



Analyse von Mikroplastik in Lebensmitteln und Verpackungen;  
IGF-Vorhaben 298 EBG „**microplastic@food**“  
und geplantes Folgeprojekt „**MICROPLEXFOOD**“

Dr. Elisabeth Pinter  
OFI - österreichisches Forschungsinstitut für Chemie und Technik



UNIVERSITÄT  
BAYREUTH



OFI: unabhängiges Forschungsinstitut -> Schwerpunkt auf Materialanalytik und Bautechnik

## Internationale Projekte (ein Auszug)

**Projekte:** XENOhormone, Migratox  
Sicherheitsbewertung von Virgin-Kunststoffmaterialien hinsichtlich endokriner Aktivität und direkt-DNA reaktiven Mutagenen

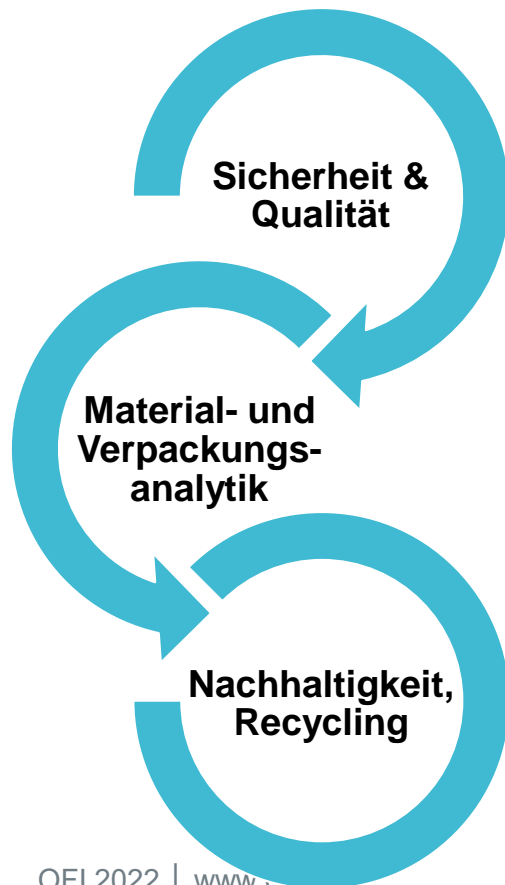
**Projekt:** **microplastic@food**  
Material Analyse mittels FTIR-Imaging mit Fokus auf Mikroplastikkontaminationen

**Projekte:** **PolyCycle, SafeCycle**  
Analyse von rezyklierten Materialien durch die Kombination von chemischer Analyse gemeinsam mit *in vitro* Bioassays



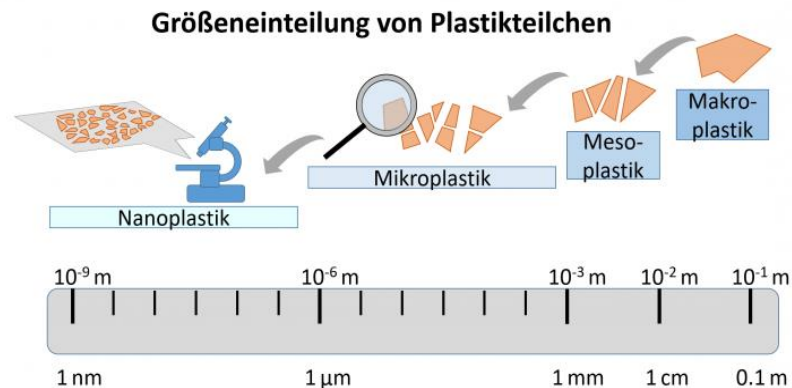
<https://www.ofi.at/>

**Vortrag um 11:00 Uhr:**  
Entwicklung einer Teststrategie zur umfassenden Sicherheitsbewertung von Kunststoffrezyklaten; IGF-Vorhaben 258 EN „PolyCycle“ und Nachfolgeprojekt SafeCycle



# Definition und Beschaffenheit Mikroplastik

- 1  $\mu\text{m}$  - 5 mm = Mikroplastik
- < 1  $\mu\text{m}$  = Nanoplastik
- Primäres MP: Als solches produziert (z.B. Peel-Kügelchen, Farben, Dünger)
- Sekundäres MP: Via physikalischer, biologischer, chemischer Degradation größerer Kunststoffeinheiten entstanden



OFI: Größenvergleich  
DNS    Virus    Menschliches Haar    Golfball  
© Andreas Mattern/UFZ

- Beschaffenheit:
  - Heterogen, je nach Ursprung sphärisch, unregelmäßig, faserförmig;
  - Alle Kunststoffarten vertreten (PE, PP, PET, PVC, Gummi,...)

## Quellen und Mengen an Mikroplastik

Zahlen für Deutschland

■ Jährliche Menge an Mikroplastik in Gramm pro Kopf

Reifen	1.228,5
Abfallentsorgung	302,8
Asphalt	228
Kunststoffgranulat	182
Sport- und Spielplätze	131,8
Baustellen	117,1
Schuhsohlen	109
<b>Kunststoffverpackungen</b>	<b>99,1</b>
Fahrbahnmarkierungen	91
Textilwäsche	76,8

Grafik: Forschung & Lehre • Quelle: Fraunhofer • Daten herunterladen • Erstellt mit Datawrapper

Quelle: <https://www.forschung-und-lehre.de>, Nach einer Statistik des Fraunhofer-Institutes

– In unterschiedlichsten Lebensmitteln wurden Mikroplastikpartikel nachgewiesen, jedoch sind die Eintragsquellen oft unbekannt.

– Vorkommen nachgewiesen in....

...unterschiedlichen Salz-Proben ...

...in Honig und Zucker ....

...Mineralwasser und Bier...

Karami, A. (2017). The presence of microplastics in commercial salts from different countries. *Scientific Reports*, 7(1)

Liebezeit, G. (2013). Non-pollen particulates in honey and sugar. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 30(12)

Liebezeit, G. (2014). Synthetic particles as contaminants in German beers. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 31(9)

Schymanski, D. (2018). Analysis of microplastics in water by mirco-Raman spectroscopy: Release of plastic particles from different packaging into mineral water. *Water Research* 129

Liebmann B., Sexlinger K. (2019), MIKROPLASTIK IN DER UMWELT, Statusbericht 2019

## **ABER:**

...Untersuchung in Lebensmitteln extrem schwierig und fehleranfällig durch Matrix, andere Verschmutzungen,...!

