

4 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wird ein umfassender Vergleich zur Messung von MP in Wasser angestellt. Hierfür werden Messungen mittels etabliertem ATR mit einer Neuentwicklung auf Basis von EIS+ML verglichen. Für den Vergleich wurde eine möglichst anwendungsnahe Probenzusammensetzung erstellt, welche aus PP, PE, PS, PA, NS und HM bestand und für die Messungen mittels EIS+ML in Flusswasser schwammen. Um die Grenzen der Neuentwicklung auszutesten, wurden damit drei weitere Materialien gemessen, welche nicht mittels ATR gemessen werden durften: Aluminium, Sand und Glas. Alle Proben wurden über eine Dauer von acht Wochen mit einem Biofilm versehen.

Für die sechs Vergleichsmaterialien wurden pro Material fünf Chargen mit jeweils zehn Partikeln verwendet. Bei Verwendung von EIS+ML wurden die Partikel chargenweise gemessen, jede Charge fünf Mal. Spätestens 24 Stunden später wurden dieselben Partikel eines nach dem anderen mittels ATR vermessen, umgedreht und nochmals vermessen. Die anderen Materialien wurden nur mittels EIS+ML vermessen.

Die Messungen des ATR wurden ausgewertet, indem die aufgenommenen Spektren mit denen einer für diese Arbeit angelegten Datenbank abgeglichen und die erkannten Materialien in einer separaten Tabelle zusammengetragen wurden. Nach der Aufnahme der Impedanzen mittels EIS wurden diese so verarbeitet, dass aus den Abschnitten ohne Störungen und im Temperaturbereich von 24,9 °C bis 25,3 °C die Peaks extrahiert werden konnten.

Aus den vorliegenden Peaks wurden Merkmale extrahiert, mit welchen die drei ausgewählten ML (SVM, NN, RF) trainiert, getestet und validiert wurden. Aufgrund der Schwierigkeiten, Polymere und mineralische Stoffe zu unterscheiden, wurden die Merkmale und HP unter intensiver Betrachtung optimiert und weitere Ursachen für diese Herausforderung untersucht. Mit diesen Optimierungen konnte bei der Klassifikation der Instanzen in die neun Materialien eine Verbesserung von 5,0 %P festgestellt werden.

Der Vergleich der Systeme wurde unter den Gesichtspunkten der Kosten, der möglichen Fehlerquellen und der Ergebnisse angestellt. Messungen in externen Laboren kosten circa 1.000 €. Eine Anschaffung eines ATR, beispielsweise des Bruker Alpha II, kostet 30.000 €, wobei pro Messung 250 € bis über 300 € reine Personalkosten hinzukommen. Für den Betrag, den das System EIS+ML für dauerhafte Messungen voraussichtlich kosten wird, könnten nur zwei bis vier Messungen mit herkömmlichen Methoden durchgeführt werden.

Als potenzielle Fehlerquelle bei Messungen am ATR ist insbesondere der menschliche Faktor zu nennen. In vielen Anwendungen ist eine manuelle Vorsortierung der Proben erforderlich, bei der eine Fehlklassifikationsrate von 20 % auftreten kann. Bei der Messung der vorsortierten Partikel sind acht von 284 Partikel verloren gegangen, wodurch sich eine *WR* von 97,2 % ergibt. Die Aufnahme der Spektren kann durch Verunreinigungen der Oberfläche beeinträchtigt werden. Zuletzt kann ein Übertragungsfehler des gefundenen Materials aus

OPUS in die separate Liste entstehen. Die Fehlerquellen des Systems EIS+ML sind weniger menschlicher Natur, da das System unter weiterer Entwicklung vollständig automatisiert messen kann. Veränderungen der Umgebungsparameter, wie Temperatur oder elektrische Leitfähigkeit des Fluids, können die Funktionsweise erschweren. Einige der aktuellen möglichen Fehlerquellen werden durch weitere Optimierung eliminiert, indem zum Beispiel bereits andere Pumpen verwendet werden, der Prototyp robuster gegen Erschütterungen gebaut wird oder der Zufluss zum Sensor verändert wird, sodass die Partikel einzeln durch den Sensor fließen.

