Schaltschrank; Fällungs- und Flockungsstrecke mit Sedimenter im Hintergrund; Chemieansatz- und Dosierstation; Elektroflotation)



Abbildung 74: Elektroflotation mit vorgeschalteter Fällungs- und Flockungsstrecke in Weitwinkelansicht

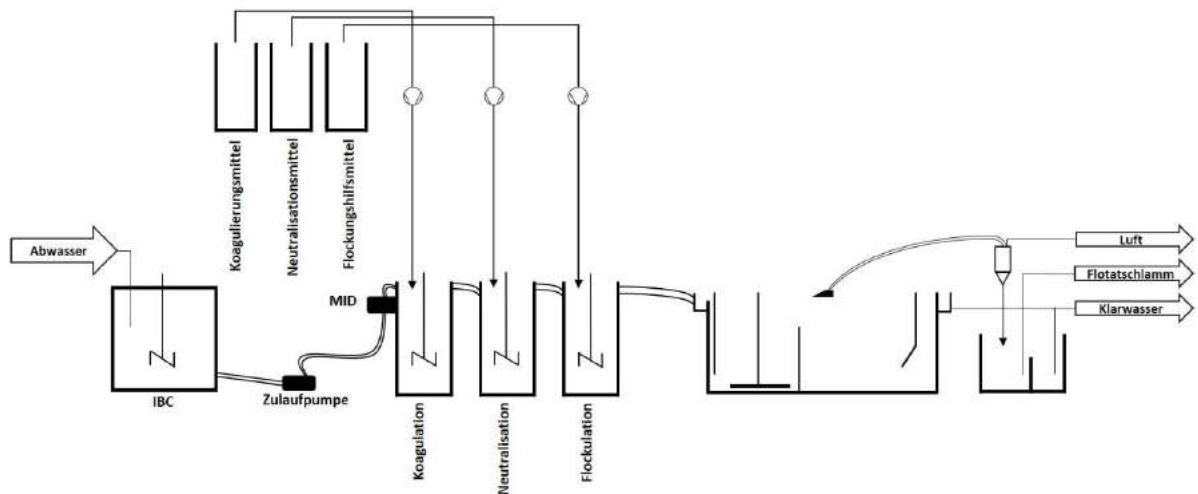


Abbildung 75: Aufbau der Fällung-, Neutralisations- und Koagulationsstrecke mit nachgeschalteter Elektroflotation

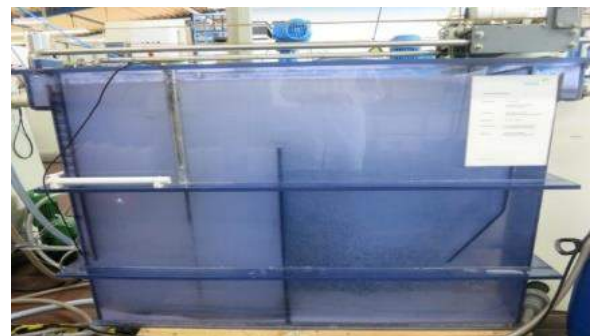
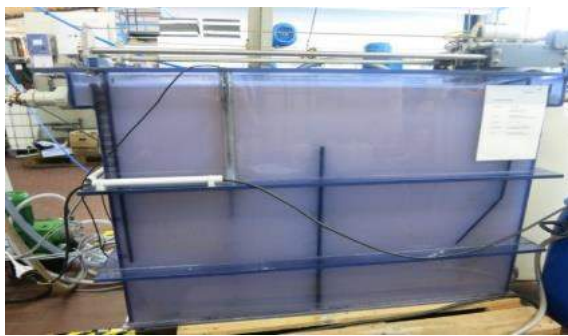


Abbildung 76: Behandlung Abwasser A mit Elektroflotation ohne Chemie (links oben), mit Kombination D* (rechts, unten), mit Kombination A* (rechts, oben)

In der Ausführung mit Sedimentation, wurde das Elektroflotationsmodul durch eine Sedimentation ausgetauscht. Der erste Teil der Durchlaufstrecke blieb erhalten (siehe links unten in Abbildung 76). Als Flockungshilfsmittel wurden die im ersten Projektjahr entwickelten Flockungsmittel EnviFloc PVC#1 (in ersten Flockungsversuchen noch unter A* geführt) und zum anderen mit EnviFloc PVC#2 (auch D*) durchgeführt. Zur Bewertung wurden wie schon in den Membranversuchen CSB, NPOC, AFS, Trübung, Leitfähigkeit, Tensidgehalt sowie die AOX-Konzentrationen bestimmt. Die Parameter wurden in der Rohwasserprobe sowie in der Klarphase bestimmt.

In Abbildung 76 wird der visuell sichtbare Unterschied zwischen einem Versuch ohne Flockungsmittel und Versuchen mit EnviFloc PVC #1 und EnviFloc PVC #2 im Elektroflotationsmodul gezeigt. Ohne Flockungshilfsmittel lagen die Ablaufkonzentrationen an Partikeln und AOX bei beiden Verfahren und Industrieabwässern weit über den gesetzlich üblichen Einleitgrenzwerten. Die Partikel- und AOX-Eliminationsraten lagen meist bei < 50%. Der Einsatz von Flockungshilfsmitteln zeigte einen stark positiven Einfluss auf das Ablaufergebnis. Damit konnte der Großteil der Versuche einen Ablaufwert von 3,0 mg/l AOX unterschreiten und die Eliminationsraten auf > 98% gesteigert werden. Die Ergebnisse hingen stark von dem zu behandelnden Abwasser und der verwendeten Flockungsmittelkombination ab. Abwasser von Industriebetrieb A kann in Verbindung mit beiden Varianten von EnviFloc PVC besser mit einer Sedimentation behandelt werden. Es konnten dauerhaft hohe Eliminationsleistungen erzielt werden. Bei einer Behandlung mittels Elektroflotation konnte auch bei Abwasser A mit Einsatz des an die Abwassermatrix angepassten EnviFloc PCV #2 der angestrebte strenge Grenzwert von 0,7 mg/l eingehalten werden. Koagulierte Partikel des Abwassers B ließen sich vergleichsweise zu Abwasser A schlecht in eine Flocke einschließen. Die Pilotversuche wiesen im Allgemeinen geringere Eliminationsleistungen auf. Die besten Ergebnisse mit der Sedimentation wurden mit Hilfe von EnviFloc PCV #2 erreicht. Abwasser B konnte aber auch in Verbindung mit EnviFloc PCV #1 mit dem Elektroflotationsmodul aufbereitet werden, sodass die Einhaltung des Grenzwertes ebenfalls möglich war. Eine Erhöhung der Dosiermengen der Chemikalien kann zur weiteren Eliminationsleistungssteigerung führen und eine dauerhafte Unterschreitung des Grenzwertes herbeiführen. Die in diesem Absatz beschriebenen Ergebnisse sind in Abbildung 77-Abbildung 79 dargestellt. Absolut betrachtet konnten häufiger höhere Eliminationsraten mit der Sedimentation erzielt werden, unabhängig vom behandelten Industrieabwasser oder vom Chemieeinsatz. Es wurde gezeigt, dass ein strengerer AOX-Grenzwert von 0,7 Milligramm pro Liter je nach Verfahrenstechnik und Abwassermatrix eingehalten und unterschritten werden kann. Anzumerken ist zu den Ergebnissen allerdings erneut, dass es Schwankungen bei der Zusammensetzung der Abwasserproben gab, wie schon zuvor bei den Ultrafiltrationsversuchen.

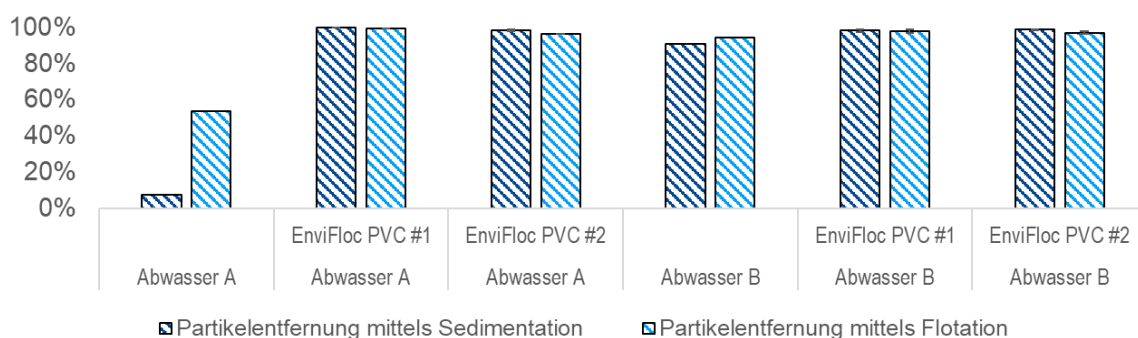


Abbildung 77: Partikelentfernung (gemessen als AFS)

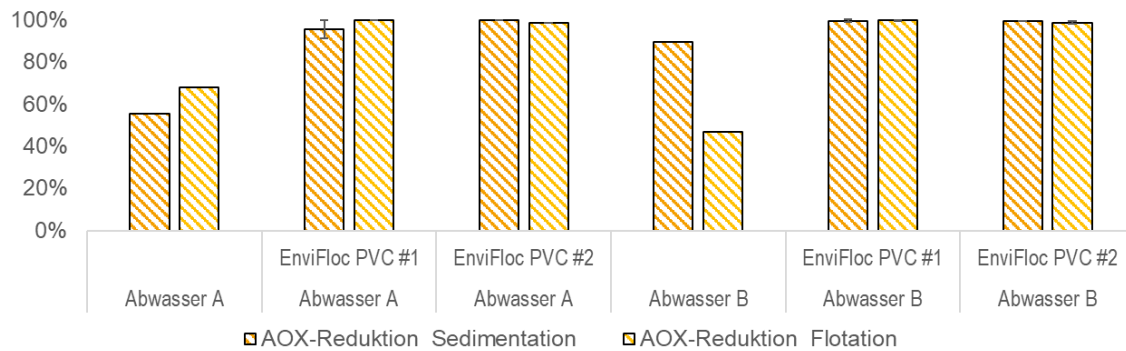


Abbildung 78: AOX Reduktion (Zulauf/Ablauf)

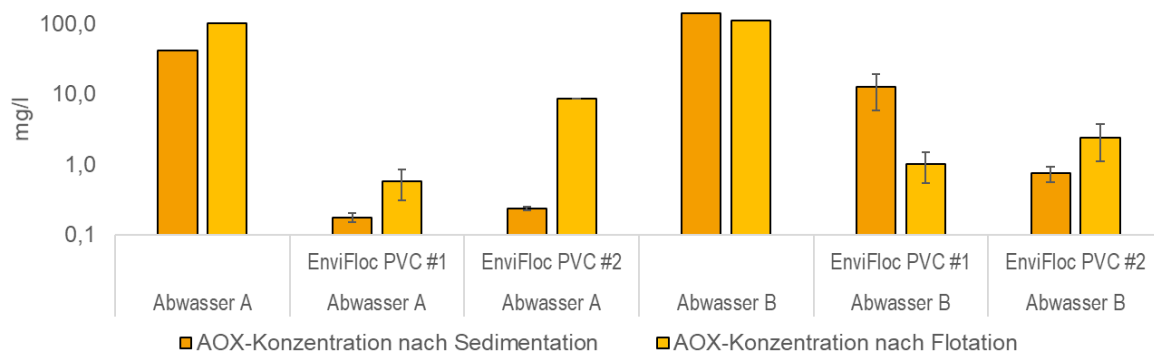


Abbildung 79: AOX-Konzentration Ablauf

Partikelfiltration mit Beutelfilter

Im Anschluss daran wurde das Rückhaltevermögen eines Beutelfilters bestimmt. Die Versuche fanden mit dem gleichen Typ Rohwasser wie die Versuche zuvor statt. Da in einige Versuchen die Feststoffe zur Verblockung von Zulaufpumpen geführt hatten, sollte die Rückhalterate eines Beutelfilters einmalig bewertet werden. Rohwasserproben sowie Filtrat und Konzentrat wurden auf die gleichen Parameter wie eingangs erwähnt untersucht. Der eingesetzte Beutelfilter hatte eine Maschenweite von 800 µm. Von ca. 1000 Partikeln pro Liter im Zulauf konnten lediglich 300 pro Liter entfernt werden. Bezogen auf die AOX-Konzentration, konnte der Beutelfilter lediglich 15% zurückhalten. Im Filtrat wurden noch ca. 250 mg/L AOX analysiert. Wie in Abbildung 80 zu erkennen, konnte nur grobes Material zurückgehalten werden, der Filter eignet sich ausschließlich zur Vorfiltrierung zum Schutz einer anschließenden UF. In den ersten Industriewasserchargen lag der Feststoffanteil noch deutlich höher, dies wurde aber anfänglich nicht bilanziert.

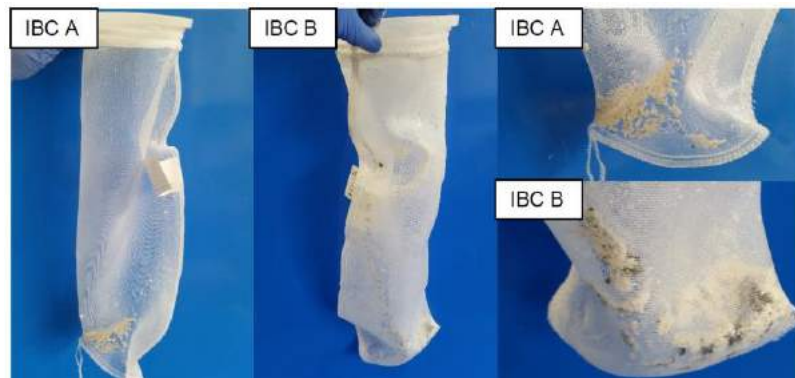


Abbildung 80: Beutelfilter nach Filtration unterschiedlicher Abwässer

Alle Ergebnisse aus den Pilotversuchen werden in Abbildung 81 und Abbildung 82 zusammengefasst. In Abbildung 81 wird der eliminierte AOX-Anteil schraffiert und der AOX-Restgehalt im Ablauf ausgefüllt dargestellt. Die Ultrafiltration hält Mikroplastik zu 99,9% sicher zurück. Der AOX-Wert lag immer unterhalb des Messbereichs und es wurden im Schnitt nur 0,5 Partikel pro Liter gefunden. Die Behandlung mit Sedimentation und Flotation bewegen sich auf einem ähnlichen Niveau. Die beiden Verfahren halten in etwa 30-50% des MP zurück. Der AOX-Wert lag bei 50-100 mg/L, die Partikelanzahl im Klarwasser betrug zwischen 150-300 Partikel pro Liter. Beide Verfahren konnten durch die Zugabe auf das Abwasser angepasster Flockungsmittel deutlich optimiert werden. Der Rückhalt der Sedimentation lag nach vorheriger Koagulation und Flockung bei ca. 99%. Der AOX-Wert im Klarwasser lag bei 0,7 mg/L, zudem konnten 2 Partikel pro Liter nachgewiesen werden. Die Flotation wies bezüglich der Abscheideleistung nach vorheriger Fällung und Flockung noch bessere Werte auf, sie konnte zu 99,7% MP zurückhalten, der AOX-Wert lag bei 0,6 mg/L und es konnten ebenfalls 2 Partikel pro Liter nachgewiesen werden. Der Beutelfilter wies aufgrund der Maschenweite den geringsten Rückhalt auf, er konnte lediglich 15% MP zurückhalten, der AOX-Wert lag bei 250 mg/L und es konnten 700 Partikel pro Liter nachgewiesen werden. Zur Optimierung des Partikelrückhalts durch Flotation und Sedimentation ist eine vorhergehende Koagulation und Flockung realer Industrieabwässer unverzichtbar. Dann sind Eliminationsleistungen erzielbar, die sich mit Ultrafiltrationsverfahren vergleichen lassen. Diese beiden Verfahren sind dann eine Alternative zur energieintensiven Behandlung mittels Ultrafiltration. Die ganzheitliche Bewertung der Verfahren wird in Kapitel 6.7.3 Multikriterienanalyse detailliert fort- und ausgeführt.

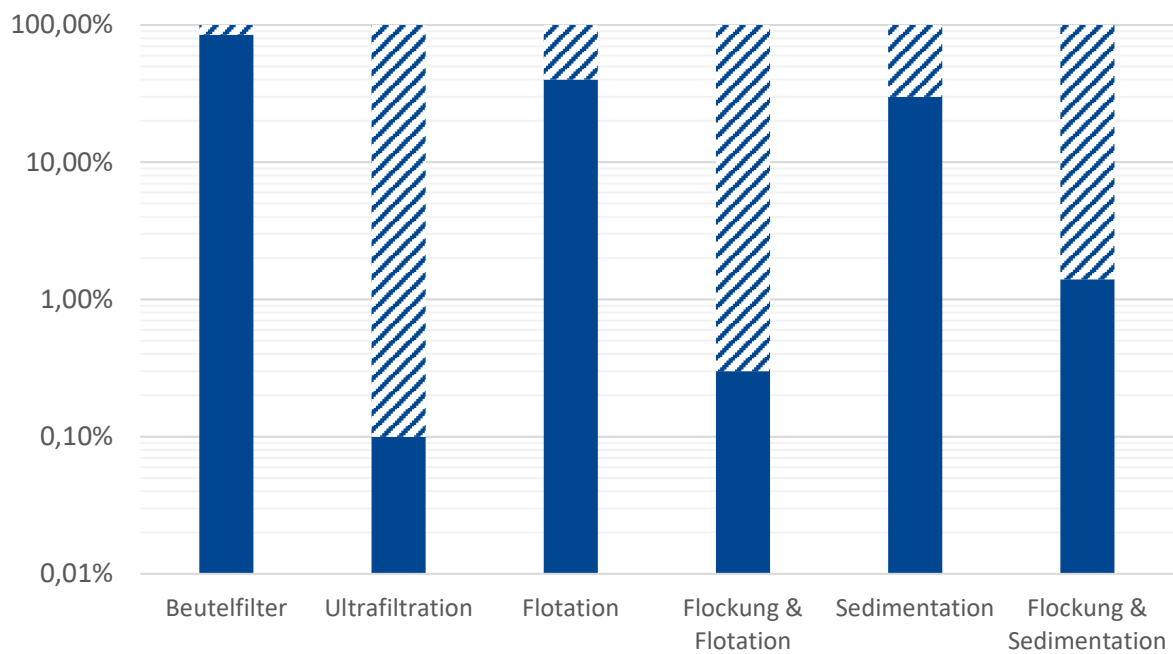


Abbildung 81: AOX-Rückhalteraten im Verfahrensvergleich

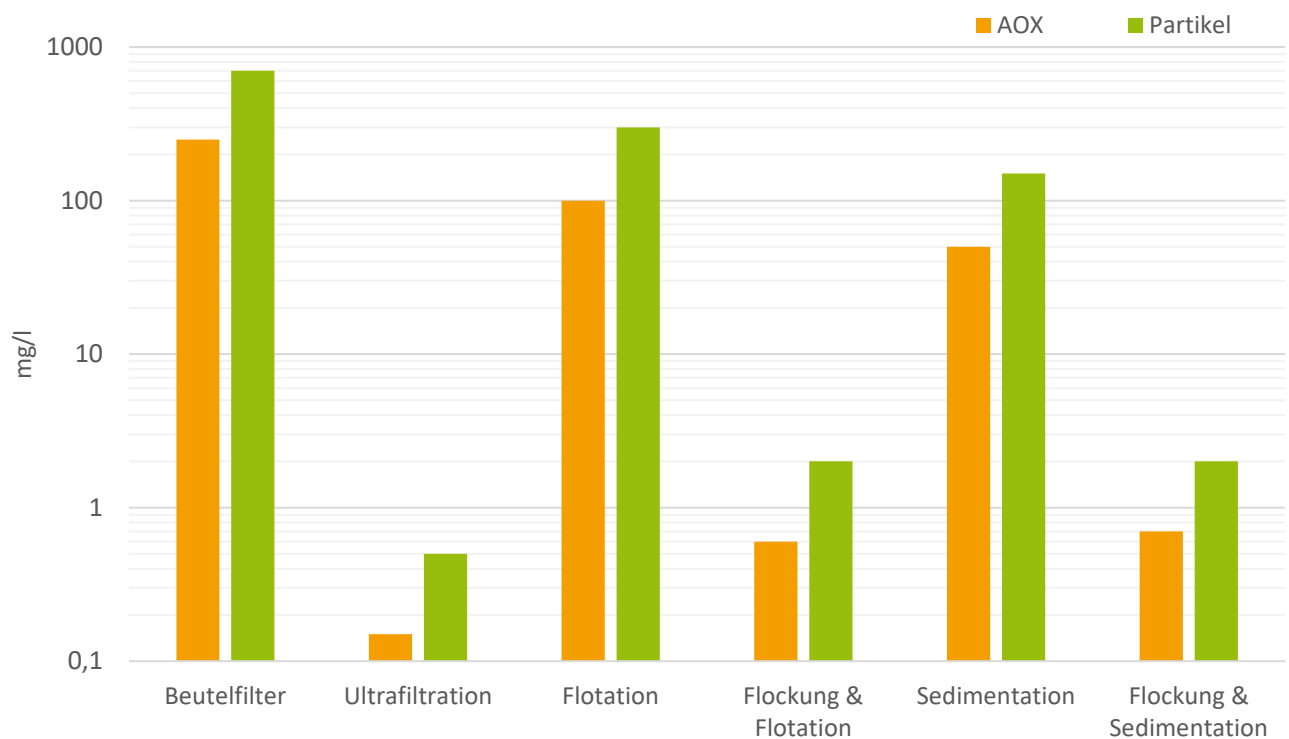


Abbildung 82: Klarwasserkonzentrationen im Verfahrensvergleich

6.4.3 Evaluierung von vorhandener Verfahrenstechnik

TP 4-3 Evaluierung vorhandener Verfahrenstechnik im großtechnischen Maßstab (Hauptautoren: TU-AT)

Zur Evaluierung von vorhandenen Behandlungsanlagen wurden die Kammerfilterpresse eines Weiterverarbeiters, ein Sandfilter eines Herstellers und die Belebungsstufe einer IKA näher betrachtet. Die im Folgenden dargestellten Ergebnisse sind Teil der in Kapitel 6.3.2 präsentierten Daten.

Abscheidung durch Kammerfilterpresse

Die Zulauf-Proben werden direkt aus einer Bypass Leitung von den Lagertanks, in denen eine vorgeschaltete Fällung und Flockung stattfindet, zu der Kammerfilterpresse entnommen. Dem Ablauf der Kammerfilterpresse ist ein Polzeifilter nachgeschaltet, hinter dem sich wiederum ein Sammelbehälter befindet. An dessen Auslauf wurde die Ablaufprobe entnommen. Die Kammerfilterpresse wird im Batch alle zwei Tage mit 35 m³ beschickt. Die Filterzeit beträgt je nach Abwassermatrix 3 – 6 h.

In Abbildung 83 und Abbildung 84 sind die MPP-Anzahl und MP-Massenkonzentration im Zu- und Ablauf der Kammerfilterpresse als betriebsinterne Prozesswasserbehandlung eines Weiterverarbeiters dargestellt. Diese Behandlungsstufe stellt die erste und letzte Probenahmekampagne des Projektes dar. Besonders in der MPP-Anzahlbestimmung wurde die Aufbereitungs- und Analysemethodik in der Projektlaufzeit stark weiterentwickelt. So wurde beispielsweise das Dichteseparationsmittel Zinkchlorid durch Polywolframat ersetzt, eine Probenaliquotierung entwickelt und eine automatische Partikelerkennung programmiert (siehe Kapitel 6.1). In den Ergebnissen in Abbildung 83 stellen die helleren Punkte die ersten Probenahmen zu Projektbeginn und die dunkleren Punkte die Ergebnisse zu Projektende dar. Die Ergebnisse zu Projektende weisen eine deutlich geringere Streuung bei vergleichbarem Prozesswasser auf, was für den Erfolg der eingeführten Maßnahmen spricht.

Generell weisen beide Analysemethoden eine Reduzierung von MP durch die Kammerfilterpresse von ca. zwei Log-Stufen nach.

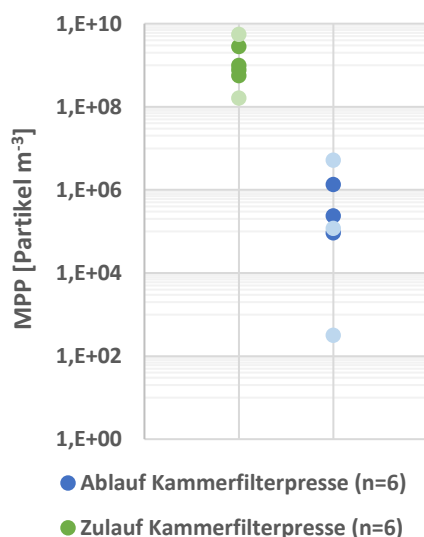


Abbildung 83: MPP-Anzahl im Zu- und Ablauf einer Kammerfilterpresse (helle Markierungen sind Messungen zu Projektbeginn)

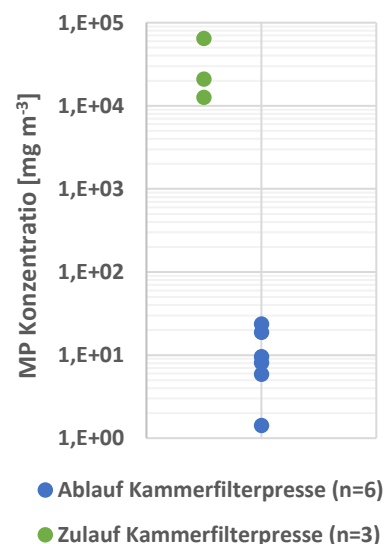


Abbildung 84: MP-Massenkonzentrationen im Zu- und Ablauf einer Kammerfilterpresse

Abscheidung durch Belebungsstufe und Sandfiltration

Bei einer IKA wurde Abwasser vor der Belebungsstufe und im Ablauf der Nachklärung beprobt und die MPP-Anzahl ermittelt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 85 dargestellt. An mehreren Tagen wurde zu unterschiedlichen Uhrzeiten die Zu- und Ablaufprobe entnommen. Aus den am gleichen Tag entnommenen Proben ergibt sich eine MPP-Elimination der Belebung und Nachklärung von über 99 % und damit Reduktion um zwei Log-Stufen der MPP-Anzahl.

Zusätzlich wurde bei einem Hersteller ein kontinuierlich gespülter Sandfilter als letzte Prozesswasserbehandlungsstufe untersucht. Dem Sandfilter ist eine Fällung, Flockung und Sedimentation vorgeschaltet. Die Sedimentation weist dabei eine Oberflächenbelastung von $0,8 \frac{\text{m}^3}{\text{m}^2 \cdot \text{h}}$ und eine Durchlaufzeit von 5 h auf. Der Sandfilter besteht aus drei Elementen mit insgesamt 45 m³ Volumen und ist mit einer maximalen Oberflächenbelastung von $6,5 \frac{\text{m}^3}{\text{m}^2 \cdot \text{h}}$ ausgelegt.

Der hergestellte Kunststoff kann mit der aktuellen Methodik nicht mittels DDK analysiert werden, weshalb nur MP-Anzahlanalysen vorliegen. In Abbildung 86 sind die Ergebnisse von Zu- und Ablaufbeprobungen dargestellt. Auch hier wird bei stark schwankenden Partikelzahlen im Zulauf eine MP-Anzahlreduzierung durch den Sandfilter von ein bis zwei Log-Stufen deutlich.

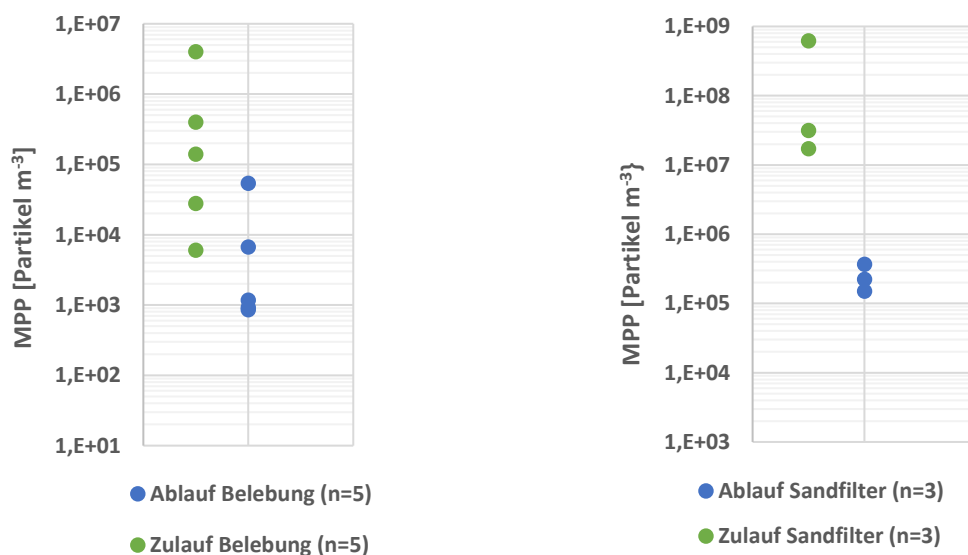


Abbildung 85: MPP-Anzahl im Zu- und Ablauf der Belebung (Ablauf der Nachklärung) einer IKA

Abbildung 86: MP-Anzahlkonzentration im Zu- und Ablauf eines Sandfilters

Abscheidung durch Flotation und unterstützende on-line-Messtechnik

Zusätzlich wurde im Projekt EmiStop der Betrieb einer Pilotanlage zur Druckentspannungsflotation zur Kunststoffrückgewinnung aus dem Prozesswasser eines Herstellers begleitet. Diese Pilotanlage wurde parallel zu einer bestehenden Sedimentationsanlage betrieben. Die Versuche haben gezeigt, dass eine Kunststoffrückgewinnung mittels Flotation möglich ist, jedoch aufgrund des hohen Feststoffgehaltes des Prozesswassers und der damit verbundenen maximalen Feststoffoberflächenbeschickung einen hohen Platzbedarf aufweist. Die bestehende Sedimentation (q_A ca. $0,8 \text{ m/h}$) gewährleistet ebenfalls eine gute Abscheidung und damit Rückgewinnung des Kunststoffes aus dem Prozesswasser. Die vorgeschaltete Flockung des Kunststoffes variiert aufgrund der durch Batch-Betrieb schwankenden Emulgator- und

Tensid-Konzentration im Prozesswasser. Die Abscheidung des Kunststoffes könnte durch ein verbessertes Monitoring des Feststoffes, Tenside und Emulgatoren erhöht und damit der MP-Austrag aus der Anlage verringert werden.

Zu diesem Zweck wurden Voruntersuchungen mit zwei Trübungs- und einer Fluoreszenz-Sonde durchgeführt. Hierbei wurden in Verdünnungsreihen mit Reinwasser bei 34 von 50 möglichen Einsatzstoffen und den synthetisierten Produkten die Messsignale der Sonden aufgenommen. Viele Einsatzstoffe und Produkte weisen dabei ein Bestimmtheitsmaß deutlich über 0,5 auf und wirken sich somit auf das Messsignal der Sonden aus (siehe Abbildung 87). Anhand der Höhe der Steigungen der so erstellten linearen Gleichungen wird die Intensität der Messwertbeeinflussung abgeschätzt. Eine lineare Projektion dieser Werte verdeutlicht, dass sich die Fluoreszenzsonde zur Abgrenzung von Einsatzstoffen eignen kann und besonders Produkte die Messwerte der Trübungssonden beeinflussen (siehe Abbildung 88).

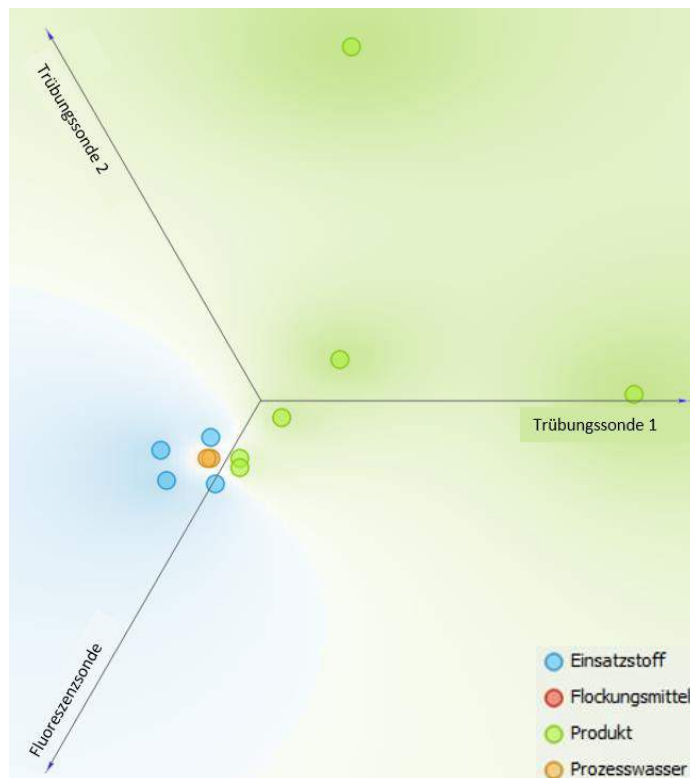


Abbildung 88: Lineare Projektion der Geradensteigungen aus den Konzentrationsreihen der gemessenen Stoffe und den verwendeten Sonden mit einem Bestimmtheitsmaß $> 0,7$

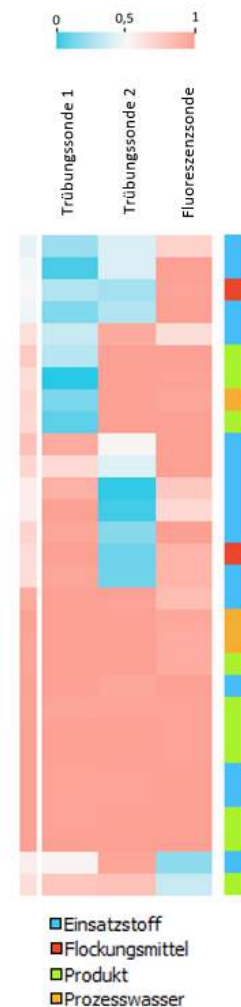


Abbildung 87: R^2 der linearen Abhängigkeit zwischen Konzentrationsanstieg und Messwertanstieg

Die in diesen Vorversuchen getesteten Sonden wurden über zwei Monate in einen Bypass des Ablaufs der Prozesswasserbehandlungsanlage eingebaut. Eine erste Auswertung der Betriebsdaten, einschließlich aller hergestellten Produkte, Volumenströme, Verweilzeiten und Betriebsweisen, ergab keinen statistisch signifikanten Zusammenhang zu den aufgenommenen Messwerten. Weitere Auswertungen werden bilateral durchgeführt.