...Eintrag vor, während und nach der Verarbeitung muss gründlich erhoben werden!

# Projekt „microplastic@food“



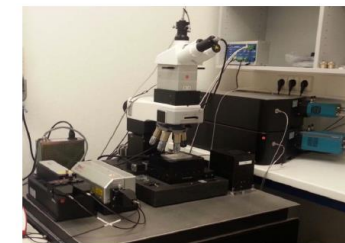
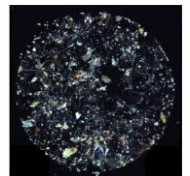
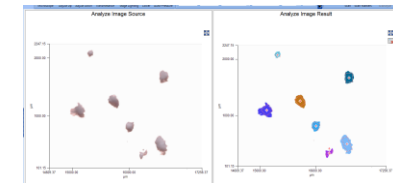
# Projektziele „microplastic@food“

Entwicklung einer **analytischen Methode** für die **Detektion und Identifikation** von Mikroplastik für die Lebensmittel- und Verpackungsindustrie

Erheben von **validierten und zuverlässigen Daten** in vier **Case Studies**:

- I. Verpackungen und Abfüllanlagen
- II. Wasser und gefilterte Getränke
- III. Lebensmitteloberflächen
- IV. Lösliche Lebensmittel

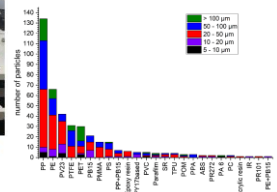
Evaluierung der **Eintragsquellen** und Formulierung von **Gegenmaßnahmen** und Strategien, um die Präsenz von Mikroplastik in Lebensmitteln zu vermeiden

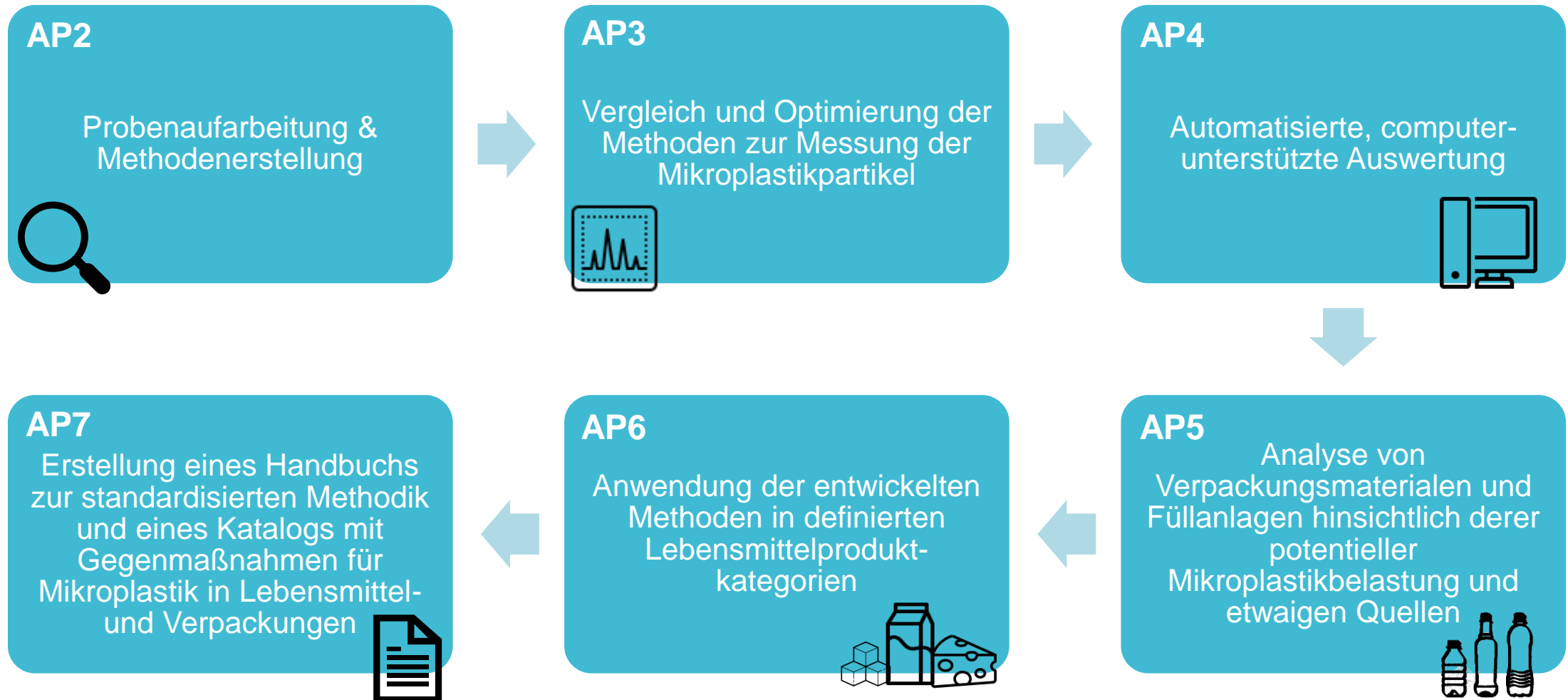


Raman: alpha 300R+ / WITec



FTIR: spotlight 400/PERKIN-ELMER





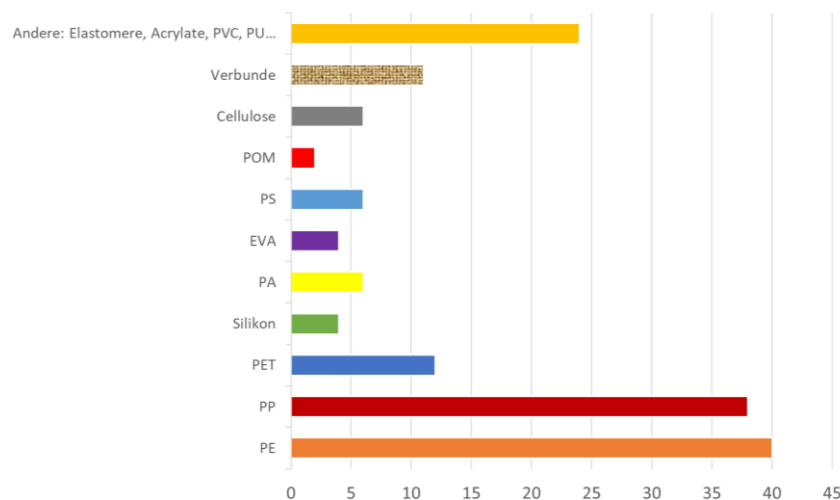
# Verpackungsmaterialien der Industriepartner