Werden die Ergebnisse der beiden Systeme verglichen, können die *WR* der Vorsortierung, *WR* bei den Messungen und die *GG* betrachtet werden. Im Gegensatz zum System EIS+ML erfordern Messungen mittels ATR eine Vorsortierung der Proben. Die *WR* der ATR-Messungen lag bei 97,2 % und wurde durch Partikelverluste beim Überführen mit der Pinzette beziehungsweise beim Befestigen auf dem Kristall begrenzt. Bei den Messungen mittels EIS+ML kann es passieren, dass nicht alle Peaks erkannt werden, weshalb sich hier eine *WR* von 98,3 % ergibt. Wird bei den sechs Materialien betrachtet, ob es sich um MP oder nicht handelt, ordnet das ATR 100 % der Partikel richtig zu, bei EIS+ML sind es 99,7 %. Werden die sechs Materialien separat betrachtet, erreicht das ATR 99,6 %, da hier einmal NS und HM vertauscht wurden, EIS+ML hingegen nur 65,4 %. Dies liegt daran, dass die Polymere untereinander sehr ähnliche Materialeigenschaften und damit sehr ähnliche elektrische Impedanzen aufweisen. Da bei EIS+ML ebenfalls Aluminium, Sand und Glas gemessen werden können, kann die *GG* für die Unterscheidung in die vier Materialklassen Plastik, biologisch, metallisch und mineralisch als 91,3 % angegeben werden. Zu beachten ist bei der *GG*, dass diese noch mit den jeweiligen *WR* multipliziert werden muss, je nach Anwendung mit 80 % für die manuelle Vorsortierung. So ergibt sich, dass sich bei der Klassifikation Plastik/Biologisch ohne Vorsortierung die Methoden nicht signifikant unterscheiden. Mit Vorsortierung ist die Methode EIS+ML signifikant besser. Bei der Klassifikation in die sechs Materialien ist das ATR signifikant besser.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das ATR bei der Unterscheidung auf alle sechs Materialien besser abschneidet. Dies wird jedoch durch hohe Kosten, durch die hohe Messzeit, Wartezeiten auf Kapazitäten des Labors und Abhängigkeiten des Ergebnisses vom messenden Personal bezahlt. Ist es nur von Interesse, welche Materialklasse oder ob MP vorliegt oder nicht, hat die Methode mittels EIS+ML klare Vorteile wie eine kontinuierliche Messung, Erhalt der Ergebnisse in Echtzeit, Unabhängigkeit der Ergebnisse vom Personal, keine Notwendigkeit der Vorsortierung und ein weiteres großes Entwicklungspotenzial.

Für eine Anwendung des Systems EIS+ML zur Untersuchung von Gewässern sind weitere Optimierungsschritte notwendig. Die verwendeten Partikel lagen alle im gleichen Größenbereich vor, weshalb zukünftig getestet werden sollte, wie gut das System funktioniert, wenn verschieden große Partikel vorliegen. Insbesondere kleinere Partikel, welche im niedrigen μm -

bis nm-Bereich liegen, sollen perspektivisch durch die Anpassung des Sensors untersucht werden. In diesem Falle muss der allgemeine Vergleich der Systeme neu angestellt werden, da bei Partikeln $< 500 \mu\text{m}$ nicht mehr das ATR, sondern ein FTIR oder Raman zum Einsatz kommt. Es ist davon auszugehen, dass Messungen mittels FTIR im Vergleich zum ATR höhere Kosten, mehr Vorbereitung und längere Wartezeiten mit sich bringen [13]. Zudem müssen Veränderungen in den Rahmenbedingungen, wie Temperatur oder elektrische Leitfähigkeit von verschiedenen Fluiden untersucht werden.

Abschließend lässt sich sagen, dass eine Messung mittels ATR einen klaren Vorteil bei der Einordnung der Partikel in die einzelnen Materialien hat, dafür jedoch viel kostet, lange dauert und menschliche Fehler das Ergebnis verschlechtern. Die Messmethode mittels EIS+ML zeigte in dieser Anwendung klare Vorteile gegenüber dem Stand der Technik. Für eine weiterführende Anwendung von EIS+ML zur Untersuchung von Umweltproben bedarf es zukünftig kontinuierlicher Weiterentwicklung.