6.5 AP 5 Optimierung des Plastikrückhalts

6.5.1 Konstruktive Verfahrensoptimierung

TP 5-1 Konstruktive Verfahrensoptimierung (Hauptautoren: EC)

Für Versuche zum Rückhalt von Mikroplastik wurden Umbauarbeiten einer bestehenden kleineren Ultrafiltrationsanlage realisiert. Ergebnis war die in Abbildung 71 dargestellte Pilotanlage, welche im Verlaufe der Projektlaufzeit immer weiter optimiert werden konnte. Es handelte sich neben kleineren konstruktiven, verfahrenstechnischen Optimierungen um Steuerungs- und Visualisierungsverbesserungen. Dieser kontinuierliche Prozess, bei dem die Anlage immer weiter optimiert wurde, dauerte länger als erwartet. Der umgebaute Membranteststand war final funktionstüchtig und erfüllt alle Anforderungen für weitere Mikroplastik-Rückhalteversuche. Einige der Optimierungen sollen im Folgenden kurz dargestellt sowie weitere zum aktuellen Zeitpunkt noch nicht umgesetzte Optimierungspotentiale aufgezeigt werden. Insgesamt wurden Erkenntnisse bzgl. Anlagensteuerung wie Modulschaltung, Überströmung, Temperierung und Homogenisierung speziell für reale, PVC-haltige Abwässer gesammelt. Insbesondere das starke Schäumen der PVC-haltigen Realabwasser ist hier hervorzuheben. Bedingt durch die Tenside, die die PVC-Partikel im Wasser in Suspension halten, entstand Schaum der bis in das Permeatrohr vordrang (Abbildung 89). Dort führte er zu Störungen der Permeatdurchflussmessung. Eine Anlagensteuerung nach Permeatfluss war deshalb anfangs nicht möglich. Durch konstruktive Optimierung konnte diesem Problem aber entgegengewirkt werden. Zum einen wurde das Rühraggregat früher abgeschaltet, damit es nicht bei niedrigeren Füllständen zu noch stärkerem Schäumen führte. Weiterhin wurde die Versuche, insofern es sich um keinen Konzentrierungsversuch handelte, bei höchstmöglichem Füllstand gefahren und ggf. der Vorlagetank immer wieder aufgefüllt. Ein Drehzahl-gesteuertes Rühraggregat wäre eine weitere mögliche Optimierung gewesen, somit könnte man die Rührgeschwindigkeit an das Schaumbildungspotential anpassen. Weiter sollte das Fallrohr, durch welches frisches Abwasser in die Vorlage gefüllt wird, möglichst weit in den Behälter ragen, um den schäumenden Effekt zu minimieren. Optional könnte man die Befüllung über einen seitlichen Zugang im unteren Bereich realisieren oder mit in die Konzentratleitung integrieren. Auf die Verwendung eines Entschäumers wurde während der Versuche verzichtet, da dieser Einfluss auf das Verfahren gehabt hätte. Der Einsatz von Entschäumern wurde aber erfolgreich getestet, bei einer großtechnischen Anlage ist dies eine Option. Das Problem des Schäumens zeigte sich bei fast allen Abwässern der PVC-Hersteller und Verfahren zur Abwasseraufbereitung, insbesondere bei der Elektroflotation (siehe Abbildung 89). Hier wurde nur die Spannung soweit reduziert, dass dieser Effekt, ohne Verlust des Mikroblasenbildes, möglichst reduziert wurde. Die Dosierung eines



Abbildung 89: Schaum in Permeatleitung - Ultrafiltration (links), stark schäumende Elektroflotation (rechts)

Entschäumer ist alternativlos, wenn der entstehende feinblasige Schaum nicht dauerhaft abgesaugt/abgeräumt werden soll.

Zudem wurde am Ultrafiltrationsstand ein Manometer zur Bestimmung der Verblockung der Beutelfilter installiert, die als Schutzfilter der Ultrafiltration wahlweise hinzugeschaltet werden konnten. Dies erwies sich als sehr sinnvoll, da die Abwässer teilweise größere Störstoffe enthielten, die nicht nur eine Ultrafiltration hätten beschädigen können. Auch bei anderen Pilotversuchen mit Elektroflotation und Sedimentation führten die Störstoffe zum Verblocken der Zulaufpumpe, weshalb hier ein Beutelfilter nachgerüstet werden musste. Störstoffe eines Abwassers sind beispielhaft in Abbildung 90 dargestellt.



Abbildung 90: Petrischale (Durchmesser 12,5 cm) mit Störstoffen

Die Ein- und Auslaufstrecke der Ultraschalldurchflussmessgeräte wurde verlängert um eine Störung durch Verwirbelungen zu verhindern. Die Position der Füllstandssonde im Vorlagebehälter wurde geändert, da der Pumpenschlag der Ablasspumpe die Messung beeinflusste. Des Weiteren wurde der Vorlagetank mit einer Absperrklappe versehen, um eine Trennung des Tanks von den Rohrleitungen zu ermöglichen. Erforderlich ist dies beispielsweise bei einem Durchlaufbetrieb, wenn die Probe nicht in die Vorlage gelangen soll. Weiterhin wurde eine bestehende Absperrklappe mit einem Pneumatikantrieb ausgestattet. Folglich kann die Klappe im automatischen Reinigungsbetrieb geöffnet werden, um die Anlage vollständig zu entleeren. Ein Wärmetauscher in der Zulaufleitung der Vorlage wäre nicht nur energetisch sinnvoll, sondern würde auch eine geringere Temperaturänderung mit sich bringen, denn durch frisch eingefülltes Abwasser ändert sich kurzzeitig die Temperatur im Vorlagebehälter, auch wenn dieser temperiert ist. Die Temperatur als maßgeblicher Einflussfaktor auf den Membranprozess sollte möglichst stabil sein. Zudem sollte der Behälterboden nicht als Kegel ausgeführt werden, denn eine schräge Platte würde den selben Effekt erzielen, wäre aber leichter mit einem Kühlmantel auszustatten. Die Permeatdurchflüsse sollten besser mit magnetisch-induktiven Messsystemen und nicht mit Ultraschallmessungen bestimmt werden, da diese durch Luft/Schaum und allgemein zu anfällig waren. Zudem gab es viele Anpassungen an Steuerung und Visualisierung. Der Großteil zielte auf die Möglichkeit ab, die Anlage in allen Aspekten möglichst variabel betreiben zu können, was sie zu einer idealen Versuchsanlage für wissenschaftliche Zwecke machte. Heute kann die Anlage Druck- oder Permeatfluss-gesteuert betrieben werden. Der Vorlagebehälter ist temperierbar. Es können organische und anorganische Module in verschiedenen Größen in Reihe oder parallel betrieben werden. Sowohl Kreislauf- als auch Konzentrierungsversuche sind möglich. Die Vorlage kann über einen in Maschenweite austauschbaren Beutelfilter vorfiltriert werden. Die Anlage ist rückspülbar. Weiterhin können damit Standard-/Wasserwerte aufgenommen werden und chemisch unterstützte Reinigungen mit verschiedensten Reinigern (sauer, alkalisch, oxidativ, gemischt) durchgeführt werden. Die Oberfläche wurde übersichtlicher gestaltet (siehe Abbildung 71). Die Anlage läuft vollautomatisch und die Daten werden aufgezeichnet.

6.5.2 Vermeidungsstrategien und Optimierung

TP 5-2 Prozessoptimierung und Vermeidungsstrategien (Hauptautoren: TU-AT)

Generell sind aufgrund der im Projekt durchgeführten Betriebsbegehungen und Analysen eine Regenwasserbehandlung und gegebenenfalls Vorbehandlung des anfallenden Prozesswassers wichtige Maßnahmen zur Reduzierung der MP-Emissionen eines Industriestandortes. Ebenfalls kann die Reduktion von Arbeitsschritten und die Minimierung des Umschlags von Kunststoffen auf abflusswirksamen Flächen den diffusen Austrag in die Umwelt reduzieren. Generell existieren in Deutschland viele Industriestandorte mit historisch gewachsenen Strukturen. Allgemeine Aussagen zu Optimierungsmaßnahmen sind daher kaum möglich. Aus diesem Grund hat EmiStop Handlungsempfehlungen veröffentlicht, in denen betriebliches Vorgehen und Maßnahmen zur Erkennung, Vermeidung und Reduzierung von MP-Emissionen Schritt für Schritt erläutert werden (Barkmann et al. 2021). Am wichtigsten ist hierbei die Umsetzung der in den Empfehlungen vorgeschlagenen, strukturierten Vorgehensweise und Erhebung von Daten zur Abschätzung des Erfolges von eingeführten, betriebsinternen Maßnahmen, sowie eine Einbindung aller Mitarbeiterebenen. Diese Erfolgskontrolle kann bei bislang durchgeführten industriellen Vermeidungsprogrammen (im Sinne einer Selbstverpflichtung) wie z.B. Operation CleanSweep oder Zero Pellet Loss verbessert werden. EmiStop liefert damit auch Hinweise zur Quantifizierung von in diesen Programmen beschriebenen Vorgehensweisen. Zur Verdeutlichung wird im Folgenden ein Beispiel zur erfolgreichen Umsetzung einer Maßnahme näher erläutert:

Eine einfache Maßnahme betrifft die Reinigung von Absacktrichtern in Containerform (im folgenden Container genannt), mit deren Hilfe Granulatchargen in Säcke abgefüllt werden. Durch die Granulierung von Formmassen an der Luft bleiben kleine Quetschrückstände im Granulatgemisch zurück und haften nach der Absackung als Rückstand an den Containern (siehe Abbildung 91). Werden diese Container nicht überdacht gelagert, kann durch Niederschlag und Wind MP in die Umwelt gelangen. Eine umzusetzende Maßnahme ist in diesem Beispiel das Ausaugen eines Containers durch eine:n Mitarbeiter:in direkt nach der Benutzung. Zur Beurteilung dieser Maßnahme wurden zehn nicht ausgesaugte Container und nach



Abbildung 91: Quetschrückstände in einem Container nach Absackung von Kunststoffgranulaten

Umsetzung der Maßnahme sieben ausgesaugte Container mit 1,5 L Wasser definiert beregnet und die abgespülten Partikel getrocknet und gewogen (siehe Abbildung 92). Um eine mögliche Beeinflussung der Mitarbeiter:innen zu vermeiden, wurde dies an mehreren Tagen, in unregelmäßigen Abständen und zu unterschiedlichen Tageszeiten durchgeführt. Die Masse der abgespülten Partikel konnte im Minimum zu 69 % und im Mittel zu über 99 % durch diese einfache Maßnahme gesenkt werden. Starke Schwankungen in den Daten sind in der Regel auf unterschiedliches Mitarbeiter:innenverhalten zurückzuführen. Um dies mit zu berücksichtigen, wurden keine Ausreißer aus dem Datensatz entfernt.

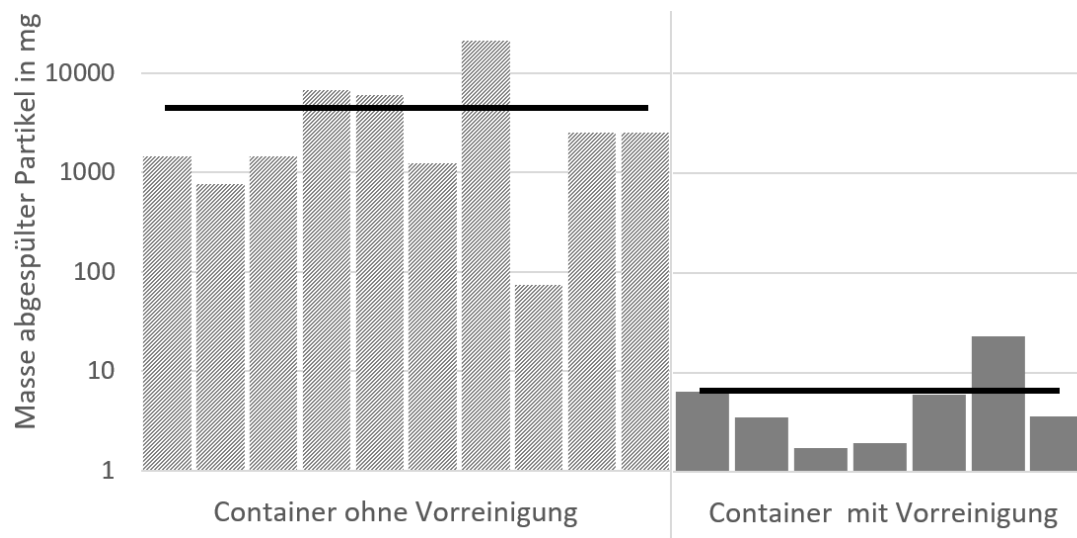


Abbildung 92: Masse von abgespülten Containern zur Absackung von Granulaten ohne und mit Vorreinigung. Die Mittelwerte sind gekennzeichnet.

Dieses Beispiel zeigt nicht nur die Effektivität von einfach umzusetzenden Maßnahmen, sondern auch die hohe Relevanz des Mitarbeiter:innenverhaltens. In dem dargestellten Beispiel wurden zusätzlich die Schichtleiter in die Verantwortung für die Reinigung eingebunden. Zusätzlich wurden Ergebnisse des Projektes EmiStop in einem aufklärenden Video zu Ursachen und Folgen von MP am Betriebsstandort präsentiert, welches in der Betriebskantine täglich abgespielt wird.

Ein weiteres Beispiel zur Umsetzung einfacher Maßnahmen kann die Reinigung von abflusswirksamen Flächen sein. Im Zuge der Evaluierung entwickelter Probenahmesysteme (siehe Kapitel 6.3.1) wurde eine bekannte Anzahl an PE-Partikel verschiedener Größenklassen mittels definierter Kehrrountine und mit Hilfe einer Nassabscheidung von einer definierten Fläche aufgenommen, bei der Partikel in eine Apparatur gesaugt und in einer Waschflasche in eine flüssigen Phase abgeschieden werden (siehe Abbildung 95). Durch diese Wiederfindungsraten wird deutlich, dass saugende Systeme besonders für kleinere Mikroplastikpartikel, wie Stäube oder Späne geeignet sind. Großes Mikroplastik wie Granulate können mit einfacheren Kehrmaßnahmen von Flächen ausreichend entfernt werden.

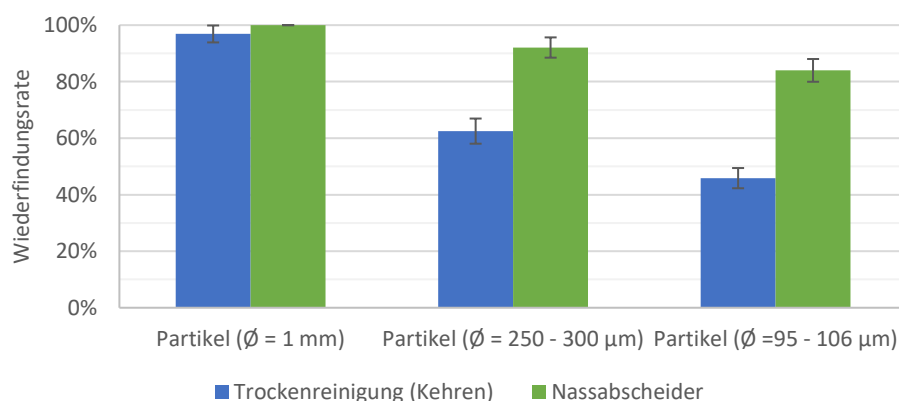


Abbildung 93: Wiederfindungsraten mittels fluoreszierender PE-Partikel unterschiedlicher Größe von Kehrrountine und Nassabscheider (n=5)

6.6 AP 6 Entwicklung von Flockungsmitteln für Plastik

6.6.1 Entwicklung Flockungsmittel

TP 6-1 Entwicklung Flockungsmittel (Hauptautoren: EC)

Zur Entwicklung geeigneter Flockungsmittel wurden gängige Kunststoffpulver verschiedener Sorten auf ihre Flockbarkeit hin untersucht. Insgesamt wurden siebzehn verschiedene Kunststoffproben getestet. Damit sollte ein breites Spektrum, der in der Industrie vorkommenden Kunststoffe abgedeckt werden. Tabelle 1 führt alle untersuchten Kunststoffe auf.

Zur Versuchsdurchführung wurde jeweils eine 0,1 %-ige Suspension der Kunststoffe mit Leitungswasser hergestellt. Es wurden die entsprechenden Mengen Kunststoffpulver und Leitungswasser in einer Kunststoffflasche eingewogen. Eine Homogenisierung fand durch Schütteln statt. Die Suspensionen dienten als Modellabwasser. Es wurde kein reales, industrielles Abwasser verwendet, um mögliche Einflussfaktoren der Abwassermatrix auf die Flockung auszuschließen.

Die Suspensionen mit den jeweils verschiedenen Kunststoffpulvern (siehe Tabelle 12) wurden mit neun verschiedenen Flockungsmittel-Kombinationen getestet (siehe Tabelle 13). Die Flockungsmittelkombinationen wurden basierend auf langjähriger Erfahrung mit unterschiedlichsten Industrieabwässern hin ausgewählt.

Tabelle 12: Liste der in Flockungsversuchen untersuchten Plastiksarten

Plastiksorte	Beschreibung	Partikelgröße [µm]	Dichte [g/ml]
Polyethylen	Technisch	40-48	0,94
	Hohes Molekulargewicht	n.b.	0,94
	Hohes Molekulargewicht, Oberflächenmodifiziert	50	0,96
Polyamid	Technisch	>315	1,14
	Nylon 6	45	1,02
	Nylon 12	5-50	1,13
Polyacrylnitril	Copolymer 1 (99,5 % Acrylnitril, 0,5 % Methylmethacrylat)	50	1,18
	Copolymer 2 (93,9 % Acrylnitril, 5,8 % Methylmethacrylat)	50	1,18
Polyvinylchlorid	niedriges Molekulargewicht	80-200	1,4
	hohes Molekulargewicht	80-200	1,4
Polyethylenterephthalat	-	> 300	1,13-1,14
Polytetrafluorethylen	-	20	2,2
Polyetheretherketon	-	80	1,26-1,32
Polystyrol	-	500	1,05
	-	40	1,05
Polymethylmethacrylat	-	600	1,19
	-	48	1,19

Tabelle 13: Liste der verwendeten Substanzen zur Flockung (1)

Versuch	Substanzen	Beschreibung
A	ECSO 8610D	Polyaluminiumchlorid
	ECSO 8720	Natriumsilikatlösung (=Wasserglas)
	Envifloc 5110	langkettiges anionisches Polymer
B	ECAS FLK 9420	Kombination Polyaluminiumchlorid und langkettiges Polymer
C	ECSO 8517	Kombination Polyaluminiumchlorid und Polyamin, kurzkettig
	ECAS FLA 9822	Kombination Natriumsilikat und langkettiges Polymer
D	ECSO 8567	Kombination Eisen-III-Chlorid und Polyamin, kurzkettig
	Envifloc 5110	langkettiges anionisches Polymer
E	ECSO 8683	Tannin in Wasser
	Envifloc 5110	langkettiges anionisches Polymer
F	ECAS FLA 9851	Kombination kurzkettiges und langkettiges Polymer
	ECAS FLK 9301	Dispersionspolymer langkettig in Wasser
G	ECAS CO 9020	Melamin Formaldehyd Harz, Ameisensäure, Methanol, 0,2% Formaldehyd
	ECAS FLA 9822	Kombination Natriumsilikat und langkettiges Polymer
H	ECAS CO 9001	Polyamin, kurzkettig
	ECAS FLA 9822	Kombination Natriumsilikat und langkettiges Polymer
J	ECAS CO 9200	gequollener Bentonit in Wasser
	ECAS FLK 9311	Emulsionspolymer langkettig in Wasser

Zur Beurteilung der Flockungsergebnisse wurde ein Bewertungsverfahren entwickelt. Die Flockung wurde über Schlammvolumen, Filtrationsrate, Flockenanzahl und -größe und die visuelle Beurteilung der Partikeleinbindung bewertet.

Über 1000 Flockungsversuche zeigten, dass eine Flockung von MPP zur Abtrennung aus Abwasserströmen grundsätzlich möglich ist. Es gab bei fast jedem Kunststoff mindestens eine Flockungsmittel-Kombination, mit welcher die Partikel in die Flocken eingebunden werden konnten.

Unterschiede zwischen den Ergebnissen der verschiedenen Flockungsmittel-Kombinationen waren erkennbar. Die Versuche B, F und H (aus Tabelle 13) wiesen zum Beispiel eher ein geringes Schlammvolumen und hohe Filtrationsraten auf, Versuch C und J hingegen zeigten eher schlechte Filtrationsraten ($<0,5$ g/s) (siehe Abbildung 94 bis Abbildung 96). Inwieweit sich die Auswahl der Flockungsmittelkombination auf das Flockenergebnis auswirkt, kann beispielhaft gut in Abbildung 96 beobachtet werden. Die Flockengröße variiert und die unterschiedliche Trübung ist klar auszumachen.

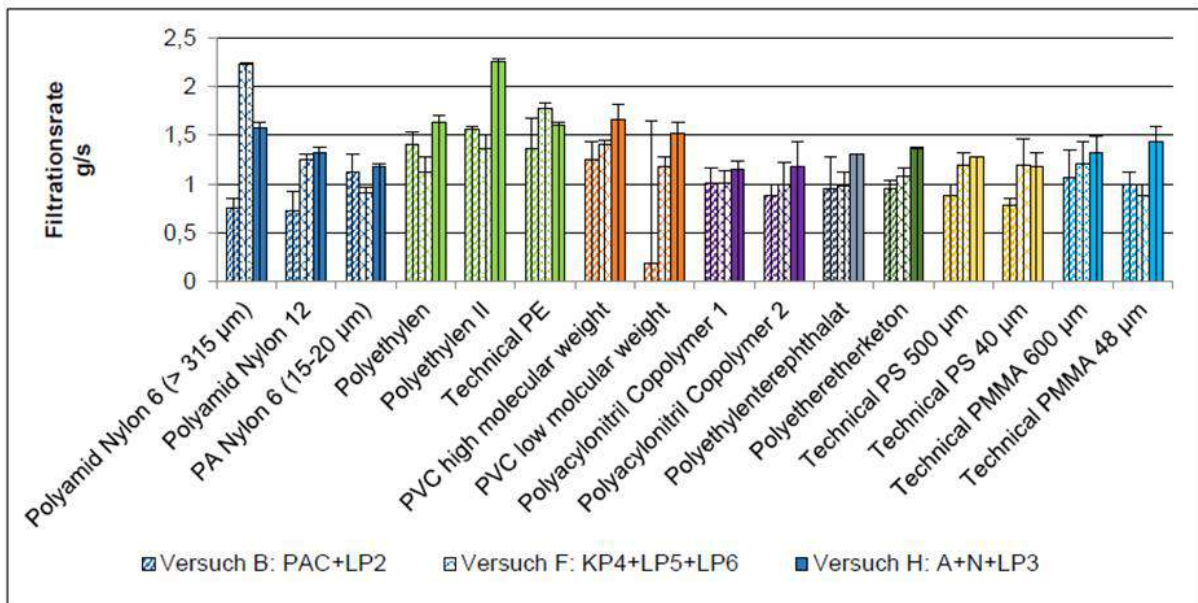


Abbildung 94: Ergebnisse aller Kunststoffe zur Filtrationsrate aus Versuch B, F und H

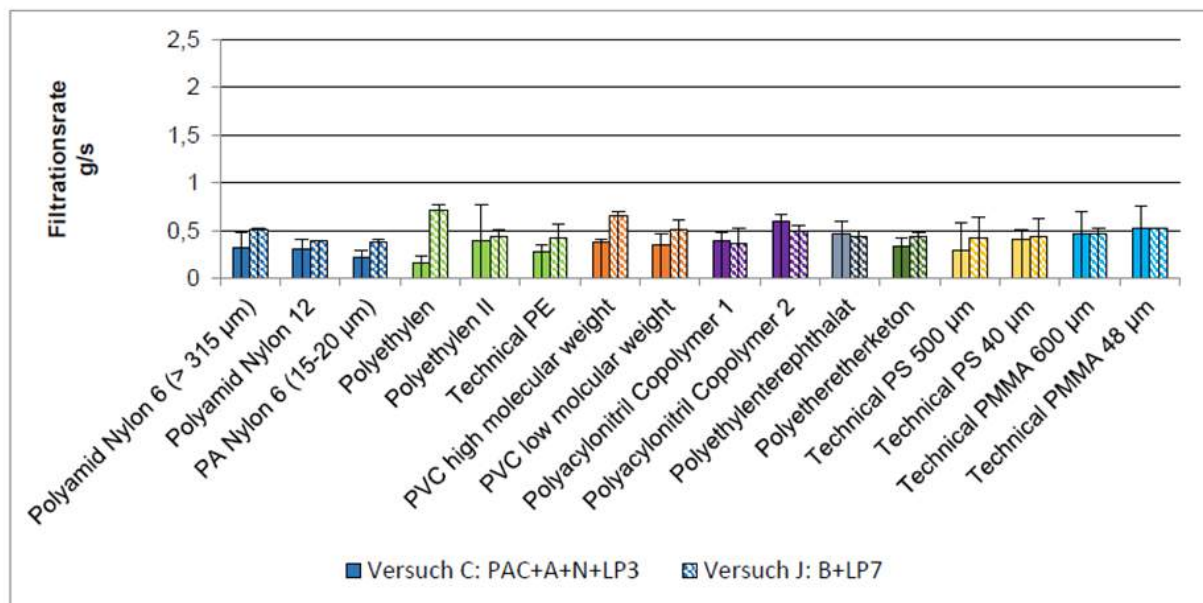


Abbildung 95: Ergebnisse aller Kunststoffe zur Filtrationsrate aus Versuch C und J

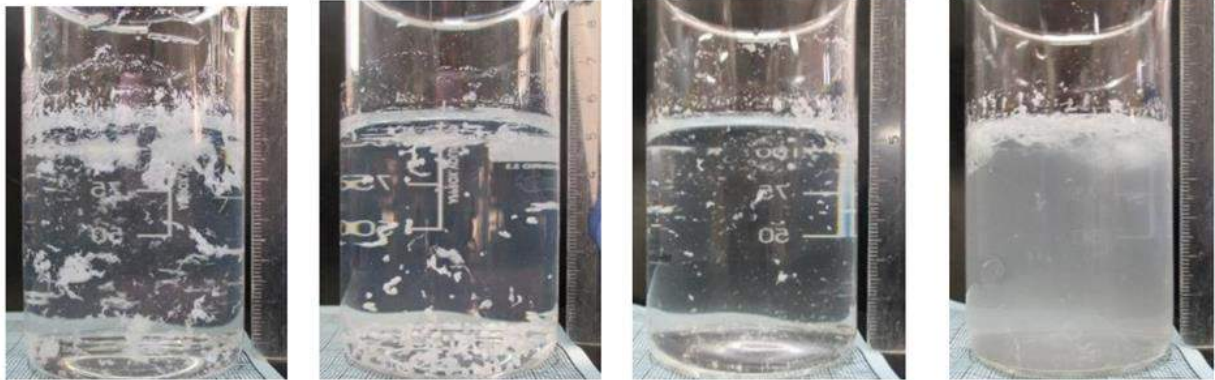


Abbildung 96: Flockungsergebnisse von PE in Versuchen B, F, J, H (v.l.n.r.)

Da der quantitative Nachweis von wenigen Kunststoffpartikeln in geringen Wasservolumina sehr zeitaufwändig ist, wurde der Flockungserfolg zunächst visuell beurteilt. Abbildung 97 bis Abbildung 99 zeigen beispielhaft Aufnahmen von PA-, PE- und PVC-Pulver in Leitungswasser mit jeweils drei verschiedenen Flockungsmittelkombinationen.

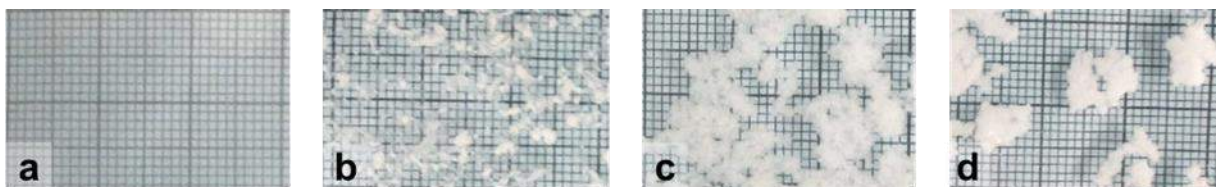


Abbildung 97: Visuelle Bewertung der Flockung von PA (15 – 20 µm). Von links nach rechts: (a) PA ungeflockt – (b) PA geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und kationischem Polymer – (c) PA geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und anionischem Polymer – (d) PA geflockt mit anorganisch modifiziertem anionischem Polymer. Raster entspricht 1 mm.

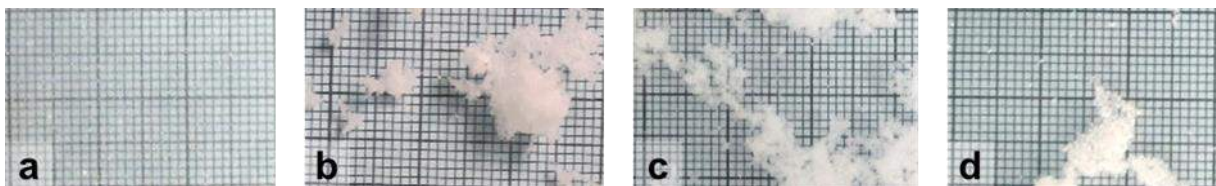


Abbildung 98: Visuelle Bewertung der Flockung von PE (40 – 48 µm). Von links nach rechts: (a) PE ungeflockt – (b) PE geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und kationischem Polymer – (c) PE geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und anionischem Polymer – (d) PE geflockt mit anorganisch modifiziertem anionischem Polymer. Raster entspricht 1 mm.

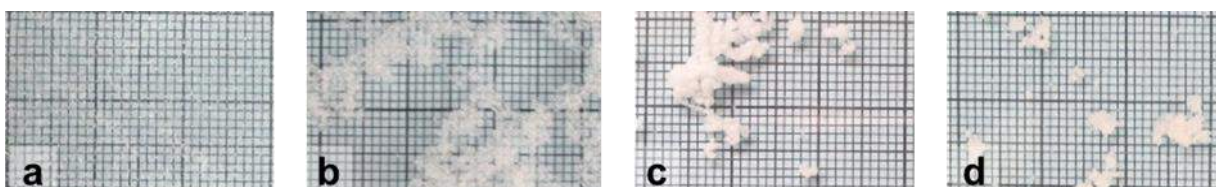


Abbildung 99: Visuelle Bewertung der Flockung von PVC (80 – 200 µm). Von links nach rechts: (a) PVC ungeflockt – (b) PVC geflockt mit einer Kombination aus Polyaluminiumchlorid und anionischem Polymer – (c) PVC geflockt mit einer Kombination aus anionischem und kationischem Polymer – (d) PVC geflockt mit kationischem Polymer. Raster entspricht 1 mm.

Bereits diese Auswahl zeigt, dass mit verschiedensten Flockungsmittelkombinationen MP in Wasser zu größeren Flockenverbänden agglomeriert werden kann. In vielen Fällen funktionierte die Flockung durch Kombinationen mit Polyaluminiumchlorid (PAC). Je nach Kunststoffsorte musste das PAC mit anionischen oder kationischen Polymeren und weiteren Hilfsstoffen kombiniert werden, um den gewünschten Flockungserfolg zu erzielen. Teilweise führten aber auch Flockungsmittelrezepturen ganz ohne PAC zu den besten Flockungsergebnissen. Eine Ausnahme stellte der Kunststoff Polytetrafluorethylen dar. Eine Flockung dieses Pulvers war nicht möglich. Dieser Kunststoff hat antiadhäsive Eigenschaften. Eine Abtrennung ohne Flockung war aber möglich.

Neben der visuellen Bewertung der Flocken wurden mittels Bildauswertung auch die Größenverteilung der Flocken bestimmt. Durch die Flockung wurde die mittlere Partikelgröße signifikant vergrößert. Die eingesetzten Kunststoffpulver wiesen mittlere Partikelgrößen von 5, 10, 30 und 120 μm auf. In erfolgreichen Flockungsversuchen entstanden stabile Flocken, die überwiegend mittlere Größen von 1.000 – 5.000 μm aufwiesen.

Es fand eine Versuchsreihe mit unterschiedlichen Dosiermengen der Flockungsmittel statt. Die Ergebnisse zeigten, dass eine Optimierung der Dosiermengen eine signifikante Verbesserung der Flockung zur Folge hat. Eine Überdosierung der Flockungschemikalien, kann wie eine Unterdosierung die Flockung verschlechtern. Die optimale Dosiermenge muss mit jeder Flockungsmittel-Kombination untersucht werden. Nach Optimierung der Flockungsmitteldosierung konnte die anfänglich sich im Bereich von 0,3-2 g/s bewegende Filtrationsgeschwindigkeit deutlich verbessert werden. Bei gutem Flockungserfolg lag das erzeugte Flockenvolumen im Bereich von 1 -2 ml/g, bezogen auf die geflockte Kunststoffmasse und ließ sich mit > 2 g/s gut filtrieren.

Ein Einfluss der Kunststoffpartikelgröße auf den Flockungsprozess konnte nicht festgestellt werden. Es bestand keine Korrelation zwischen ursprünglicher Partikelgröße, der Filtrationsrate und Flockengröße, Abbildung 100 verdeutlicht dies.

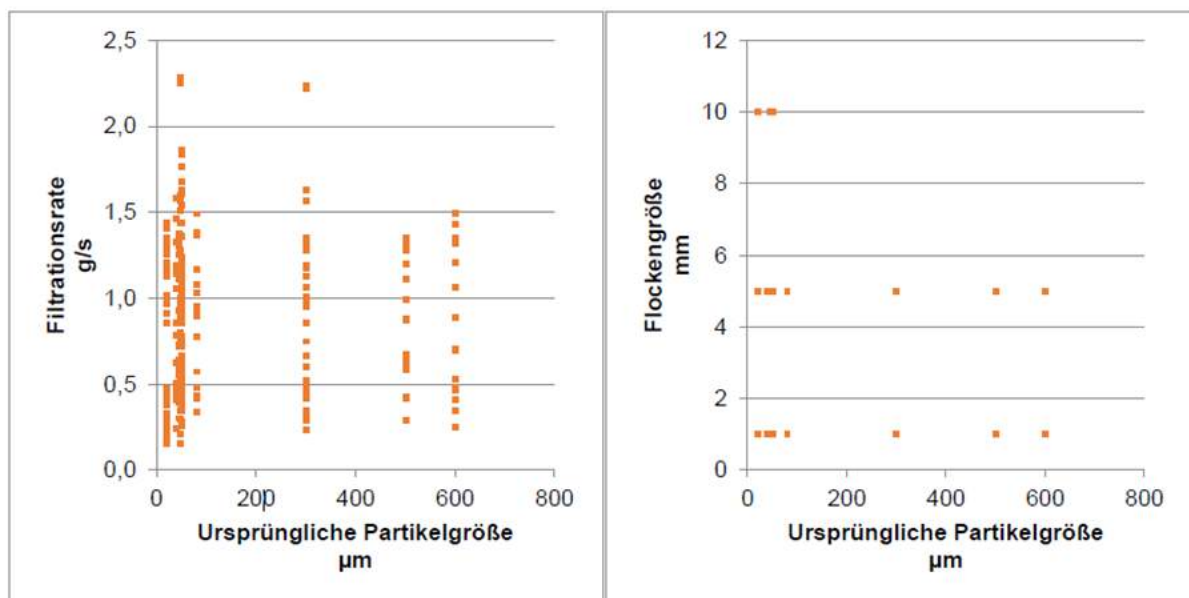


Abbildung 100: Die Korrelation zwischen Filtrationsrate und Kunststoffpartikelgröße (links), zwischen Flockengröße und Kunststoffpartikelgröße (rechts)

Eine Schwierigkeit stellte die Suspendierung der Kunststoffpartikel mit Wasser dar. In nicht allen Fällen war der Kunststoff problemlos mit Wasser mischbar. Vor allem kleine Partikel schwammen auf der Wasseroberfläche auf und bildeten eine Art Haut. Die Partikel wurden nicht mit Wasser benetzt. Durch starkes Schütteln konnte eine verbesserte Homogenisierung erreicht werden. Die Mischbarkeit der

Kunststoffpulver mit Wasser könnte auf die hydrophoben Eigenschaften zurück zu führen sein. In wie weit die modifizierte Oberfläche der Kunststoffpartikeln Einfluss hat, kann hier nicht abschließend beantwortet werden. In jedem Fall hatte dies Einfluss auf die Ergebnisse. Vor allem PTFE, technisches PE und PE mit hohem Molekulargewicht waren durch vermehrt flotierende Partikel schwer mischbar. PTFE ist ein Kunststoff, der antiadhäsiv ist. Aus diesem Grund wird er von Flüssigkeiten nicht benetzt. Liegt PTFE im Abwasser vor, wären mechanische Trennverfahren ohne Flockung einsetzbar. Kunststoffpartikel die sich nicht lösen, werden viel leichter zurückgehalten, da sie flotieren oder sedimentieren. Mit Hinblick auf den Rückhalt von MP liegt das Problem eher bei Kunststoffen die durch den Einsatz von Zusatzstoffen (z.B. Tensiden) in Suspension vorliegen.