- **Verpackungsmaterialien als Referenzproben** der Industriepartner
  - Analyse der Referenzproben mit FTIR und Raman-Spektroskopie
  - Erstellung von FTIR- und Raman-Datenbanken
  - Auswahl von Materialien für die Herstellung von MP-Partikeln

→ **Herstellung von MP-Partikeln** von 16 ausgewählten Polymeren (Kryovermahlung) und Aufnahme von FTIR-Images der Referenz-MP-Partikel

→ als Input für Erstellung der **automatisierte Datenanalyse**-Methode durch Machine Learning

Verpackungen - Referenzproben (153): Materialzusammensetzung

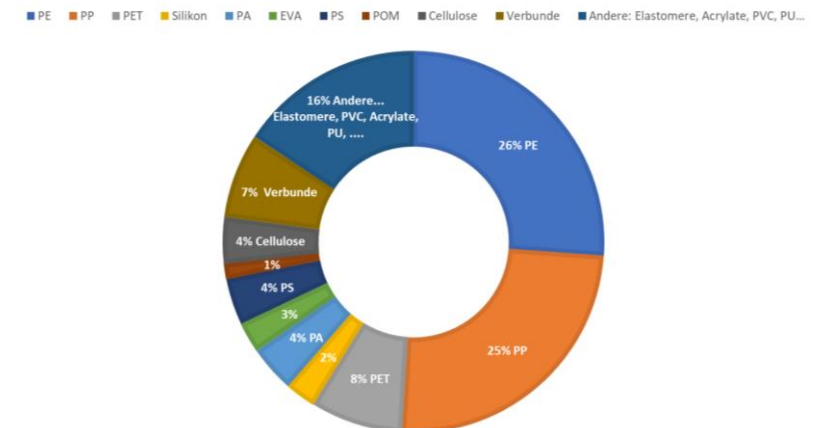


**Gesamt: ~300 Proben**

Verschiedenfärbige oder unterschiedlich bedruckte, aber von der Materialbasis idente Muster wurden zu Gruppen zusammengefasst

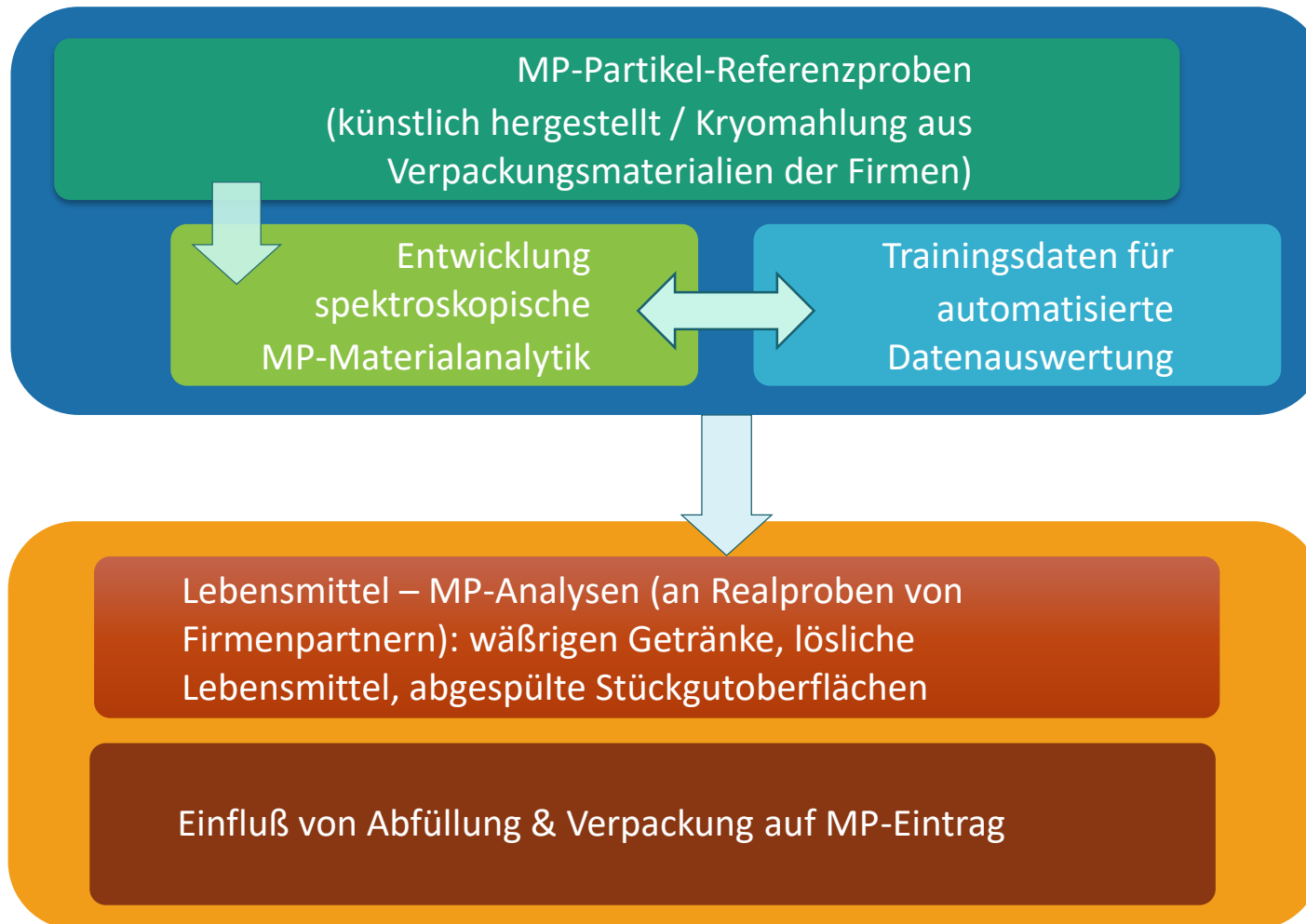
-> **153 Referenzproben**

VERPACKUNGEN - REFERENZPROBEN (153): MATERIALZUSAMMENSETZUNG





# Referenz- und Realproben Analyse im Projekt



**Analytische Methodenentwicklung  
mit Referenzproben (Jahr 1)**

**Anwendung auf Realproben;  
Identifizierung von Quellen und  
Erarbeitung von Gegenmaßnahmen  
(Jahr 2)**

# Erste Realproben für MP-Messungen: Probenvorbereitung

- Verpackungen mit Reinstwasser abspülen
  - Flaschen, Becher, Eimer, Schalen (innere Oberfläche = Kontaktfläche zu Lebensmittel)
  - Schraubverschlüsse, Preforms (alle Oberflächen)
- Flüssigkeitsanalyse : (Mineral)wasser oder klare Getränke aus Glasflaschen, Kunststoffflaschen oder Getränkekartons