Im Rahmen der unter AP 4 erfolgten technischen Bilanzierung von Verfahren, wurden einige Hilfsmittel an Realabwassermatrizen getestet. Die Realabwässer wurden von zwei verschiedenen PVC-Herstellern gestellt (Abwasser A und Abwasser B). Es wurden zwei Kombinationen aus Tabelle 13 getestet, die für PVC die besten Ergebnisse erzielten, sowie zwei modifizierte Varianten (A* und D*), die auf das Abwasser abgestimmt wurden. Die vier Varianten sind in Tabelle 14 dargestellt.

Tabelle 14: Liste der verwendeten Substanzen zur Flockung (2)

Versuch	Substanzen	Beschreibung
A	ECISO 8610D	Polyaluminiumchlorid
	ECISO 8720	Natriumsilikatlösung (=Wasserglas)
	Envifloc 5110	langkettiges anionisches Polymer
A*	ECISO 8610D	Polyaluminiumchlorid
	ECISO 8690	Natronlauge
	Envifloc 5110	langkettiges anionisches Polymer
D*	ECISO 8660	Eisen-III-Chlorid
	ECISO 8692	Calciumhydroxid
	Envifloc 5110	langkettiges anionisches Polymer
G	ECAS CO 9020	Melamin Formaldehyd Harz, Ameisensäure, Methanol, 0,2% Formaldehyd
	ECISO 8690	Natronlauge
	ECAS FLA 9822	Kombination Natriumsilikat und langkettiges Polymer

Dabei wurden die Dosiermenge die im Rahmen vorheriger Arbeiten (mit Leitungswasser angesetzten Kunststoffsuspensionen) verwendet wurde, im Folgenden als „originale Dosiermenge“ (100%) bezeichnet. Es wurden zusätzlich weitere, meist niedrigere Dosiermengen, auf Effektivität untersucht, um eine mögliche Reduktion der zu benötigten Chemikalienmenge zu bewerten.

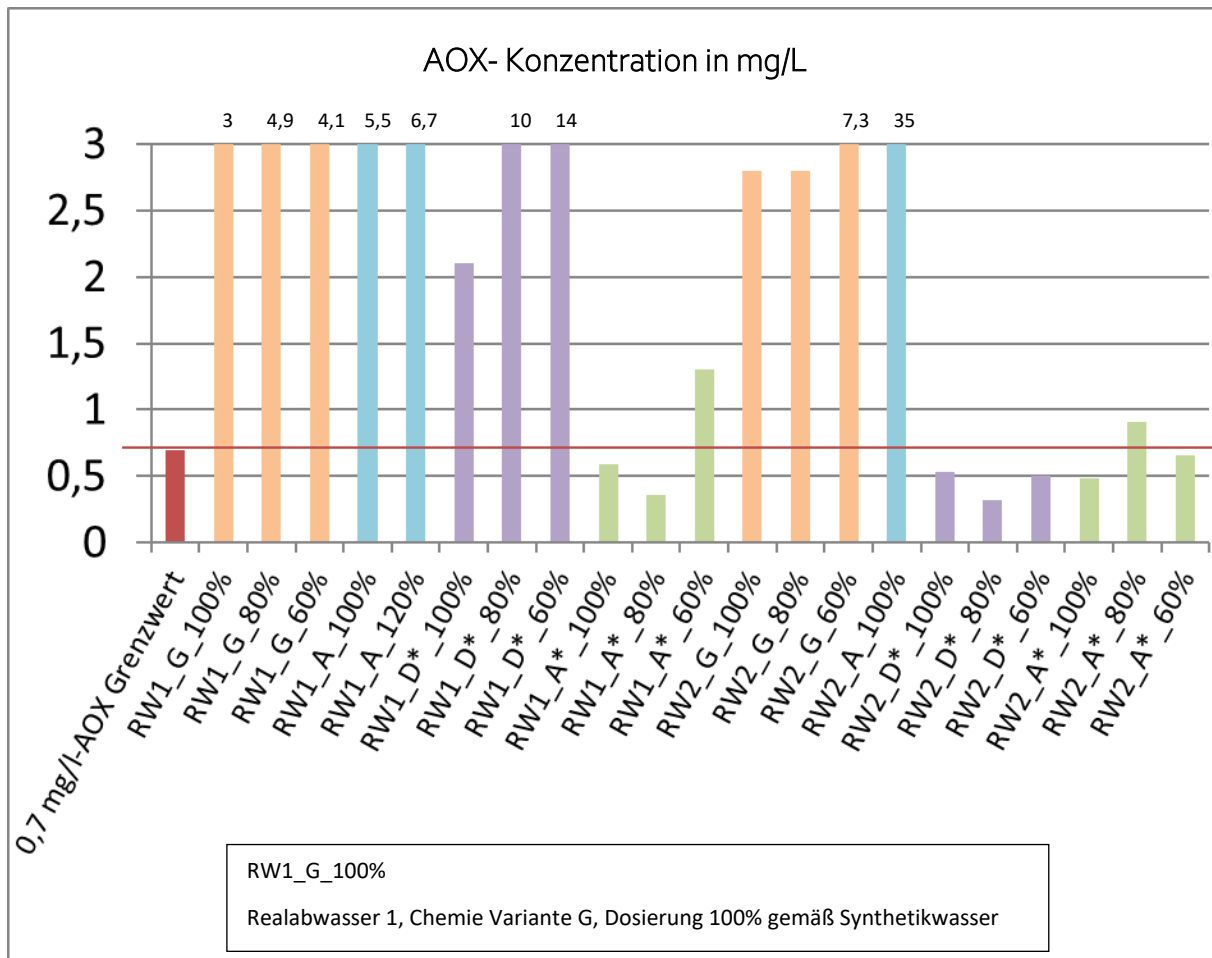


Abbildung 101: Flockungsversuche mit PVC-haltigem Realabwasser

Abbildung 101 fasst die Erkenntnisse der Flockungsmittelentwicklung gut zusammen. Für einzelne Abwässer bedarf es in Abhängigkeit der Zusammensetzung und Konzentration der Wasserinhaltsstoffe unterschiedlicher Kombinationen an Koagulierungs- und Flockungshilfsmittel. Eine Anpassung dieser Mittel auf das Abwasser kann zu deutlich besseren Ergebnissen führen. Der AOX-Einleitgrenzwert lag bei beiden Betrieben bei 5 mg/L. Da ein strengerer Grenzwert erwartet wird, war es das Ziel den AOX-Wert auf <0,7 mg/L AOX zu begrenzen. Das Rohwasser von Betrieb A beinhaltenete 150 mg/L AOX, das von Betrieb B 160 mg/L. Die an synthetischen Lösungen noch erfolgreichen Produktkombinationen A und G führten bei der Behandlung beider Realabwässer nicht zu den gewünschten Ergebnissen. Die durch EnviroChemie angepasste Kombination A* und D* konnten im Fall von Abwasser B (RW2) deutlich bessere AOX-Ablaufwerte erreichen, unterhalb vom angestrebten strengerem Grenzwert, bei Abwasser von Betrieb A (RW1) war es sogar nur die Kombination A*. Die Übertragung der Ergebnisse aus den Laborversuchen mit synthetischer Modelllösungen (Leitungswasser + Kunststoffpartikel) und Realabwässern ist nicht eins zu eins gegeben. In einer komplexen Abwassermatrix scheinen der Gehalt an Feststoffen, Tensiden sowie weiteren Inhaltsstoffen (bestimmbar über Hilfsparameter wie CSB, TOC, pH, Leitfähigkeit) einen größeren Einfluss auf den Flockungserfolg haben, als die PVC-Partikelgröße oder der PVC-Anteil des Feststoffgehalts. Dichteigenschaften spielten bei der Flockenbildung eine untergeordnete Rolle. Die Dosiermengen konnten nicht wesentlich reduziert werden, liegen aber in einem für diese Verfahren (kombinierte Fällung/Flockung mit Sedimentation oder Flotation) normalen Bereich (z.B. 0,1-1 l ECSO 8610D/ m³ Abwasser).

Die in den Laborversuchen eingesetzten Flockungsmittelkombinationen konnten während Pilotversuchen im Haus und bei Kunden weiter erprobt und an die Realabwässer angepasst werden.

Derzeit läuft auch noch eine Inbetriebsetzung einer Großanlage (Fällung/Flockung + Flotation) bei einem PVC-Hersteller, wo die entwickelten Hilfsstoffe im Realbetrieb getestet werden. Bisher konnte für jedes Abwasser eine Kombination gefunden werden (meist PAC basiert), mit der ein, unter ökonomischen und ökologischen Aspekten, nachhaltiger Betrieb realisiert werden konnte.

Diese Ergebnisse wurden erfolgreich in der deutschsprachigen Fachzeitschrift „Chemie Ingenieur Technik“ veröffentlicht. Die Resonanz war sehr positiv und es konnten neue Kontakte in die Industrie geknüpft werden. Die für die Kunststoffe aus Tabelle 12 entwickelten Flockungsmittelkombinationen kommen seither im internen Laborbetrieb zum Einsatz. Diese an reinen Kunststoffsuspensionen erprobten Mittel geben einen ersten guten Eindruck der Flockbarkeit eines mit MP belasteten Abwassers. Ähnlich wie für die PVC-Abwässer, werden diese Kombinationen dann weiter optimiert. Insbesondere die für PVC entwickelten Flockungsmittelkombinationen wurde in die feste Produktpalette mitaufgenommen und werden als Envifloc PVC#1 und #2 vertrieben.

6.6.2 Validierung Flockungsmittel mit Tracer-Tests

TP 6-2 Validierung Flockungsmittel mit Tracer-Tests (Hauptautoren: TU-AW)

In einer ersten Versuchsreihe wurde die Wirksamkeit verschiedener Koagulierungs- und Flockungsmittel bei der Entfernung der magnetisierbaren Partikel bestimmt. Diese Bestimmung fand äquivalent zu den Laborversuchen während der Flockungsmittelentwicklung statt, und zwar mit reinen Kunststoffsuspensionen, um den Einfluss der Abwassermatrix auszublenden. Aufgrund des aufwendigen Herstellungsprozesses der Tracerpartikel und der daraus bedingten mengenmäßigen Limitierung sowie basierend auf den Erkenntnissen aus den vielen Laborversuchen (siehe 6.6.1) wurden zuerst Becherglasversuche durchgeführt, um die generelle Flockbarkeit der Tracerpartikel zu bestimmen. Dabei wurden die Koagulantien aus Versuch A* und D* (siehe Tabelle 14) also Eisen(III)-Chloridlösung (ECSO 866o) und Polyaluminiumchlorid (ECSO 861oD) eingesetzt. Ebenfalls wurden die in A* und D* verwendeten Neutralisationsmittel dosiert und zwar Calciumhydroxidpulver (ECSO 8692) für Eisen(III)-Chlorid und Natriumhydroxid (ECSO 869o) für Polyaluminiumchlorid. Allerdings wurden im Gegensatz zu den Versuchen A* und D* die Flockungsmittel ECAS FLK 9301, ECAS FLKA 9822 und ECAS FLA 9651 verwendet. Dies waren die zu dem Zeitpunkt aus der Tabelle 13 verfügbaren Flockungsmittel. Alle Koagulantien, Flockungsmittel und Neutralisationsmittel wurden von Seiten der EC zur Verfügung gestellt.

Alle Versuche wurden in Bechergläsern durchgeführt, in die nacheinander die erforderlichen Mittel gegeben wurden. Jedes Becherglas wurde mit 50 ml Leitungswasser und 1 ml der Suspension magnetischer Mikroplastikteilchen gefüllt. Anschließend wurde das Koagulierungsmittel zugegeben. Unter ständigem Rühren und pH-Messung wurde der Inhalt mit dem jeweiligen oben genannten Neutralisationsmittel neutralisiert. Nach der Neutralisierung wurde das Flockungsmittel in das Becherglas gegeben und vorsichtig umgerührt. Eine Probe wurde einmal vor der Zugabe des Flockungsmittels entnommen, wobei die Partikelsuspension und das zugegebene Koagulierungs- und Neutralisierungsmittel gut vermischt wurden. Eine zweite Probe wurde aus dem Überstand nach der Flockung und dem Absetzen der entstandenen Flocken auf den Boden des Becherglases entnommen. Leerwertproben wurden hergestellt, indem die exakte Menge an Wasser, Koagulierungsmittel, Neutralisierungsmittel und Flockungsmittel in ein Becherglas ohne Magnetpartikel gegeben wurde.

Die nach der Flockung entnommene Probe diente der Bestimmung der Konzentration der nicht in den Flocken enthaltenen Magnetpartikel. Da diese Probe entnommen wurde, nachdem sich die Flocken abgesetzt hatten, bestand die Möglichkeit, dass sich auch die nicht ausgeflockten Partikel absetzten, sodass eine Probe aus dem Überstand nicht repräsentativ war. Daher wurde die ausgeflockte Mischung durch ein Sieb mit einer Siebweite von 100 µm gegossen, welches die nicht ausgeflockten Partikel passieren konnten, während die Flocken zurückgehalten wurden. Eine Probe aus dem resultierenden

Filtrat diente als dritter Wert. 100 µl der gut gemischten Probe wurden in das Probenröhrchen gegeben und die nach 10 Sekunden angezeigte magnetische Suszeptibilität wurde aufgezeichnet.

Allgemein konnte eine gute Einbindung der Partikel in die Flocken beobachtet werden. Zwei Kombinationen erbrachten auffällige Ergebnisse: Eisen(III)-Chlorid mit ECAS FLA 9822 erbrachte keine stabile Flockenphase, sodass hier Partikel und kleine Flocken im Filtrat nachgewiesen wurden. Polyaluminiumchlorid mit ECAS FLK 9301 erbrachte stabile Flocken, die jedoch Partikel nicht vollständig einbinden konnten. Hier wurden Partikel im Überstand nachgewiesen (Abbildung 102).

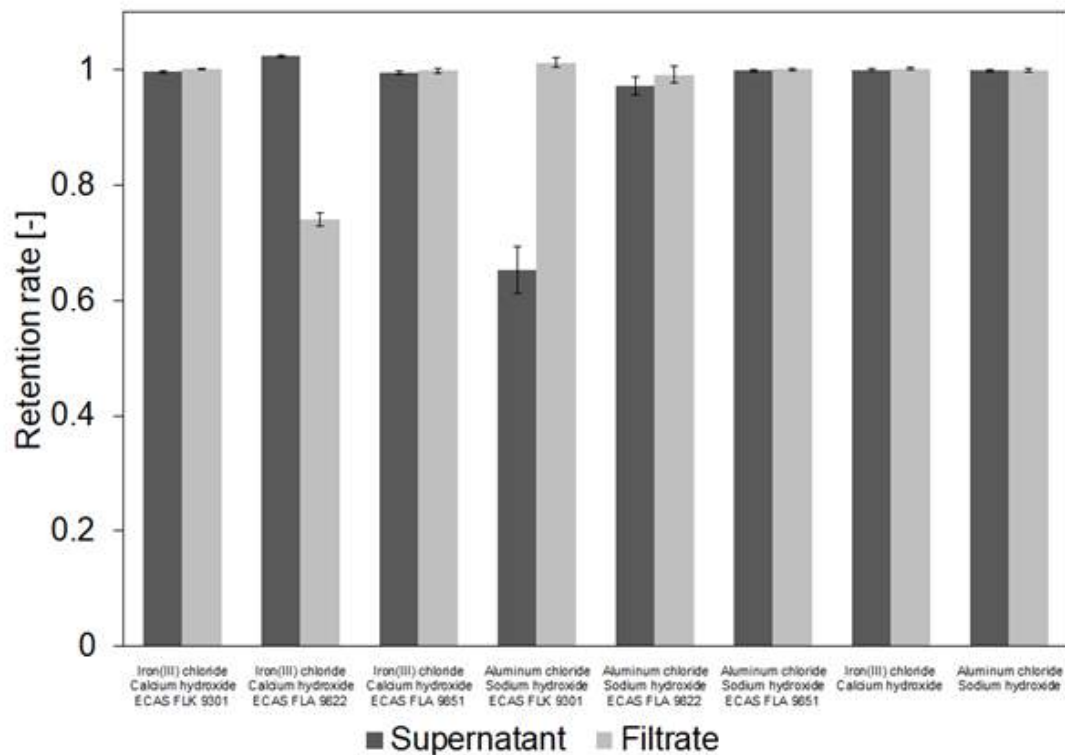


Abbildung 102: Rückhalterate magnetisierbarer „Bottom-up“-Partikel durch verschiedene Kombinationen an Koagulierungs- und Flockungsmittel

Anschließend wurden Flockungsversuche mit magnetisierbaren „Top-down“-Partikel an einer Pilotanlage der EC durchgeführt. In dieser Versuchsreihe wurden abgeschiedene Partikel gravimetrisch bestimmt. Bei der Anlage handelt es sich um eine chemisch-physikalische Behandlung (Koagulation, Neutralisation und Flockung) mit nachgeschalteter Elektroflotation, wie sie auch bei den unter 6.4.2 Bilanzierungsversuche im Pilotmaßstab beschriebenen Bilanzierungsversuchen zum Einsatz kam (Abbildung 74).

Als Tracerpartikel kamen „Top-down“-Partikel aus PE und PET zum Einsatz. Aus oben beschriebenen Laborversuchen wurde die Chemikalienkombination Polyaluminiumchlorid mit Natriumhydroxid und ECAS FLA 9651 für die Pilotversuche ausgewählt. Für jeden Versuchsdurchlauf wurden 7 g Partikelmasse in den ersten Reaktorbehälter gegeben und danach 3 h mit 120 L h⁻¹ Wasser zugegeben.

Die Anlage wies in jedem Versuchsdurchlauf (n = 10) einen Rückhalt der Partikel > 90 % auf. PE-Partikel wiesen im Mittel einen Rückhalt von 96,4 % (n = 6), PET-Partikel im Mittel einen Rückhalt von 95,8 % (n = 4) auf (Abbildung 103). Somit konnte zum einen gezeigt werden, dass sich die von BS entwickelten Partikel für den Einsatz als Tracer eignen. Zum anderen konnte auch die Eignung der verfahrenstechnischen Kombination von Flockung und Flotation für Abwässer mit MP bestätigt werden.

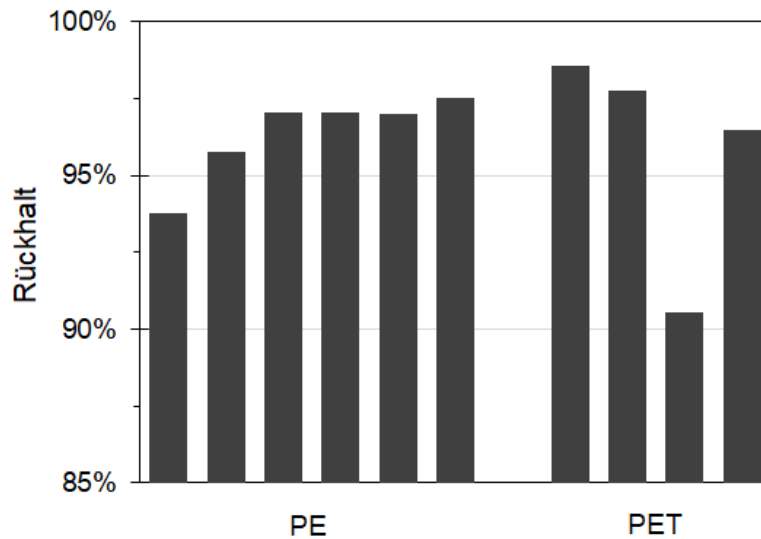


Abbildung 103: Rückhalterate magnetisierbarer "Top-down"-Partikel durch Flockung mit Elektroflotation

6.7 AP 7 Risiko- und Potenzialanalyse

Ziel in dem Arbeitspaket von inter 3 (AP 7) war es, die Chancen für eine zukünftige nachhaltige Breitenanwendung der EmiStop Lösungsansätze zielgerichtet zu verbessern. Dafür wurden zwei Expert:innenumfragen im Delphi-Verfahren in je zwei iterativen Stufen durchgeführt. In einer multikriteriellen Bewertung der Strategien zur Vermeidung von industriellen MP-Emissionen wurden schließlich die Perspektiven der Expert:innen mit den Untersuchungsergebnissen zu den Vermeidungsmaßnahmen aus dem Konsortium in einer Nachhaltigkeitsbewertung der betrachteten Verfahren vereint und dienen als Entscheidungsunterstützung für die Auswahl geeigneter Verfahren für Entscheidungsträger:innen und als Wegweiser für weitere Forschung und Entwicklungsbestrebungen im Sektor der Abwasseraufbereitung.

6.7.1 Delphi-Befragung von Industrie und Branchenverbänden, Politik u. Wissenschaft

TP 7-1 Delphi-Befragung von Industrie und Branchenverbänden, Politik u. Wissenschaft (Hauptautoren: inter 3)

Mit dem Ziel ein wahrscheinliches Zukunftsszenario zu industriellen Eintragspfaden in die Gewässer, Arten von Plastikemissionen und politisch-rechtlichen Entwicklungen als Handlungs- und Entscheidungsorientierung für den Verbund zu identifizieren, wurde mit Hilfe einer Delphi-Befragung ein Meinungsbild der Industrie (Standorte und Verbände), Consultingwirtschaft, Behörden und Wissenschaft erhoben.

Für die Entwicklung der Expert:innenbefragung wurden 1) zunächst die für das Konsortium relevanten Industriebranchen definiert. Daraufhin wurde 2) ein Verständnis des Status-Quo von industriellen MP-Emissionen und Abwassermanagement der Kunststoffproduzierenden und -verarbeitenden Industrie, sowie des regulativen und operativen Rahmens entwickelt. Auf Grundlage der Vorarbeiten und im Austausch mit identifizierten Schlüsselakteuren, wurden dann 3) ein entsprechendes Umfragedesign konzipiert, abgestimmt und umgesetzt. Die Umfrageergebnisse wurden ausgewertet und in das Konsortium sowie an die Industrie und Öffentlichkeit kommuniziert.

1. Eingrenzung relevanter Industriebranchen

In enger Abstimmung mit dem Konsortium und flankiert von Literaturanalysen (Bertling et al. 2018; Essel et al. 2015; FCIO 2015; Industrievereinigung Kunststoffverpackungen e.V.: 2017, 2016; Plastics Europe 2017; Verband der Chemischen Industrie e.V. 2013) konnte ein gemeinsames Bild des Betrachtungsrahmens des Projektes EmiStop und der geplanten Delphi-Expert:innenbefragung entwickelt und im Forschungskonsortium verabschiedet werden. In Abbildung 104 ist der Betrachtungsrahmen schematisch dargestellt. In blauer Farbe sind auf der linken Seite die Kernelemente der Produktions- und Nutzungsphasen von Kunststoffen von Erzeugung, über Verarbeitung, Gebrauch und Entsorgung dargestellt. Die grau hinterlegten Felder definieren den Betrachtungsrahmen des Projektes EmiStop, die weiß hinterlegten Elemente werden nicht weiter behandelt. Studien zur Herkunft von MP-Emissionen in der Umwelt in Deutschland legen nahe, dass direkte Pelletemissionen der kunststoffproduzierenden und -verarbeitenden Industrie und zwischengeschalteten Logistik bis zu 5 % der gesamten Emissionen in Oberflächengewässer ausmachen (Boucher und Friot 2017; Bertling et al. 2018). In Grün sind für MP-Emissionen (inklusive Pellets) relevante Prozesse in den Nutzungsphasen skizziert. Dabei können Emissionen durch Logistik von Material auf dem Betriebsgelände, durch primäre Prozessschritte, die Nachbearbeitung von Werkstücken und Reinigung von Flächen und Anlagen erfolgen. Diese Prozessschritte sind alle relevant für EmiStop. In Rot sind mögliche industrielle Eintragspfade von MP dargestellt. Dabei fallen MP-Emissionen durch Materialverluste und Abfall aus den Prozessen an. Diese Materialverluste können durch eine erste Barriere, die vornehmlich durch das Mitarbeiter:innenverhalten bestimmt wird, reduziert oder gänzlich verhindert werden. Materialverluste aus den Prozessen werden über die Vektoren 1) Feststoffabfälle, 2) Staub und Abluft, sowie 3) Abwasser aus dem Betrieb getragen. Bei EmiStop liegt der Fokus auf dem Abwasserpfad (grau hinterlegt) und der Eintrag von Materialverlusten in das Abwasser kann durch die Barriere „Produktionsnahe Maßnahmen“, also die technische Ausgestaltung der Produktionsprozesse verhindert oder reduziert werden, aber auch durch entsprechendes Verhalten der Mitarbeiter:innen. Als Letztes kann der Eintrag von MP in Oberflächengewässer durch eine entsprechende Aufbereitung von industriellen Abwässern (Barriere) reduziert oder verhindert werden.

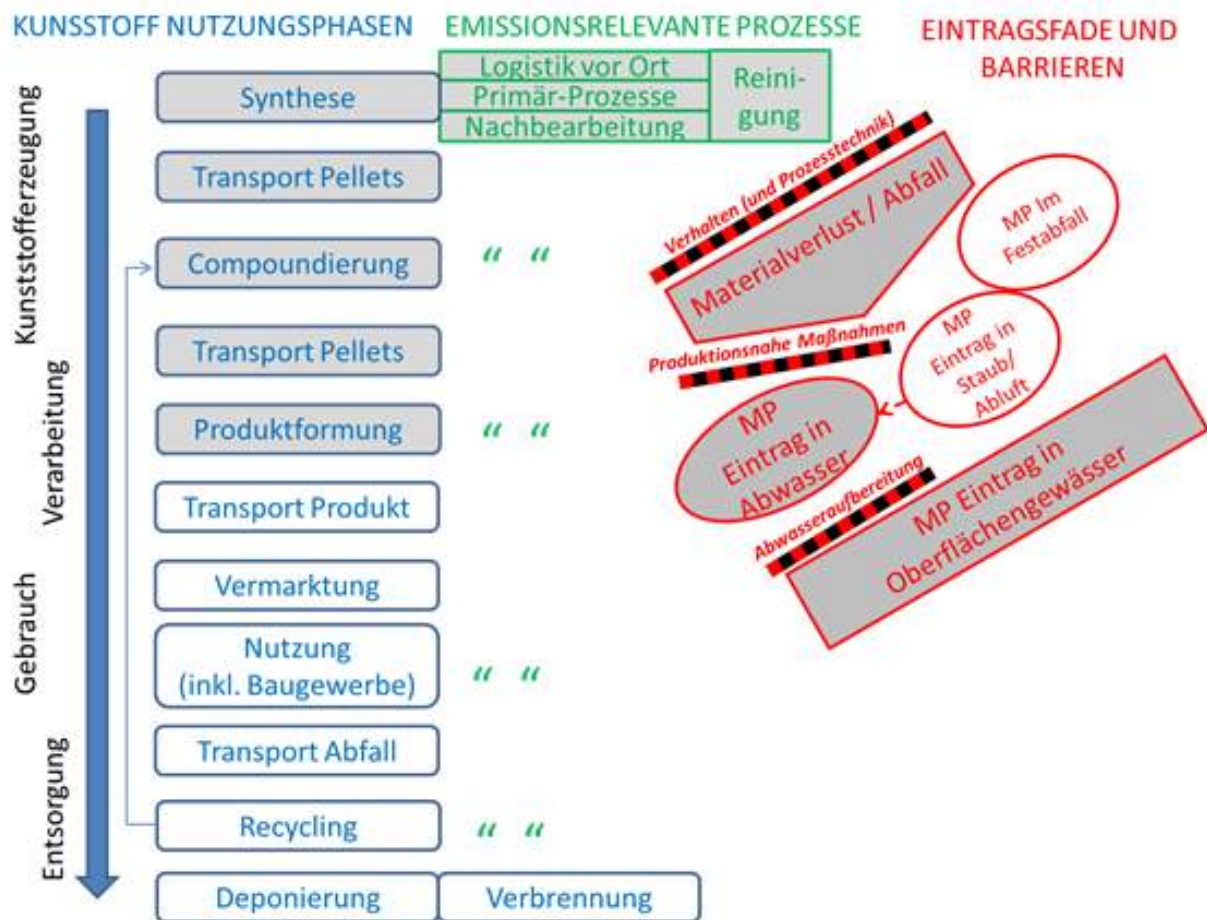


Abbildung 104: Produktions- und Nutzungsphasen Kunststoffindustrie und Betrachtungsrahmen EmiStop

2. Grundlagen für ein Umfragedesign

Neben zahlreichen Gesprächen mit Vertreter:innen von Industrieverbänden (z.B. IK Kunststoffverpackungen, PlasticsEurope Deutschland, GKV) und Vertreter:innen von Standorten der kunststoffproduzierenden und -verarbeitenden Industrie (siehe Kapitel 5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen) und einer eingehenden Literaturanalyse (BLANO 2016; European Commission 2016; FCIO 2015, 2016; Häder 1997; Holzhey und Tegner 1996; Industrievereinigung Kunststoffverpackungen e.V. 2016, 2017; Keudel und Oelmann 2005; LfU 2014; Söllner 2002; UBA 2016; Verband der Chemischen Industrie e.V. 2013; VCI 2016) konnte eine Übersicht über relevante Instrumente und Maßnahmen der Emissionsvermeidung von MP aus Industriebetrieben ohne Anspruch auf Vollständigkeit skizziert werden (vgl. Abbildung 105).

In der Abbildung 105 sind mittig die Produktions- und Nutzungsphasen von Kunststoff aus Abbildung 104 aufgegriffen und um Abwasseraufbereitung und Emissionen ins Gewässer ergänzt. Selbstverpflichtungen sind auf der linken Seite und Auflagen und Regeln bzw. regulatorische Maßnahmen auf der rechten Seite soweit bekannt, mit samt den Urhebern (in kursiv und grau) den entsprechenden Elementen zugeordnet. Es wird deutlich, dass sich regulatorische Elemente mit Ausnahme der REACH Verordnung, die sich auf eingesetzte Chemikalien bezieht, ausschließlich auf Vorgaben hinsichtlich der technischen Ausgestaltung, sowie Qualitätsanforderungen in der Abwasseraufbereitung, sowie auf die Immissionen in Gewässer beziehen. Dabei spielen in den aufgezeigten regulativen Instrumenten MP-Emissionen kaum eine Rolle. Das liegt mutmaßlich an der noch nicht ausreichend entwickelten Analytik

und Standardsetzung für MP-Emissionen. Eine zukünftige Berücksichtigung von MP-Emissionen in der Abwasserverordnung sowie den europäischen Beste-Verfügbare-Technik (BVT)-Schlussfolgerungen in Verbindung mit dem Wasserhaushaltsgesetz (WHG), könnten in Zukunft konkrete Anforderungen für die MP-Emissionen für Direkt- und Indirekteinleiter der Kunststoffproduzierenden und -verarbeitenden Industrie eine Modernisierung der industriellen Abwasseraufbereitung hinsichtlich der Entfernung von MP erforderlich machen.

Im Kontrast zu den regulativen Instrumenten wird in der Abbildung jedoch deutlich, dass sich Selbstverpflichtungen von Industrieverbänden sehr wohl auf die Ausgestaltung der Herstellungs- und Verarbeitungsprozesse beziehen und mannigfach vorliegen. Dies ist insbesondere mit den guten institutionellen Rahmenbedingungen für solche Maßnahmen zu begründen. So sind keine zusätzlichen Gesetze nötig; es entsteht also kein Aufwand für den Staat (vgl. BLANO 2016). Aus Sicht der Emittenten beugen sie zumindest kurz- bis mittelfristig schärferen staatlichen Regulierungen vor (Holzhey und Tegner 1996; Söllner 2002). Bei den im Unternehmen bereits etablierten (Umwelt)-Managementsystemen, sind vor allem die internationale ISO 14001 und die europäische EMAS, die weltweit formal anerkannt sind, zu nennen. Neben diesen gibt es vielfältige weitere Managementansätze, wie etwa die ISO 9001 zum Qualitätsmanagement wobei bei den genannten Managementsystemen der Umgang mit spezifischen Emissionen, wie MP-Emissionen nur auf Wunsch der Betriebe selber adressiert wird. Dabei werden nach Angaben des IK Industrievereinigung Kunststoffverpackungen e.V., mit 90% bereits ein Großteil der kunststoffverarbeitenden Betriebe, nach ISO 9001 auditiert und lediglich 30% nach ISO 14001. Die branchenspezifische Managementsysteme Operation Clean Sweep bzw. Null Pelletverluste und Null Granulatverluste, adressieren hingegen direkt einer Reduzierung der Mikroplastikverluste und -emissionen der Kunststoffindustrie. Im Vordergrund steht dabei aber meist die „Unternehmensphilosophie“ bzw. Bekenntnisse zur emissionsarmen Produktion und nur wenig konkrete Maßnahmen, die über z.B. Mitarbeiter:innen-Schulungen und Information hinaus gehen, sind enthalten. So fallen hauptsächlich Umsetzungskosten für beispielsweise bessere Kontrollen und Schulungen bzw. einfache Infrastruktur wie Abfalleimer an (Industrievereinigung Kunststoffverpackungen e.V.: 2017; FCIO 2016). Die ökologische Treffsicherheit zur effektiven Vermeidung von Emissionen ist dabei oft eingeschränkt, da konkrete, quantifizierbare Vermeidungsziele oder konkrete Maßnahmen fehlen. Mit der Standardisierung und Zertifizierung von analytischen Verfahren, bietet sich auch hier die Möglichkeit einer Quantifizierung von Emissionen für eine Zertifizierung und perspektivisch auch eine Auditierung was u.a. in der Überarbeitung der Operation Clean Sweep aufgegriffen wird. In einer von inter 3 mit der TU Berlin vergebenen Bachelorarbeit zur Bewertung von betrieblichen Managementsystemen für die zukünftige Reduktion von MP-Emissionen aus industriellem Abwasser, bewertet Farr (2019) das EMAS Umweltmanagementsystem unter Berücksichtigung von Transparenz, Effizienz und Effektivität als besonders vielversprechend.

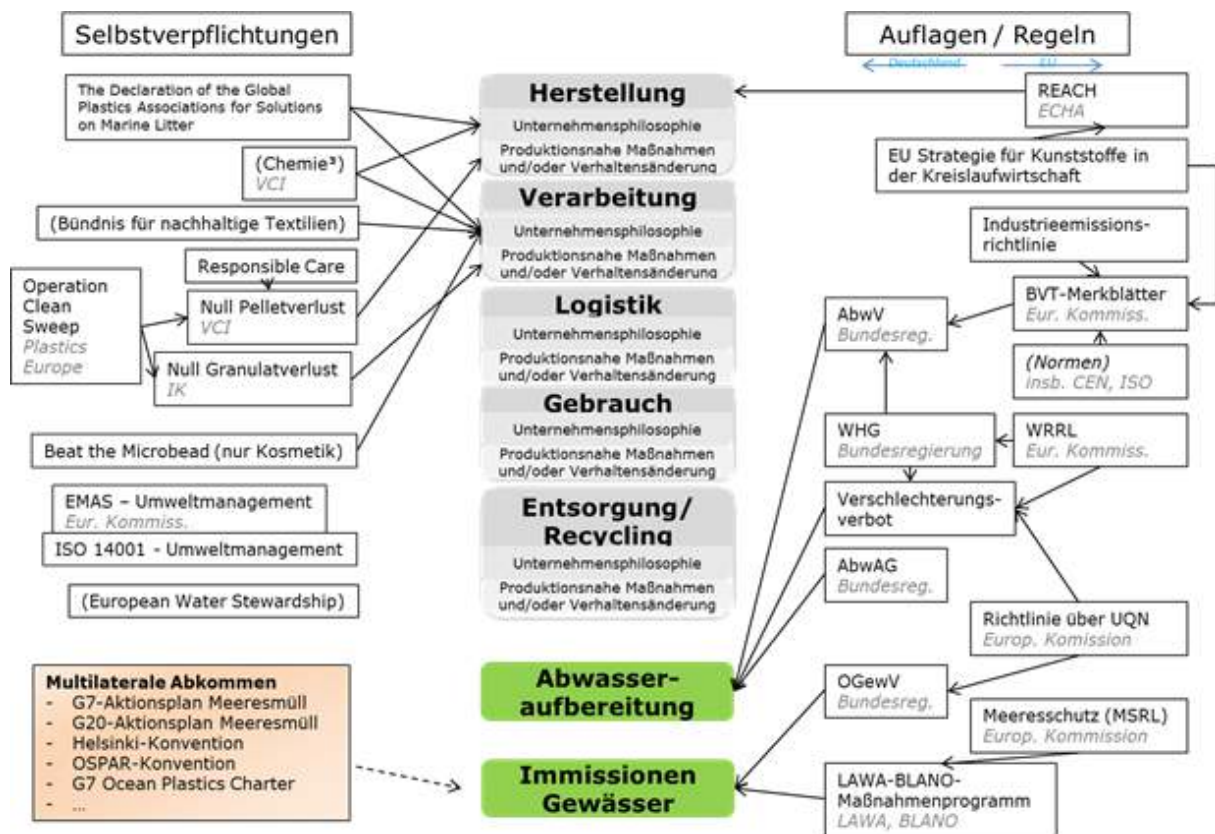


Abbildung 105: Rechtlich-regulative und Managementinstrumente die industrielle MP-Emissionen betreffen (Skizzenhafte Darstellung)

Im Austausch mit den Industrieverbänden und dem Konsortium sowie unter Berücksichtigung verfügbarer statistischer Erhebungen konnten keine ausreichenden Informationen über die Ausgestaltung des Regen- und Abwassermanagements in der Kunststoffproduzierenden und -verarbeitenden Industrie ermittelt werden. Aufgrund deren Relevanz für die Ausgestaltung von EmiStop-Optimierungsansätzen und -Vermeidungsstrategien für MP-Emissionen wurde beschlossen, in der geplanten Expert:innenbefragung, den Status-Quo des betrieblichen Abwassermanagements mit zu erheben.

3. Ausgestaltung und Umsetzung der 1. Delphi-Befragung

Die erste Delphi-Befragung hatte zum Ziel, die Perspektive auf das Thema industrieller MP-Emissionen verschiedener Akteure im Sinne eines Problembewusstseins zu erfassen sowie geeignete Gegenmaßnahmen zu identifizieren und konkrete Treiber und Hemmnisse zur Vermeidung und Reduzierung von MP-Emissionen von Industriestandorten zu benennen. Das Delphi-Verfahren ist ein etabliertes und anerkanntes Verfahren zur Stakeholder- und Expert:innenbefragung (Cuhls 1998), das unter anderem zur Klärung von unsicheren Sachverhalten und zukünftigen Entwicklungen in technischen und gesellschaftlichen Fragestellungen Anwendung findet (Häder 2002). Im Ergebnis konnte ein Bild von dem Status quo und von perspektivischen Ansatzpunkten zur Reduzierung industrieller MP-Emissionen gezeichnet werden, welches das Projektkonsortium bei der konkreten Ausrichtung von Versuchen und Technologieentwicklungen, aber auch die Industrieverbände bei der Entwicklung von praxistauglichen Gegenmaßnahmen unterstützen soll.

Auf Grundlage des dargestellten Wissensstands wurde in wiederholten Abstimmungen der Informationsbedarfe des Konsortiums für die Entwicklung von Optimierungsansätzen und -

Vermeidungsstrategien, die forschungsleitenden Fragen für eine Delphi-Expert:innenbefragung definiert. Die Fragen wurden systematisiert und in Fragebögen auf der Online Umfrageplattform SoSciSurvey (siehe <https://www.sosicurvey.de/>) umgesetzt. Dabei wurden für Standorte von Industrie und Logistik der Fragebogen um Fragen zum installierten Abwassermanagementsystem und Abschätzung von Kunststoffverlusten ergänzt. Die zentralen Fragekomplexe und Thesen bezogen sich auf (i) die Relevanz von MP-Emissionen der Kunststoffindustrie, (ii) das aktuelle und erwartete zukünftige rechtliche und organisatorische Umfeld für den Umgang mit industriellen MP-Emissionen der Kunststoffindustrie und (iii) Maßnahmen zur Vermeidung von industriellen MP-Emissionen.

Die Fragebögen wurden iterativ mit dem Konsortium finalisiert und mit Vertretern der Industrieverbände (PlasticsEurope Deutschland e.V., IK Kunststoffverpackungen, dem Pro-K und GKV) sowie einzelner Betriebe validiert.

In enger Zusammenarbeit mit dem Konsortium und Unterstützung von den Kunststoffverbänden konnte inter 3 eine breit angelegte Expert:innenbefragung Thema „MP in industriellem Abwasser“ im Jahr 2019 unter Teilnahme von rund 100 Vertreter:innen von Kunststoffindustrie, Behörden, Wissenschaft und Forschung sowie Planungsbüros erfolgreich als Online Befragung durchführen (siehe Abbildung 106). Im Rahmen der ersten Expert:innenumfrage wurden zwei Befragungswellen durchgeführt. Durch die iterative Befragung ermöglicht Delphi die verschiedenen Perspektiven der Befragten in einen Dialog zu bringen und Dissens und Konsens zu identifizieren. Zudem ermöglichte das iterative Format in der ersten Befragungswelle das wenig erforschte Feld der direkten industriellen Emissionen zu explorieren und in einer zweiten Befragungswelle weiter ausdifferenzieren.

Expert:innen wurden direkt via E-Mail oder über die entsprechenden Verbände und die BMBF-Initiative „Plastik in der Umwelt“ zur Teilnahme an der Onlinebefragung angesprochen, 108 nahmen teil. Die Möglichkeit zur erneuten Stellungnahme in der zweite Stufe der Befragung wurde von 44 Expert:innen genutzt. Die Ergebnisse wurden anonymisiert erhoben.

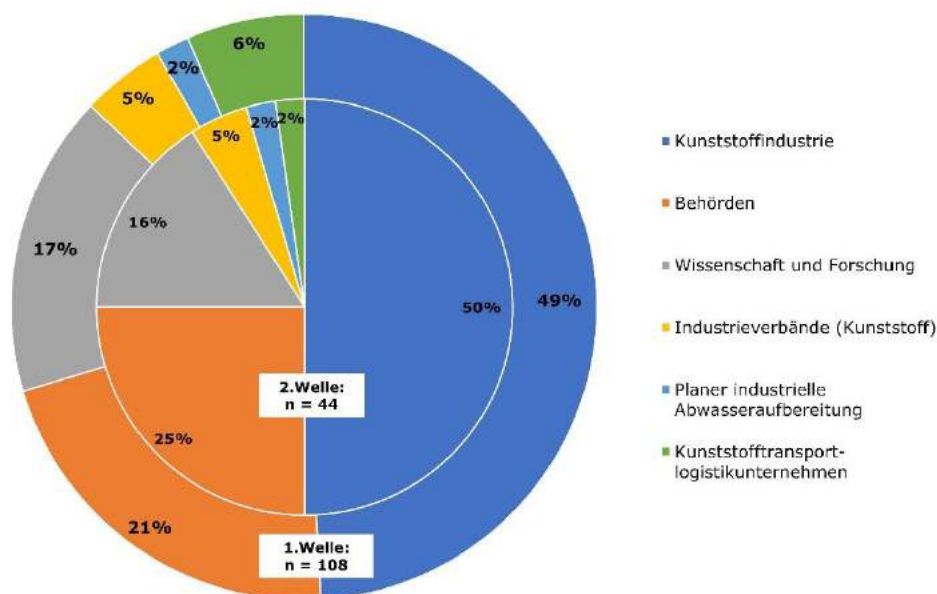


Abbildung 106: Übersicht Teilnehmer:innen und Stakeholdergruppen der Befragung

Die Ergebnisse der Befragung wurden ausgewertet und dem Konsortium im Rahmen der Verbundtreffen als verbundinterne Handlungsempfehlungen zur Unterstützung der Verfahrensentwicklung präsentiert. Die Ergebnisse wurden außerdem im Rahmen einer Web-Konferenz am 12.5.2020 dem Gemeinschaftsausschuss „Mensch und Umwelt“ von PlasticsEurope Deutschland e.V., sowie bei der EmiStop Webkonferenz im Dezember 2020 der Fachöffentlichkeit vorgestellt und in Czaplá et al. (2021)

veröffentlicht. Die veröffentlichten Ergebnisse der Delphi-Befragung, die im Folgenden kurz zusammengefasst werden, zeigen Korridore für die Entwicklung und Einsatz von Maßnahmen zur Reduzierung von Kunststoffemissionen auf.

Status-Quo an Standorten der Kunststoffindustrie

Für eine Einordnung der aktuellen Situation an Standorten der Kunststoffindustrie hinsichtlich der Kunststoffnutzung und potentiellen, abwasserseitigen Emissionen, wurden gezielt Vertreter:innen an Standorten befragt: In der ersten Befragungswelle haben sich 50% der Stichprobe der Industrie zugeordnet (Abbildung 106), wovon wiederum ein Großteil die kunststoffverarbeitende Industrie repräsentiert (65%) und lediglich 8% die Kunststoffproduktion. 42 der Industrievertreter:innen gaben an, Vertreter:innen von Standorten der Kunststoffindustrie oder Logistikunternehmen zu sein und erhielten einen gesonderten Fragebogen mit ergänzenden, standortspezifischen Fragen zu Kunststoffnutzung sowie zum installierten Abwasser- und Regenwassermanagement.

Ergebnisse zeigten hinsichtlich der Kunststoffnutzung, dass Polystyrol, Polyethylen und Polypropylen an den befragten Standorten mit Abstand am verbreitetsten sind, gefolgt von Polyamid, Polyester und Polyvinylchlorid (Abbildung 107). Hinsichtlich der Verwendung von Additiven sind an den befragten Standorten organische und anorganische Farbstoffe, sowie Antioxydanzien am weitesten verbreitet.

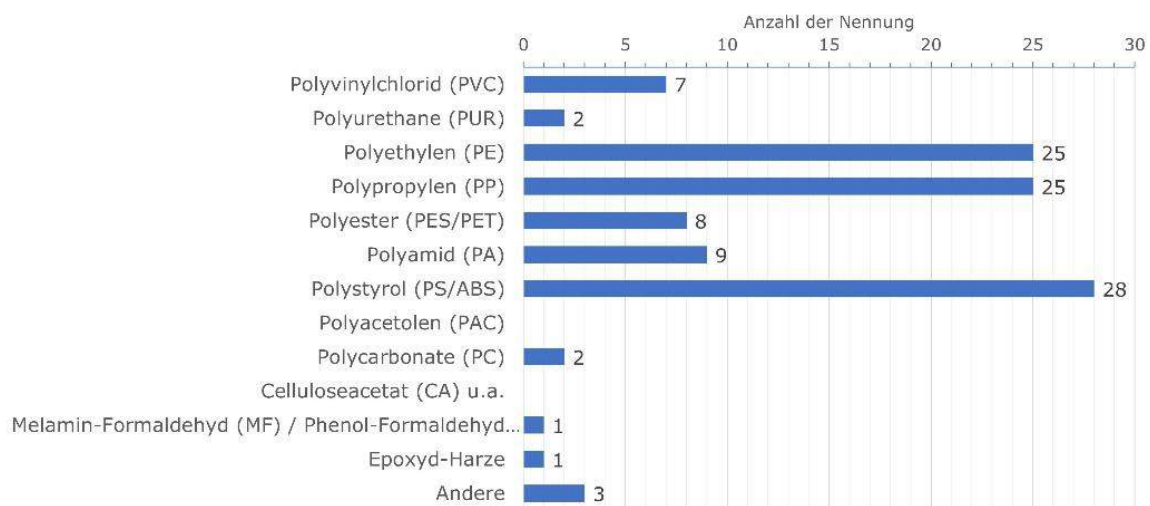


Abbildung 107: Angaben von Vertreter:innen von Industriestandorten der Kunststoffindustrie zu am Standort genutzten Kunststoffen (Anzahl Nennung; n=42)

45% der insgesamt 42 befragten Vertreter:innen von Standorten der Kunststoffindustrie und Tankinnenreinigung gaben an, dass Mikroplastikverluste (MPV) in Form von Kleinpartikeln (z.B. Pellets) und Kleinstpartikeln (z.B. Abrieb und Staub) an ihren Standorten sichtbar oder in signifikanten Mengen anfallen (siehe Abbildung 108). Bei diesen handelt es sich um insgesamt 19 Vertreter:innen von Industriestandorten, wobei 15 Standorte der Kunststoffproduktion und -Verarbeitung zuzuordnen sind und 4 Standorte der Tankinnenreinigung. Lediglich 12% der befragten Standortvertreter:innen schätzen, dass an ihren Standorten keinerlei MPV auftreten.



Abbildung 108: Mikroplastikverluste an Industriestandorten n=42

Bei der Analyse des Antwortverhaltens der 15 Standorte der Kunststoffproduktion und –verarbeitung mit sichtbaren oder signifikanten Mikroplastikverlusten wird deutlich, dass diese fast ausnahmslos bei den Produktions- oder Verarbeitungsprozessen (14/15), bei zwei Dritteln bei der internen Logistik auf dem Betriebsgelände (10/15) und bei der Hälfte während der Anlieferung (8/15) und an Abfallsammelstellen (7/15) anfallen. Seltener werden MPV im Roh- und Fertigwarenlager (4/15) bemerkt. Bei den Standorten für Tankinnenreinigung, die sichtbare oder signifikante MPV angaben, fallen diese bei allen (4/4) bei den Reinigungsprozessen an, fast alle (3/4) sehen MPV zudem bei der internen Logistik auf dem Betriebsgelände und ein Standort bemerkt diese auch bei den Abfallsammelstellen.

Nach Einschätzung von 48% der befragten Industriestandorte mit Mikroplastikverlusten gelangen diese in die Abfallentsorgung, 26% sagen, dass die MPV in das Abwasser und 17 % meinen, dass MPV auch ins Regenwasser gelangen.

Quantitative Angaben der Befragten zum Verbleib von Mikroplastikverlusten beruhten zu über 50% auf Schätzungen, nur etwa 15% gaben an, dass ihre Angaben auf erfassten Daten beruhen. 45% wollten dazu keine Einschätzung abgeben. Um das tatsächliche Ausmaß des Eintrags von MP in Regen- und Abwasser zu quantifizieren, bedarf es geeigneter Verfahren der Probennahme und Analytik.

Abbildung 109 zeigt die Relevanz einer Reihe von Anforderungen an Probennahme und Analytik, die in der ersten Befragungswelle (n=108) erhoben wurden. Die Bewertung dieser Anforderungen nach ihrer Relevanz ergibt sich aus der Einschätzung der Befragten in der zweiten Umfragewelle (n=44): Demnach sind alle genannten Anforderungen relevant. Als wichtigste Anforderungen wurden die Erfassung der Partikelkonzentrationen und Gesamtmasse, in regelmäßigen Abständen und Zeitreihen, sowie die Erfassung sehr kleiner Partikel genannt. Die Ergebnisse zeigen jedoch, dass die Behörden die Relevanz der genannten Anforderungen insgesamt höher einschätzen als der Durchschnitt der gesamten Stichprobe und die Industrie, die die Relevanz der genannten Anforderungen insgesamt geringer einschätzt. Die Ergebnisse der Behördenvertreter:innen weisen zudem eine größere Differenzierung der Relevanz von Anforderungen auf: die Erfassung von Partikelkonzentration und -masse sind laut der Behördenvertreter:innen die wichtigste Anforderung, die von Verfahren der Analytik und Probennahme erfüllt werden sollte. Ebenso wird die Erfassung von Schwebstoffen von Behörden als relevanter eingestuft als von dem Durchschnitt der Befragten.

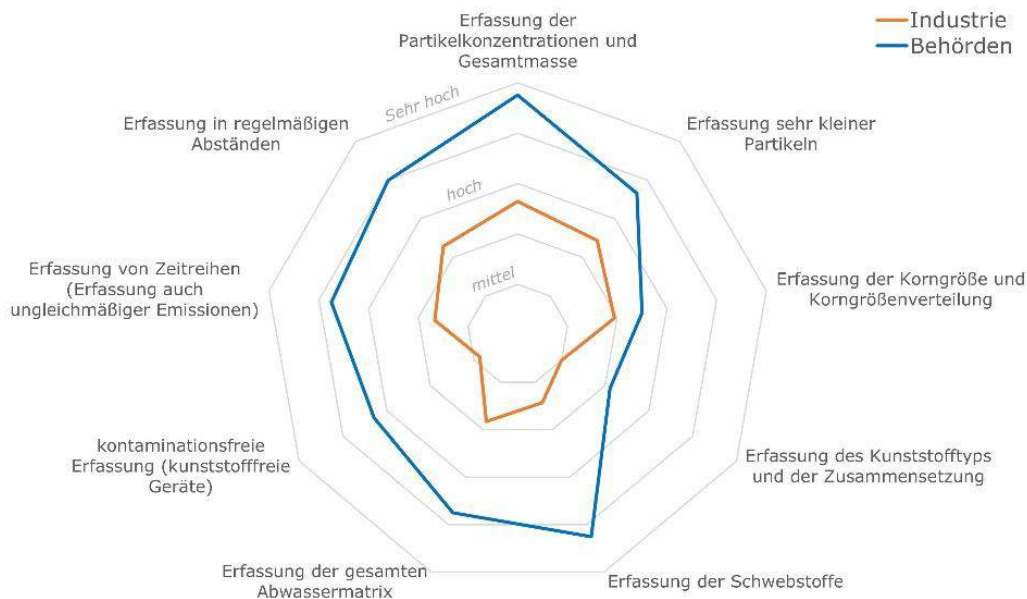


Abbildung 109: Stakeholdermeinungen zu der Relevanz von verschiedenen Anforderungen an die Analytik und Probennahme von mittel relevant bis sehr relevant (n=44)

Hinsichtlich des aktuellen Status der Abwasser- und Regenwasserentsorgung an Standorten der Kunststoffindustrie und -logistik zeigt Abbildung 110, dass 38 % der befragten Standorte das Abwasser vor der Einleitung in die Kanalisation am Standort aufbereiten und 33 % der befragten Standorte das Abwasser ohne eine vorherige Aufbereitung in die Kanalisation abschlagen. Nur wenige befragte Betriebe leiten das Abwasser in die Kläranlage eines Industrieparks oder direkt in ein Gewässer ein. Im Bereich der Regenwasserentsorgung (siehe Abbildung 111) gaben 45 % der Standortvertreter:innen eine gemeinsame Entsorgung des Regenwassers zusammen mit dem Abwasser an und 35% eine direkte Einleitung des Regenwassers in ein Oberflächengewässer ohne vorherige Aufbereitung.

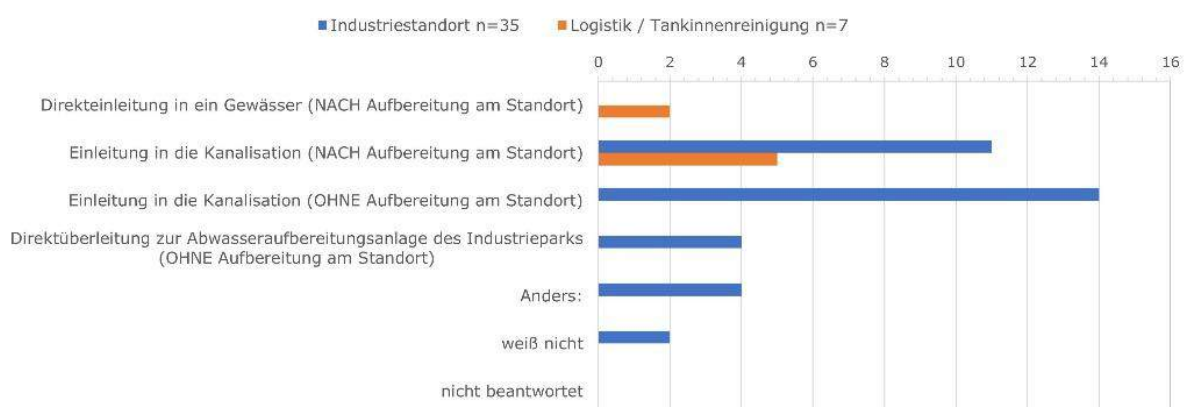


Abbildung 110: Angaben von Vertreter:innen von Industriestandorten der Kunststoffindustrie zu der Art der Abwasserentsorgung (Anzahl Nennung; n=42)



Abbildung 111: Angaben von Vertreter:innen von Industriestandorten der Kunststoffindustrie zu der Art der Regenwasserentsorgung (Anzahl Nennung; n=42)

Die Ergebnisse der Umfrage zeigte zudem die Spannweite der anfallenden Abwassermengen an den befragten Industriestandorten, die bei weniger als 10 m³ pro Tag bis zu mehr als 1000 m³ pro Tag liegen (Abbildung 112).

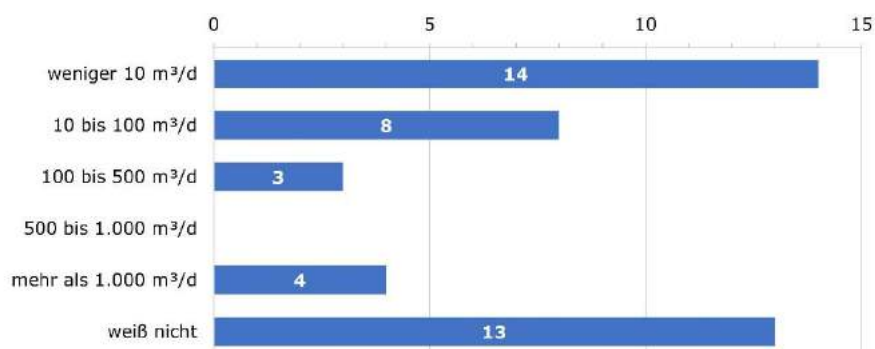


Abbildung 112: Anfallende Abwassermengen bei den befragten Industriestandorten (Anzahl Nennung; n=42)

Der Großteil der Standorte führen ihr Abwasser mit oder ohne vorherige Aufbereitung einer kommunalen Kläranlage zu, entsprechende Aufbereitungsverfahren zur Entfernung von MP aus dem Abwasser könnten demnach an kommunalen Kläranlagen oder an den Industriestandorten installiert bzw. zu bestehenden Verfahren ergänzt werden. Die Analyse der Selbsteinschätzung von Expert:innen von Industriestandorten mit sichtbaren und signifikanten Mikroplastikverlusten macht aber deutlich, dass unkontrollierte Emissionen von MP in der Produktion und bei der Logistik von Pellets adressiert und verhindert werden sollten. Insbesondere Orte der Feststoff- und Abfallentsorgung, sollten so gestaltet sein, dass MPP keine Chance haben in die Umwelt zu gelangen. Überdachungen, geschlossene Container und Vermeidung von Verlusten bei der Zuführung der Reststoffe können Ansatzpunkte sein. Weiterhin muss kontaminiertes Abwasser aus Produktionsprozessen und von Flächen fachgerecht gesammelt und aufbereitet werden. Abwässer der Industrie müssen bereits am Standort und/oder später in einer kommunalen Kläranlage mit entsprechender Technologie von MP befreit werden, um Emissionen in die Umwelt zu vermeiden. Regenwasser von kontaminierten Flächen auf Industriestandorten sollte vor einer Einleitung in die Oberflächengewässer vor Ort oder in kommunalen Kläranlagen aufbereitet werden.

Aufbereitungsverfahren für Abwasser müssen für eine Bandbreite von Kunststoffarten, besonders aber für PE, PP und PS geeignet sein. Insbesondere spielt dabei aber die Partikelgröße eine Rolle, die in dieser Umfrage mangels verfügbarer Daten nicht adressiert werden konnte. Die Aufbereitungsverfahren müssen dabei sehr unterschiedliche Abwassermengen von weniger als 10 m³/d bis mehr als 1.000 m³/d bedienen können.

Relevanz von MP-Emissionen der Kunststoffindustrie

Trotz der im Vergleich zu anderen Emissionsquellen geringen Bedeutung der direkten Emissionen der Kunststoffindustriestandorte, zeigte die Umfrage, dass für das Thema „industrielle MP-Emissionen“ unter den Befragten ein hohes Bewusstsein herrscht und das Thema von den befragten Expert:innen ebenfalls als relevant eingeschätzt wird (Abbildung 113).

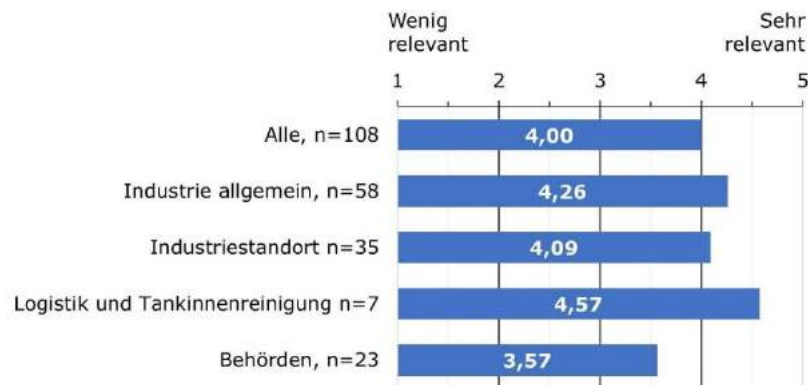


Abbildung 113: Stakeholder-Einschätzungen zu der Relevanz der Thematik industrieller MP-Emissionen der Kunststoffindustrie und Logistik (Mittelwert, n=108)

Hauptmotivatoren zur Vermeidung der Emissionen liegen laut der Umfrage einvernehmlich in dem Umwelt- und Gewässerschutz. Aber auch die Möglichkeit, dass bei der Kunststoffindustrie Emissionen bereits an der Quelle verhindert werden können und die Industrie Verantwortung für eigene Abfallprodukte übernimmt, sind relevante Gründe, die für eine Vermeidung von Mikroplastikverlusten bei der Kunststoffindustrie sprechen (Abbildung 114).

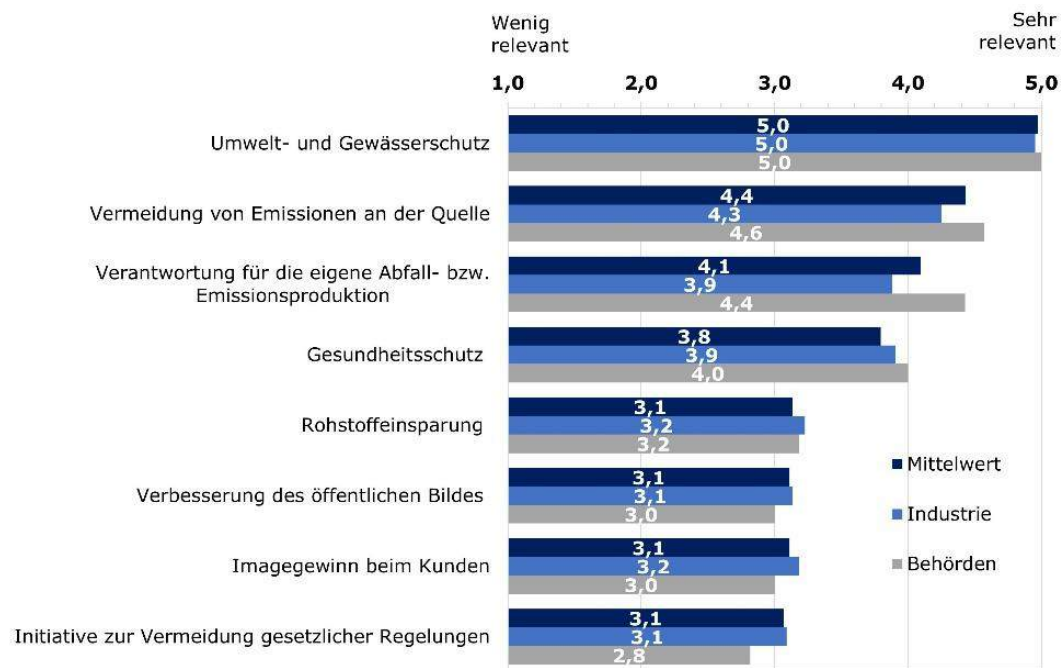


Abbildung 114: Stakeholder Einschätzung zu der Relevanz von Gründen für die Vermeidung von industriellen MP-Emissionen der Kunststoffindustrie und Logistik (Mittelwert, zweite Befragungsstufe, n=44)

Wichtige Treiber zur Umsetzung von Maßnahmen zur Reduzierung von industriellen MP Emissionen wurden mit Hilfe der ersten Umfragewelle (n=108) identifiziert. Die Befragten konnten aus diesen in der zweiten Befragungswelle (n=44) die drei wichtigsten treibenden Faktoren auswählen. Allgemein zeigen die in Abbildung 115 dargestellten Umfrageergebnisse, dass der wichtigste Treiber für Maßnahmen zur Reduktion von MP-Emissionen an Standorten der Kunststoffindustrie drohende zukünftige monetäre Auswirkungen für die Industrie sind (53% der Nennungen), gefolgt von einem drohenden Imageverlust (47% der Nennungen) und Verboten von Materialien und Produkten der Kunststoffindustrie (38% der Nennungen). Treibende Kräfte scheinen zudem in der gestiegenen Aufmerksamkeit für das Thema MP in der Öffentlichkeit und in einem veränderten Konsument:innenverhalten zu liegen.



Abbildung 115: Treiber für die Umsetzung von Maßnahmen für eine Reduzierung von MP-Emissionen von Standorten der Kunststoffindustrie (n=44)

Aktuelles und erwartetes zukünftiges rechtlich-organisatorisches Umfeld

Wirksame rechtliche und organisatorische Mittel zur Reduzierung von MP-Emissionen der Kunststoffindustrie sind, den Ergebnissen der ersten Umfragewelle (n=108) zufolge, sowohl Initiativen der Industrie (z.B. „Zero Pellet Loss“, „Operation Clean Sweep“, etc.), Anpassungen der Abwasserverordnung und Anpassung von Normen (z.B. DIN, ISO, etc.). Die Meinungen der Befragten zu den wirksamsten rechtlichen und organisatorischen Mitteln gehen bezüglich der Stakeholdergruppen auseinander. Während insbesondere Industrievertreter:innen Initiativen der Industrie zu MP als wirksamstes organisatorisches Mittel für die Reduzierung von MP-Emissionen der Kunststoffindustrie befinden, sprechen sich besonders Behördenvertreter:innen und andere Teilnehmer:innen für eine Anpassung der Abwasserverordnung als wirksamstes Mittel aus (Abbildung 116).

Was ist aus Stakeholdersicht am wirksamsten?

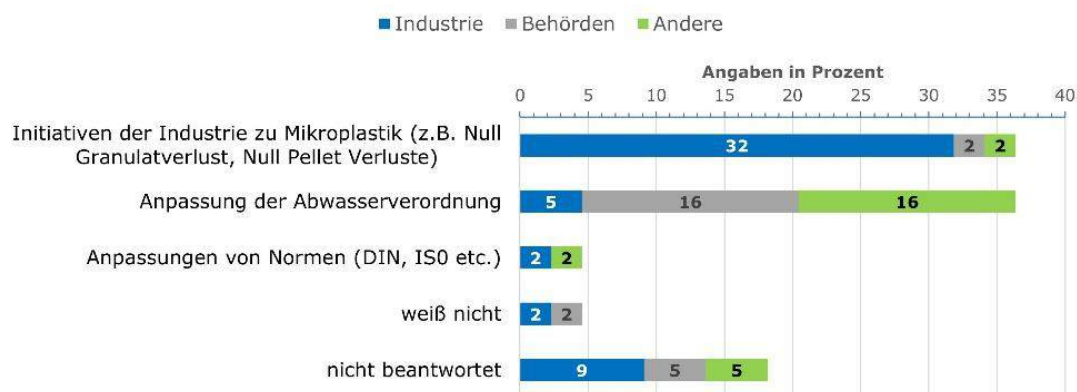


Abbildung 116: Differenzierte Stakeholdermeinung zu den wirksamsten rechtlichen und organisatorischen Mitteln zur Reduzierung industrieller MP-Emissionen. Angabe in Prozent (Einfachauswahl, n=44)

Das gezeigte Antwortverhalten wurde mit zusätzlichen Fragen weiter ergründet. Unter den Vertreter:innen von Industriestandorten ist eine überwiegende Zahl der Befragten an der Entwicklung oder Umsetzung der Initiative „Null Granulatverlust“ beteiligt, wie Abbildung 117 zeigt. Die Initiative „Responsible Care“, die sich an die chemische Industrie richtet, sowie die Initiative „Operation Clean Sweep“ (OCS), auf dem das Programm „Null Pelletverluste“ des Verbands deutscher Kunststoffherzeuger und das Programm „Null Granulatverluste“ der Industrievereinigung Kunststoffverpackungen als deutsche Variante basieren, haben unter den Befragten im Vergleich eine geringere Bekanntheit.

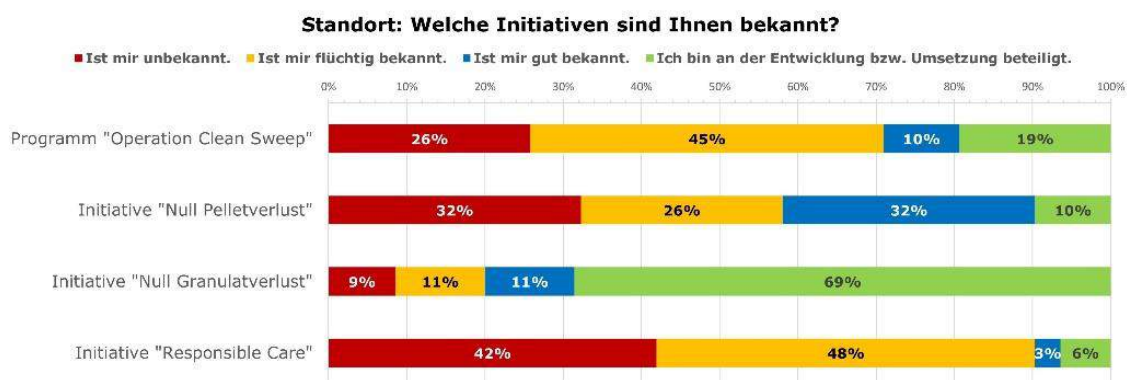


Abbildung 117: Angaben der Vertreter:innen von Industriestandorten der Kunststoffindustrie zur Bekanntheit von Initiativen der Industrie zur Reduzierung der MP-Emissionen (Anzahl Nennung; n=35)

Die Umfrageergebnisse der ersten Befragungswelle (n=108) zeigen, dass die Befragten neben den bestehenden Initiativen, mit weiteren Initiativen seitens der Kunststoffindustrie zur Reduzierung von MP-Emissionen rechnen, die in Tabelle 15 zusammengetragen sind. Bei einer Bewertung der aufgeführten Initiative in der zweiten Befragungswelle (n=44) nach der Eintrittswahrscheinlichkeit und Wirksamkeit zeigt sich jedoch, dass die Eintrittswahrscheinlichkeit von Zertifizierungssystemen mit Auditierung, also eine Erweiterung der bestehenden Initiativen, am höchsten eingeschätzt wird, gefolgt von angepasstem Produktdesign. In Letzterem wird zudem die höchste Wirksamkeit gesehen. Die Umfrage zeigt auch, dass von Behördenseite Ansätze der Kreislaufwirtschaft für wahrscheinlich und besonders wirksam gehalten werden, in diesem Ansatz sieht die Industrie hingegen wenig Potential.