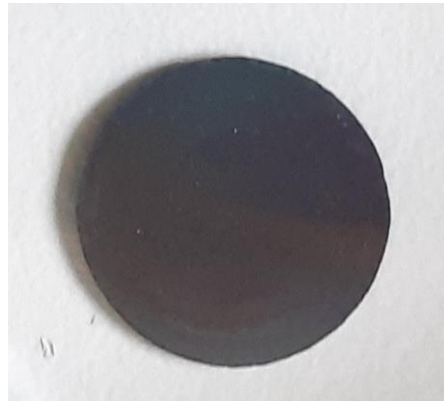
# Filtration

- Flasche/Behälter schütteln, öffnen und gesamten Inhalt filtrieren
- Filtration der wässrigen Proben bzw. der Abspül-Lösung (wässrige Lösung mit potentiellen MP-Partikel) über Si-Filter bzw. Ano-Disk;
- Nachspülen der Apparatur mit Reinstwasser

Si-Filter, stark beladen



Si-Filter, sauber



# Spektroskopie/Mikroskopie

## IR-Transmission-Imaging und/oder partikelbasierte Raman-Messungen an Realproben

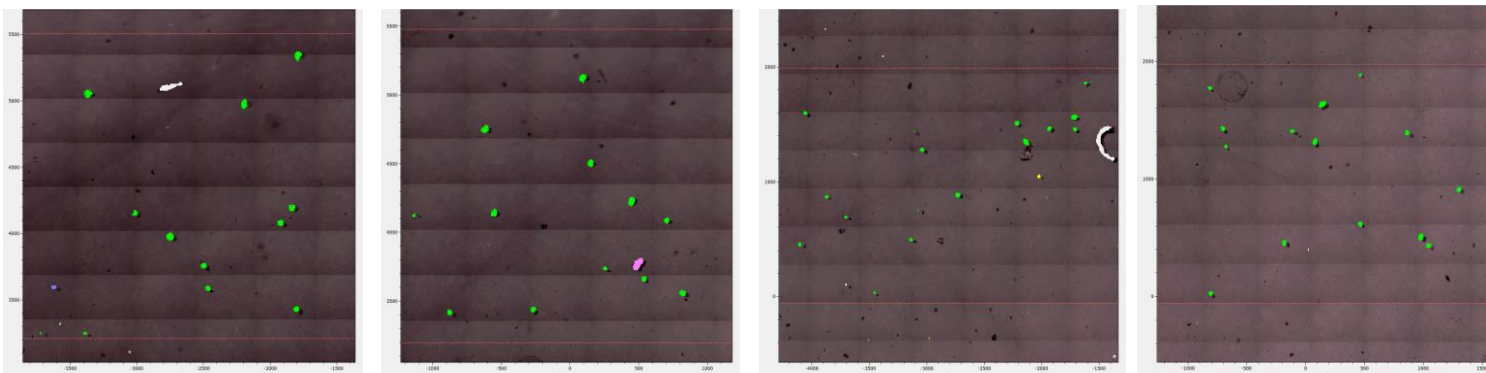
- 3 Filter / Probenart: Doppelbestimmung -> bei Abweichungen 3. Analyse
- bei jeder Probenserie wird eine Blankprobe (Reinstwasser) mitanalysieren

### Spektroskopische Analyse:

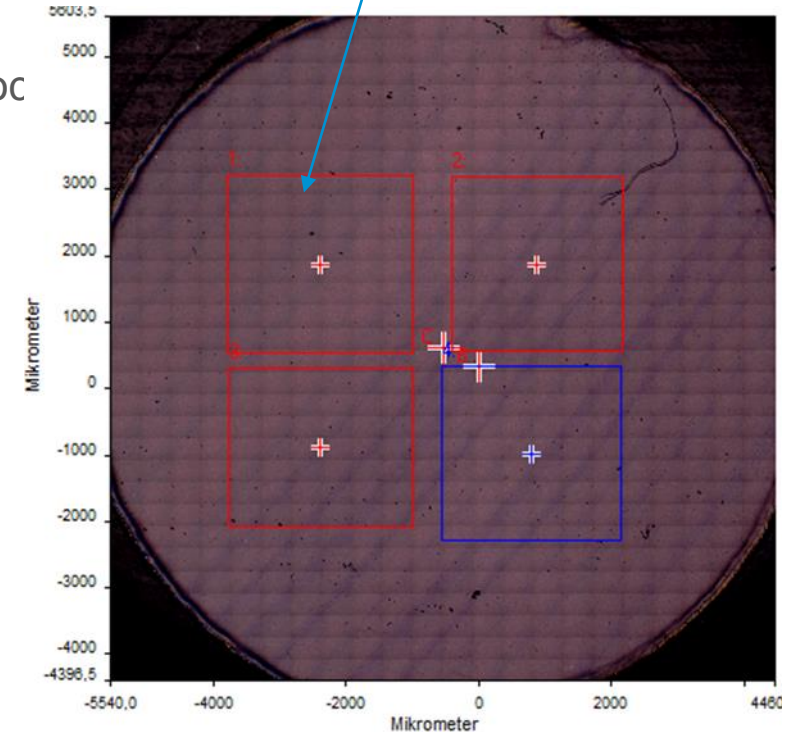
- FTIR – Mikroskopie/Spektroskopie (Imaging) ; ~22-28% analysiert-> auf 100% hoch
- Raman-Mikroskopie/Spektroskopie (Partikelbasierte Messung); 100% analysiert

### Datenauswertung (automatisiert; mit Visualisierung):

- Purency „Microplastics Finder“ (Machine Learning Software)
- Software GEPARD (Gepard-Enabled PARTicle Detection): open source



pro IR-image ( ~2 x 2 mm) werden  
~100.000 Einzelspektren aufgenommen



Beladener Filter mit 4 Messbereichen (25-30%  
der Fläche) für FTIR –Imaging (Transmission)

# Automatisierte Datenauswertung

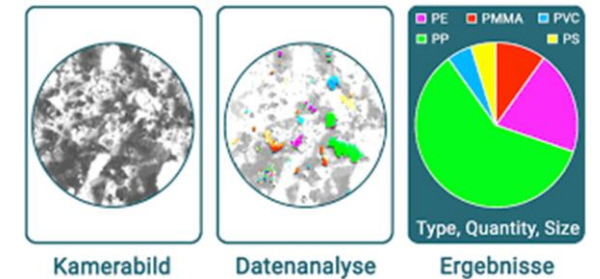
## – Innovative Datenverarbeitungsmethode: Machine Learning Software

-> Schwierigkeiten für MP-Analytik

– wenn man versucht, die Analysequalität durch **Erweiterung der Referenzdatenbank** zu erhöhen, steigt damit auch die Rechenzeit enorm an

– auf Grund der geringen Größe der MP-Partikel, und der **Anwesenheit unzähliger Störstoffe**, unterscheidet sich die spektrale Information der Messung eines MP-Partikels von der der Referenzspektren. Da MP-Partikel in verschiedenen Größen und Formen vorkommen, sieht der Fingerabdruck (Spektrum) je Polymer nicht immer gleich aus.

→ Purency hat eine neue Datenanalysemethode basierend auf Machine Learning entwickelt, deren Vorteile für die MP-Analytik bereits in der Anwendung auf Umweltproben gezeigt wurde. Im Projekt microplastic@food wird dieser Ansatz für die Analyse von Lebensmitteln und Verpackungsmaterialien erweitert.



# Automatisierte Datenauswertung

Innovative Datenverarbeitungsmethode:  
Machine Learning Software -> Microplastics Finder

Inzwischen wurde das System mit spektralen Daten (extrahiert aus den IR-Images) von MP-Partikeln und Fasern aus 18 Substanzklassen trainiert:



###	Class
<input checked="" type="checkbox"/>	1 PP
<input checked="" type="checkbox"/>	2 PE
<input checked="" type="checkbox"/>	3 PVC
<input checked="" type="checkbox"/>	4 PU
<input checked="" type="checkbox"/>	5 PET
<input checked="" type="checkbox"/>	6 PS
<input checked="" type="checkbox"/>	7 ABS
<input checked="" type="checkbox"/>	8 PA
<input checked="" type="checkbox"/>	9 PC
<input checked="" type="checkbox"/>	10 PMMA
<input checked="" type="checkbox"/>	11 PAN
<input checked="" type="checkbox"/>	12 SIL
<input checked="" type="checkbox"/>	13 CEL
<input checked="" type="checkbox"/>	14 PANat
<input checked="" type="checkbox"/>	15 PIBpe
<input checked="" type="checkbox"/>	16 PCard
<input checked="" type="checkbox"/>	17 FatWax
<input checked="" type="checkbox"/>	18 Other
<input type="checkbox"/>	19 BKG

**Data Description**

MDI Form

Size	Identifier
X: 432	x
Y: 359	y
L: 826	Absorbance
T: 1	Time Slots

Author: \_\_\_\_\_  
Date of Creation: 2022-08-17 11:02:28  
Sample ID: \_\_\_\_\_  
Filename: Image Markierung 1.ilab  
Directory: G:\Mikroplastik\Realproben MP analyse  
Attached Photos: 1

**Changes Applied to the Data Set**

- 2022-09-05 14:27:35: Screening completed
  - Release: 2021a
  - Computation time: 00:01:44
- 2022-08-17 11:45:24: Screening completed
  - Release: 2021a
  - Computation time: 00:01:40
- 2022-08-17 11:34:16: Screening completed
  - Release: 2021a

**2D Imager**

Raw Data Photo (no mask selected) X: Y: Z: MDI Form

Absorbance 258

L258: irspec [2968.00 cm-1] T1: Time Slots [1.000] Show Annotations

y [um] vs x [um] plot

**Spectrum**

Auto Scale Show Data Points Show Anno Show Grid Spec 1 Spec 2 Spec 3 Spec 4

L258: irspec [2968.00] spectrum at Position ...

IR Spectrum [cm-1] plot

**Particle Editor**

Sync 2D Imager Viewport

###	Class	No. of Particles	R<0.2	R<0.4	R<0.6	R<0.8	R>0.8
<input checked="" type="checkbox"/>	1 PP	0 particles	0	0	0	0	0
<input checked="" type="checkbox"/>	2 PE	0 particles	0	0	0	0	0
<input checked="" type="checkbox"/>	3 PVC	0 particles	0	0	0	0	0
<input checked="" type="checkbox"/>	4 PU	0 particles	0	0	0	0	0
<input checked="" type="checkbox"/>	5 PET	2 particles	0	0	1	1	0
<input checked="" type="checkbox"/>	6 PS	0 particles	0	0	0	0	0
<input checked="" type="checkbox"/>	7 ABS	0 particles	0	0	0	0	0
<input checked="" type="checkbox"/>	8 PA	1 particles	0	0	1	0	0
<input checked="" type="checkbox"/>	9 PC	0 particles	0	0	0	0	0

articles Distribution Parameters

size [px]	Area [um²]	Length [um]	Width [um]	Aspect	Dir[°]	Cl.	Cl. Name	Relevance	Similarity
26	1016.0	94.57	17.59	5.377	174.1	13	CEL	0.5949	---
1	39.06	6.250	6.250	1.000	0.0	13	CEL	0.5067	---
1	39.06	6.250	6.250	1.000	0.0	13	CEL	0.5467	---
29	1133.0	133.7	23.64	5.654	9.6	13	CEL	0.4271	---
2	78.12	12.50	6.250	2.000	90.0	13	CEL	0.3400	---
1	39.06	6.250	6.250	1.000	0.0	13	CEL	0.4400	---
1	39.06	6.250	6.250	1.000	0.0	13	CEL	0.4267	---

Compare Neighboring Spectra Compare to References

CEL, cellulose

Ref. Spectra

- SI, silicone
- CEL, cellulose
- CEL, cellulose
- PIBpe, pol...
- PIBpe, pol...

Histogram of class decision vector, click to unfold

active class: 13 - CEL

5000 4000 3000 2000

-3000 -2500 -2000 -1500 -1000

um

# Ringversuch / Methodenvergleich

## Konkrete Zielsetzung:

Entwicklung einer validen Methodik von MP-Quantifizierungsverfahren (für Lebensmittelproben)  
Überprüfung und Sicherstellung der Interkomparabilität

### unterschiedlicher Analyseverfahren

( $\mu$ Raman,  $\mu$ FTIR) mit je

### unterschiedlicher Auswertesoftware

(Gepard/ParticleScout; Purity/Microplastics Finder) um robuste verfahrensunabhängige Ergebnisse zu generieren

-> Ermittlung der analytischen Schwankungsbreite als Grundlage für die realen Lebensmittel-MP-Messungen

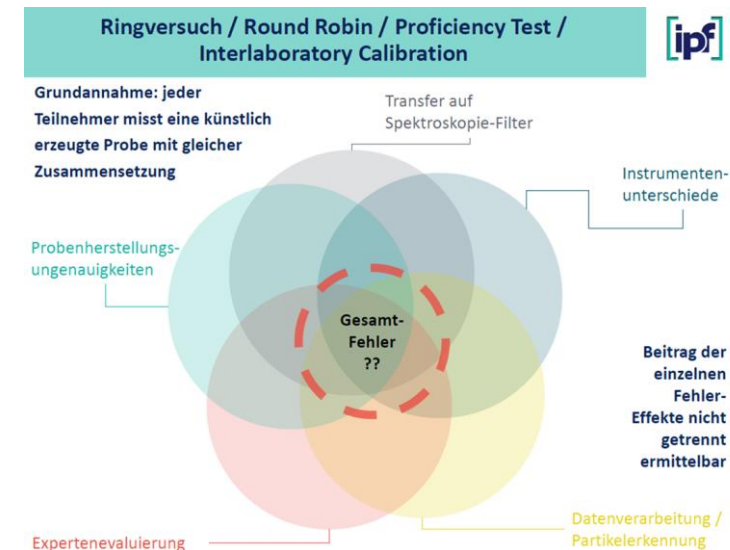
## Methodenvergleich Spektroskopie und interner „Ringversuch“:

OFI: FTIR Imaging / Perkin Elmer FTIR-Mikroskop / Transmission

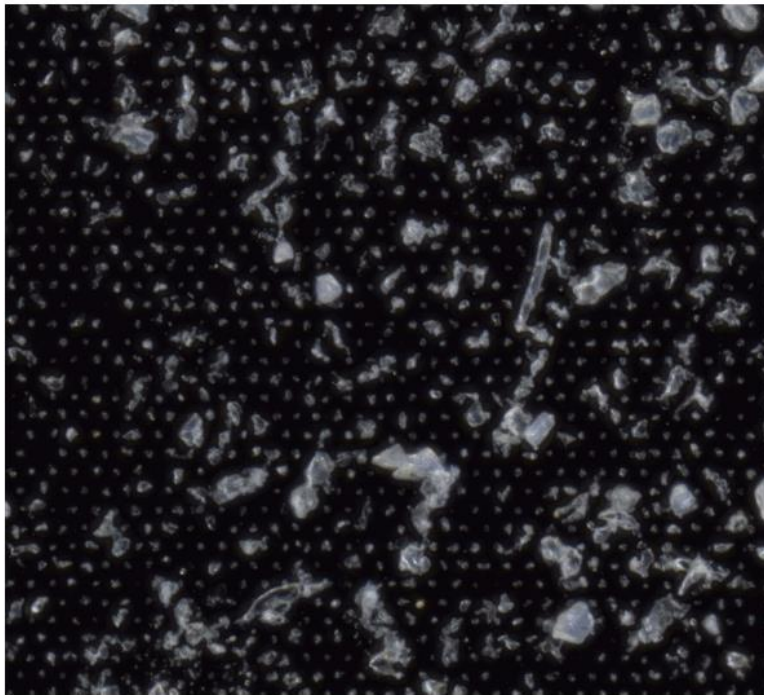
IPF: partikelbasierte Raman-Messung / Witec

IPF: partikelbasierte FTIR-Messung und Imaging / Perkin Elmer

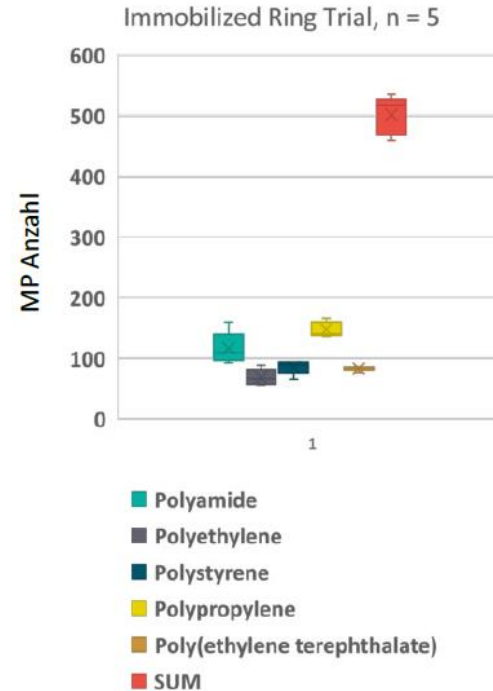
UBT: FTIR Imaging / Bruker FTIR Mikroskope



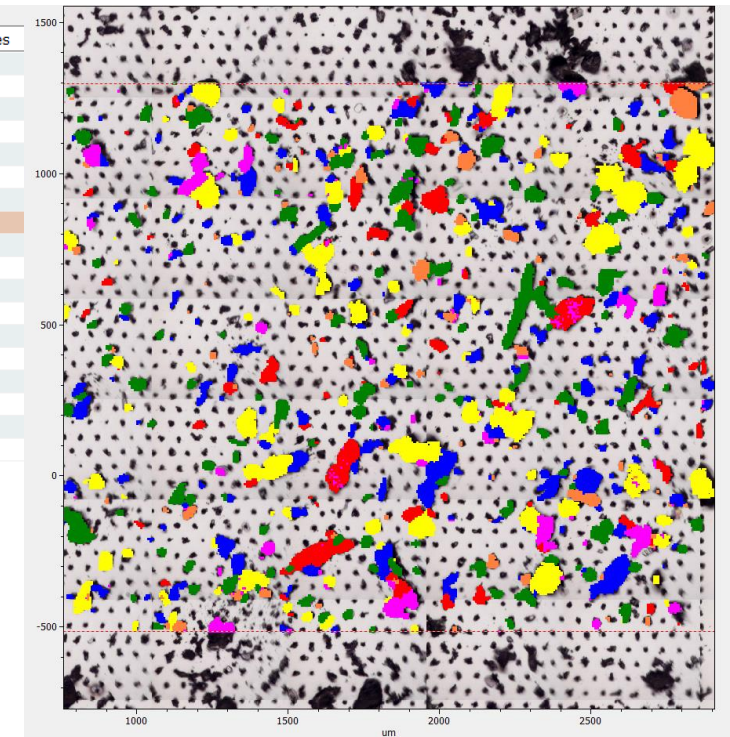
# Immobilisierter Ringversuch (in drei Laboratorien)



Bilder: IPF, UBT, OFI



###	Class	No. of Particles
✓ 1	PP	166 particles
✓ 2	PE	93 particles
✓ 3	PVC	0 particles
✓ 4	PU	0 particles
✓ 5	PET	90 particles
✓ 6	PS	92 particles
✓ 7	ABS	0 particles
✓ 8	PA	129 particles
✓ 9	PC	0 particles
✓ 10	PMMA	0 particles
✓ 11	PAN	0 particles
✓ 12	SIL	0 particles
✓ 13	CEL	0 particles
✓ 14	PA_nat	0 particles
✓ 15	PIB_FE	0 particles
✓ 16	PE_CARD	0 particles
✓ 17	Other	133 particles
□ 18	BKG	15 particles



Beispiel: Lichtmikroskopisches Bild des Filteraus-schnitts, von dem ein IR-Image gemessen wurde; überlagert mit den Ergebnissen des Machine – Learning Programs “Microplastics Finder”/Purity

## Fazit:

- Rein analytische Streuung: 6% relative Standardabweichung  
→ Geringe Schwankungen zw. den 3 Analyseinstituten/spektroskopischen Techniken!
- Gewisse Polymere führen zu höherer Ergebnisvarianz (z.B. PA)  
→ Verbesserung der spektroskopischen Erkennung nötig!



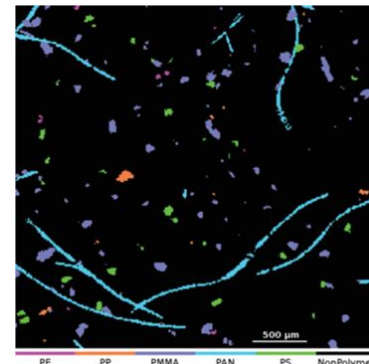
# Nächste Schritte .....

## Einfluss Verpackung und Abfüllsysteme

- Probenahme in Abfüll- und Verpackungsanlagen
- Analyse der etwaigen MP-Kontaminationen der Produkten in unterschiedlichen Verarbeitungsschritten
- Identifizierung von potentiellen Quellen der Entstehung oder Einbringung
- Erarbeitung eines Katalogs mit “Gegenmaßnahmen für Mikroplastik in Lebensmitteln, Getränken und Verpackungen”

## Case Studies anhand definierter Lebensmittelproduktkategorien

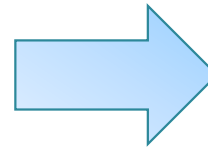
- Wasser und filtrierte Getränke
- Lösliche Lebensmittel (Salz, Zucker,.... )
- Abspülen von Lebensmitteloberflächen (Fleisch, Hartkäse, ...)



## microplastic@food

Branchenprojekt zur  
Methodenentwicklung und  
Erforschung von Mikroplastik in  
Lebensmitteln

Projektstart: Juli 2021  
Projektende: Juni 2023



## Geplantes Folgeprojekt:

## MICROPLEXFOOD

Branchenprojekt zur Erforschung der  
Präsenz/Absenz von Mikroplastik in  
komplexen Lebensmittelmatrizes und  
die Ermittlung potenzieller  
Eintragsquellen

Projektstart: Mitte/Ende 2023  
Dauer: 2 Jahre

## Hintergrund:

- Im Projekt „microplastic@food“ wurden bereits Methoden entwickelt und erste Erkenntnisse über einige Produktgruppen gewonnen.
- **ABER:** für den Start wurden eher „einfachere“ Lebensmittel, wie Mineralwässer, lösliche Lebensmittel und Lebensmitteloberflächen mit Abspülung betrachtet.

Wie ist die Methodik anwendbar für Lebensmittel,  
die **komplexer** sind (=aufgeschlossen werden müssen)?  
oder **Partikel** enthalten, die mit der Messung interferieren könnten  
(=Lebensmittelpartikel werden fälschlich als Mikroplastik klassifiziert)?



# Auflösen der Lebensmittelmatrix

– Z.B: mit

- Säuren
- Basen
- Oxidationsmitteln
- Hitze
- Ultraschall (unterstützend)
- **Enzymen**

Wenn zu stark, dann Problem mit dem Mikroplastik selbst, da dieses angegriffen werden kann!

**Ziel = Detektion von intaktem Mikroplastik!**



Carbohydrate



Amylase  
Sucrase-isomaltase  
Maltase  
Lactase



Zucker



Proteine



Pepsin  
Trypsin  
Peptidase



Aminosäuren



Fette



Lipase



Fettsäuren

# Projekt „MICROPLEXFOOD“ (mp2)



# Ziele „MICROPLEXFOOD“ (mp2)



## Analyse unterschiedlichster Produktgruppen

- Analyse der Produkte der Cases, sowie der Prozessumgebung und der Verpackungen, geben Rückschlüsse über etwaige Quellen und Eintrag



## Erweiterung der Methodik zur Analyse komplexer Lebensmittel

- Einsatz von unterschiedlichen enzymatischen und, wenn notwendig, von chemischen Aufschlussmethoden, innerhalb der definierten Case Studies



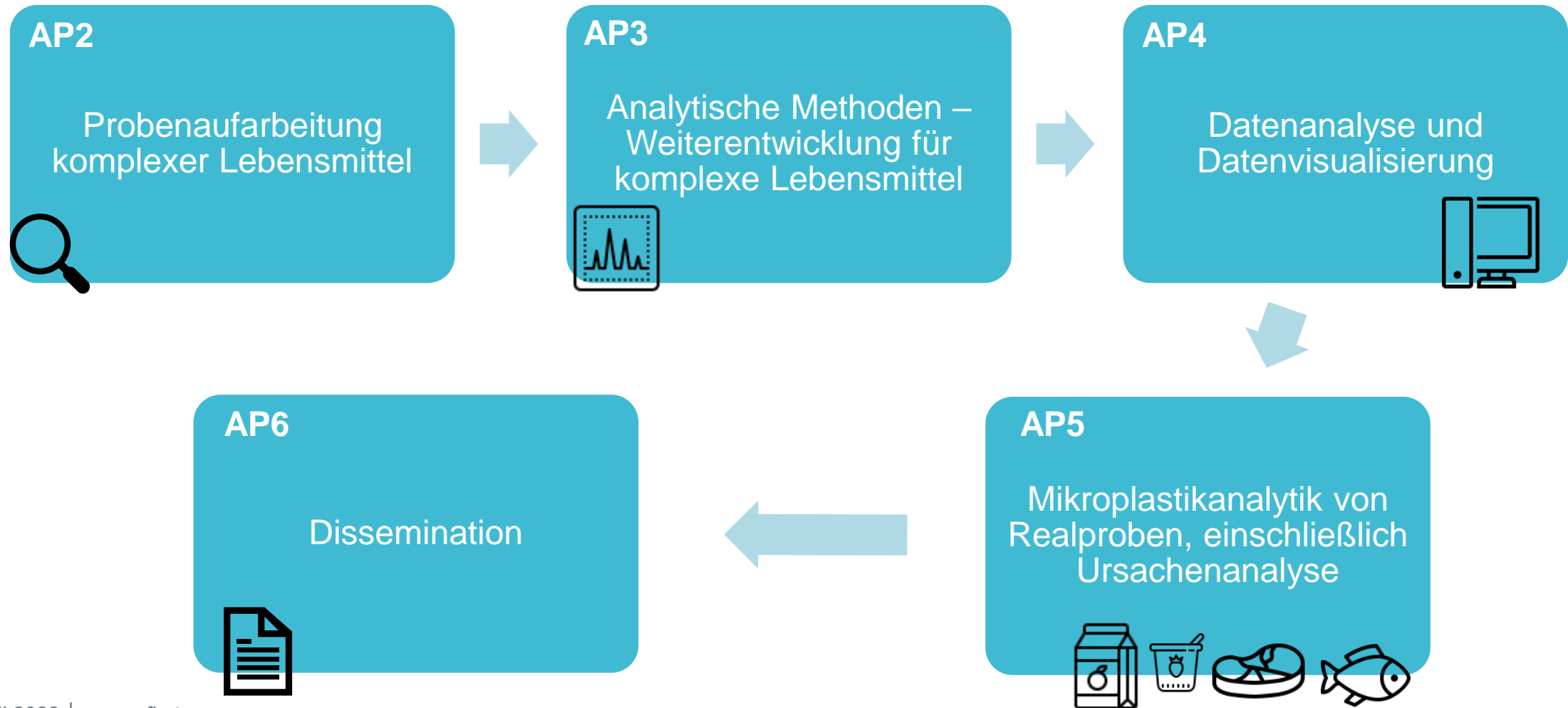
## Weiterentwicklung der spektroskopischen Methodik

- Um die Abgrenzung der Mikroplastikpartikeln von der Probenmatrix zu verbessern  
=Gezielte Unterscheidung zwischen z.B. Schwebeteilchen von Mikroplastikpartikeln



## Erweiterung der Guideline und Erstellung des Maßnahmenkatalogs

# Vorläufiger Arbeitsplan „MICROPLEXFOOD“ (mp2)



# Projekt „MICROPLEXFOOD“ (mp2)

## Case I: Trübe Getränke und Fruchtsäfte



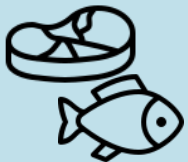
= Lebensmittel mit Pektinen, Zellulose, Stärke  
Enthalten Schwebeteilchen, die die Analysen erschweren können und Eintragungsquellen im Prozess

## Case II: Milchprodukte



= Lebensmittel mit hohem Wasser-, Protein- und Zuckergehalt  
Einfluss von Partikeln in den Produkten, die die Analysen erschweren  
(=Unterscheidung z.B. Fruchtyoghurtpartikel von Mikroplastik) und Eintragungsquellen im Prozess

## Case III: Fisch und verarbeitete Fleischprodukte



= Lebensmittel mit hohem Protein und/oder Fettgehalt  
Potentielle Eintragungsquellen: Verarbeitung (z.B. Maschinen, Verarbeitungshilfen, etc.) und Wasser, in dem sich der Fisch befindet

## Weiters:

Vergleichsmessungen mit Referenzmustern (Verpackungen), Wasser und klare Getränke





# Teilnahme „MICROPLEXFOOD“ (mp2)

- **Vorteile für Industriepartner:innen:**
  - Erkenntnisse über die unterschiedlichen, potentiellen Eintragungsquellen von Mikroplastik in Lebensmitteln
  - Fundierte Ergebnisse über die Präsenz/Abstinenz von Mikroplastik in unterschiedlichen Lebensmittelproduktkategorien
  - Qualitative und quantitative Ergebnisse über Mikroplastikpartikel
  - Maßnahmenvorschläge, um die Mikroplastikbelastung zu reduzieren



**Firmenteilnahme in AT:**  
über den Lebensmittel-Cluster



**Firmenteilnahme in DE:**  
über die IVLV

# Kontakt



Dr. Elisabeth Pinter

t: +43 1 798 16 01 – 274  
gabriele.eder@ofi.at

OFI

1030 Wien, Franz-Grill-Straße 5, Objekt 213  
office@ofi.at | www.ofi.at



lebensmittel cluster  
niederösterreich



Industrievereinigung für  
Lebensmitteltechnologie  
und Verpackung e.V.



UNIVERSITÄT  
BAYREUTH



Leibniz-Institut  
für Polymerforschung  
Dresden