Tabelle 15: Eintrittswahrscheinlichkeit und Wirksamkeit von weiteren Initiativen der Kunststoffindustrie (Mittelwerte, n=44)

	Eintrittswahrscheinlichkeit	Wirksamkeit
	ausgeschlossen-ganz sicher (1-5)	unwirksam-wirksam (1-5)
Zertifizierungssysteme mit Auditierung	3,5	3,6
MP-reduzierendes Produktdesign	3,3	3,9
Produktlabel	3,2	3,2
Benchmarking	3,0	3,1
Ganzheitliche Ansätze der Kreislaufwirtschaft	2,9	3,5
Transparenz im Umgang mit zugesetzten Additiven	2,5	3,3

Die Einbettung von Maßnahmen zur Reduzierung der MP-Emissionen an Industriestandorten in bestehende Managementsysteme bietet eine Möglichkeit der Implementierung von Maßnahmen in den Betrieb.

Für Maßnahmen zur Reduzierung von industriellen MP-Emissionen halten die Befragten Umwelt-Managementsysteme für besonders geeignet, gefolgt von Systemen des Qualitätsmanagements (Abbildung 118).

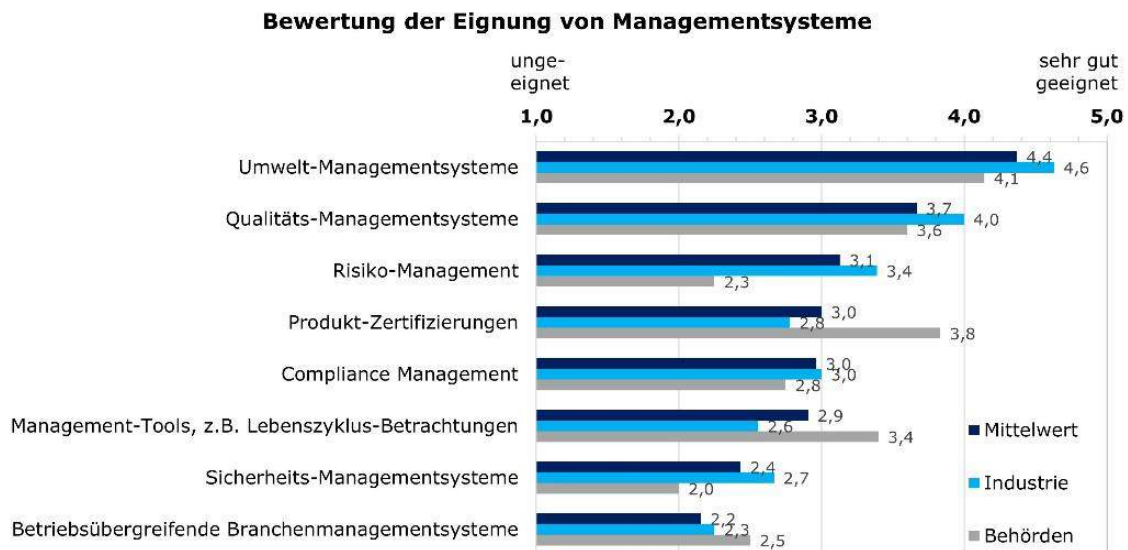


Abbildung 118: Nach Stakeholdereinschätzung geeignete Managementsysteme zur Reduzierung von industriellen MP-Emissionen (Mittelwert, n=44)

Auffällig ist, dass im Gegensatz zu den Einschätzungen von Industrievertreter:innen, Vertreter:innen von Behörden die Produktzertifizierung als besonders geeignet halten, um Maßnahmen in den Betrieb einzubinden. Behörden halten auch die Lebenszyklusbetrachtung für besonders geeignet. Dies entspricht der Behördeneinschätzung zur Wirksamkeit von Initiativen (Abbildung 116).

Bezüglich der Wirksamkeit von Regelungen für die Reduzierung von industriellen MP-Emissionen (Abbildung 119) sind sich die befragten Vertreter:innen von Industrie und Behörden weitestgehend einig: mit Regelungen für die industrielle Abwasseraufbereitung und industriellen Emissionen und Immissionen in Gewässer, könnte die größte Wirksamkeit zur Reduzierung von MP-Emissionen der Kunststoffindustrie erreicht werden.

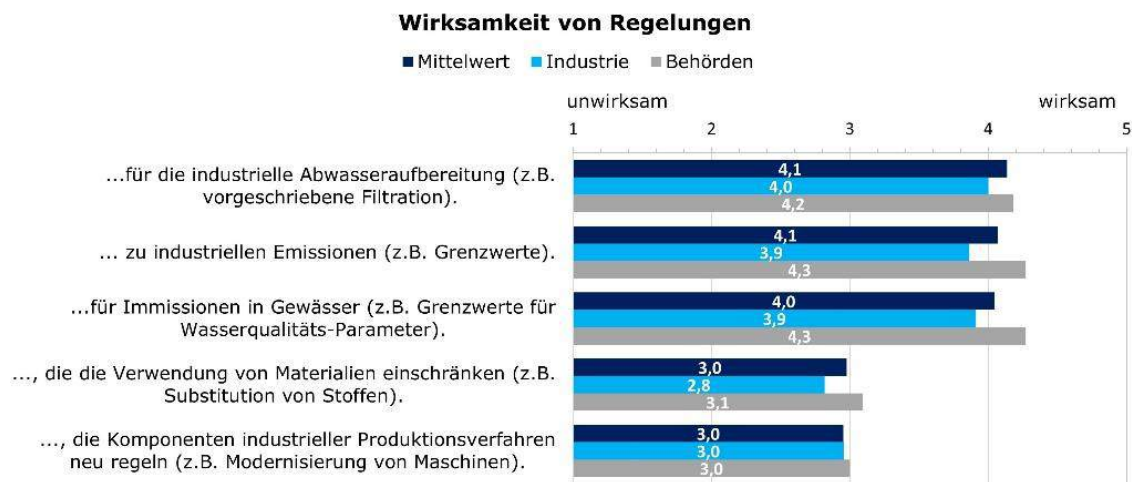


Abbildung 119: Einschätzung der Wirksamkeit von möglichen Regelungen für die Reduzierung von industriellen MP-Emissionen der Kunststoffindustrie (Mittelwert, n=44)

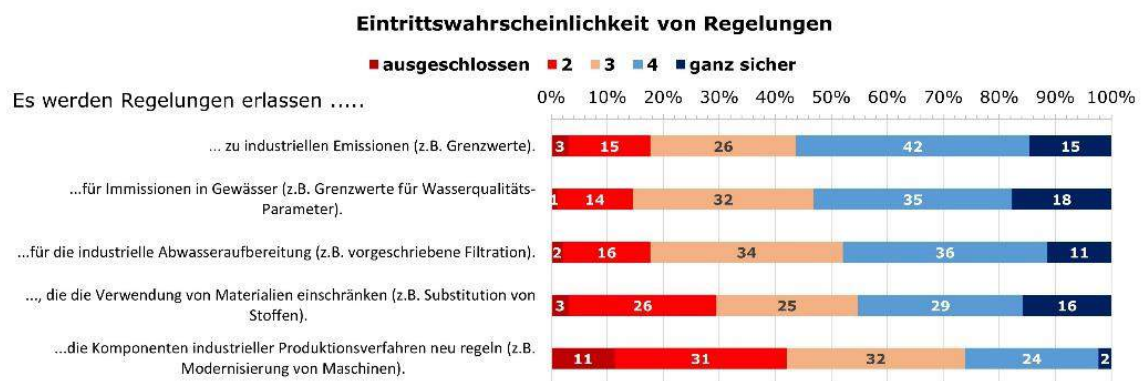


Abbildung 120: Laut Stakeholdermeinungen wahrscheinliches organisatorisches Umfeld zu MP-Emissionen in 2030 (n=108)

Ähnlich wie die Wirksamkeit, wird auch die Eintrittswahrscheinlichkeit der genannten Regelungen in den kommenden 10 Jahren mit einer Skala von 1 (ausgeschlossen) bis 5 (ganz sicher) eingeschätzt (Abbildung 120): 57% der Befragten erwarten sicher bzw. ganz sicher die Einführung von Regelungen zu industriellen Emissionen (z.B. Grenzwerte) und 53 % sicher bzw. ganz sicher die Einführung von Regelungen für Immissionen in Gewässer (z.B. Grenzwerte für Wasserqualitäts-Parameter). 47% der Befragten erwarten sicher bzw. ganz sicher die Einführung von Regelungen für die industrielle Abwasseraufbereitung (z.B. vorgeschriebene Filtration). Für unwahrscheinlich bzw. ausgeschlossen hingegen halten 29% der Befragten die Einführung von Regelungen, die eine Verwendung von Materialien einschränken. 42% der Befragten halten auch die Einführung von Regelungen, die Komponenten industrieller Produktion neu regeln für unwahrscheinlich oder ausgeschlossen.

Als wirksamstes organisatorische Mittel werden von den Befragten Initiativen der Industrie und eine Anpassung der Abwasserverordnung gesehen. Da letztere vor allem von Behörden als wirksam erachtet wird, lässt sich eine Anpassung der Abwasserverordnung mit neuen Grenzwerten für industrielle Mikroplastik-Emissionen vermuten, die ebenfalls in der Umfrage als wirksam eingeschätzt werden. Zur

Durchsetzung und Überprüfung dieser müssen zum einen entsprechende Probenahme- und Analysemethoden entwickelt und standardisiert werden und zum anderen Verfahren der Abwasseraufbereitung (weiter-)entwickelt werden. Initiativen der Industrie fokussieren derzeit auf sichtbare Verluste, etwa von Pellets, und begegnen dem Problem vor allem mit technischen und organisatorischen Maßnahmen zur Beseitigung von Schwachstellen und zur Sensibilisierung der Mitarbeiter:innen. Um die Problematik ganzheitlicher zu betrachten, sollten nicht nur Verlustwege, sondern ebenfalls Eintragswege in die Umwelt über das Abwasser und Regenwasser von diesen Initiativen mitbetrachtet werden. Weitere Initiativen sind laut der Umfrageergebnisse denkbar, vor allem im Bereich der Zertifizierung, des angepassten Produktdesigns und Produktlabeln. Am wirksamsten wird gerade von Behörden ein angepasstes Produktdesign, aber auch ganzheitliche Ansätze der Kreislaufwirtschaft (cradle-to-cradle), zur Vermeidung von MP-Emissionen, eingeschätzt. Zur Eingliederung und Umsetzung von Maßnahmen in den industriellen Betrieb scheinen Umweltmanagementsysteme besonders geeignet. Aufgrund des vergleichsweise höheren finanziellen und organisatorischen Aufwands der international anerkannten EMAS und der ISO14001 eignen diese sich vor allem für größere Unternehmen der Kunststoffindustrie. Da die Branche in Deutschland jedoch von wenigen größeren Kunststoffherstellern und vielen kleineren Kunststoffverarbeitern geprägt ist, sollten von den Betrieben und Verbänden der Kunststoffindustrie auch kleinere Umweltmanagementansätze sowie Branchen Managementsysteme wie „Operation Clean Sweep“ in Betracht gezogen werden. Konkrete und wirksame Maßnahmen zur Optimierung des Mikroplastikrückhalts sollten in Umweltmanagementsysteme und Zertifizierungssysteme eingebunden werden.

Maßnahmen zur Vermeidung von industriellen MP-Emissionen

Neben der vorangegangenen Analyse von regulativen und organisatorischen Mitteln wurden Expert:innen auch gezielt zu Ihrer Einschätzung der Wirksamkeit von konkreten Maßnahmen auf den Industriestandorten zur Vermeidung von Verlusten und Emissionen von MP befragt. Dabei wurden Maßnahmen in drei Handlungsfeldern genauer betrachtet: (1) Maßnahmen zur Sensibilisierung von Mitarbeiter:innen für eine Reduzierung von Verlusten und Emissionen von MP, (2) Anpassung von Produktionsprozessen für eine Reduzierung der MPV sowie (3) Maßnahmen zur Optimierung des Abwasser- und Regenwassermanagements für einen verbesserten Mikroplastikrückhalt. Mit Hilfe der Umfrage kann das Potential von einzelnen Maßnahmen aus Sicht aller Befragten, und spezifisch der Industrie- und Behördenvertreter:innen in diesen Bereichen abgeschätzt werden. Hierfür wurden den Expert:innen in der ersten Befragungswelle mögliche Maßnahmen der drei Bereiche präsentiert, die sie um weitere Maßnahmen ergänzen und bewerten konnten. In der zweiten Befragungswelle wurde die Wirksamkeit aller Maßnahmen erneut bewertet.

Im Feld der Sensibilisierung der Mitarbeiter:innen sind laut Expert:innen Personalschulungen, Sensibilisierungskampagnen und eine veränderte Arbeitsorganisation (z.B. feste Zuordnung von Verantwortlichkeiten) relevante Maßnahmen mit hohem Potential um die Emissionen von MP zu reduzieren. Die obengenannten industrie-eigenen Initiativen zu Managementansätzen adressieren besonders diesen Bereich und werben mit Sensibilisierungskampagnen und einfachen Maßnahmen im Produktionsprozess für einen sensiblen und umweltverträglichen Umgang mit Mikroplastikverlusten auf dem Betriebsgelände, um den Eintrag in das Ab- und Regenwasser und damit in die Umwelt zu vermeiden.

Weitere Umfrageergebnisse zeigen, dass alle definierten produktionsnahen Vermeidungsmaßnahmen in Form von Modifikationen von Produktionsprozessen an Standorten der Kunststoffindustrie mit einer hohen Wirksamkeit eingeschätzt werden (Abbildung 121).

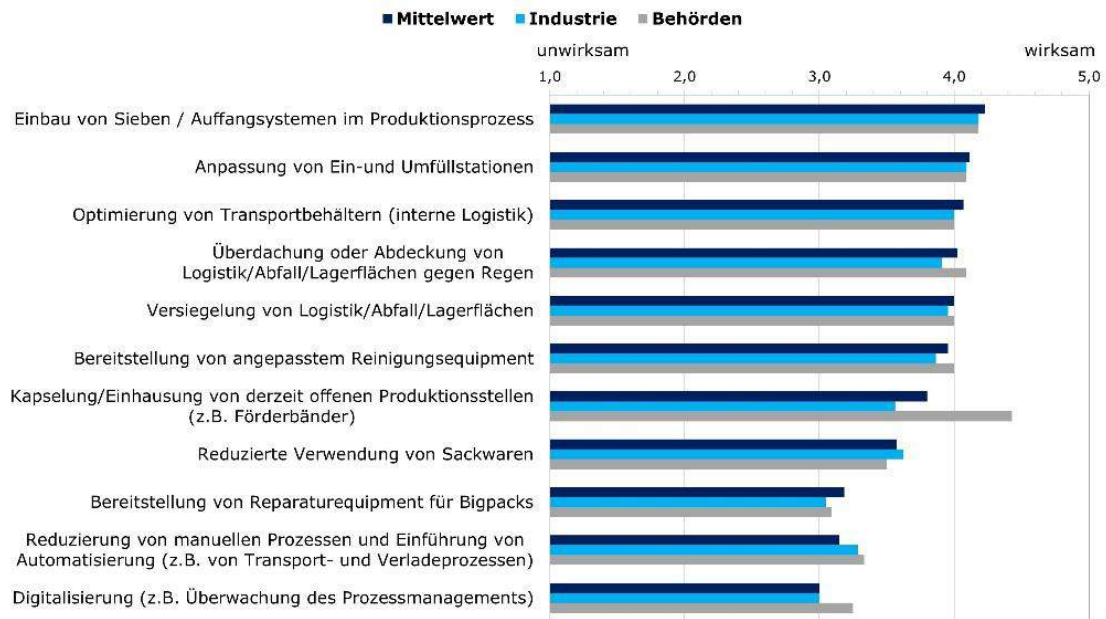


Abbildung 121: Erwartete Wirksamkeit von produktionsnahen Vermeidungsmaßnahmen zur Reduzierung von MP-Emissionen (Mittelwert, n=44)

Die Anpassung von Abwasser- und Regenwassermanagement (Abbildung 122) bietet ein weiteres wichtiges Handlungsfeld zur Vermeidung der MP-Emissionen, welches, anders als die anderen beiden betrachteten Handlungsfelder, nicht eine Vermeidung der Entstehung von Mikroplastikeinträgen in das Industrieabwasser darstellt, sondern vielmehr auf den Rückhalt von MP abzielt, das in Regen- oder Abwasser gelangt ist. Laut Meinung der Expert:innen bietet hier die Einrichtung von Systemen zum Rückhalt von MP im Regenwasser aussichtsreiche Ansatzpunkte. Vor dem Hintergrund, dass rund ein Drittel der befragten Industrievertreter:innen angab, dass Regenwasser ungereinigt in Oberflächengewässer eingeleitet wird, erscheint dies folgerichtig. Hohes Potential wird auch in einem Ausbau der Feinstoffentfernung aus dem industriellen Abwasser gesehen und dem verbesserten Management der Aufbereitungsanlagen. Maßnahmen zur Optimierung des Abwassermanagements werden im Projekt durch direkte technische Maßnahmen adressiert und das Potential verschiedener abwasserseitiger Maßnahmen eingehend in der multikriteriellen Bewertung (siehe TP 7-2 und 7-3) analysiert.

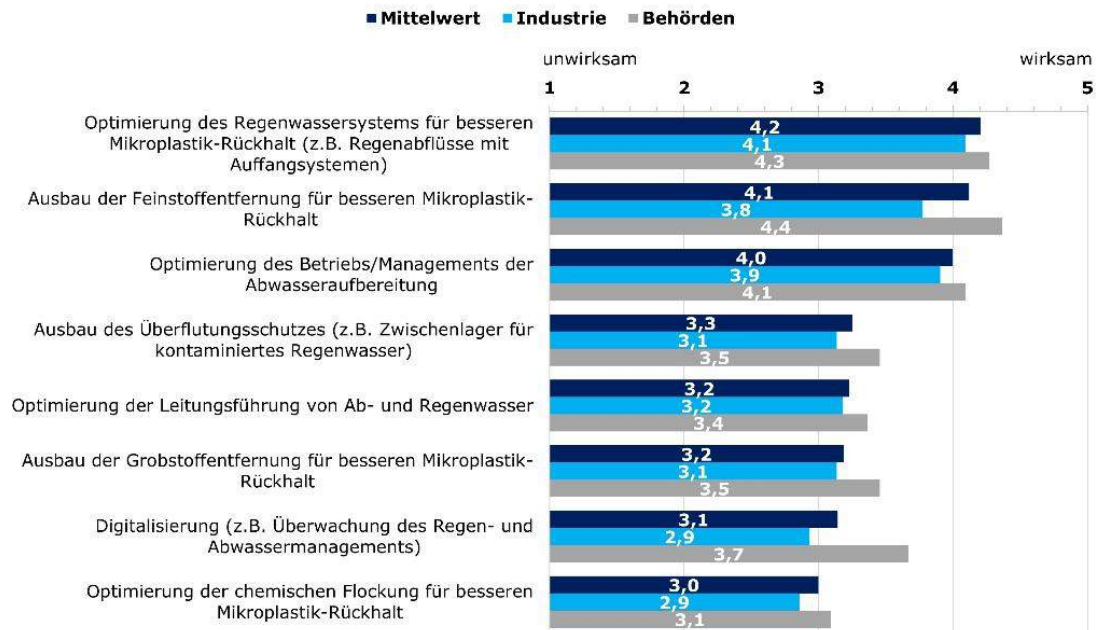


Abbildung 122: Erwartete Wirksamkeit von Maßnahmen zur Optimierung des Abwassermanagements zur Reduzierung von MP-Emissionen (Mittelwert, n=44)

Die Ergebnisse der Expert:innenbefragung legen nahe, dass zur effektiven Reduzierung von industriellen MP-Emissionen an verschiedenen Stellschrauben gedreht werden muss. So müssen neben der Identifizierung geeigneter Maßnahmen auch Hemmnisse an den Industriestandorten abgebaut werden: Laut der Umfrageergebnisse liegen Hemmnisse zur Umsetzung von produktionsnahen Maßnahmen vor allem in der nötigen Umstellung der Arbeitsroutinen und der fehlenden Konsequenz des Managements. Die Umsetzung von Maßnahmen zur Sensibilisierung der Mitarbeiter:innen wird ebenfalls durch die nötige Umstellungen der Arbeitsroutinen, aber auch durch zusätzlichen Stress, Zeit- und Arbeitsaufwand für Mitarbeiter:innen behindert. Im Bereich des Abwassermanagements sind bautechnischer Aufwand und fehlende Grenzwerte sowie fehlende gesetzliche Regelungen die wichtigsten angegebenen Hindernisse einer Umsetzung von Maßnahmen. Bei einer konkreten Umsetzung von Maßnahmen an Betriebsstandorten müssen standortspezifische Aspekte berücksichtigt werden, wie beispielsweise, welche Kunststoffe verarbeitet werden, welche Abwasserströme vorliegen oder welche Maßnahmen bereits ergriffen wurden.

6.7.2 Delphi-Befragung zu Nachhaltigkeitskriterien und Indikatorik

TP 7-2 Delphi-Befragung zu Nachhaltigkeitskriterien und Indikatorik (Hauptautoren: inter 3)

In Vorbereitung der multikriteriellen Bewertung wurde eine zweite Delphi-Befragung durchgeführt, die der Auswahl und Gewichtung von relevanten Nachhaltigkeits- und Entscheidungskriterien diene. Als Produkt soll ein zuverlässiges Kriterien-Set zur Bewertung von Optimierungsansätzen und Vermeidungsstrategien für Abwasseraufbereitungsverfahren für den Rückhalt industrieller MP-Emissionen, inklusive einer entsprechenden Indikatorik stehen. Mit dem Kriterien-Set wurden entscheidungsrelevante Aspekte für die Installation und den Betrieb von technischen Maßnahmen zum Rückhalt von MP im Abwassermanagement abgebildet. Eine Verfahrensbewertung mit dem definierten und validierten Kriterienset, gibt Aufschluss über Stärken und Schwächen der entwickelten EmiStop Maßnahmen und vergleicht Handlungsoptionen untereinander. Die gewonnenen Informationen über die EmiStop Maßnahmen geben Aufschluss über die Nachhaltigkeit von entwickelten Optimierungsansätzen und Vermeidungsstrategien und sollen die Ingenieur:innen und Forscher:innen im Forschungskonsortium bei der Verfahrensentwicklung und -konzeption unterstützen und Strategieoptionen für eine

zielgruppenspezifische Implementierung und Verbreitung der Ergebnisse aus dem Projektverbund liefern.

Zur Aufstellung eines Kriteriensets wird der „Top-down“-Ansatz der multikriteriellen Bewertung nach einem Leitfaden von der Georg-August-Universität (Geldermann und Lerche 2014) angewandt. Ausgehend von einem übergeordneten Ziel werden dabei die Entscheidungsalternativen identifiziert und ausgestaltet und Unterziele spezifiziert, die sich in ein Kriterienset übersetzen lassen. Dabei ist das übergeordnete Ziel die Optimierung des industriellen Abwassermanagements hinsichtlich eines verbesserten Mikroplastikrückhalts. Die Entscheidungsalternativen bzw. Bewertungsobjekte sind alternative Varianten des Abwassermanagements basierend auf den im Konsortium entwickelten und betrachteten Verfahrensschritten (siehe nächster Abschnitt zur multikriteriellen Bewertung TP 7-3).

Ausgehend von dem übergeordneten Ziel der Optimierung des industriellen Abwassermanagements hinsichtlich eines verbesserten Mikroplastikrückhalts, wurden in iterativer Abstimmung mit dem Konsortium und einem eigen dafür von inter 3 durchgeführten Workshop im Konsortium (am 27.04.2020), informiert durch Literatur zur multikriteriellen Bewertung von Wasserinfrastruktur (Dierich et al. 2017; Zimmermann und Gutsche 1991; Hein et al. 2015; Saaty 1990; Nyga et al. 2018; Hermann et al. 2007; Hanley und Spash 1993; Tefvik 1996; Gehrke et al. 2021) drei Unterziele entlang der Nachhaltigkeitsdimensionen formuliert und mit Kriterien untersetzt (siehe

Abbildung 123). Die Auswahl der Kriterien erfolgt unter Berücksichtigung der Unterscheidungsmerkmale von betrachteten Verfahrensalternativen.

Die ökologische Dimension, wird mit dem Ziel der **ökologischen Effektivität** der untersuchten Verfahrensalternativen abgebildet. Für Kriterien, die dieses Ziel untersetzten wurden die 1) Effizienz der Abscheideleistung von MP aus dem Abwasser, 2) die Leistungsfähigkeit der Reduktion von gelösten Abwasserinhaltsstoffen (z.B. Organik, Nährstoffe oder spezifische Chemikalien) und 3) der geringe Ressourcenverbrauch der Aufbereitungsverfahren selber gewählt.

Die ökonomische Dimension wird mit dem Ziel der **geringen Jahreskosten** der Aufbereitungsverfahren definiert. Dabei werden 1) die Höhe der Investitionen und die 2) die Betriebskosten als Kriterien berücksichtigt.

Die soziale Dimension wird mit der **Integrationsfähigkeit** der Verfahrensalternativen im Betrieb der Industriestandorte untersucht. Dabei werden 1) der zusätzliche Platzbedarf durch die Anlagen, der 2) betriebstechnische Aufwand für die Verfahren sowie 3) die Autarkie der Systeme als Bewertungskriterien gewählt.

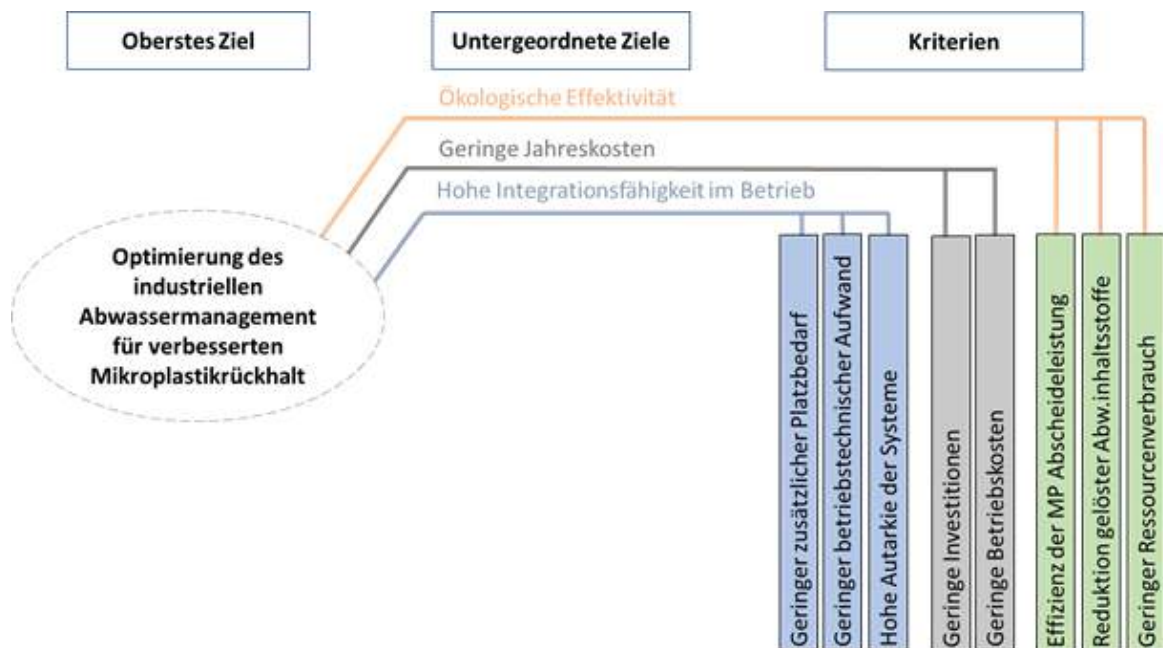


Abbildung 123: Oberziele, Unterziele und Kriterien für die Bewertung von Handlungsoptionen

Das so entwickelte Set an Kriterien für die Beurteilung von Neu- und Ausbauentscheidungen zur weitergehenden industriellen Abwasseraufbereitung wurde in einer zweiten Befragung durch Expert:innen nach Relevanz geordnet. Im Dialog mit dem Projektverbund und einzelnen Industrievertretern wurde identifiziert, dass zentrale Entscheidungsträger:innen für abwasserseitige Maßnahmen zur Reduzierung von industriellen MP-Emissionen Industrievertreter:innen und beratende Ingenieur:innen sind. Folglich wurden im November und Dezember 2019 durch per E-Mail verschickte Fragebögen, 25 ausgewählte Stakeholder dieser Zielgruppen in einer ersten Welle nach der Relevanz von Kriterien für die Beurteilung von Aufbereitungsverfahren auf Industriebetrieben befragt. Die erste Welle der 2. Delphi-Umfrage, konnte mit einem Rücklauf von 16 Expert:innen aus Planungsbüros (13) und Industrievertreter:innen (3) abgeschlossen werden. Die Rücklaufquote war insbesondere bei Industrievertreter:innen gering. Deshalb wurde die zweite Befragungswelle im Rahmen der im Dezember 2020 durchgeführten Webkonferenz des Forschungsprojektes EmiStop als Live-Umfrage durchgeführt. Dabei wurden neben Industrievertreter:innen auch Expert:innen aus der Forschung als eine relevante Akteursgruppe adressiert. Im Ergebnis konnte von insgesamt 54 Expert:innen mit Vertreter:innen der Kunststoffindustrie (n=25), planenden Ingenieur:innen (n=18) und Wissenschaftler:innen (n=11) ein Meinungsbild zur Relevanz der gewählten Kriterien erhoben werden. Dabei wurde ermittelt, dass das Bewertungsverhalten durchaus schwankt, aber Kosten und Entfernungsleistung der Verfahren die größte Rolle spielen (siehe Abbildung 124).

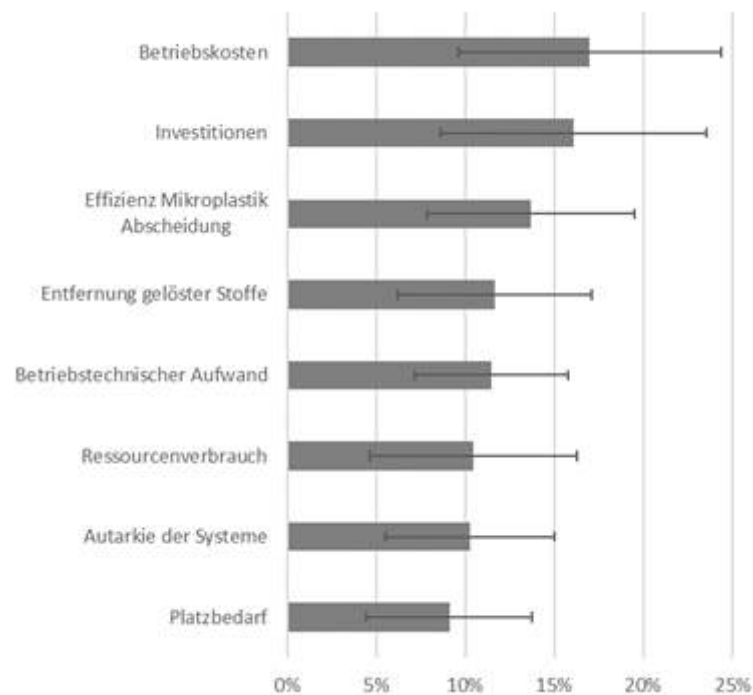


Abbildung 124: Standardisierte Relevanz der Bewertungskriterien (summiert auf 100% auf) nach Stakeholder Befragung (n=54) inklusive Standartabweichung

Bei einer eingehenden Untersuchung des Abstimmverhaltens wurde deutlich, dass planende Ingenieur:innen die Kosten als besonders relevant einstufen, Industrievertreter:innen die Reinigungsleistung (ökologische Effektivität) und technische Integrationsfähigkeit für besonders wichtig halten. Vertreter:innen von Wissenschaft und Forschung hingegen sehen den Fokus auf der ökologische Effektivität. Bei Betrachtung des Sachverhalts in Abbildung 125 wird sichtbar, dass die Kosten trotz Ihrer individuellen hohen Bewertung (siehe oben) in der gruppierten Darstellung nicht die höchste Relevanz haben, da diese Gruppe nur aus zwei Kriterien besteht, die anderen Gruppen oder Ziele aber durch Summierung von jeweils drei Kriterien abgebildet werden.

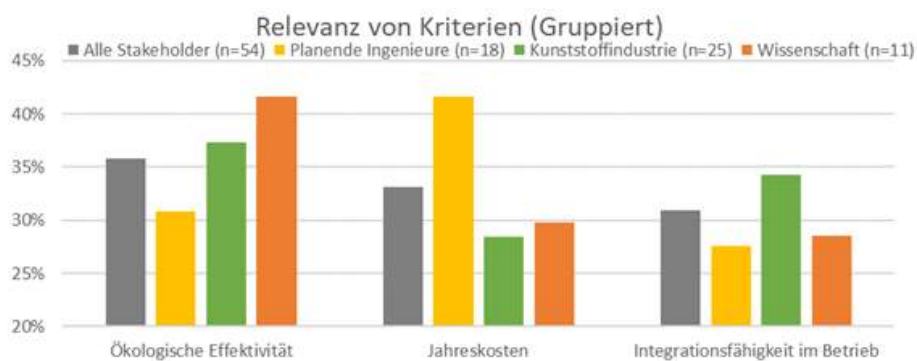


Abbildung 125: Gruppierte Gewichtungen der Kriterien durch Stakeholdergruppen

Nach Diskussion der Befragungsergebnisse im Konsortium wurde gefolgert, dass planende Ingenieur:innen insbesondere durch Modalitäten der Vergütung nach HOAI sowie durch ihre Beratungsgespräche mit Entscheidungsträgern für die Investitionsentscheidungen für technische Infrastruktur die Kosten als besonders relevant empfinden. Industriebetriebe haben insbesondere das Erreichen von Emissionsvorgaben bei gleichzeitiger betrieblicher Umsetzbarkeit im Blick. Da sich die Forschung aktuell stark mit Analytik und Mengen von MP in der Umwelt befasst, spielen diese Aspekte eine herausragende Rolle. Durch die Relevanz aller analysierten Akteursgruppen und Standpunkte bei der Formulierung von Handlungsempfehlungen aus dem Projekt EmiStop, wurde beschlossen, die durchschnittlichen Gewichtungen aller Befragten in der weiteren Analyse anzuwenden.

Für die Operationalisierung der gewählten Kriterien wurden im Konsortium und insbesondere in dem Multikriterienanalyse Workshop eine Indikatorik für die Kriterien entwickelt. Ziel für die Indikatorik war Aussagekraft und Messbarkeit. Die EC war durch ihre Rolle als Projektkoordinator und damit ihren Kenntnissen über alle im Forschungsverbund durchgeführten Analysen und Entwicklungsarbeiten, sowie ihrer langjährigen praktischen Erfahrung in der industriellen Abwasserbehandlung zentraler Partner für inter 3 bei der Definition der Indikatoren und späteren Untersezung mit Daten.

Im Ergebnis wurden nach mehrmaliger Überarbeitung die folgenden Indikatoren und Bewertungseinheiten für die gewählten Kriterien und Unterziele verabschiedet. Es wurde beschlossen das mehrere Indikatoren eines Kriteriums gleichgewichtet berücksichtigt werden.

Ökologischen Effektivität

Die Effizienz der Abscheideleistung von MP aus dem Abwasser wird einerseits durch den prozentualen Rückhalt von suspendierten Stoffen (TS, AFS) abgebildet. Aufgrund der jungen Geschichte von MP spezifischer Analytik und damit einhergehender schlechter Datenverfügbarkeit für die Abscheideleistung von Referenzverfahren wurde sich geeinigt, dass mit TS die beste Näherung erreicht werden kann. Andererseits wurde für die Effizienz der Abscheideleistung die Untergrenze der zurückgehaltenen Partikel in μm als zweiter Indikator von hoher Relevanz für MP definiert (siehe Tabelle 16).

Die Reduktion von gelösten Abwasserinhaltsstoffen wurde ordinal durch Expert:inneneinschätzung zwischen unwahrscheinlich und gegeben (1-3) bewertet.

Für den Ressourcenverbrauch der Verfahren wurden die Indikatoren Energieverbrauch in kWh pro m^3 aufbereitetes Wasser eine ordinale Einschätzung zur Menge an benötigten Prozess- oder Reinigungschemikalien sowie eine weitere ordinale Bewertung der Umweltschädlichkeit von eingesetzten Chemikalien abgebildet.

Tabelle 16: Kriterien und Indikatoren für das Unterziel ökologische Effektivität

Ziele / Kriterien	Indikator	Bewertung	Einheit
Hohe Effizienz der MP Abscheideleistung	Rückhalt Suspendierter Stoffe (TSS)	kardinal	%
	Größenfraktion der Abscheidung (Untergrenze)	kardinal	µm
Reduktion gelöste Abwasserinhaltsstoffe	Reduktion gelöste Abwasserinhaltsstoffe	ordinal	1-3 (unwahrscheinlich - gegeben)
Geringer Ressourcenverbrauch	Energieverbrauch	kardinal	kWh/m³
	Chemikalienverbrauch	ordinal	nein/ wenig / viel (1-3)
	Umweltschädlichkeit der eingesetzten Chemikalien	ordinal	unbedenklich/ wenig schädlich / schädlich (1-3)

Jahreskosten

Jahreskosten der Investitionen der Aufbereitungsverfahren wurden durch einen ordinal bewerteten Indikator, für die Höhe der Baukosten eines Umbaus (z.B. Einhausung) der Abwasseraufbereitungsverfahren abgebildet. Weiterhin wurden die Kosten für Maschinentechnik und elektronische Mess-, Steuerungs- und Regeltechnik abgeschrieben über 20 Jahre in Euro pro Jahr berücksichtigt.

Die Betriebskosten setzten sich durch Jahreskosten in Euro für Verbrauchsmaterialien, Energie und Arbeit zusammen.

Tabelle 17: Kriterien und Indikatoren für das Unterziel geringe Jahreskosten

Ziele / Kriterien	Indikator	Bewertung	Einheit
Geringe Investitionen	Baukosten für benötigte Umbauung der Anlage	Ordinal	1-3 (geringe bis hohe Baukosten)
	Maschinentechnik (20 Jahre), EMSR (20 Jahre)	Kardinal	€/a
Geringe Betriebskosten	Kosten für Verbrauchsmaterialien	kardinal	€/a
	Energiekosten	kardinal	€/a
	Arbeitskosten	kardinal	€/a

Integrationsfähigkeit in den Betrieb

Der geringe Platzbedarf wird durch die Aufstellfläche der Anlagenteile in m² berücksichtigt (siehe Tabelle 18).

Für den betriebstechnischen Aufwand werden 1) der Aufwand für Überwachung, Steuerung und Regelung der Verfahrenstechnik, 2) die Betriebssicherheit im Sinne von Wartungsarmut und einem störungsfreien Betriebsablauf, sowie 3) der benötigte Zusatzbedarf an Know-How für das Betriebspersonal in den Industriebetrieben als Indikatoren ordinal von 1-5 abgeschätzt.

Die Autarkie der Systeme wird durch die Abhängigkeit von externen Leistungen im Betrieb für Wartung, Materialaustausch etc. ordinal abgeschätzt.

Tabelle 18: Kriterien und Indikatoren für das Unterziel hohe Integrationsfähigkeit im Betrieb

Ziele / Kriterien	Indikator	Bewertung	Einheit
Geringer Platzbedarf	Aufstellfläche	kardinal	m ²
Geringer betriebstechnischer Aufwand	Aufwand für Überwachung, Steuerung Regelung (Prozess)	ordinal	gering-hoch (1-5)
	Betriebssicherheit (störungsfreier Betrieb / Wartung)	ordinal	gering-hoch (1-5)
	Zusatzbedarf an Know-How für Betreiber	ordinal	gering-hoch (1-5)
Autarkie der Systeme	Abhängigkeit von externen Leistungen im Betrieb, z.B. Wartung, Materialaustausch etc.	ordinal	gering-hoch (1-5)

6.7.3 Multikriterienanalyse

TP 7-3 Multikriterienanalyse (Hauptautoren: inter 3)

Mit Hilfe einer Multikriterienanalyse werden die in EmiStop entwickelten industriellen Handlungsoptionen zur Vermeidung von MP-Emissionen in den Abwasserpfad vergleichend bewertet. Das Verfahren ermöglicht, die Vor- und Nachteile der erarbeiteten Optimierungsansätze für konkrete Anwendungsfälle abzuwiegen und erleichtert damit die Entscheidungsfindung potenzieller Interessenten. Die multikriterielle Analyse und Bewertung ist damit eine Rückversicherung nach innen in Bezug auf die Projektarbeit, aber gleichzeitig auch eine von objektiven Kriterien gestützte Erfolgspräsentation für die Kommunikation nach außen.

In den Forschungsarbeiten, wurden mögliche Lösungs- oder Handlungsoptionen ausgehend von der Herausforderung MP aus industriellem Abwasser zu entfernen ausgewählt. Bewertungskriterien und Indikatoren für die Bewertung der Optionen definiert und durch Stakeholder subjektiv gewichtet (siehe TP 7-2). Im letzten Prozessschritt wurden die gesammelten Erkenntnisse mit Hilfe einer Nutzwertanalyse als multikriterielles Bewertungsverfahren ausgewertet (siehe Abbildung 126).

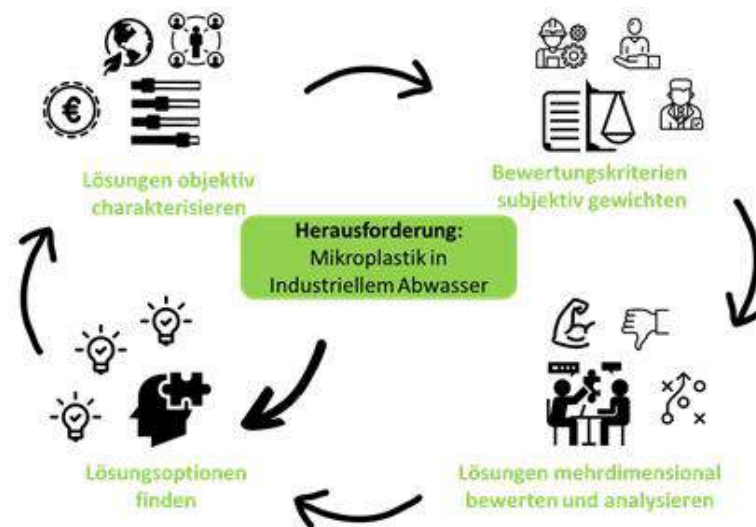


Abbildung 126: Ablauf der multikriteriellen Bewertung im Projekt Emistop

Die Definition von Lösungsoptionen erfolgte ausgehend von den Ergebnissen der 1. Delphi Expert:innenbefragung (siehe TP 7-2) in enger Abstimmung mit dem Konsortium. Dabei wurden ein Referenzfall für einen industriellen Abwasserstrom von 100 m³ pro Tag mit 1.000 mg Feststoffgehalt (TSS) und 1.000 mg CSB pro Liter definiert. Bei der Auswahl von möglichen Aufbereitungsverfahren wurden die im Konsortium entwickelten Flockungsmittel in Kombinationen mit Bandfiltration, Flotation und Absetzbecken (Sedimentation) gewählt. Als Referenzverfahren, die in dem industriellen Kontext vermehrt Anwendung finden, wurden Mehrschichtfilter, keramische (cross-flow) und organische (getauchte) Ultrafiltrationsmembranen sowie Schrägklärer mit einem Tuchfilter als Nachbehandlungsstufe gewählt.

Für die Bewertung der gewählten Verfahren stellen die Projektpartner und insbesondere Vertreter der Projektkoordination das für das Kriterien- und Indikatoren-Set erforderliche Datenmaterial aus den technischen Arbeitspaketen bereit. Mit Hilfe der Nutzwertanalyse wurden die Leistungsdaten (Bewertung der Kriterien) der einzelnen Verfahren für einen gewählten typischen Referenzfall mit der ermittelten Relevanz (Stakeholderbefragung siehe TP 7-2) der Kriterien kombiniert und analysiert.

In Abbildung 127 sind die entscheidungsrelevanten Aspekte mit Hilfe einer Nutzwertanalyse zusammenfassend dargestellt. Die Ergebnisse sind auch in Raber und Yildiz (2021) und Raber et al. (2021) und in den EmiStop Handlungsempfehlungen (Barkmann et al. 2021) veröffentlicht worden. Die dargestellte Analyse soll eine erste Orientierung für Neu- und Ausbau von Abwassertechnik in der kunststoffproduzierenden und -verarbeitenden Industrie bieten, muss aber im weiteren Verlauf von einer Einzelfallprüfung flankiert werden. Die fallbezogene Auswahl eines Aufbereitungsverfahrens würde unter anderem die spezifischen Abwasserströme (Volumenströme, Schwankungen, Temperatur), Abwasserinhaltsstoffe (Kunststoffsorten und Partikelgrößen sowie andere Abwasserinhaltsstoffe wie Feststoffe, Tenside, etc.) sowie die Verfügbarkeit von Energieversorgung, Platz und qualifiziertem Personal berücksichtigen.

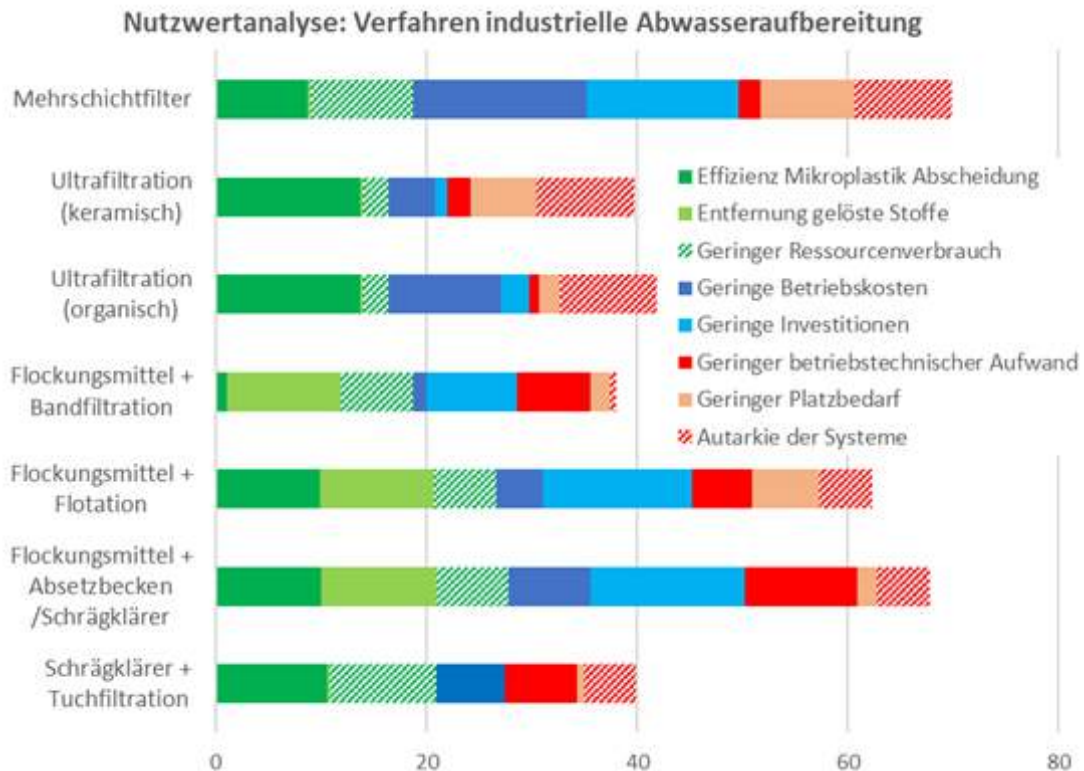


Abbildung 127: Nutzwertanalyse für Verfahren der industriellen Abwasseraufbereitung

Unter Berücksichtigung aller Bewertungen und Stakeholder-Präferenzen stellt sich der Mehrschichtfilter, insbesondere aus Kostengründen, als besonders attraktiv (hoher Nutzwert) dar. Flockungsmittel mit Flotation oder Sedimentation zeichnen sich durch ein ausgewogenes Verhältnis von Effizienz, Entfernung auch anderer Abwasserinhaltsstoffe, Kosten und Betriebsaufwand aus.

Wird eine besonders hohe Abscheideleistung für MP im Abwasser benötigt, sind die Ultrafiltrationsmembranen mit 100 % Rückhalt von 0,05 µm großen Partikeln besonders geeignet, gefolgt von einer Kombination aus Schräglärer und Tuchfilter mit 99%igen Rückhalt von 1 µm großen Partikeln. Müssen zusätzlich gelöste Stoffe aus dem Abwasser entfernt werden, sind Verfahren mit Flockungsmitteln vergleichsweise wirksam. Für einen geringen Ressourcenverbrauch (Energie- und Chemikalienbedarf) haben Mehrschichtfilter und die Kombination aus Schräglärer und Tuchfilter Vorteile gegenüber den anderen Verfahren.

In der ökonomischen Betrachtung benötigen die Membranverfahren die höchsten Investitionen (zweimal teurer als die anderen Verfahren). Verfahren mit Flockungsmitteln sind in der Investition günstiger, bringen aber mit den Kosten für Flockungsmittel hohe Betriebskosten (doppelt so hoch wie Mehrschichtfilter) mit sich. Bei der rein ökonomischen Betrachtung liegen Mehrschichtfilter vorne. Die Betriebssicherheit ist bei allen Systemen hoch, jedoch ist der Aufwand und Zusatzbedarf an Know-How für den Industriebetrieb bei dem Einsatz von Flockungsmitteln mit Absetzbecken besonders gering. Auch Bandfiltration, Flotation und der Schräglärer und Tuchfilter schneiden hinsichtlich des betrieblichen Aufwands gut ab.

Für Abwasserströme abweichend des betrachteten Referenzfalls gibt es Einschränkungen der Einsatzfähigkeit. So ist z.B. bei hohen Stofffrachten (TSS) die Leistungsfähigkeit von Mehrschichtfiltern und Membranen eingeschränkt. Zudem sind Membranverfahren für große Partikel (>5mm) nicht zu empfehlen. Bandfilter sind dahingegen für geringe Frachten (<100 mg/l TSS) ungeeignet. Sind im Abwasser Tenside enthalten, muss die Einsatzfähigkeit der Verfahren auch in Abhängigkeit mit der Abwassertemperatur gesondert geprüft werden. Ergänzend ist anzumerken, dass Absetzbecken

(Sedimentation) nur bei Partikeln mit einer Dichte größer 1 kg/m^3 einsetzbar sind und Bandfilter mit hohen Volumenströmen ($>1.000 \text{ m}^3/\text{d}$) Probleme haben. Bei großen Volumenströmen ist auch der hohe Platzbedarf, insbesondere von Sedimentationsbecken, als möglicher limitierender Faktor zu berücksichtigen.

6.8 AP 8 Management und Kommunikation

AP8 Motivation (Hauptautoren: EC, inter 3)

Als Projektkoordinator kümmerte sich EC um die Organisation und Durchführung von Projekt- und Arbeitspakettreffen sowie verbundinternen Workshops. Mit dem ersten Projekttreffen (Kickoff) startete das Projekt, erste Workshops dienten der Abstimmung der Projektpartner bzgl. gemeinsamer Schnittstellen und zur Organisation des Öffentlichkeitsauftrittes sowie der Kommunikationsstrategie.

Daran anknüpfend hatte inter 3 in den ersten Monaten der Projektlaufzeit in Abstimmung mit dem Konsortium eine spezifische und zielgruppenorientierte Kommunikationsstrategie für das Forschungsprojekt entworfen. Dazu wurde zunächst unter Anleitung von inter 3 auf einem fokussierten verbundinternen partizipativen Workshop ein gemeinsames Bild über Zielgruppen und Kernbotschaften sowie entsprechende passgenaue Formate der Kommunikation erarbeitet und davon ausgehend die wesentlichen Elemente der Kommunikationsstrategie konzipiert (siehe Abbildung 128). Das analysierte Bild der Zielgruppen und die darauf abgestimmten Kommunikationsformate wurde in folgenden verbundinternen Workshops noch geschärft und weiter ausdifferenziert.

Thema	Zielgruppe	Botschaft/ Dienstleistung	Format, Produkte	Anlässe/ Events
Analytik u. Mikroplastik (AP1)	Normsetzende Institutionen & Wissenschaft	„Wir publizieren und beraten zu Methoden!“	WISSENSCHAFT INTERN! Publikationen, Fachartikel (EnviroChemie), website 1. Infolyer	Plastik in der Umwelt, Messen, Fachpublikationen Gremien (DIN, CEN, ISO) - z.B. Statusseminar, Publikationsmappe
Industrielle Eintragspfade quantifizieren (AP3)	Gesetzgebung, Behörden, Öffentlichkeit Industrieverbände	„Wir versachlichen den Diskurs um Mikroplastik in mit Fokus auf die Industrie. Wir analysieren ihre Industrie (-branche)!“	GESCHÜTZTER RAUM! Diskurs um Zertifizierung, Closed-Shop-Gespräche Infoveranstaltung vor Launch Imagefilm	Plastik in der Umwelt, Industrie -Branchentreffen - z.B. Achema
Tracer-Test/ Methode zur Verfahrensoptimierung (AP2+4)	(Abwasser-) Anlagenbauer, Industrie (+ Ggf. wie AP1?)	„Wir analysieren und bewerten Ihre Verfahrenstechnik!“	KUNDEN! Beratungsleistung für Anlagenbauer, 2. Infolyer zur Technologieentwicklung Infoveranstaltung zum Launch Imagefilm	Analytik Messen, Abwasserbranche - z.B. IFAT
Optimierung des Plastikrückhalts (AP5+6)	(Abwasser-) Anlagenbauer, Industrie	„Wir beraten Sie bei der Anlagenoptimierung und/ oder wir verkaufen Ihnen bessere Anlagen!“	z.B. Webinar entwickeln, Konzept analog zum Imagefilm vorbereiten?	Branchenspezifische Informationsveranstaltungen & Fortbildungen für z.B. Wasserbehörden & Verbände (DWA, DECHEMA)
Kontextspezifische Maßnahmen zur Vermeidung von Emissionen	Industrie(verbände) Behörden, Gesetzgebung	„Wir beraten Sie bei der Standortoptimierung. Wir zeigen Interventionsmöglichkeiten auf (inkl. Stärken und Schwächen).“	ÖFFENTLICHKEIT! Imagefilmproduktion zu #TECHNOLOGIE #MASSNAHMENKATALOG #SENSIBILISIERUNG #ENTSCHEIDUNGS-UNTERSTÜTZUNG	- IFAT Fachseminare/ tagung - z.B. LAWA Sitzung Verbandsitzung - z.B. Fortbildungskurse DWA (Bund, Hessen) - "Nachbarschaften"

Abbildung 128: Kommunikationsstrategie Forschungsprojekt EmiStop (Quelle: inter 3, Stand April 2018)

Ziel war es, die Ansprache der verschiedenen Zielgruppen (Lead-User, Branchenverbände, wissenschaftliche und allgemeine Fachöffentlichkeit) und die richtigen Themen, Zeitpunkte und Anlässe zu identifizieren und diese jeweils mit geeigneten Formaten (z.B. Expert:innengremium, Closed-Shop-

Gespräche, öffentliche Hearings, Pressearbeit) zu bedienen. Geplant war, das maßgebliche Industriebranchen die Projektergebnisse überzeugend entlang für sie wichtiger Schlüsselbegriffe wie Marktchancen, Wettbewerbsvorteile und Imagepflege vermittelt bekommen und an branchenweit konsensfähigen und aufmerksamkeitsstarken aktuellen Schlüsselthemen anzuknüpfen.

Als Basismedien für die Kommunikation und Öffentlichkeitsarbeit sollte eine Homepage mit zielgruppenorientierten Informationsangeboten erstellt werden. Die Domain wurde von EC organisiert, die Website von inter 3 aufgebaut und ausgestaltet. Über Aktualisierungen der Homepage konnte während der kompletten Projektlaufzeit und darüber hinaus, ein breites Publikum über den Status des Forschungsprojektes auf dem Laufenden gehalten werden. Aktualisierungen wurden von TU-AT und TU-AW gesammelt, bearbeitet und eingepflegt. Über die Website hatten Interessierte die Möglichkeit in den Austausch mit dem Projektkonsortium zu treten. Neben der EmiStop-Website (emistop.de) wurde die mediale Präsenz durch mehrere Pressemitteilungen von EC und anderen Partnern sowie durch Social Media Aktivitäten gestärkt. All diese Kanäle wurden auch zur Ergebnisverbreitung genutzt.

In enger Zusammenarbeit mit inter 3 wurde über eine externe Firma ein Animationsfilm erstellt. Der Film schildert in 60 s anschaulich das Vorhaben von EmiStop (deutsch und englisch) und wurde über diverse Kanäle verbreitet, unter anderem ist er über den Youtube-Kanal von EC abrufbar.

Inter 3 und die TU-AT waren maßgeblich an der Konzeption und Produktion von Flyern, insbesondere für Messeauftritte, beteiligt. Diverse Messeauftritte (IFAT, Achema, WorldWaterWeek, Ocean Plastics Lab) wurden von EC koordiniert und unter Mitgestaltung aller Projektpartnern realisiert. Hierfür wurde unter anderem ein Messeexponat (MP eliminierende Elektroflotation) durch EC gebaut (siehe Abbildung 129).



Abbildung 129: Messeauftritt auf der IFAT 2018 mit Elektroflotation und Animationsfilm

Der Aufbau und die Verwendung eines Datenmanagementsystems (Hessenbox) wurde durch die TU-AT und inter 3 etabliert. Hierüber fand der Großteil des Datenaustauschs statt.

Alle Partner haben in Form von Fachveröffentlichungen, Seminaren, Vorträgen und weiteren Formaten die Projektsichtbarkeit gefördert sowie die Ergebnisverbreitung vorangetrieben (siehe Gesamtliste der Veröffentlichungen und Vorträge, unten). Dazu gehören Publikationen in renommierten wissenschaftlich anerkannten Zeitschriften sowie Vorträge vor Fachpublikum, z.B. für Verbände wie die DWA und den VDI sowie Pressemitteilungen. Neben dieser klassischen Form der Ergebniskommunikation, wurden aber auch andere Formate bedient und z.B. Poster auf Ausstellungen, Podcasts, Interviews oder das Fernsehen genutzt um öffentlichkeitswirksam Inhalte von EmiStop zu verbreiten (siehe Gesamtliste der Veröffentlichungen und Vorträge, unten).

EC koordinierte federführend die Gestaltung der Beiträge von EmiStop auf der Status- sowie Abschlusskonferenz und nahm an den etwa halbjährlich stattfindenden Lenkungskreissitzungen teil. Die HSRM, TU-AW, TU-AT, sowie BS-Partikel organisierten in Eigenregie die Umsetzung von Ringversuchen und die Erstellung eines Statuspapiers, das auf „Plastik in der Umwelt“-Ebene entstanden ist.

EC stellte wo möglich Kontakte zu Kunden und Partnern aus der Industrie her. Auch die TU-AT war sehr gut in die Industrie vernetzt. Gemeinsame Betriebsbegehungen, Probennahmen und Analytik, sowie die Bereitstellung von Chemikalien zu Versuchszwecken und die Verteilung von Abwasserproben wurden von EC aktiv koordiniert, federführend agierten hier aber TU-AT, HSRM und TU-AW. Netzwerke im Bereich Industrie und Consulting wurden von inter 3 aktiv zur Verbreitung von Delphi-Befragung und zur Weiterentwicklung der multikriteriellen Analyse genutzt.

Die Verbund-Webkonferenz zu EmiStop wurde von inter 3 konzipiert, organisiert und moderiert. Bei der Bereitstellung und Präsentation der Inhalte waren alle Partner beteiligt. Die Webkonferenz wurde am 02.12.2020 mit rund 100 Teilnehmer:innen erfolgreich durchgeführt. Die Aufzeichnung der Webkonferenz wurde themenspezifisch geschnitten und auf der Website von EmiStop öffentlich gemacht. Im Anschluss daran wurden die durch inter 3 in neun einzelne Videos aufgeteilte Webkonferenz über das Marketing von EC in das Netz gestellt (Youtube) und über die TU-AT auf der EmiStop-Homepage verfügbar gemacht. Begleitet wurden die Aktivitäten durch eine Pressemitteilung und Social-Media Tweets über die EmiStop- und EC-Website.

Die starke digitale Infrastruktur und Aufstellung des Konsortiums erleichterten die Fortführung der im Projekt geplanten Arbeiten, trotz erheblicher Pandemie bedingter Einschränkungen.

Im Rahmen der Ergebnisverwertung wurden Handlungsempfehlungen für die Industrie verfasst (Barkmann et al. 2021). An dieser Stelle hat inter 3 bei der zielgruppenspezifischen Konzeption unterstützt, sowie inhaltliche Beiträge geliefert, TU-AT hat die Arbeiten koordiniert und den Großteil der Inhalte geliefert.

Es existierte der Wunsch ein Closed-Shop-Gespräch mit ausgewähltem Teilnehmendenkreis mit einer öffentlichen Veranstaltung (Webkonferenz) zu kombinieren. Dafür wurde auch eine Projektaufstockung im letzten Drittel der Projektlaufzeit beantragt, die nicht bewilligt werden konnte.

7 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

EC: Entsprechend der ursprünglichen Mittelplanung waren die Personalkosten für die Koordination des Forschungsprojekts, für den Umbau der Pilotanlage, zur Entwicklung eines Flockungsmittels für Kunststoffe, für Betriebsbegehungen sowie für die durchgeführten Versuche der zahlenmäßig größte Posten. Dabei wurden, insbesondere aufgrund der Vielfalt der zu testenden Verfahren, viele verschiedene Anlagen betrieben und an die gewünschten Versuchsbedingungen angepasst. Weiterhin gab es einen durch die Pandemie bedingten Mehraufwand. Wie im Antrag auf kostenneutrale Verlängerung angemerkt, gab es Mehraufwand durch ausgefallene und verzögerte Kundentermine (Pilotierung Flotation bei Kunststoffhersteller, Inbetriebsetzung Kunststoffhersteller), sowie durch die intensivere Abstimmung mit den Kunden und Projektpartner bzgl. Zugangsanforderungen und Hygienekonzepte. Als Konsequenz wurden auch mehr Stunden benötigt als ursprünglich geplant. Die Material- und Reisekosten fielen insgesamt niedriger aus als geplant, so dass die zusätzlichen Kosten für Personal ausgeglichen werden konnte.

HSRM: Entsprechend der ursprünglichen Mittelplanung wurde ein Großteil der Mittel für Personal (ein Wissenschaftlicher Mitarbeiter, 100 %) und Verbrauchs- und Sachmittel verwendet. Darunter fallen vor allem Anschaffungen für die Weiterentwicklung der Probenahmeapparatur (Filter, Schläuche) und Chemikalien und Materialien (Filter, Bechergläser etc.) für die Probenaufbereitung. Durch die Mittelaufstockung im Jahr 2019 wurde ab Juli 2019 bis Projektende eine weitere Stelle (wissenschaftlicher Mitarbeiter, 50 %) finanziert. Neben den wissenschaftlichen Mitarbeitern wurden Studentische Hilfskräfte aus den Mitteln bezahlt.

BS Partikel: Entsprechend der ursprünglichen Mittelplanung wurde der Hauptteil der Mittel für Personal zur Durchführung von Laborarbeiten verwendet. Abweichend von der ursprünglichen Planung wurden wesentlich weniger Fremdleistungen in Anspruch genommen und dafür mehr Arbeiten im Hause ausgeführt. Weiterhin wurde ein beträchtlicher Anteil an Mitteln für Labormaterialien verwendet, hauptsächlich für Chemikalien und Verbrauchsmaterialien. Reisekosten wurden entgegen der ursprünglichen Planung weniger in Anspruch genommen, was sich in der pandemischen Lage begründete.

TU-AT: Entsprechend der ursprünglichen Mittelplanung wurden maßgeblich wissenschaftlich und administrativ-technische Mitarbeiter:innen sowie studentische Hilfswissenschaftler:innen beschäftigt. Bei Erwerb von Material und Geräten wurden im Vorhabenverlauf Anpassungen aufgrund der konkreten Situation bei kooperierenden Industrieunternehmen vorgenommen. Ein automatischer Probenehmer wurde nach Kostenvergleich dreier Angebote beschafft. Durch Teststellungen von On-line-Messtechnik konnten Vorversuche zunächst kostenneutral durchgeführt werden, bevor eine Investitionsentscheidung getroffen wurde. Reisetätigkeiten waren vor allem zu Betriebsstandorten zwecks Betriebsbegehungen, Probenahmen und Ergebniskommunikation notwendig, teilweise auch als mehrtägige Vor-Ort-Aufenthalte. Mehraufwand durch Corona-bedingte Anpassungen wurde durch eine zusätzliche Mittelzuweisung abgedeckt.

TU-AW: Entsprechend der ursprünglichen Mittelplanung wurde der Hauptteil der Mittel für Personal (wissenschaftlicher Mitarbeiter und studentische Hilfskräfte) verwendet. Weiterhin wurden Verbrauchs- und Sachmittel beschafft, wobei hier der Erwerb der Dynamischen Differenzkalorimetrie den größten Einzelposten darstellt. Der Rest setzt sich zusammen aus Probenahmeapparatur (Filter mit Gehäuse), Chemikalien und Labormaterialien. Bei Probenahmen sowie dem Besuch einer internationalen Konferenz fielen Reisekosten an.

inter 3: Personalkosten für die wissenschaftlichen und studentische Mitarbeiter:innen waren die größten Posten bei den Projektmitteln. Weiterhin wurden Reisekosten für Expert:innengespräche, Arbeits- und Projekttreffen aufgewendet. Für die online-Delphi-Befragung sind Gebühren für die Softwarenutzung angefallen.

8 Voraussichtlicher Nutzen

In Tabelle 19 sind die Projektziele der jeweiligen Arbeitspakete, die beteiligten Partner und der Zielerreichungsgrad mit einer Begründung für jedes Ziel zusammengestellt.

Tabelle 19: Zielerreichungsgrade (ZEG) der EmiStop Projektziele (0: nicht erreicht, 1: teilweise erreicht, 2: hauptsächlich erreicht, 3: voll erreicht)

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
<i>AP 1 TP 1-1</i> <i>Probenahme und Aufbereitung</i> (Einflüsse der Probenahmestelle, Höhenlage der Entnahmestelle in Gerinnen; Aufkonzentrierung der Probe, Auftrennung in Größenklassen [bspw. mittels ERF und ggf. Siliziumfilter]; Oxidation organischer Nicht-Plastik-Partikel; Dichtentrennung zur Abtrennung anorganischer Partikel)	HSRM (TU-AW)	2	Eine Ermittlung der Einflussgrößen der Probenahme war nicht abschließend möglich, da die Probenahmestellen sich von Betrieb zu Betrieb stark unterscheiden und die Zugänglichkeit zu Industriebetrieben nur eingeschränkt und nicht für eine beliebige Anzahl von Proben möglich ist. Dies wurde durch die Covid 19-Pandemie verstärkt. Für Probenahmestellen mit niedrigen Volumenströmen/Rohrleitungen wurde ein gerührtes Puffergefäß zur Durchführung von volumenreduzierenden Probenahmen entwickelt und angewandt. Bei Probenahmen aus Gerinnen wurde immer aus der Mitte des Wasserkörpers (Eintauchtiefe, Abstand von Beckenwand) eine Probe gezogen, um vergleichbare Bedingungen zu schaffen. Zum Ausgleich von Konzentrationsschwankungen wurden 2 h-Mischproben genommen (siehe II). Abhängig von der AFS-Konzentration wurden Proben volumenreduzierend mit EKF beprobt oder als Flüssigprobe genommen. Es wurde darauf geachtet, ein ausreichend großes Volumen für Repräsentativität und Unterscheidung vom BW zu nehmen. An Probenahmestellen, die nur Flüssigbeprobung erlaubten, war i.d.R. die MP-Konzentration hoch. Alle Proben konnten mit den unter II beschriebenen Methoden erfolgreich auf ERF und Si-Filter konzentriert werden. Die Verfahren zum oxidativen Aufschluss von Nicht-Plastik-Organik und Dichtentrennung (siehe II) konnte bei einem breiten Spektrum verschiedener Matrices angewandt werden. Grenzen der Oxidation sind Proben mit Aktivkohle, da dort keine Oxidation ohne Beschädigung des MP möglich ist. Außer PA werden die relevanten Polymere bei der Aufbereitung nicht zerstört. Die Dichtentrennung wurde optimiert und hat eine hohe WFR.

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
AP 1 TP 1-2 <i>Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK)</i> (Optimierung der Messparameter, Festlegung von Routinemessparametern und Auswertungsverfahren, Erstellung von Kalibriergeraden für die jeweiligen Plastiksorten für Reinstoffe und im Gemisch, Untersuchung des spezifischen Einflusses der Probenmatrix auf das Messsignal)	TU-AW	3	Die Massenanalyse teilkristalliner Polymere konnte signifikant verbessert werden. Für relevante Polymere wurden die Bestimmungsgrenzen um 1-2 log-Stufen verringert und Kalibriergeraden erstellt. Messprogramm und -parameter wurden angepasst, sodass störende Signale (v.a. aus biologisch organischer Matrix) eliminiert werden und eine eindeutige Analyse kristalliner Schmelzpeaks unabhängig der Matrix ermöglicht wird. Dies wurde in laborinternen Bestimmungen und durch einen projektübergreifenden Ringversuch validiert.
AP 1 TP 1-3 <i>μ-Ramanspektroskopie</i> (Übertragung der Analytik von kommunalen auf industrielles Abwasser; Optimierung der Messparameter, Festlegung von Routineparametern und Auswertungsverfahren; Entwicklung einer weitgehend automatisierten Messung und Auswertung)	HSRM	3	Die Übertragung der Analytik von kommunalen auf industrielles Abwasser war erfolgreich. Im Laufe des Projekts wurden Routineparameter entwickelt, die für ein breites Spektrum an Proben und Matrices anwendbar waren. Es konnten rd. 80 % der Proben mit den Standardparametern analysiert werden. Grenzen der Methode wurden insbesondere bei Proben mit nicht oxidierbaren Nicht-Plastik-Partikeln festgestellt (bspw. Aktivkohle), die das MP auf dem Analysefilter überlagerten. Die Grenzen liegen also in der Probenaufbereitung, nicht in der Analytik. Für Proben mit sehr hohen MP-konzentrationen wurde ein Verfahren zur repräsentativen Probenteilung entwickelt (siehe II). Ab 2020 wurde eine automatisierte Messung und teilautomatisierte Auswertung angewandt.
AP 1 TP 1-4 <i>Wasserchemische Summenparameter</i> (DIN- und Schnelltestanalytik f. ausgew. Plastikmaterialien u. Partikeldurchmesser (TOC, TOX, CSB,TKN, AFS)Entwicklung von Messprogrammen und Mindestanforderungen für Referenzanalysen und Probenahme. Ermittlung von Wiederfindungsraten mit analytischen Routineparametern und Abgleich mit betrieblicher Eigenanalytik)	TU-AT (HSRM, EC)	1	Die Auswertung nasschemischer Summenparameter mit Fokus auf MPP führte nur teilweise zu Erfolg. Insbesondere durch unterschiedliche Einflüsse der Partikelgröße und Polymerart auf die Oxidierbarkeit wurden Konzentrationsbestimmungen negativ überlagert. Tendenziell konnten Korrelationen für Einstoffsuspensionen nachgewiesen werden, die sich in der betrieblichen Praxis jedoch nicht (CSB, TNb) oder nur stark eingeschränkt (AOX) reproduzieren ließen.

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
AP 2 TP 2-1 <i>Suszeptibilitätsverfahren mittels Magnetischer Suszeptibilitätswaage</i> (Optimierung der Messroutine und Erstellung von Kalibriergeraden für verschiedene Modellpartikel, Bezifferung von Wiederfindungsraten, Entwicklung eines Verfahrens zur magnetischen Separation der Modellpartikel aus Abwasserströmen, Erstellung von Massenbilanzen in technischen Systemen)	TU-AW	2	Die Analyse magnetisierbarer Partikel mittels Magnetischer Suszeptibilitätswaage konnte für „Bottom-up“-Partikel umgesetzt werden. Es wurden Kalibriergeraden erstellt, mehrere Versuchsreihen im Labor und Pilotversuche an einer Membrananlage gefahren. In Laborversuchen konnten die Partikel gut separiert und quantifiziert werden, sodass hier gute Wiederfindungsraten und Massenbilanzen vorlagen. Beim Einsatz an der Pilotanlage zeigte sich, dass wahrscheinlich zu viele Partikel im System verbleiben und daher eine Bilanz nur qualitativ erfolgen konnte. Als Erweiterung des Tracertests wurden „Top-down“-Partikel eingesetzt. Die Analyse konnte aufgrund der Partikelgröße nicht mittels Suszeptibilität durchgeführt werden, weshalb abgeschiedene Partikelmassen gravimetrisch bestimmt wurden. In Laborversuchen wurden reproduzierbare Ergebnisse an einem industriellen Magnetseparator produziert. Letzterer wurde im Anschluss eingesetzt um eine Fällungs-/Flockungsstrecke zu untersuchen. Hier zeigte der erfolgreiche Einsatz des Tracertests einen Abscheidegrad der Verfahrenstechnik von > 90 %.
AP 2 TP 2-2 <i>Partikeldesign: Partikeldichte, Chemismus, Magnetismus und Form</i> (monodisperse Polystyrolpartikel-Suspensionen, Größe 1 µm -300 µm Magnetische Polystyrolpartikel mit möglichst großer Suszeptibilität, Größe 1 µm -300 µm Erarbeitung eines kontinuierlichen Verfahrens zur Herstellung von funktionalisierten Polystyrolpartikel-Suspensionen Partikel aus weiteren handelsüblichen Materialien (Auswahl abhängig von Ergebnissen und nach Abstimmung mit Projektpartnern) Magnetische Partikel mit speziellen Eigenschaften: Morphologie, Dichte, chemische Eigenschaften der	BS	3	Es wurde ein „Top-down“-Verfahren entwickelt, mit dem nicht-sphärische Partikel in einem breiten Größenbereich hergestellt werden können. Durch Anpassung der Prozessparameter konnten unterschiedliche Polymere verwendet und variierende Magnetisierungsgrade erreicht werden. Erste Schritte zur Hochskalierung konnten erfolgreich gestaltet werden. Die geplante Variation der Partikeldichte, basierend auf einem einzigen Polymermaterial, wurde dabei als nicht realisierbar erkannt. Sich im Laufe des Projektes auftuende Fragestellungen in Bezug auf eine homogene Partikeldarreichungsform wurden mittels der „Bottom-up“-Partikel bearbeitet. Es konnten verlässliche Konzentrationsreihen für nanoskalige Magnetpartikelsuspensionen erlangt werden, während besonders große und stark magnetische Partikel aufgrund von zu großen gegenseitigen Wechselwirkungen nur in Pulverform verlässlich

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
OberflächeOptimierung und Nachproduktion von Partikeln für Tracer-Tests)			dargereicht und von den Projektpartnern angewandt werden konnten.
<i>AP 3 TP 3-1</i> <i>Identifikation relevanter Branchen und Eintragspfade</i> (Betriebsbegehungen und Datenaufnahme zu Produktionsprozessen, Kartierung von Abwassersystemen und möglichen Emissionsstellen Messkampagnen in Ergänzung zu vorhandener Eigenanalytik (Beprobung von Teilreinigungsschritten oder Hotspots) Definition u. Eingrenzung der Eintragspfade entlang der Wertschöpfungskette (im gesamten Bilanzraum)	TU-AT (EC)	3	Durch eine Vielzahl von Industriekontakten und durch zahlreiche Betriebsbegehungen war es möglich, Produktions- und Logistikprozesse individuell zu erfassen und zu bewerten. Eine Eingrenzung der Eintragspfade wurde durch Quantifizierung von Präventivmaßnahmen an Hotspots und Analytik zu MP (DDK, Raman) in wässrigen Suspensionen erfolgreich durchgeführt. Ein Schwerpunkt der Untersuchungen lag bei Kunststoffherstellern, Weiterverarbeitern und Industriekläranlagen, aber auch Logistikunternehmen konnten zur Zusammenarbeit bewegt werden. Ein umfassendes Bild des Bilanzraums „industrielle MP-Einträge“ wurde in EmiStop generiert.
<i>AP3 TP 3-2</i> <i>Charakterisierung und Quantifizierung der Plastikemissionen</i> (Probenahme bei Firmen; Aufbereitung der Proben und Aufbereitung, Analyse mittels μ -Ramanspektroskopie zur Auswertung von Partikelzahlen, Größen und Kunststoffart, Analyse mittels DDK zur Auswertung von Kunststoffart und -konzentration, Zusammenstellung der Messergebnisse DDK und μ -Raman)	HSRM (TU-AT, TU-AW)	3	Es wurden insgesamt 122 Proben bei 14 Betrieben aus vier Industriebranchen analysiert. Bei einem Großteil wurden parallel Proben für μ -Ramanspektroskopie und DDK genommen. Für beide Analysemethoden konnten die Proben bis auf wenige Ausnahmen erfolgreich aufbereitet und analysiert werden. Die Ergebnisse der μ -Ramanspektroskopie (Partikelzahlen, Größenverteilung und Kunststoffart) und DDK (Kunststoffart und Massenkonzentration) konnten so vergleichend zusammengestellt werden. Es konnte gezeigt werden, dass die Analysemethoden der Spektroskopie und Thermoanalytik komplementär sind. Die MP-Emissionen (Massen- und Partikelkonzentrationen) aus Industriekläranlagen wurden erstmals in großem Umfang erfasst.
<i>AP3 TP 3-3</i> <i>Bewertung der Plastikemissionen</i> (Vergleichende Bilanzierung von Massenströmen anhand untersch. Messverfahren (DIN, Raman, DDK) u. Betriebsdaten Bewertung v.	TU-AT (EC, inter3, HSRM)	2	Die Bewertung von Plastikemissionen war anhand der erhobenen Analysedaten grundlegend möglich. Eine Betrachtung der Analysedaten zeigte jedoch ebenfalls eine eingeschränkte Vergleichbarkeit von Anzahl- und Massenkonzentrationen, sowie eine immer noch

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
zeitlichen Variationen in Abhängigkeit v. Produktionsdaten: min/max-Szenarien der Emissionen, Ermittlung d. Potenzials z. Emissionsreduktion aus min/max-Szenarien u. Eliminationsleistung verfahrenstechn. Komponenten)			stark eingeschränkte Vergleichbarkeit der Analyseergebnisse unterschiedlicher Akteure (akkreditierte Laboratorien, EmiStop, andere Konsortien). Die Bewertung zeitlicher Variationen war aufgrund der geringen Reproduzierbarkeit nasschemischer Standardanalytik und zeitaufwendiger Spezialanalytik kaum möglich. Die Eliminationsleistung unterschiedlicher Verfahren konnte jedoch weitgehend konsistent bewertet werden.
<i>AP 4 TP 4-1</i> <i>Laborversuche zur Auswahl von Abwasserströmen und Verfahrenstechniken</i> (Bewertung der Abscheidemöglichkeiten für einzelne Plastiksorten) Ermittlung sinnvoller Verfahrenstechniken für gegebene Abwasserströme Auswahl der on-line-Messtechnik)	EC (TU-AT, TU-AW)	3	Es wurden >1000 Laborversuche mit synthetisch hergestellten Kunststofflösungen sowie mit Realabwässern durchgeführt. Dabei wurden 17 verschiedene gängige Kunststoffsorten untersucht. Es kamen weiterhin >10 Flockungsmittelkombinationen zum Einsatz. So konnte überprüft werden welche Kunststoffe sich durch die Zugabe von Flockungsmitteln wie gut zurückhalten lassen. Dabei wurden neben den Kunststoffsorten auch weitere Abwassercharakteristika wie Dichte, Partikelgröße, Partikelkonzentration, pH-Wert, Feststoffkonzentration, CSB, TOC, NPOC, Trübung, Leitfähigkeit und weitere Parameter überprüft. Das heißt deren Einfluss auf den Prozess sowie den Einfluss/Rückhalt des Verfahrens auf den Parameter untersucht. Zusammen mit den Ergebnissen aus TP 1-4 viel die Entscheidung den Fokus auf PVC-haltige Realabwässer zu legen. Da keine eindeutige Korrelation zwischen dem Rückhalt von PVC und den gemessenen Parametern außer dem AOX-Gehalt vorlag, wurde keine innovative Onlinemesstechnik die MP nachweist eingesetzt. Klassische Onlinemesstechnik zur Bewertung des Verfahrens (wie pH, Leitfähigkeit, Druck, Durchfluss) kamen zum Einsatz. Onlinemesstechnik zum Nachweis von MP war laut diverser Hersteller zwar verfügbar, aber überstieg die bereitstehenden Investitionskosten um ein Vielfaches. Der Einsatz einer Trübungssonde kann Rückschlüsse auf den Behandlungserfolg geben, wenn das Abwasser im Zulauf trüb ist, aber korreliert wie eingangs erwähnt, nicht mit der PVC-Konzentration.

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
AP 4 TP 4-2 <i>Bilanzierungsversuche im Pilotmaßstab</i> (Bilanzierung verschiedener Verfahrenstechniken) Bewertung des Einsatzes einzelner Verfahren für gegebene Abwasserströme Nachweis der Eignung on-line-Messtechnik im kontinuierlichen Einsatz bzw. Definition von Randbedingungen und Einsatzgrenzen Hinweise und Definition von Kriterien für die konstruktive Verfahrensoptimierung und Prozessoptimierung in TP 5-1 und TP 5-2)	EC (TU-AT, TU-AW)	2	Instandsetzung bzw. Anpassung vorhandener Pilotanlagen. Im Anschluss Pilotversuche mit keramischen Plattenmodulen (UF), keramischen Rohrmodulen (UF), organischem Wickelmodul (NF), einer Sedimentation, Beutelfilter sowie einer Elektroflotation. Diese konnten gemäß der in TP 4-1 erwähnten und evaluierten Parameter bewertet werden. In der Multikriterienanalyse werden diese Verfahren mit anderen nicht getesteten Verfahren, unter Berücksichtigung weitere z.B. sozioökonomischer Aspekte, verglichen. Bezüglich Online-Messtechnik siehe Beitrag in TP 4-2. Der Betrieb der Pilotanlagen gab Optimierungsansätze, die zum Großteil umgesetzt und bewertet wurden. Die Bewertung des MP-Rückhalts erfolgte primär indirekt über die Parameter AOX und AFS.
AP 4 TP 4-3 <i>Evaluierung vorhandener Verfahrenstechnik im großtechn. Maßstab</i> (Durchführung von Messwochen zur Überprüfung der zeitlichen Variation von Partikelemissionen, Einsatz von online-Messtechnik zur Effizienzsteigerung großtechnischer Abscheideleistungen)	TU-AT (EC)	2	Die Evaluierung großtechnischer Reinigungstechnologie wurde an ausgewählten Beispielen erfolgreich durchgeführt. Aufgrund Corona-bedingter Einschränkungen war die Durchführung von Messwochen ebenfalls stark limitiert, so dass Variationen eher in wiederholten Probenahmen an unterschiedlichen Standorten erfasst wurden. Der Einsatz von On-Line-Messtechnik lieferte Hinweise auf Einsatzgebiete, eine abschließende Bewertung der Effizienz war jedoch aufgrund fehlender Datendichte zum Abgleich nur unzureichend möglich.
AP 5 TP 5-1 <i>Konstruktive Verfahrensoptimierung</i> (Optimierte Pilotanlagen zur Abscheidung von Plastikpartikeln) Übertragbarkeit der Optimierungsansätze auf großtechnische Anlagen Beurteilung des Optimierungserfolgs bzw. der Notwendigkeit der Optimierungen)	EC (TU-AT, TU-AW)	2	Die Pilotanlagen wurden den Versuchsanforderungen im Rahmen der Möglichkeiten angepasst. Insbesondere der explizit für EmiStop umgebaute UF-Membranteststand wurde so gestaltet, dass möglichst viele Betriebszustände getestet werden können. In den Anlagen festgestellte, PVC-Abwasser spezifische Probleme waren insbesondere das starke Schäumen sowie die Verblockung durch Feststoffe. Die notwendigen Anpassungen wurden getroffen und können auf Großanlagen übertragen werden. Weitere festgestellte Optimierungspotentiale waren eher

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
			allgemeiner Natur und wurden nur teilweise umgesetzt, würden aber bei zukünftigen Planungen Berücksichtigung finden.
AP 5 TP 5-2 Prozessoptimierung und Vermeidungsstrategien (Dauerversuche zu On-Line-Erfassung von Partikelemissionen und Variationen zur Prozessoptimierung, Anpassung von Prozessbedingungen (Dosieraten, Volumenströmen), zur Minimierung zeitlicher Frachtvariationen, Bewertung von Optimierungsmaßnahmen und Nutzerakzeptanz)	TU-AT (EC)	2	Dauerversuche zur On-Line-Erfassung von Partikelemissionen unterlagen in AP 4 TP 4-3 gezeigten, messtechnischen Einschränkungen. In Zusammenarbeit mit Industriepartnern wurden Optimierungsmaßnahmen an bestehenden Anlagen und Verfahrens-vergleiche zur Absicherung von Investitions-entscheidungen erfolgreich durchgeführt.
AP 6 TP 6-1 Entwicklung Flockungsmittel (Gezielte Flockung von üblichen Plastiksorten Reduktion der spezifischen Einsatzmenge (Dosierung) neuer Flockungsmittel Kostenreduktion)	EC (TU-AT)	3	Es wurden >1000 Laborversuche mit synthetisch hergestellten Kunststoffsuspensionen sowie mit Realabwässern durchgeführt. Dabei wurden 17 verschiedene gängige Kunststoffsorten untersucht (z.B. PE, PP, PA, PVC). Es kamen weiterhin >10 Flockungsmittelkombinationen zum Einsatz. Mit allen Kunststoffen konnten stabile Flocken, die überwiegend mittlere Größen von 1000-5000 µm aufwiesen, für synthetische Kunststoffsuspensionen, erzeugt werden. Die an reinen Kunststoffsuspensionen erprobten Mittel geben einen ersten guten Eindruck der Flockbarkeit eines mit MP belasteten Realabwassers. Diese Kombinationen werden dann weiter optimiert und auf die jeweilige Abwassermatrix angepasst. Bei Erfolg können Abscheideraten >99% erzielt werden. Verfahren wie z.B. die Flotation oder Sedimentation können mit vorangehender Koagulation und Flockung Abscheideraten erzielen, die mit der einer UF vergleichbar sind. Dosieraten und weitere Versuchsbedingungen wurden untersucht und verbessert. Insbesondere die für PVC entwickelten Flockungsmittelkombinationen wurde in die feste Produktpalette mitaufgenommen und werden als Envifloc PVC#1 und #2 vertrieben.

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
AP 6 TP 6-2 <i>Validierung Flockungsmittel mit Tracer-Tests</i> (Flockung von Plastikpartikeln in realen Abwassermatrizes) Quantifizierung des Flockungserfolgs der entwickelten Flockungsmittel Kenntnisse zum Quereinfluss verschiedener Abwasserinhaltsstoffe)	EC (TU-AT, TU-AW)	1	Aufgrund des aufwendigen Herstellungsprozess der Tracerpartikel und der daraus bedingten mengenmäßigen Limitierung sowie basierend auf den Erkenntnissen aus den vielen Laborversuchen (siehe 6.6.1) wurden zuerst Becherglasversuche durchgeführt, um die generelle Flockbarkeit der Tracerpartikel zu bestimmen. Es konnte eine gute Einbindung der Partikel in die Flocken beobachtet werden. Auch hier müssen die Flockungsmittel auf die Wassermatrix abgestimmt werden. Im Anschluss daran erfolgten Flockungsversuche mit magnetisierbaren „Top-down“-Partikel an einer Pilotanlage der EC. In dieser Versuchsreihe wurden abgeschiedene Partikel gravimetrisch bestimmt. Als Tracerpartikel kamen „Top-down“-Partikel aus PE und PET zum Einsatz. Es konnten Rückhalteraten >90% festgestellt werden. Allerdings lagen diese Rückhalteraten unter denen der Pilotversuche mit Realabwässern (ohne Tracerpartikel). Zu vermuten ist, dass ein Teil der Partikel in der Anlage verblieben ist oder nicht über die gravimetrische Messung detektiert werden konnten. Die Versuche fanden mit Kunststoffsuspensionen statt. Der Einfluss der Abwassermatrizes wurde nicht untersucht.
AP 7 TP 7-1 <i>Delphi-Befragung von Industrie und Branchenverbänden, Politik und Wissenschaft</i> (Wahrscheinliches Zukunftsszenario zu industriellen Eintragspfaden in Gewässer, Arten von Plastikemissionen und politisch-rechtlichen Entwicklungen als Handlungs- und Entscheidungsorientierung im Verbund sowie als eigenständiges Produkt; Meinungsbild von Betreibern und Verbänden zur Rückkopplung der konkreten Ausrichtung von Versuchen in den technischen Arbeitspaketen)	inter 3 (TU-AT, TU-AW, EC, HSRM, BS)	3	Die Delphi-Befragung der Industrie und Branchenverbänden, Behörden und Wissenschaft wurde konzipiert, im Verbund und mit Expert:innen abgestimmt, erfolgreich durchgeführt und ausgewertet. In zwei Wellen (1. Welle: n=108 und 2. Welle n=44) wurden (1) systematisch die aktuelle und zukünftige Relevanz von industriellen Mikroplastikemissionen an Industriestandorten, (2) relevante rechtliche und organisatorische Rahmenbedingungen zur Reduktion von industriellen Mikroplastikemissionen und (3) mögliche Maßnahmen, um industrielle Mikroplastikemissionen an Industriestandorten zu reduzieren oder zu stoppen, diskutiert. Das in der Delphi-Befragung erarbeitete Bild wurde im Verbund im Hinblick darauf erörtert, ob und wie sich die in EmiStop entwickelten Optimierungsansätze anpassen sollten oder können. Die Ergebnisse wurden für

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
			Industrievertreter aufbereitet, Ihnen vorgestellt und mit Ihnen diskutiert, in der Webkonferenz dargestellt sowie in einer Veröffentlichung publiziert.
AP 7 TP 7-2 <i>Delphi-Befragung zu Nachhaltigkeitskriterien und Indikatorik</i> (Zuverlässiges Kriterien-Set zur Bewertung von aquatischen Plastikemissions-Optimierungsansätzen und Vermeidungsstrategien mitsamt valider (Mess-) Indikatorik als aussagekräftige Operationalisierung der Kriterien)	inter 3 (TU-AT, TU-AW, EC, HSRM, BS)	3	Die Delphi-Befragung zur Erarbeitung eines gewichteten Kriterien-Sets für die Bewertung von industriellen Handlungsoptionen (Neu- und Ausbaumentscheidungen) zur weitergehenden industriellen Abwasseraufbereitung konnte erfolgreich durchgeführt werden. Die erste Welle der 2. Delphi-Umfrage, konnte mit einem Rücklauf von 16 Experten aus Planungsbüros (13) und Industrievertreter:innen (3) abgeschlossen werden. Da die Rücklaufquote insbesondere bei Industrievertreter:innen zu gering war, wurde die zweite Welle im Rahmen der im Dezember 2020 durchgeführten Webkonferenz als Live-Umfrage durchgeführt. Im Ergebnis konnten für drei Stakeholdergruppen (n=54) die Relevanz von Gewichtungskriterien ermittelt werden, die erkennen lassen, dass ökonomische Aspekte sehr relevant sind und planende Ingenieur:innen diese besonders im Vordergrund sehen. Industrievertreter:innen gaben an, dass die Reinigungsleistung und technische Integrationsfähigkeit besonders wichtig sind und für die Wissenschaft steht die ökologische Effektivität im Vordergrund. Die Ergebnisse wurden bei der Durchführung der Multikriterienanalyse zur Nachhaltigkeitsbewertung der Vermeidungsstrategien verwertet.
AP 7 TP 7-3 <i>Multikriterielle Analyse</i> (Validierung der entwickelten Handlungsoptionen zu Optimierungsansätzen und Vermeidungsstrategien von industriellen Plastik-Emissionen, Argumentationsgrundlagen für Öffentlichkeitsarbeit)	inter 3 (TU-AT, TU-AW, EC, HSRM, BS)	3	Mit Hilfe des gewichteten Kriterien- und Indikatoren-Sets wurden in einer erweiterten ökonomischen Multikriterienanalyse die in EmiStop entwickelten industriellen Handlungsoptionen für die industrielle Abwasseraufbereitung zur Vermeidung von Plastik-Emissionen in den Abwasserpfad untersucht (insgesamt sieben Verfahrenskombinationen mit vier im Konsortium optimierten und drei Referenzverfahren) und anhand eines im

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
			Konsortium abgestimmten repräsentativen Referenzfalls bewertet. Die multikriterielle Analyse und Bewertung ermöglicht einerseits, die Vor- und Nachteile der erarbeiteten Optimierungsansätze und Vermeidungsstrategien für konkrete Anwendungsfälle abzuwiegen und bietet damit eine erste Orientierung bei der Entscheidungsfindung potenzieller Interessenten. Andererseits lassen sich aus der Bewertung auch Einsatzszenarien für konkrete Vermeidungsstrategien ableiten, sodass sie gezielter im Markt platziert werden können und Zielgruppen direkter angesprochen werden können. Die multikriterielle Analyse und Bewertung ist damit eine Rückversicherung nach innen in Bezug auf die Projektarbeit, aber gleichzeitig auch eine von objektiven Kriterien gestützte Erfolgspräsentation für die Kommunikation nach außen.
<i>AP 8 TP 8-1</i> <i>Projektkoordination</i> (Verbundinterne Kommunikation, Projektmanagement und Information der Öffentlichkeit) Schaffung von Projektsichtbarkeit durch Homepage und Informationsflyer Ergebnisverbreitung in EmiStop spezifischen Branchen Schaffung eines gemeinsamen Datenmanagements und einer zuverlässigen Arbeitsplattform)	EC (inter 3, TU-AT, TU-AW, HSRM, BS)	3	Es wurden Projekttreffen und Workshops koordiniert. Für den Datenaustausch wurde erfolgreich die Plattform der TU-Darmstadt „Hessenbox“ eingerichtet. Eine Website wurde erfolgreich konzeptioniert und während der Projektlaufzeit für die Öffentlichkeit aktualisiert. Es wurden Messauftritte koordiniert, Vorträge auf Messen und Veranstaltungen von Fachverbänden gehalten sowie Pressemitteilungen und Fachartikel veröffentlicht. Flyer wurden erstellt und verbreitet. Es wurden an Ringversuchen teilgenommen sowie grundsätzlich am Austausch mit anderen Forschungsprojekten und Partnern gearbeitet.
<i>AP 8 TP 8-1</i> <i>Verbundexternes Management und Kommunikation</i> (Einbezug Industrieunternehmen in den Innovationsprozess und Dialog	inter 3 (EC, TU-AT, TU-AW, HSRM, BS)	3	Mit unterschiedlichen Verbänden und Expert:innen, u.a. von PlasticsEurope Deutschland e.V. (siehe Kap. 5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen) konnte erfolgreich ein enger Austausch über geplante Forschungsarbeiten im Rahmen von EmiStop gepflegt und

Ziel	Partner	ZEG	Begründung
mit Expert:innen relevanter Branchenverbände, Zielgruppen gerichteter Wissenstransfer und Ergebniskommunikation)			Teilergebnisse Vertreter:innen der Kunststoffindustrie vorgestellt werden. Eine Kommunikationsstrategie für (Zwischen-) Ergebnisse von EmiStop mit Zielgruppen und Kernbotschaften sowie entsprechend passgenauen Formaten und Anlässen der Kommunikation wurde konzipiert und im Konsortium abgestimmt. Verschiedene Formate wie Imagefilm, Veröffentlichungen, Messeauftritte etc. siehe TP 8-2, wurden umgesetzt. Ein Verbund-Webkonferenz zu EmiStop wurde konzipiert, organisiert und mit rund 100 Teilnehmer:innen erfolgreich durchgeführt.

9 Veröffentlichungen

9.1 Fachveröffentlichungen

L. Barkmann, H. Bitter, S. Wolff, F. Weber, M. Engelhart, S. Lackner, J. Kerpen, E. Bitter, Industrieller Eintrag von Mikroplastik in die Umwelt. Erst Erkenntnisse aus dem Projekt EmiStop, Korrespondenz Abwasser, Abfall. (67) 2 (2020), S. 112-117

L. Barkmann; M. Engelhart (2020): Industrielle Eintragspfade von Mikroplastik - Zwischenbilanz des Projektes EmiStop. In: Mikroplastik - Herausforderungen und Perspektiven in der Abwasser- und Abfallbehandlung. Darmstadt: Institut IWAR, TU Darmstadt (Schriftenreihe IWAR, 257), S. 46–53.

J. Bertling, C. G. Bannick, L. Barkmann, L. Brinkmann, U. Braun, D. Knoblauch, C. Kraas, L. Mederake, F. Nosić, B. Philipp, I. Sartorius, H. Schritt, U. Stein, K. Wencki, K. Wendt-Potthoff, J. Woidasky, Kunststoffe in der Umwelt – ein Kompendium. (2021). <https://bmbf-plastik.de/de/publikation/kunststoff-der-umwelt-ein-kompendium>

R. Becker, K. Altmann, T. Sommerfeld, U. Braun, Quantification of microplastics in a freshwater suspended organic matter using different thermoanalytical methods – outcome of an interlaboratory comparison, J. Anal. Appl. Pyrolysis. (148) (2020) 104829 . <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jaap.2020.104829>

H. Bitter, S. Lackner, First quantification of semi-crystalline microplastics in industrial wastewaters, Chemosphere. 258 (2020) 127388. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127388>.

H. Bitter, S. Lackner, Fast and easy quantification of semi-crystalline microplastics in exemplary environmental matrices by differential scanning calorimetry (DSC), Chem. Eng. J. (2021) 129941. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.129941>.

E. Bitter, Mikroplastik aus Industrieabwässern vermeiden. Verbundforschungsprojekt EmiStop. Interview zu EmiStop, Magazin Technologieland Hessen (2020). Nr. 5, Seite 25

U. Braun; U. Stein; H. Schritt; K. Altmann; C. G. Bannick; R. Becker; H. Bitter; M. Bochow; G. Dierkes; K. Enders; K. A. Eslahian; D. Fischer; C. Földi; M. Fuchs; G. Gerdt; C. Hagendorf; C. Heller; N. P. Ivleva; M. Jekel; J. Kerpen; F. Klaeger; O. Knoop; M. Labrenz; C. Laforsch; N. Obermaier; S. Pimpke; J. Reiber; S. Richter; M. Ricking; B. Scholz-Böttcher; F. Stock; S. Wagner; K. Wendt-Potthoff; Zumbülte (2020): Statuspapier im Rahmen des Forschungsschwerpunktes Plastik in der Umwelt. Mikroplastik-Analytik Probenahme, Probenaufbereitung und Detektionsverfahren. Online verfügbar unter https://bmbf-plastik.de/sites/default/files/2020-11/Statuspapier_Mikroplastik%20Analytik_Plastik%20in%20der%20Umwelt_2020.pdf

J. Czaplá, W. Raber, Ö. Yildiz, Strategien zur Vermeidung von MP-Emissionen der Kunststoffindustrie, Wasser und Abfall (5). (2021), S. 51-56

E. Gilbert, Joint research project EmiStop – analysis of microplastic in industrial wastewater streams, Water Solutions. (2018), S. 61-63

E. Gilbert, Untersuchung von Mikroplastik in Industrieabwasser, Wasser und Abfall. (5) (2018), S. 57

E. Gilbert, Verbundforschungsprojekt EmiStop gestartet, Wasser und Abfall. (4) (2018), S. 48

E. Gilbert & H.-L. Eckes, Flockungsmittel zur Entfernung von Mikroplastik aus industriellen Abwässern, CIT. (91) 10 (2019), S. 1-5

F. Weber, S. Wolff, J. Kerpen, L. Barkmann, Regenentwässerung eines kunststoffverarbeitenden Industriebetriebs als Quelle für Mikroplastik. In: *Mitteilungen der Fachgruppe Umweltchemie und Ökotoxikologie (GDCh)* 26 (3), S. 90–96. (2020) Online verfügbar unter

https://www.gdch.de/fileadmin/downloads/Netzwerk_und_Strukturen/Fachgruppen/Umweltchemie_Okotoxikologie/mblatt/2020/heft320.pdf.

S. Wolff, F. Weber, J. Kerpen, M. Winklhofer, M. Engelhart, L. Barkmann, Elimination of Microplastics by Downstream Sand Filters in Wastewater Treatment, Water. 13(1) 13 (2021), S.20
<https://doi.org/10.3390/w13010033>

9.2 Vorträge

L. Barkmann, M. Engelhart, Mikroplastikemissionen durch Industriebetriebe: Ansätze zur Identifizierung und Quantifizierung, 7. Industrietage Wassertechnik: Entfernung problematischer Stoffe (2019). Dechema.

L. Barkmann, Industrielle Eintragspfade von Mikroplastik – Zwischenbilanz EmiStop, 91. Darmstädter Seminar: Mikroplastik (2020) Darmstadt.

L. Barkmann, M. Engelhart, Microplastic-Footprint: Vergleich von Schätzungen und Messdaten. (2021) QST5a Workshop, digitale Abschlusskonferenz Plastik in der Umwelt.

L. Barkmann, Microplastic load on sealed surfaces – a methodical approach. (2021) Webkonferenz Microplastics in Soils and Plants. iTN+IOT.

L. Barkmann, Vergleichbarkeit von Massen- und Anzahlanalytik. (2021) 9. PlastikNet-Webinar: Mikroplastik in Kläranlagen: Messung, Ergebnisse, Einordnung, Webinar.

E. Bitter, Verbesserung der Abscheideleistung von Mikroplastik aus industriellen Abwässern durch gezielte Flockung, 7. Industrietage Wassertechnik: Entfernung problematischer Stoffe (2019). Dechema.

E. Bitter, Vermeidung von Mikroplastikemissionen aus industriellem Abwasser, Plastics Economy – Kunststoffe in der Kreislaufwirtschaft, Hessisches Wirtschaftsministerium (2019). Dechema.

E. Bitter, Optimierung industrieller Kläranlagen (2020). VDI-Konferenz: Mikroplastikemissionen industrieller Kläranlagen, Frankenthal.

E. Bitter, M. Engelhart, W. Raber, M. Masch, L. Barkmann, J. Czaplá, S. Wolff, H. Bitter, K. Eslahian, EmiStop – Vermeidung von industriellen Mikroplastik-Emissionen, Webkonferenz. (2020)

E. Bitter, Identifikation industrieller Plastik-Emissionen mittels innovativer Nachweisverfahren und Reduzierung des Umwelteintrags durch Technologieentwicklung, Abschlusskonferenz BMB Forschungsschwerpunkt „Plastik in der Umwelt – Quellen, Senken und Lösungsansätze“. (2021)

H. Bitter, Quantification of semi-crystalline microplastics in industrial wastewaters using different scanning calorimetry (DSC), 11th Micropol & Ecohazard Conference (2019). Seoul, Südkorea.

EnviroChemie, Optimierung industrieller Kläranlagen, Vortrag bei VDI-Seminar mit dazugehörigem Tagungsband. (2018)

E. Gilbert, Vortrag Zwischenkonferenz „Plastik in der Umwelt“, PlastikNet. (2019) Kalkscheune Berlin.

J. Kerpen, Mikroplastik – Herkunft, Verbreitung und Vorkommen in Kläranlagenabläufen, IWAR-Veranstaltungsreihe (Neues aus der Umwelttechnik und Infrastrukturplanung). (2018)

J. Kerpen, Microplastic – Origin and Occurrence in Water and Waste water, Campus des Métiers et des qualifications. (2019) Conference in Evreux.

K. A. Eslahian, Sustainable turbidity controls mimicking oil-in-water emulsions by the use of polymer particles, Partec. (2019) Nürnberg.

S. Lackner, Mikroplastik aus der Industrie, DWA-Session: Mikroplastik im Abwasser – ein Problem? (2020) Kassel.

M, Masch, E. Bitter, DWA-Session: Mikroplastik im Abwasser - ein Problem? Vortragstitel: Mikroplastik in der Industrie und Mikroplastikrückhalt in industriellen Kläranlagen. (2021)

F. Weber: Mikroplastik in Abwasser – Analysemethoden und Befunde. DWA-Seminar: Indirekteinleiter und Abwasserkataster, Webinar (2021)

F.Weber: Mikroplastikbefunde in Industriekläranlagen. 9. PlastikNet-Webinar: Mikroplastik in Kläranlagen: Messung, Ergebnisse, Einordnung, Webinar (2021)

F.Weber: Mikroplastik in industriellen Kläranlagen und Abscheideleistung von Sandfiltration. Plastik in der Umwelt Workshop, Webinar (2021)

9.3 Konferenzen, Ausstellungen, Weitere

Achema, Ausstellung des Messeexponats inkl. Flyer Envirochemie-Elektroflotation. (2018)

Bayerischer Rundfunk, Rundschau, Nennung im Rahmen der IFAT Präsenz (2018). <http://www.emistop.de/EmiStop%20in%20der%20Presse.html>

g1. Darmstädter Seminar: Mikroplastik, Ausstellung des Exponats inkl. Projektvorstellung in Fachausstellung

E. Bitter, C. Hunger, K. Eslahian, J. Kerpen, L. Barkmann, M. Engelhart, M. Masch, S. Wolff, S. Lackner, W. Raber, A. Steglich, Poster über Zwischenstand EmiStop, PlastikNet, Statuskonferenz Plastik in der Umwelt. (2019) Kalkscheune Berlin.

J. Czaplá, W. Raber, S. Mohajeri, Vermeidung von Mikroplastik in Industrieabwässern. Posterbeitrag zur Posterserie „Sozialwissenschaftliche Forschung zu Plastik in der Umwelt“, Statuskonferenz des Forschungsschwerpunktes „Plastik in der Umwelt – Quellen, Senken, Lösungsansätze. (2019) Berlin.

EnviroChemie, Pressemitteilung, EnviroChemie leads new microplastics research project. (2018). <https://www.pharmaceutical-networking.com/envirochemie-leads-new-microplastics-research-project/>

EnviroChemie, Pressemitteilung, Flockungsmittel entfernen Mikroplastik aus Industrieabwasser. (2019). <https://envirochemie.com/de/presse/pressemitteilungen-news/flockungsmittel-entfernen-mikroplastik-aus-industrieabwasser.html>

Hessenschau kompakt, Kampf gegen Flüssigplastik. (2019). <https://www.hessenschau.de/tv-sendung/kampf-gegen-fluessigplastik,video-104370.html>

IFAT, Ausstellung des Messeexponats inkl. Flyer Envirochemie-Elektroflotation. (2018)

J. Kerpen, Mikroplastik-Partikel und Abwasserreinigung, Hessen schafft Wissen. (36) (2020). <https://www.hessen-schafft-wissen.de/artikel/podcast-jutta-kerpen>

M. Masch, E. Bitter, 5 Beiträge zum „Innovationsatlas“ des BMBF-Schwerpunkts „Plastik in der Umwelt“: 1. Druckentspannungsflotation, Elektroflotation, Mehrschichtfilter, Split-o-Mat, Ultrafiltration. (2021) Berlin.

M. Masch, E. Bitter: Mikroplastik aus industriellem Abwasser entfernen. Verfahrensverbesserungen durch Flockungsmittel. Factsheet 5.1 des BMBF-Forschungsschwerpunkts Plastik in der Umwelt. (2021) Berlin

M. Majewski, Whitepaper EnviroChemie. Mikroplastik in unserem Wasser – Vorkommen, Risiken und Elimination. (2018), S. 14. <https://envirochemie.com/de/downloads/whitepapers/>

M. Majewski, Microplastic in Our Water – Occurrence, Risks and Removal. (2018), S. 12.

C. Müller, Entfernung von Spurenstoffen und Mikroplastik aus Industrieabwasser – Ansätze und Praxiserfahrungen. (2018)

Ocean Plastics Lab, Internationale Wanderausstellung zum Thema Plastik in den Ozeanen: Darstellung der Problematik sowie Lösungsansätze in Form von aktiven Forschungsvorhaben aus der Wissenschaft. (2018). <https://oceanplasticslab.net/>

Projektkonsortium, 9 Videos zu einzelnen Inhalten der Webkonferenz bzw. Ergebnissen des Forschungsprojekts. (2020). <https://emistop.de/conferencereview.html>

W. Raber, M. Masch, J. Czaplá, E. Bitter: Bewertung von Verfahren zum Rückhalt von Mikroplastik aus Industrieabwasser: Ein Vergleich anhand unterschiedlicher Kriterien mittels Nutzwertanalyse. Factsheet 5.2 des BMBF-Forschungsschwerpunkts Plastik in der Umwelt. (2021). Berlin

H. Sebert, Poster Masterarbeit. Aushang in HSRM und Hauptgebäude EnviroChemie (2019).

Textile Mission, Teilnahme W. Raber an Fachkonferenz, Textile Mission – Initiative gegen Mikroplastik. (2018) Berlin.

F. Weber, Poster zur MiWa-Abschlusskonferenz, Bestimmung von Mikroplastik-Partikeln in industriellem Abwasser. (2019). https://bmbf-plastik.de/sites/default/files/2019-09/14_Poster1_IUVT_HSRM_Weber.pdf

S. Wolff, Poster zur MiWa-Abschlusskonferenz, Entwicklung eines Analyseverfahrens zur quantitativen und qualitativen Bestimmung von Mikroplastikpartikeln in Abwässern mittels Mikro-Ramanspektroskopie. (2019). https://bmbf-plastik.de/sites/default/files/2019-09/6_Poster2_IUVT_HSRM_Wolff.pdf

World Water Week, Ausstellung des EmiStop Exponats. (2018)

15. BMBF-Forum für Nachhaltigkeit (FONA), Hauptstadtrepräsentanz der Telekom. (2019). Berlin

10 Literaturverzeichnis

- Avrami, Melvin (1939): Kinetics of Phase Change. I General Theory. In: *The Journal of chemical physics* 7 (12), S. 1103–1112. DOI: 10.1063/1.1750380.
- Avrami, Melvin (1940): Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei. In: *The Journal of chemical physics* 8 (2), S. 212–224. DOI: 10.1063/1.1750631.
- Avrami, Melvin (1941): Granulation, Phase Change, and Microstructure Kinetics of Phase Change. III. In: *The Journal of chemical physics* 9 (2), S. 177–184. DOI: 10.1063/1.1750872.
- Barjenbruch, M.; Venghaus, D. (2016): Mikroplastik in der Abwasserentsorgung. In: *KA - Korrespondenz Abwasser, Abfall Betriebsinfo* 2016 (03), S. 2508–2511.
- Batel, Annika; Linti, Frederic; Scherer, Martina; Erdinger, Lothar; Braunbeck, Thomas (2016): Transfer of benzoapyrene from microplastics to *Artemia nauplii* and further to zebrafish via a trophic food web experiment: CYP1A induction and visual tracking of persistent organic pollutants. In: *Environmental toxicology and chemistry* 35 (7), S. 1656–1666. DOI: 10.1002/etc.3361.
- Becker, Roland; Altmann, Korinna; Sommerfeld, Thomas; Braun, Ulrike (2020): Quantification of microplastics in a freshwater suspended organic matter using different thermoanalytical methods – outcome of an interlaboratory comparison. In: *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 148, S. 104829. DOI: 10.1016/j.jaap.2020.104829.
- Bertling, Jürgen; Bertling, Ralf; Hamann, Leandra (2018): Kunststoffe in der Umwelt: Mikro- und Makroplastik. Ursachen, Mengen, Umweltschicksale, Wirkungen, Lösungsansätze, Empfehlungen. DOI: 10.24406/UMSICHT-N-497117.
- Bertling, Ralf (2015): Mikroplastik in der aquatischen Umwelt. In: *wwt wasserwirtschaft wassertechnik* (3), S. 20–23.
- Bessa, Filipa; Barría, Pablo; Neto, João M.; Frias, João P. G. L.; Otero, Vanessa; Sobral, Paula; Marques, J. C. (2018): Occurrence of microplastics in commercial fish from a natural estuarine environment. In: *Marine Pollution Bulletin* 128, S. 575–584. DOI: 10.1016/j.marpolbul.2018.01.044.
- Bitter, Hajo; Lackner, Susanne (2020): First quantification of semi-crystalline microplastics in industrial wastewaters. In: *Chemosphere* 258, S. 127388. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2020.127388.
- Bitter, Hajo; Lackner, Susanne (2021): Fast and easy quantification of semi-crystalline microplastics in exemplary environmental matrices by differential scanning calorimetry (DSC). In: *Chemical Engineering Journal*, S. 129941. DOI: 10.1016/j.cej.2021.129941.
- BLANO (2016): MSRL-Maßnahmenprogramm zum Meeresschutz der deutschen Nord- und Ostsee. Anlage 1 Maßnahmenkennblätter. ericht gemäß § 45h Absatz 1 des Wasserhaushaltsgesetzes, Bund/Länder-Ausschuss Nord- und Ostsee (BLANO).
- BMU; BMBF (2008): Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit. Bundesministerium für Bildung und Forschung: Masterplan Umwelttechnologien. Berlin.
- Boucher, J.; Friot, D. (2017): Primary Microplastics in the Oceans. A Global Evaluation of Sources: IUCN Verlag.
- Boucher, Juilien; Billard, Guillaume; Simeone, Eleonora; Sousa, Joao (2020): The marine plastic footprint: IUCN, International Union for Conservation of Nature.
- Brander, Susanne M.; Renick, Violet C.; Foley, Melissa M.; Steele, Clare; Woo, Mary; Lusher, Amy et al. (2020): Sampling and Quality Assurance and Quality Control: A Guide for Scientists Investigating the Occurrence of Microplastics Across Matrices. In: *Applied spectroscopy* 74 (9), S. 1099–1125. DOI: 10.1177/0003702820945713.

- Brandsma, S. H.; Nijssen, P.; van Velzen, M. J. M.; Leslie, H. A. (2013): Microplastics in river suspended particulate matter and sewage treatment plants. Report R14/02, version 1. Institute for Environmental Studies, VU University Amsterdam. Amsterdam.
- Breuninger, Esther; Bänsch-Baltruschat, Beate; Brennholt, Nicole; Hatzky, Stephanie; Reifferscheid, Georg; Koschorreck, Jan (2016): Plastics in European Freshwater Environments. ISSUE PAPER (Draft). German Environment Agency (UBA); German Federal Institute of Hydrology (BfG). Dessau-Roßlau.
- Commission, European: Organic Contaminants in Sewage Sludge for Agricultural Use.
- Conley, Kenda; Clum, Allan; Deepe, Jestine; Lane, Haven; Beckingham, Barbara (2019): Wastewater treatment plants as a source of microplastics to an urban estuary: Removal efficiencies and loading per capita over one year. In: *Water Research X* 3, S. 100030. DOI: 10.1016/j.wroa.2019.100030.
- Cowger, Win; Booth, Andy M.; Hamilton, Bonnie M.; Thaysen, Clara; Primpke, Sebastian; Munno, Keenan et al. (2020): Reporting Guidelines to Increase the Reproducibility and Comparability of Research on Microplastics. In: *Applied spectroscopy*, 3702820930292. DOI: 10.1177/0003702820930292.
- Cuhls, K. (1998): Technikvorausschau in Japan. Ein Rückblick auf 30 Jahre Delphi-Expertenbefragungen. Heidelberg: Physica Verlag.
- Czapla, J.; Raber, W.; Yildiz, Ö. (2021): Strategien zur Vermeidung von Mikroplastikemissionen der Kunststoffindustrie. In: *Wasser und Abfall* (5), S. 51–56.
- da Costa Araújo, Amanda Pereira; Melo, Nathalie Ferreira Silva de; Oliveira Junior, Admilton Gonçalves de; Rodrigues, Fernando Postalli; Fernandes, Thiago; Andrade Vieira, Julia Emmanuela de et al. (2020): How much are microplastics harmful to the health of amphibians? A study with pristine polyethylene microplastics and *Physalaemus cuvieri*. In: *Journal of hazardous materials* 382, S. 121066. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2019.121066.
- Devriese, Lisa I.; van der Meulen, Myra D.; Maes, Thomas; Bekaert, Karen; Paul-Pont, Ika; Frère, Laura et al. (2015): Microplastic contamination in brown shrimp (*Crangon crangon*, Linnaeus 1758) from coastal waters of the Southern North Sea and Channel area. In: *Marine Pollution Bulletin* 98 (1-2), S. 179–187. DOI: 10.1016/j.marpolbul.2015.06.051.
- Di Lorenzo, M. L.; Silvestre, C. (1999): Non-isothermal crystallization of polymers. In: *Progress in Polymer Science* 24 (6), S. 917–950. DOI: 10.1016/S0079-6700(99)00019-2.
- Diehl, B.W.K.; Mertens, M.; Ockels, W. (1999): Der Einfluß von PVC auf die AOX-Bestimmung - Landesweite Klärschlammuntersuchung in Nordrhein-Westfalen auf PVC, AOX und EOX. In: *Korrespondenz Abwasser* 46 (11), S. 1736–1740.
- Dierich, A.; Hüesker, F.; Ansmann, T.; Gretzschel, O. (2017): Rahmenbedingungen für die Sektorkopplung von Abwasserreinigung und Klärschlammbehandlung mit der Energiewirtschaft. Hemmnisse, Treiber und Chancen. In: *Korrespondenz Abwasser* 58 (87), S. 697–706.
- Dodson, Gabrielle Z.; Shotorban, A. Katrina; Hatcher, Patrick G.; Waggoner, Derek C.; Ghosal, Sutapa; Noffke, Nora (2020): Microplastic fragment and fiber contamination of beach sediments from selected sites in Virginia and North Carolina, USA. In: *Marine Pollution Bulletin* 151, S. 110869. DOI: 10.1016/j.marpolbul.2019.110869.
- Driedger, Alexander G.J.; Dürr, Hans H.; Mitchell, Kristen; van Cappellen, Philippe (2015): Plastic debris in the Laurentian Great Lakes: A review. In: *Journal of Great Lakes Research* 41 (1), S. 9–19. DOI: 10.1016/j.jglr.2014.12.020.
- Edler, D.; Blazejczak, J.; Walz, R.; Ostertag, K.; Eichhammer, W.; Angerer, G.; et al. (2007): Wirtschaftsfaktor Umweltschutz. Vertiefende Analyse zu Umweltschutz und Innovation, Forschungsprojekt im Auftrag des Umweltbundesamtes, FKZ 204 14 107. Umweltbundesamt. Berlin.

- Essel, R.; Engel, L.; Carus, M.; Ahrens, R.H. (2015): Quellen für Mikroplastik mit Relevanz für den Meeresschutz in Deutschland. Hg. v. Umweltbundesamt. Dessau-Roßlau (Texte, 63).
- European Commission (2016): Opinion on Additives used in tobacco products (Opinion 2) Tobacco Additives II. Hg. v. Scientific Committee on Health, Environmental and Emerging Risks (SCHEER). Online verfügbar unter https://ec.europa.eu/health/sites/health/files/scientific_committees/scheer/docs/scheer_o_001.pdf.
- Evans, U. R. (1945): The laws of expanding circles and spheres in relation to the lateral growth of surface films and the grain-size of metals. In: *Trans. Faraday Soc.* 41, S. 365. DOI: 10.1039/TF9454100365.
- Farr, L. (2019): Optimale Managementansätze zur Reduktion von Mikroplastik in industriellen Abwässern in Deutschland. Bachelorarbeit. TU Berlin.
- FCIO (2015): Pakt „Zero Pellet Loss“: Eine Initiative von Bundesminister Andrä Rupprechter gemeinsam mit dem Fachverband der Chemischen Industrie Österreichs. 10-Punkte-Maßnahmenplan. Hg. v. Fachverband der Chemischen Industrie Österreich.
- FCIO (2016): Pakt „zero pellet loss“. Umsetzungsbericht. Hg. v. Fachverband der Chemischen Industrie Österreich. Wien.
- Flynn, J. (1969): Thermal Analysis. R.F. Schwenker, P. Garn (Eds.). In: *ICTA-2 Academic Press*, New York, S. 1119.
- Franco, A. A.; Arellano, J. M.; Albendín, G.; Rodríguez-Barroso, R.; Zahedi, S.; Quiroga, J.M^a; Coello, M^a.D. (2020): Mapping microplastics in Cadiz (Spain): Occurrence of microplastics in municipal and industrial wastewaters. In: *Journal of Water Process Engineering* 38, S. 101596. DOI: 10.1016/j.jwpe.2020.101596.
- Frère, L.; Paul-Pont, I.; Moreau, J.; Soudant, P.; Lambert, C.; Huvet, A.; Rinnert, E. (2016): A semi-automated Raman micro-spectroscopy method for morphological and chemical characterizations of microplastic litter. In: *Marine Pollution Bulletin* 113 (1-2), S. 461–468. DOI: 10.1016/j.marpolbul.2016.10.051.
- Frick, Achim; Stern, Claudia (2013): DSC-Prüfung in der Anwendung. 2., aktualisierte und erweiterte Auflage. München: Hanser.
- Gehrke, I.; Bornemann, C.; Raber, W.; Czapla, J.; Ulbrich, S.; Bitter, E. (2021): Neue Adsorptionsmaterialien und Regenerationsverfahren zur Elimination von Spurenstoffen in kommunalen und industriellen Kläranlagen. ZeroTrace: Schlussbericht. Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung. Berlin.
- Geldermann, J.; Lerche, N. (2014): Leitfaden zur Anwendung von Methoden der multikriteriellen Entscheidungsunterstützung. Methode: PROMETHEE.
- Giese, Anja; Kerpen, Jutta; Weber, Felix; Prediger, Jürgen (2021): A Preliminary Study of Microplastic Abrasion from the Screw Cap System of Reusable Plastic Bottles by Raman Microspectroscopy. In: *ACS EST Water*. DOI: 10.1021/acsestwater.occo238.
- Guo, Fei; Wu, Fengchang; Mu, Yunsong; Hu, Yan; Zhao, Xiaoli; Meng, Wei et al. (2016): Characterization of organic matter of plants from lakes by thermal analysis in a N₂ atmosphere. In: *Sci Rep* 6, S. 22877. DOI: 10.1038/srep22877.
- Häder, M. (1997): Umweltpolitische Instrumente und Institutionenökonomik. Wiesbaden: Deutscher Universitäts-Verlag.
- Häder, M. (2002): Delphi-Befragungen. Ein Arbeitsbuch. Wiesbaden: Westdeutscher Verlag.
- Hanley, N.; Spash, C. (1993): Cost-Benefit Analysis and the Environment. Cheltenham.
- Hein, A.; Lévai, P.; Wencki, K. (2015): Multikriterielle Bewertungsverfahren. Kurzbeschreibung und Defizitanalyse. gwf Wasser Abwasser.

- Hermann, B. G.; Kroeze, C.; Jawjit, W. (2007): Assessing environmental performance by combining life cycle assessment, multi-criteria analysis and environmental performance indicators. In: *Journal of Cleaner Production* 15 (18), S. 1787–1796.
- Hidalgo-Ruz, Valeria; Gutow, Lars; Thompson, Richard C.; Thiel, Martin (2012): Microplastics in the marine environment: a review of the methods used for identification and quantification. In: *Environmental science & technology* 46 (6), S. 3060–3075. DOI: 10.1021/es2031505.
- Holzhey, M.; Tegner, H. (1996): Selbstverpflichtungen. Ein Ausweg aus der umweltpolitischen Sackgasse? In: *Wirtschaftsdienst* 76 (8), S. 425–430.
- Industrievereinigung Kunststoffverpackungen e.V. (2016): IK-Initiative „Null Granulatverlust“: Kunststoffverpackungshersteller engagieren sich für mehr Gewässerschutz.
- Industrievereinigung Kunststoffverpackungen e.V. (2017): Erfolgreiche IK-Initiative „Null Granulat Verlust“: Wirkungsvolle Maßnahmen zum Schutz der Gewässer.
- Jekel, Martin; Dittmar, Stefan; Ruhl, Aki Sebastian; Anger, Philipp; Bannick, Claus Gerhard; Barthel, Anne-Kathrin et al. (2020): Mikroplastik im Wasserkreislauf: Probenahme, Probenaufbereitung, Analytik, Vorkommen und Bewertung (MiWa). Abschlussbericht.
- Keudel, M.; Oelmann, M. (2005): Zertifikathandel im Gewässerschutz: Ansätze in den USA und ihre Übertragbarkeit auf die EU. In: *Zeitschrift für angewandte Umweltforschung* 17 (2), S. 208–222.
- Kirstein, Inga V.; Hensel, Fides; Gomiero, Alessio; Iordachescu, Lucian; Vianello, Alvise; Wittgren, Hans B.; Vollertsen, Jes (2021): Drinking plastics? – Quantification and qualification of microplastics in drinking water distribution systems by μ FTIR and Py-GCMS. In: *Water research* 188, S. 116519. DOI: 10.1016/j.watres.2020.116519.
- Kröger, M.; Rückert-John, J. S. (2012): Wissensintegration im nachhaltigen Landmanagement, Inter- und transdisziplinäre Problembeschreibung im Projektverbund ELaN. Discussion Paper basierend auf Forschungsarbeiten im Verbundvorhaben ELaN – Entwicklung eines integrierten Landmanagements durch nachhaltige Wasser- und Stoffnutzung in Nordostdeutschland.
- Lassen, Carsten; Foss Hansen, Steffen; Magnusson, Kerstin; Norén, Fredrik; Bloch Hartmann, Nanna Isabella; Jensen, Pernille Rehne et al. (2015): Microplastics. Occurrence, effects and sources of releases to the environment in Denmark. Hg. v. Ministry of Environment and Food of Denmark Environmental Protection Agency. Copenhagen (Environmental project No. 1793, 2015). Online verfügbar unter <http://www2.mst.dk/Udgiv/publications/2015/10/978-87-93352-80-3.pdf>, zuletzt geprüft am 04.12.2015.
- Lechner, Aaron; Keckeis, H.; Lumesberger-Loisl, F.; Zens, B.; Krusch, R.; Tritthar et al. (2014): The Danube so colourful A potpourri of plastic litter outnumbers fish larvae in Europe’s second largest river. A potpourri of plastic litter outnumbers fish larvae in Europe’s second largest river. In: *Environmental Pollution* (188), S. 177–181.
- Lechner, Aaron; Ramler, David (2015): The discharge of certain amounts of industrial microplastic from a production plant into the River Danube is permitted by the Austrian legislation. In: *Environmental pollution (Barking, Essex : 1987)* 200, S. 159–160. DOI: 10.1016/j.envpol.2015.02.019.
- Lenz, Robin; Enders, Kristina; Stedmon, Colin A.; Mackenzie, David M. A.; Nielsen, Torkel Gissel (2015): A critical assessment of visual identification of marine microplastic using Raman spectroscopy for analysis improvement. In: *Marine Pollution Bulletin* 100 (1), S. 82–91. DOI: 10.1016/j.marpolbul.2015.09.026.
- Leslie, H. A.; Brandsma, S. H.; van Velzen, M. J. M.; Vethaak, A. D. (2017): Microplastics en route: Field measurements in the Dutch river delta and Amsterdam canals, wastewater treatment plants, North Sea sediments and biota. In: *Environment international* 101, S. 133–142. DOI: 10.1016/j.envint.2017.01.018.

LfU (2014): Abwassereinleitungen aus Industrie und Gewerbe. Merkblatt 4.5/1. Bayerisches Landesamt für Umwelt (LfU). Augsburg.

Li, Jiana; Green, Christopher; Reynolds, Alan; Shi, Huahong; Rotchell, Jeanette M. (2018): Microplastics in mussels sampled from coastal waters and supermarkets in the United Kingdom. In: *Environmental pollution (Barking, Essex: 1987)* 241, S. 35–44. DOI: 10.1016/j.envpol.2018.05.038.

Long, Zouxia; Pan, Zhong; Wang, Wenling; Ren, Jianye; Yu, Xingguang; Lin, Liangyu et al. (2019): Microplastic abundance, characteristics, and removal in wastewater treatment plants in a coastal city of China. In: *Water research* 155, S. 255–265. DOI: 10.1016/j.watres.2019.02.028.

Lorenz, Claudia; Roscher, Lisa; Meyer, Melanie S.; Hildebrandt, Lars; Prume, Julia; Löder, Martin G. J. et al. (2019): Spatial distribution of microplastics in sediments and surface waters of the southern North Sea. In: *Environmental pollution (Barking, Essex: 1987)* 252 (Pt B), S. 1719–1729. DOI: 10.1016/j.envpol.2019.06.093.

Lusher, Amy L.; Munno, Keenan; Hermabessiere, Ludovic; Carr, Steve (2020): Isolation and Extraction of Microplastics from Environmental Samples: An Evaluation of Practical Approaches and Recommendations for Further Harmonization. In: *Applied spectroscopy* 74 (9), S. 1049–1065. DOI: 10.1177/0003702820938993.

Mani, Thomas; Hauk, Armin; Walter, Ulrich; Burkhardt-Holm, Patricia (2015): Microplastics profile along the Rhine River. In: *Sci. Rep.* 5, S. 17988. DOI: 10.1038/srep17988.

Mato, Y.; Isobe, T.; Takada, H.; Kanehiro, H.; Ohtake, C.; Kaminuma, T. (2001): Plastic resin pellets as a transport medium for toxic chemicals in the marine environment. In: *Environ. Sci. Technol.* 35 (2), S. 318–324. DOI: 10.1021/es0010498.

Mertens, M. (1996): Hohe AOX-Werte durch PVC. PVC-Analytik in Klärschlamm und Abwasser/High AOX values by PVC. Analysis of PVC in sludge and waste water. Online verfügbar unter <https://hds.hebis.de/ulbda/EBSCO/Record?id=edstem.TEMAM96101563655|edstem>, zuletzt geprüft am 10.12.2019.

Miklos, David; Obermaier, Nathan; Jekel, Martin (2016): Mikroplastik: Entwicklung eines Umweltbewertungskonzepts. Erste Überlegungen zur Relevanz von synthetischen Polymeren in der Umwelt. Masterarbeit. Technische Universität Berlin, Berlin. Umweltbundesamt, zuletzt geprüft am 21.06.2016.

Mintenig, S. M.; Int-Veen, I.; Loder, M. G. J.; Primpke, S.; Gerdt, G. (2017): Identification of microplastic in effluents of waste water treatment plants using focal plane array-based micro-Fourier-transform infrared imaging. In: *Water research* 108, S. 365–372. DOI: 10.1016/j.watres.2016.11.015.

Mintenig, S. M.; Kooi, M.; Erich, M. W.; Primpke, S.; Redondo-Hasselerharm, P. E.; Dekker, S. C. et al. (2020): A systems approach to understand microplastic occurrence and variability in Dutch riverine surface waters. In: *Water research* 176, S. 115723. DOI: 10.1016/j.watres.2020.115723.

Mintenig, Svenja; Int-Veen, Ivo; Löder, Martin; Gerdt, Gunnar (2014): Mikroplastik in ausgewählten Kläranlagen des Oldenburgisch- Ostfriesischen Wasserverbandes (OOWV) in Niedersachsen. Probenanalyse mittels Mikro-FTIR Spektroskopie. Alfred-Wegener-Institut, Helmholtz-Zentrum für Polar- und Meeresforschung (AWI), Biologische Anstalt Helgoland. Helgoland.

Mohajeri, S.; Nuñez; Vogt, T. von; Schön, S.; Wendt-Schwarzburg, H. (2008): Zukunftsfähige Infrastrukturangebote für schrumpfende Regionen. Endbericht. Berlin.

Montecinos, S.; Tognana, S.; Pereyra, M.; Silva, L.; Tomba, J. Pablo (2020): Study of a stream in Argentina with a high concentration of microplastics: Preliminary analysis of the methodology. In: *Science of The Total Environment*, S. 143390. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2020.143390.

- Murphy, Fionn; Ewins, Ciaran; Carbonnier, Frederic; Quinn, Brian (2016): Wastewater Treatment Works (WwTW) as a Source of Microplastics in the Aquatic Environment. In: *Environmental science & technology* 50 (11), S. 5800–5808. DOI: 10.1021/acs.est.5b05416.
- Nessi, S.; Sinkko, T.; Bulgheroni, C.; Garcia-Gutierrez, P.; Giuntoli, J.; Konti, A. et al. (2020): Comparative Life Cycle Assessment (LCA) of Alternative Feedstock for Plastics Production. raft report for stakeholder consultation - Part 1 - Final method for LCA of plastic articles. Hg. v. European Commission (JRC Technical Reports).
- Nyga, I.; Lück, A.; Raber, W.; Hillenbrand, T.; Zimmermann, M.; Eller, M. et al. (2018): Rahmenkonzepte zur integrierten Bewertung siedlungswasserwirtschaftlicher Systeme. In: *GWF Wasser Abwasser*, S. 71–80.
- Oßmann, Barbara E.; Sarau, George; Holtmannspötter, Heinrich; Pischetsrieder, Monika; Christiansen, Silke H.; Dicke, Wilhelm (2018): Small-sized microplastics and pigmented particles in bottled mineral water. In: *Water research* 141, S. 307–316. DOI: 10.1016/j.watres.2018.05.027.
- Ozawa, T. (1971): Kinetics of non-isothermal crystallization. In: *Polymer* 12 (3), S. 150–158. DOI: 10.1016/0032-3861(71)90041-3.
- Peano, Laura; Kounina, Anna; Magaud, Violaine; Chalumeau, Sophie; Zgola, Melissa; Boucher, Julien (2020): Plastic Leak Project. Methodological Guidelines. Hg. v. Quantis und EA.
- Pivokonsky, Martin; Cermakova, Lenka; Novotna, Katerina; Peer, Petra; Cajthaml, Tomas; Janda, Vaclav (2018): Occurrence of microplastics in raw and treated drinking water. In: *The Science of the total environment* 643, S. 1644–1651. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2018.08.102.
- Pivokonský, Martin; Pivokonská, Lenka; Novotná, Kateřina; Čermáková, Lenka; Klimtová, Martina (2020): Occurrence and fate of microplastics at two different drinking water treatment plants within a river catchment. In: *The Science of the total environment* 741, S. 140236. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2020.140236.
- PlascticsEurope: Plasctics - the Facts 2020, zuletzt geprüft am 15.06.2021.
- Plastics Europe (2017): Die Kunststoff-Wertschöpfungskette. Online verfügbar unter <http://www.plasticseurope.de/kunststoffindustrie/wertschopfungskette.aspx>.
- Primpke, Sebastian; Christiansen, Silke H.; Cowger, Win; Frond, Hannah de; Deshpande, Ashok; Fischer, Marten et al. (2020): EXPRESS: Critical Assessment of Analytical Methods for the Harmonized and Cost Efficient Analysis of Microplastics. In: *Applied spectroscopy*, 3702820921465. DOI: 10.1177/0003702820921465.
- Raber, W.; Masch, M.; Czapla, J.; Bitter E. (2021): Bewertung von Verfahren zum Rückhalt von Mikroplastik aus Industrieabwasser. Ein Vergleich anhand unterschiedlicher Kriterien mittels Nutzwertanalyse. actsheet 5.2 des BMBF-Forschungsschwerpunkts Plastik in der Umwelt.
- Raber, W.; Nuñez, T. (2018): Spurenstoffe in der deutschen Wasserwirtschaft. In: *gwf Wasser* (10), S. 23–29.
- Raber, W.; Yildiz, Ö. (2021): Was tun gegen Mikroplastik im Abwasser? Experten fordern Maßnahmenmix zur Vermeidung des Mikroplastikeintrags durch industrielle Abwässer. CHEManager (9). Online verfügbar unter <https://www.chemanager-online.com/news/was-tun-gegen-mikroplastik-im-abwasser>.
- Redford, David P.; Trulli, Heather K.; Trulli, Wayne R. (1997): Sources of Plastic Pellets in the Aquatic Environment. In: James M. Coe und Rogers, Donald, B. (Hg.): *Marine Debris: Sources, Impacts, and Solutions*. New York, NY: Springer New York, S. 335–343.
- Rip, A.; Schot, J. W. (2002): Identifying loci for influencing the dynamics of technological development. In: K. H. Sorensen und R. Williams (Hg.): *Shaping Technology, Guiding Policy. Concepts, Spaces and Tools*. Cheltenham.

- Saaty, T. L. (1990): Multicriteria decision making. The analytic hierarchy process, Planning, priority setting, resource allocation. 2. Aufl. Pittsburgh.
- Sartorios, C. (2007): Zukunftsmarkt Dezentrale Wasseraufbereitung und Regenwassermanagement. In: Umweltbundesamt und Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit (Hg.): Umwelt, Innovation, Beschäftigung. Berlin, Dessau (11).
- Scholz, R.; Tietje, O. (2002): Embedded Case Study Methods. Integrating quantitative and qualitative Knowledge. Thousand Oaks (California): Sage Publications.
- Schön, S.; Kruse, S.; Meister, M.; Nölting, B.; Ohlhorst, D. (2007): Handbuch Konstellationsanalyse. Ein interdisziplinäres Brückenkonzept für die Nachhaltigkeits-, Technik-, und Innovationsforschung. München.
- Schönlau, Christine; Karlsson, Therese M.; Rotander, Anna; Nilsson, Helena; Engwall, Magnus; van Bavel, Bert; Kärrman, Anna (2020): Microplastics in sea-surface waters surrounding Sweden sampled by manta trawl and in-situ pump. In: *Marine Pollution Bulletin* 153, S. 111019. DOI: 10.1016/j.marpolbul.2020.111019.
- Schophaus, M.; Dienel, H-L; Braun, C.-F. von (2004): Brücken statt Einbahnstraßen. Lösungsorientiertes Kooperationsmanagement für die interdisziplinäre Forschung. : Wissensmanagement 2 (3-4), S. 16-25.
- Schymanski, Darena; Goldbeck, Christophe; Humpf, Hans-Ulrich; Fürst, Peter (2018): Analysis of microplastics in water by micro-Raman spectroscopy. Release of plastic particles from different packaging into mineral water. In: *Water research* 129 (2), S. 154–162. DOI: 10.1016/j.watres.2017.11.011.
- Söllner, F. (2002): Die Selbstverpflichtung als umweltpolitisches Instrument. In: *Wirtschaftsdienst* 82 (8), S. 478–485.
- Spectral Service GmbH Laboratorium für Auftragsanalytik (1997): DBU - PVC-Analytik im Klärschlamm - Möglichkeit zur Reduzierung des AOX-Eintrags und der Kostenreduzierung bei der Klärschlamm Entsorgung | Projektdatenbank. Köln. Online verfügbar unter https://www.dbu.de/projekt_10960/01_db_2848.html, zuletzt geprüft am 10.12.2019.
- Teuten, Emma L.; Saquing, Jovita M.; Knappe, Detlef R. U.; Barlaz, Morton A.; Jonsson, Susanne; Björn, Annika et al. (2009): Transport and release of chemicals from plastics to the environment and to wildlife. In: *Philosophical transactions of the Royal Society of London. Series B, Biological sciences* 364 (1526), S. 2027–2045. DOI: 10.1098/rstb.2008.0284.
- Tevfik, F. (1996): Cost-benefit analysis: Theory and application. Michigan: Sage Publications.
- UBA (2016): Die Umsetzung der IE-RL und BVT-Schlussfolgerungen in Deutschland. Umwelt Bundesamt. Online verfügbar unter <https://www.umweltbundesamt.de/themen/wirtschaft-konsum/beste-verfuegbare-techniken/die-umsetzung-der-ie-rl-bvt-schlussfolgerungen-in->, zuletzt geprüft am 29.11.2017.
- VCI (2016): Responsible-Care-Bericht 2016. Report. Verband der Chemischen Industrie e.V.
- VCI (2021): Chemieparks in Deutschland. Online verfügbar unter <https://www.vci.de/ergaenzende-downloads/210630-chemieparks-in-deutschland-deutsche-fassung.pptx>, zuletzt aktualisiert am 01.12.2021, zuletzt geprüft am 01.12.2021.
- Verband der Chemischen Industrie e.V. (2013): Kunststoffherzeuger wollen Granulat-Verluste minimieren. Online verfügbar unter <https://www.vci.de/nachhaltigkeit/responsiblecare/rc-in-der-praxis/kunststoffherzeuger-wollen-granulat-verluste-minimieren-projekt-nullpelletverlust.jsp>, zuletzt geprüft am 24.11.2017.

- Vianello, A.; Boldrin, A.; Guerriero, P.; Moschino, V.; Rella, R.; Sturaro, A.; Da Ros, L. (2013): Microplastic particles in sediments of Lagoon of Venice, Italy. First observations on occurrence, spatial patterns and identification. In: *Estuarine, Coastal and Shelf Science* 130, S. 54–61. DOI: 10.1016/j.ecss.2013.03.022.
- Wagner, Martin; Scherer, Christian; Alvarez-Munoz, Diana; Brennholt, Nicole; Bourrain, Xavier; Buchinger, Sebastian et al. (2014): Microplastics in freshwater ecosystems: What we know and what we need to know. In: *Environmental Sciences Europe : ESEU* 26 (12). DOI: 10.1186/s12302-014-0012-7.
- Wang, Fang; Wang, Bin; Duan, Lei; Zhang, Yizhe; Zhou, Yitong; Sui, Qian et al. (2020): Occurrence and distribution of microplastics in domestic, industrial, agricultural and aquacultural wastewater sources: A case study in Changzhou, China. In: *Water research* 182, S. 115956. DOI: 10.1016/j.watres.2020.115956.
- Weber, Felix; Kerpen, Jutta; Wolff, Sebastian; Langer, René; Eschweiler, Vanessa (2021): Investigation of microplastics contamination in drinking water of a German city. In: *The Science of the total environment* 755 (Pt 2), S. 143421. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2020.143421.
- Weinberg, Michael C.; Birnie, Dunbar P.; Shneidman, Vitaly A. (1997): Crystallization kinetics and the JMAK equation. In: *Journal of Non-Crystalline Solids* 219, S. 89–99. DOI: 10.1016/S0022-3093(97)00261-5.
- Wolff, Sebastian; Kerpen, Jutta; Prediger, Jürgen; Barkmann, Luisa; Müller, Lisa (2019): Determination of the microplastics emission in the effluent of a municipal waste water treatment plant using Raman microspectroscopy. In: *Water Research X* 2, S. 100014. DOI: 10.1016/j.wroa.2018.100014.
- Wolff, Sebastian; Weber, Felix; Kerpen, Jutta; Winklhofer, Miriam; Engelhart, Markus; Barkmann, Luisa (2020): Elimination of Microplastics by Downstream Sand Filters in Wastewater Treatment. In: *Water* 13 (1), S. 33. DOI: 10.3390/w13010033.
- Xu, Qiujin; Xing, Ronglian; Sun, Mingdong; Gao, Yiyao; An, Lihui (2020): Microplastics in sediments from an interconnected river-estuary region. In: *The Science of the total environment* 729, S. 139025. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2020.139025.
- Zbyszewski, Maciej; Corcoran, Patricia L. (2011): Distribution and Degradation of Fresh Water Plastic Particles Along the Beaches of Lake Huron, Canada. In: *Water Air Soil Pollut* 220 (1-4), S. 365–372. DOI: 10.1007/s11270-011-0760-6.
- Zhou, Guanyu; Wang, Qingguo; Zhang, Jing; Li, Qiansong; Wang, Yunqi; Wang, Meijing; Huang, Xue (2020): Distribution and characteristics of microplastics in urban waters of seven cities in the Tuojiang River basin, China. In: *Environmental research* 189, S. 109893. DOI: 10.1016/j.envres.2020.109893.
- Zimmermann, H. J.; Gutsche, I. (1991): Multi-Criteria Analyse. Einführung in die Theorie der Entscheidungen bei Mehrfachzielsetzungen. Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo.