

TEXTE

93/2026

Abschlussbericht

Schaffung von einheitlichen Vorgaben zur Probenahme und Probeaufbereitung zum reprä- sentativen Nachweis von Kunststoffen in Böden und Bo- denmaterialien

Soil sampling for microplastic analysis (SOSMA)

von:

Dr. Kristof Dorau, Dr. Martin Hoppe, Dr. Daniel Rückamp, Georg Scheeder, Dr. habil. Elke Fries
(Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe)

Herausgeber:

Umweltbundesamt

TEXTE 93/2026

REFOPLAN des Bundesministeriums Umwelt,
Naturschutz, nukleare Sicherheit und Verbraucherschutz

Forschungskennzahl 3721742020

Abschlussbericht

Schaffung von einheitlichen Vorgaben zur Probenahme und Probeaufbereitung zum re- präsentativen Nachweis von Kunststoffen in Böden und Bodenmaterialien

Soil sampling for microplastic analysis (SOSMA)

von

Dr. Kristof Dorau, Dr. Martin Hoppe, Dr. Daniel Rückamp, Georg Scheeder,
Dr. habil. Elke Fries (Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe)

Im Auftrag des Umweltbundesamtes

Impressum

Herausgeber

Umweltbundesamt
Wörlitzer Platz 1
06844 Dessau-Roßlau
Tel: +49 340-2103-0
Fax: +49 340-2103-2285
buergerservice@uba.de
Internet: www.umweltbundesamt.de

Durchführung der Studie:

Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe (BGR)
Stilleweg 2
30655 Hannover

Abschlussdatum:

August 2025

Redaktion:

Fachgebiet II 2.6 - Maßnahmen des Bodenschutzes
Dr. Annegret Biegel-Engler

DOI:

<https://doi.org/10.60810/openumwelt-7962>

ISSN 1862-4804

Dessau-Roßlau, Juni 2026

Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei den Autorinnen*Autoren.

Kurzbeschreibung: Schaffung von einheitlichen Vorgaben zur Probennahme und Probenaufbereitung zum repräsentativen Nachweis von Kunststoffen in Böden und Bodenmaterialien

In diesem Forschungs- und Entwicklungsvorhaben soll eine Methode für die Probenahme, Probenvorbehandlung¹ und Probenaufbereitung² zur Ermittlung von Plastikgehalten in Böden erarbeitet werden. Hierfür wurde der Stand der Forschung in einer strukturierten Literaturstudie zusammengefasst. Darüber hinaus wurde eine Probenahme-Kampagne auf einem Ackerstandort durchgeführt, die zum einen die räumliche Variabilität von Plastik und natürlichen Bodeneigenschaften und zum anderen unterschiedliche Probenahme-Designs untersucht hat. Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens wurden im Rahmen eines Experten-Beiratstreffens (04.09.2024), eines Fachgesprächs mit 50 Teilnehmenden (09.10.2024) sowie bei wissenschaftlichen Tagungen und in internationalen Normungsausschüssen vorgestellt.

Plastik ist weltweit in Böden nachweisbar, insbesondere bei höheren Konzentrationen führt dies zu negativen Auswirkungen auf Bodenorganismen und das Pflanzenwachstum. Dementsprechend wird die zunehmende Freisetzung von Plastik in die Umwelt als eine der wesentlichen globalen Herausforderungen des 21. Jahrhunderts angesehen. In der Literatur kommt eine Vielzahl von verschiedenen Probenahme-Strategien und analytischen Methoden zum Einsatz. Dies verdeutlicht die dringende Notwendigkeit von möglichst repräsentativen Probenahme-Strategien, reproduzierbarer Probeaufbereitung und harmonisierter analytischer Methoden, um die Vergleichbarkeit der Studien zu verbessern. Hierfür müssen zukünftige Studien zu Plastik in Böden auch wichtige Bodeneigenschaften erfassen (Textur, pH-Wert, organischer Kohlenstoffgehalt). Zusätzlich sind systematische Qualitätskontrollen und der Einsatz von Referenzmaterialien bei der Analytik unverzichtbar. Die komplexe Analytik mittels Pyrolyse-Gaschromatographie mit Massenspektrometrie ermöglicht es nicht, alle Einzelpolymere zu analysieren, deshalb wird empfohlen, die Analytik auf die sogenannten „common three“ (Polyethylen, Polypropylen, Polystyrol) zu beschränken, sofern das hinsichtlich des Eintragspfads sinnvoll ist.

Um die räumliche und vertikale Verteilung von Plastik in Böden besser zu verstehen, ist die Integration von georeferenzierten Probenahme-Punkten und geostatistischer Modellierung erforderlich. Hierfür fehlen hochaufgelöste Daten auf der Feldskala, was durch die vorliegende Studie verbessert wurde. Als Eintragspfad des untersuchten Standorts wurde die Applikation von Kompost ausgewählt. Insgesamt erfolgte die Entnahme von 173 volumenbezogenen, größtenteils georeferenzierten Punktproben aber auch Mischproben, wobei der Ap-Horizont der Norm-Braunerde von 0 bis 30 cm beprobt wurde. Bei der Probenaufbereitung muss darauf geachtet werden, qualitätssichernde Maßnahmen zur Prävention der Probenkontamination durchzuführen. Synthetische Fasern, die fälschlicherweise der Probe zugewiesen werden könnten, müssen über Prozessblindwerte während der Probennahme, Probenvorbehandlung und der Probenaufbereitung identifiziert werden. Allen identifizierten Mesoplastik-Partikeln (5 mm - 130 mm) hafteten Bodenpartikel an. Dementsprechend wurden alle Partikel einer Reinigungsprozedur unterzogen. Hierfür kamen destilliertes Wasser (H₂O_{dd}) und Pyrophosphat (TSPP) zum Einsatz, was für alle zukünftigen Studien empfohlen wird. In der kumulierten Probenmasse von 470 kg wurden 259 Mesoplastik-Partikel gefunden, am häufigsten wurden Folien, Fasern und Faserbündel nachgewiesen. Neun verschiedene Polymere konnten identifiziert werden, wobei in absteigender Reihenfolge Polyethylen und Polypropylen dominieren. Insbesondere Filme, die auf Kennzeichnung von Früchten zurückzuführen sind, deuten auf unzureichende Mülltrennung in den Haushalten hin. Weiterführende und wiederkehrende Aufklärung der Verbraucher könnte hilfreich sein, die Zahl der Fehlwürfe zu verringern.

¹ Probenvorbereitung umfasst die Trocknung, Siebung und Homogenisierung einer Bodenprobe (ohne chemische Modifikation)

² Probenaufbereitung umfasst die Anreicherung des Plastiks durch Dichtentrennung und Zerstörung der organischen Substanz mittels physiko-chemischer Modifikation)

Die geostatistischen Auswertungen zeigen, dass die analysierten Bodeneigenschaften räumlich autokorreliert sind. Von allen Bodeneigenschaften weist der pH-Wert die stärkste räumliche Abhängigkeit auf. Die Verteilung der Mesoplastik-Funde zeigte keine räumlichen Cluster, weshalb von einer gleichmäßigen Verteilung des Komposts über die gesamte Fläche ausgegangen werden kann. Im Median wurden pro Probe 0,5 Partikel pro kg Boden gefunden, wobei der Median der Partikelmasse bei 2,26 mg pro kg Boden liegt. Die Suche nach einem robusten Schätzer für räumliche Analysen ist für Mesoplastik besonders herausfordernd. Die Daten sind nicht normalverteilt, was an einigen wenigen sehr hohen Werten liegt. Auch das Auftreten von Proben ohne Partikelfunde erschwert die statistischen Auswertungen. Der Umgang mit Null-Daten und extremen Ausreißern bedarf dringend einer weiterführenden wissenschaftlichen Diskussion. Als Basis werden weitere systematische Studien benötigt, die andere Plastik-Eintragspfade berücksichtigen. Grundsätzlich müssen für Mesoplastik deutlich größere Stichproben gezogen werden als für natürliche Bodenkenngrößen, um mit derselben Fehlertoleranz zu beproben. Die Probenahme von Mesoplastik sollte immer synergistisch zu weiteren Bodeneigenschaften sein. Dementsprechend erscheint es sinnvoll, die Anzahl der Einzeleinstiche für eine Mischprobe so hoch wie möglich zu wählen, mindestens aber zehn Einzeleinstiche vorzunehmen. Des Weiteren sollten in der Fläche zufällige Stichproben genommen werden, da zwischen den Probenahme-Punkten hinsichtlich der Mesoplastik-Anzahl keine räumlichen Autokorrelationen vorliegen. Weitere geostatistische Untersuchungen sind nötig, um die hier generierten Daten auch für andere Eintragspfade, Bodentypen und Nutzungsarten verfügbar zu machen. Dieser Schritt würde eine Brücke hin zur Methoden-Harmonisierung und damit auch zur Regulierung von Plastikkontaminationen in Böden bauen.

Abstract: Soil sampling for microplastic analysis (SOSMA)

The aim of this research and development project was to generate a method for sampling, sample pre-treatment and sample preparation to determine the plastic contents in soils. First, a structured literature study that summarizes the state of research about plastics in soils was conducted. Second, a field study was carried out to investigate the spatial variability of natural soil properties and plastic in an arable soil. Therefore, different sampling designs were tested. In addition, different numbers of volume-based subsamples were merged to generate different variants of composite samples. The reported results of the research project were also presented at an expert advisory board meeting (04.09.2024), a public workshop with 50 participants (09.10.2024) as well as at scientific conferences and in standardization committees.

Plastics are ubiquitous in soils. In particular, higher concentrations lead to negative impact to soil organism and plant growth, which is why the release of plastics to the environment is considered as a global challenge of the 21st Century. However, more information about the spatial distribution of plastics in soil is urgently needed. A variety of incomparable sampling strategies and analytical methods are present in literature. This highlights the urgent need for representative sampling strategies, reproducible sample preparation and harmonized analytical methods to improve the comparability between studies. Hence, studies on plastics in soils must record important soil properties (texture, pH value, organic carbon content). In addition, systematic quality controls and the use of reference materials are essential. In the complex analysis with pyrolysis gas chromatography with mass spectrometry, it is not feasible to detect all individual polymers. Therefore, it is recommended to limit the analysis to the “common three” (polyethylene, polypropylene, polystyrene), if reasonable regarding the investigated entry pathway.

In order to better understand the spatial and vertical distribution of plastics in soils, the integration of geostatistical sampling and modeling is required. In general, high-resolution data at the field scale are lacking, which was improved by the present study. The application of compost

was selected as entry pathway for plastics. A total of 173 mostly volume-based and georeferenced composite samples were taken, whereby the Ap horizon of the Cambisol was sampled from 0 cm - 30 cm. During sample preparation, care should be taken to implement quality assurance and quality control measures to account for sample contamination. Amongst others, synthetic fibers could be falsely assigned to the samples and must be identified via process blank values during sampling, sample pretreatment and sample preparation. All of the identified mesoplastic particles (5 mm - 130 mm) were covered by adhering soil particles. Accordingly, all particles were subjected to a cleaning procedure using distilled water (H_2O_{dd}) and pyrophosphat (TSPP), which is recommended for all future studies. In the cumulative sample mass of 470 kg, 259 mesoplastic particles were found, they are dominated by films, fibers and fiber bundles. Nine different polymers were identified, whereas polyethylene and polypropylene dominating in descending order. In particular, films attributable to fruit labeling indicate inadequate waste separation in households. Further and recurring consumer education could be helpful in reducing the number of misthrows.

The geostatistical evaluations show that the analyzed soil properties are spatially autocorrelated. Of all the soil properties, the pH value had the strongest spatial dependence. The distribution of the mesoplastic findings showed no spatial clusters. Therefore, it can be assumed that the compost was evenly distributed over the entire sampling site. A median of 0.5 particles per kg soil were found per sample, with a median particle mass of 2.26 mg per kg soil. The search for a robust estimator for spatial analyses is particularly challenging for mesoplastics. The data is not normally distributed, which is due to a few very high values. Furthermore, the occurrence of samples without particle findings complicates the statistical evaluations. The handling of zero data and extreme outliers urgently requires further scientific discussion. Further systematic studies are urgently needed, whereby different entry paths must be addressed. In principle, significantly larger sample numbers must be taken for mesoplastics than for natural soil parameters in order to sample and obtain data with the same margin of error. Sampling for plastics should always be synergistic with other soil properties. Accordingly, it seems sensible to select the number of individual drillings for a composite sample as high as possible, but at least ten individual drillings should be merged to a single composite sample. Furthermore, random samples should be taken in the field, as there is no spatial autocorrelation between the sampling points with regard to the number of mesoplastics. In principle, further geo-statistical investigations are necessary in order to make the generated data available for other input pathways, soil types and forms of use. This step would build a bridge to method harmonization and thus also to the regulation of plastic contamination in soils.

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis.....	10
Tabellenverzeichnis.....	12
Abkürzungsverzeichnis.....	12
Zusammenfassung.....	15
Summary.....	21
1 Wissensstand zur Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik von Plastik in Böden.....	26
1.1 Einleitung.....	26
1.2 Methoden.....	27
1.2.1 Systematische Zusammenfassung und Datenquellen der vorliegenden Literatur.....	27
1.3 Ergebnisse und Diskussion.....	29
1.3.1 Eintragspfade von Plastik in Böden.....	29
1.3.2 Probenahme-Fläche.....	30
1.3.3 Design der Probenahme.....	31
1.3.4 Probevorbereitung und Probeaufbereitung.....	33
1.3.5 Analytische Methoden.....	35
1.4 Empfehlungen für weiterführende Konzepte.....	36
1.5 Schlussfolgerungen.....	38
1.6 Implikationen für den weiteren Projektverlauf.....	39
2 Entwicklung verschiedener Probenahme-Konzepte.....	41
2.1 Vorstellung der verschiedenen Probenahme-Konzepte.....	41
2.1.1 Plastikverteilung innerhalb eines Rasters.....	42
2.1.2 Plastikverteilung in unterschiedlichen Probenahme-Volumina.....	43
2.2 Abstimmung der Konzepte mit Projektleitung und Projektbeirat.....	43
2.3 Implikationen des Probenahme-Konzepts für den Projektverlauf.....	43
3 Praxistest: Probenahme und Probevorbereitung.....	44
3.1 Einleitung.....	44
3.2 Methoden.....	44
3.2.1 Probenahme-Fläche, Probenahme-Design und Probenahme.....	44
3.2.2 Probevorbereitung.....	46
3.3 Ergebnisse und Diskussion.....	46
4 Praxistest: Probeaufbereitung, Analytik und Geostatistik.....	48
4.1 Einleitung.....	48
4.2 Methoden.....	48

4.2.1	Boden	48
4.2.2	Mesoplastik.....	48
4.2.2.1	Bildanalytik	48
4.2.2.2	Reinigung und Gravimetrie.....	49
4.2.2.3	Infrarotspektroskopie	49
4.2.2.4	Statistik und Geostatistik.....	49
4.2.3	Großes Mikroplastik.....	51
4.2.4	Kleines Mikroplastik.....	51
4.3	Ergebnisse und Diskussion	52
4.3.1	Boden	52
4.3.2	Mesoplastik.....	52
4.3.2.1	Reinigung und Gravimetrie.....	52
4.3.2.2	Fußabdruck des Mesoplastiks.....	53
4.3.2.3	Räumliche Verteilung von Bodeneigenschaften und Mesoplastik	55
4.3.2.4	Implikationen zur Probenahme und zur räumlichen Analyse von Mesoplastik	56
4.3.3	Großes Mikroplastik.....	58
4.3.4	Kleines Mikroplastik.....	59
5	Empfehlungen und Ausblick.....	60
6	Danksagung	63
7	Quellenverzeichnis	64
A	Anhang	70
A.1	Fachgespräch zur Vorstellung der Ergebnisse	70
B	Anhang	72
B.1	Abbildungen	72
B.2	Tabellen.....	80

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Eintragungspfade für MPs in Böden innerhalb der ausgewählten Publikationen.....	30
Abbildung 2:	Größe der Probenahme-Flächen, verwendete Klassifikationssystematiken und gemessenen Bodencharakteristika der ausgewählten Publikationen.....	31
Abbildung 3:	Fehlende Daten aus der Gruppe der „analytischen Methoden“ aus allen ausgewählten Publikationen.	31
Abbildung 4:	Extrahierte Daten aus der Gruppe „Probenahme-Design“ aus allen ausgewählten Publikationen.	33
Abbildung 5:	Extrahierte Daten aus der Gruppe „Probevorbereitung“ (A und B) und „Probeaufbereitung“ (C) aus allen ausgewählten Publikationen.....	35
Abbildung 6:	Extrahierte Daten aus der Gruppe „Analytische Methoden“ aus allen ausgewählten Publikationen.	35
Abbildung 7:	Konzeptualisierte Empfehlungen zur Bestimmung von MPs-Kontaminationen in Böden.....	38
Abbildung 8:	Lage der unterschiedlichen Probenahme-Punkte innerhalb der ausgewählten Probenahme-Fläche.	42
Abbildung 9:	Schematischer Überblick über die Mechanismen der Reinigungsprozedur und Überblick über die Entfernung von Bodenpartikeln von der Partikeloberfläche.	54
Abbildung 10:	Charakterisierung des MePs, das in der Summe der analysierten Proben gefunden wurde.....	54
Abbildung 11:	Interpolierte Karten für die Bodeneigenschaften und die Mesoplastik-Funde in Plot 2.	57
Abbildung 12:	Variabilität zwischen den drei Plots der Probenahme-Fläche für die Mesoplastik-Anzahl und die C _{org} -Gehalte.	57
Abbildung 13:	Darstellung der Variationskoeffizienten von Bodeneigenschaften, Mesoplastik-Anzahl und Mesoplastik-Masse sowie die Abschätzung der Stichprobe-Anzahl bei einem tolerierbaren Fehler von 10% für die gemessenen Daten.	58
Abbildung A14:	Flyer zum Fachgespräch „Plastik im Boden“ an der BGR.	71
Abbildung A15:	Anzahl der Studien zu MPs in Böden nach Herkunftsländern der Institution des Erstautors (A). Verlage in denen die Studien zu MPs in Böden publiziert wurden (B).....	72
Abbildung A16:	Anzahl an Publikationen zu MPs in den Umweltmedien Boden, Luft und Wasser (A). Zeitliche Entwicklung der Forschung innerhalb der verschiedenen Umweltkompartimente (B).	73
Abbildung A17:	Anzahl der in den Böden gefundenen MPs-Partikel untergliedert nach unterschiedlichen Eintragungspfadern mit	

	Unterscheidung zwischen gezieltem und ungezieltem Eintrag.	73
Abbildung A18:	Daten zum Zeitpunkt der Probenahme im Jahresverlauf (A), zur Tiefe der Beprobung in Bezug auf die einzelnen Publikationen (B), Median der genommenen Proben pro Publikation (C), Median der Einzelproben pro Publikation (D), Median der Mischproben pro Publikation (E), Median der Masse der Mischprobe (F).....	74
Abbildung A19:	Daten zur Probeaufarbeitung: Verhältnis von Feststoff zur Separationslösung (A), Konzentration von Wasserstoffperoxid (B), Median der Temperatur bei der Auflösung der OBS (C), Median der Temperatur bei Probentrocknung nach der Behandlung (D), Median der eingesetzten Masse für die Probeaufbereitung (E), Median der Dichte der Separationslösung (F).	74
Abbildung A20:	Verschiedenen Einheiten zur Beschreibung des Auftretens von MPs in den untersuchten 106 Publikationen.	75
Abbildung A21:	Die Abbildungen A-C zeigen plastikfreies Probenahme-Gerät, welches bei der Probenahme-Kampagne zum Einsatz kam. D und E zeigt die Verteilung der drei Probenahme-Punkte für eine Mischprobe um den gesetzten GPS-Punkt. F bis I zeigen verschiedene Schritte der Probeaufbereitung (Siebung, Reinigung, Bildanalyse).....	75
Abbildung A22:	A zeigt das digitale Höhenmodell der Probenahme-Fläche mit nur sehr geringen Höhenunterschieden. B zeigt die Lage der Fläche im Norden von Deutschland. C zeigt den Anlieferungspunkt des Komposts und die Lage der drei Teilflächen (Plot 1, Plot 2, Plot 3) innerhalb der Gesamtfläche.	76
Abbildung A23:	Die Abbildung zeigt die Probenvorbehandlung durch Siebung kleiner 5 mm. Im Sieb verbleibt das MePs, das mittels Pinzette händisch aus dem Sieb abgesammelt wurde und anschließend für die weitere Aufbereitung in einer Mikrotiter-Platte gelagert wird. Des Weiteren werden durch Siebung eine Teilstichprobe (200 g, < 2 mm) für die Bestimmung der Bodeneigenschaften sowie die Bodenfraktionen für die Bestimmung der LMPs (5 mm – 1 mm) und SMPs (< 1 mm) gewonnen.	77
Abbildung A24:	A zeigt das Bodenprofil der Probenahme-Fläche mit den visualisierten Horizontgrenzen. B und C zeigen die Entnahme von Stechzylinder-Proben im Ap-Horizont des Profils.	77
Abbildung A25:	Die Abbildung zeigt eine Auswahl an Partikeln für jede der fünf Kategorien, insgesamt wurden 118 Partikel den Folien, 55	

	Partikel den Fasern, 52 Partikel den Faserbündeln, 19 Partikel den Fragmenten und zehn Partikel den Filmen zugeordnet. ... 78
Abbildung A26:	Abbildung A zeigt die Abweichung der eingesetzten Präzisionswaage während des Messzeitraums. Abbildung B und D zeigen die Waage, Abbildung C zeigt die ungereinigten und gereinigten Mesoplastik-Partikel..... 78
Abbildung A27:	Korrelationsmatrix für die wichtigsten Bodenkenngrößen und die Mesoplastik-Funde. Dargestellt sind die signifikanten Spearman-Korrelationskoeffizienten für die Masse und die Anzahl der Mesoplastik-Funde, Kationenaustauschkapazität, pH, N-Gehalt, C _{org} -Gehalt, Lagerungsdichte und Grobbodenanteil. 79

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Überblick über die von den Autoren definierten Gruppen und Kategorien mit Relevanz für die Untersuchung von MPs in Böden..... 27
Tabelle 2:	Auswahl an Parametern aus der Berechnung der paarweisen Semivariogramme. Diese Daten wurden für die Prozedur des „kriging“ der Bodeneigenschaften und des Mesoplastiks verwendet. 56
Tabelle A3:	Statistische Zusammenfassung der Daten aus 106 Publikationen dargestellt für definierte Gruppen und Kategorien. 80
Tabelle A4:	Zusammenfassung der wesentlichen Bodeneigenschaften aus dem Profil des Probenahme-Standorts. 80
Tabelle A5:	Statistische Auswertungen für Kompost, Bodeneigenschaften und Mesoplastik. 81

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Erläuterung
ATR-FTIR	Abgeschwächte-Totalreflexion-Fouriertransformierte-Infrarotspektroskopie
CEC	Kationenaustausch-Kapazität (KAK); Englisch: cation exchange capacity
C _{org} -Gehalt	Organischer Kohlenstoffgehalt des Bodens; Englisch. Soil organic carbon (SOC)
DS	Dichteseperation
DüMV	Düngemittelverordnung
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
Fenton Reagenz	Mischung aus H ₂ O ₂ und FeSO ₄

Abkürzung	Erläuterung
FTIR	Fouriertransformierte-Infrarotspektroskopie
GIS	Geographisches Informationssystem
GPS	Globales Positionsbestimmungs-System; Englisch: Global Positioning System
H ₂ O ₂	Wasserstoffperoxid
H ₂ O _{dd}	Doppelt destilliertes Wasser
ICP-OES	Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
IQR	Interquartil-Abstand; Englisch: Interquartil Range
IUTA	Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e. V.
LMPs	Großes Mikroplastik; 5 mm - 1 mm; Englisch für large microplastics
LODs	Detektionsgrenzen; Englisch: limits of detection
LOQs	Bestimmungsgrenzen; Englische: limits of quantification
MaPs	Makroplastik; > 5 mm; Englisch: macroplastics
MePs	Mesoplastik; 130 µm - 5 mm; Englisch: mesoplastics
MPs	Mikroplastik; 5 mm - 0,001 mm; Englisch: microplastics
NaCl	Natriumchlorid
3Na ₂ WO ₄ *9WO ₃ *H ₂ O	Natriumpolywolframat
N-Gehalt	Stickstoffgehalt des Bodens
NPs	Nanoplastik; < 1000 nm; Englisch: nanoplastics
OBS	Organische Bodensubstanz; Englische: soil organic matter (SOM)
PE	Polyethylen
PET	Polyethylenterephthalat
POM	Polyoxymethylen (Polyacrylate)
PP	Polypropylen
PS	Polystyrol
PVC	Polyvinylchlorid
Pyr-GC-MS	Pyrolyse-Gaschromatographie mit Massenspektrometrie
REM	Rasterelektronenmikroskopie
REV	Repräsentatives Elementarvolumen; Englisch: representative elementary volume
SBR	Styrol-Butadien-Kautschuk, Englisch: styrene-butadiene rubber
SMPs	Kleines Mikroplastik; 1 mm - 0,001 mm; Englisch: small microplastics
SOC	Soil organic carbon; Deutsch: organischer Kohlenstoffgehalt des Bodens
SOM	Soil organic matter; Deutsch: organische Bodensubstanz (OBS)

Abkürzung	Erläuterung
SOPs	Standard-Verfahren; Englisch: standard operation procedures
TSPP	Natriumpyrophosphat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$), Englisch: tetrasodium pyrophosphate
ZnCl₂	Zinkchlorid

Zusammenfassung

Plastik ist weit verbreitet und wird seit den 1930-40er Jahren mit steigendem Umfang produziert (Bläsing and Amelung, 2018), was unweigerlich zu dessen Eintrag in Böden führt (Dorau et al., 2023). Plastik ist weltweit in Böden nachweisbar, was sich selbst auf abgelegene Wüstenregionen erstreckt (Abbasi et al., 2021). Insbesondere bei höheren Konzentrationen führt Plastik zu negativen Auswirkungen auf Bodenorganismen und das Pflanzenwachstum (Hoppe *et al.*, 2023). Deshalb werden die Partikel inzwischen als globale Bedrohung für Böden angesehen. Verschiedene Eintragspfade können auf kleinräumiger Ebene ohne Erosion (Klärschlamm- oder Kompostapplikation) räumlich abgegrenzt werden, aber auch auf großräumiger Ebene (Wind- oder Wassertransport) zum räumlich schwieriger abzugrenzenden Eintrag von Plastik in Böden führen (Dorau et al., 2023). Die Identifizierung von Polymeren in organik-reichen Böden stellt eine große analytische Herausforderung dar (Hurley und Nizzetto, 2018). Dies wird durch die breite Größenverteilung, vielfältige Formen, unterschiedliche Polymertypen sowie die Alterung des Plastiks erschwert (Ivleva, 2021). Es wurden große Anstrengungen unternommen analytische Methoden zu verbessern, um analytische Fehler zu minimieren (Möller *et al.*, 2020; Gwinnett and Miller, 2021; Prata *et al.*, 2021; Möller *et al.*, 2022). Hingegen wird der Entwicklung von geeigneten Probenahme-Strategien für Plastik in Böden nur sehr wenig Aufmerksamkeit gewidmet (Möller *et al.*, 2020; Yu und Flury, 2021). Aufgrund der potentiell inhomogenen Verteilung von Plastik in einer partikulären Matrix gelten für die Beprobung von Böden sehr hohen Anforderungen (Dorau et al., 2023). Probenahmen unterliegen grundsätzlich dem Zufallsprinzip, welches verschiedene Unsicherheiten aufweist, die einerseits in Anzahl, Volumen und Lage der Einzelstichproben und andererseits in der Probeverarbeitung (u. a. Homogenisierung, Probeteilung, Transport, Lagerung) begründet sind (Gy, 1976). Grundsätzlich kann eine inadäquate Probenahme-Strategie keine zuverlässigen Daten liefern, wobei die Zuverlässigkeit von analytischen Daten von einer repräsentativen Probenahme-Strategie abhängig ist (Zhang, 2007). Eine grundsätzliche Schwierigkeit für Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik liegt in der partikulären und relativ unlöslichen Form des Plastiks begründet (Dorau et al., 2024). Diese führt zu einer ungleichmäßigen Verteilung innerhalb der Böden und ist nicht vergleichbar mit der Verteilung von Bodenkenngrößen, die sich über lange Zeiträume von mehreren tausend Jahren innerhalb der jeweiligen Bodenhorizonte entwickelt haben (Dorau et al., 2023). Hinzu kommt ein hoher Grad an Heterogenität, woraus sich eine besondere Herausforderung in Bezug auf die Probenahme und deren Repräsentativität (Yu und Flury 2021) sowie auf Probeaufbereitung und Analytik (Dorau et al., 2023) ableiten lässt. Zu Beginn des Vorhabens lagen keine systematischen Studien vor, die verschiedenen Strategien zur Probennahme von Plastik in Böden getestet haben. Diese Wissenslücke soll durch das vorliegende Forschungsvorhaben verringert werden, dementsprechend wurden die folgenden Ziele vorgegeben:

- ▶ (1) Zusammenfassung des Wissenstands über Studien zur Probenahme, Probevorbereitung, Probeaufbereitung und Analytik von Plastik in Böden.
- ▶ (2) Entwicklung verschiedener Probenahme-Konzepte aus den identifizierten Defiziten und Wissenslücken des aktuellen Forschungsstands. Abstimmung der entwickelten Konzepte mit dem Projektbeirat.
- ▶ (3) Durchführung eines Praxistests zu Probenahme und Probevorbereitung von Plastik in Böden.
- ▶ (4) Auswertung des Praxistests hinsichtlich Probeaufbereitung und Analytik. Geostatistische Auswertung der erhobenen Daten.

- ▶ (5) Ableitung von Empfehlungen für die Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik von Plastik in Böden. Vorstellung der Ergebnisse bei einem öffentlichen Fachgespräch.

Der **Stand des Wissens zur Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik (1)** von Plastik in Böden ist weiterhin limitiert (Kapitel 1). Die Zahl an Studien steigt stetig an, wobei eine Vielzahl von verschiedenen Probenahme-Strategien und analytische Methoden zum Einsatz kommen. Dies verdeutlicht die dringende Notwendigkeit von möglichst repräsentativen Probenahme-Strategien, reproduzierbarer Probeaufbereitung und harmonisierter analytischer Methoden, um die Vergleichbarkeit der Studien zu verbessern. Grundsätzlich sollte das Maß der bereitgestellten technischen Informationen bei Studien zu Plastik in Böden erhöht werden. Die wichtigen Informationen (Landnutzung, Probenahme-Tiefe, analytische Methoden) werden in der Mehrzahl der vorliegenden Publikationen erfasst und dargelegt. Andere wichtige Informationen, wie die Art der Probehomogenisierung im Feld und/ oder im Labor fehlen hingegen in der Mehrzahl der Studien. Insbesondere der Einsatz adäquater Bodenklassifikations-Systematiken zur Bestimmung der Bodentypen ist zwingend erforderlich. Die Anreicherung und Extraktion von Plastik aus Bodenproben unterliegt großen Herausforderungen, wobei die Wiederfindungsraten wesentlich von den eingesetzten Methoden und den jeweiligen Bodeneigenschaften abhängen. Deshalb müssen alle Studien zu Plastik in Böden wichtige Bodeneigenschaften (u. a. Textur, pH-Wert, C_{org} -Gehalt) bestimmen, damit methodische Herausforderungen hinsichtlich Reproduzierbarkeit und Wiederfindungsraten ausgeräumt werden können. Zusätzlich sind systematische Qualitätskontrollen und der Einsatz von Referenzmaterialien bei der Analytik auf Plastik unverzichtbar. Einem grundlegenden Problem unterliegt die Analytik bei geringer Anzahl von Plastikpartikeln in Bodenproben. Dies geht einher mit geringen Polymermassen und Partikelgrößen, weshalb mitunter Detektions- und Auflösungslimits erreicht werden. Diese müssen grundsätzlich angegeben werden und bei der Bewertung der Ergebnisse mehr Beachtung finden. Bei der komplexen Analytik mit Pyrolyse-Gaschromatographie mit Massenspektrometrie (Pyr-GC-MS) können nicht alle Einzelpolymere gemessen werden, deshalb wird empfohlen die Analytik auf diese „common three“ (Polyethylen (PE), Polypropylen (PP), Polystyrol (PS)) zu beschränken, sofern das hinsichtlich des Eintragspfads sinnvoll ist. Um die räumliche und vertikale Verteilung von Plastik in Böden besser zu verstehen, ist die Integration von geostatistischer Probenahme und Modellierung erforderlich. Hierfür fehlen insbesondere hochaufgelöste Daten auf der Feldskala. (Dorau et al., 2023) Die **Entwicklung verschiedener Probenahme-Konzepte (2)** wurde aus den identifizierten Defiziten und Wissenslücken des aktuellen Forschungsstands abgeleitet (Kapitel 2). Für die vorliegende Arbeit wurde als Eintragspfad des Plastiks in den Boden die Applikation von Kompost aus der Biomüll-Kompostierung ausgewählt. Am ausgewählten Standort ist die applizierte Menge an Kompost sehr genau dokumentiert, außerdem sind auch alle weiteren der folgenden Anforderungen erfüllt:

- ▶ (I) Der ausgewählte Plot soll nur einen Bodentyp mit vergleichbarer Textur und vergleichbaren organischen Kohlenstoff-Gehalten (C_{org} -Gehalten) aufweisen, um die Verfälschung der Analyseergebnisse durch die Probeaufbereitung von unterschiedlichen Bodentypen und sehr variablen Bodeneigenschaften zu vermeiden.
- ▶ (II) Die Fläche soll möglichst geringe Abweichungen im Höhenprofil aufweisen, damit erosionsbedingte Veränderungen der Plastikverteilung weitestgehend ausgeschlossen werden können.
- ▶ (III) Der Eintragspfad soll, abgesehen von unvermeidbaren atmosphärischen Depositionen, möglichst eindeutig als der einzige wesentliche Eintragspfad zuordenbar sein.

In der aktuellen Literatur zur Probenahme finden sich bisher keine systematischen geostatistischen Auswertungen zu Verteilung und Größe des Probenahme-Volumens von Plastik in Böden. Der limitierte Wissensstand wird mit der vorliegenden Studie verbessert. Die Entscheidungsfindung hinsichtlich des anzuwendenden Probenahme-Konzepts erfolgte in enger Abstimmung mit der Projektleitung am Umweltbundesamt (UBA) und dem Projektbeirat (Kapitel 2.2).

Der Praxistest zur **Probenahme und Probevorbereitung (3)** erfolgte auf einer Ackerfläche in Schleswig-Holstein im März 2023 (Kapitel 3). Randomisiert durchgeführte Bohrungen mit einem Pürckhauer Bohrstock über die gesamte Probenahme-Fläche zeigten ein sehr einheitliches Bild der einzelnen Bodenhorizonte. Dementsprechend kann das aufgegrabene Profil als Stellvertreter für die in der Fläche vorliegende Bodenbildung angesehen werden. Bei der Profilbeschreibung wurde die Norm-Braunerde als Bodentyp identifiziert (Ad-hoc AG Boden, 2005). Für das Probenahme-Raster wurde für die Masse der 128 georeferenzierten Mischproben ein einheitliches Ergebnis von $2.350 \text{ g} \pm 140 \text{ g}$ (Mittelwert \pm Standardabweichung) erzielt. Dies zeigt, dass von einem einheitlichen Bodentyp mit vergleichbarer Lagerungsdichte ausgegangen werden kann. Die vorgegebenen Kriterien für die Flächenauswahl (Punkt I - III) sind erfüllt. Der Bodentyp ist gleichmäßig über die gesamte Probenahme-Fläche verteilt. Darüber hinaus ließen sich bei der optischen Begutachtung und einem digitalen Geländemodell keine Reliefunterschiede erkennen und die Mächtigkeit des humosen Oberbodens lässt auf eine gleichmäßig applizierte Kompostmenge schließen. Dies lässt sich aus Daten der Bohrstockkartierung ableiten, da die Tiefe des Ap-Horizonts in den einzelnen Bodenkernen nur minimal variiert ($n = 844$). Alle Proben wurden bereits im Gelände in Aluminiumdosen abgefüllt. Die Lagerung vor und nach der Trocknung erfolgt bei Raumtemperatur in denselben Aluminiumdosen. Die Proben wurden über einen Zeitraum von 14 Tagen bei $35 \text{ }^\circ\text{C}$ getrocknet. Anschließend erfolgte die Siebung der Proben kleiner 5 mm . Aus dem Siebrückstand größer 5 mm wurden die Mesoplastik (MePs) mit einer Pinzette entnommen und in Mikrotiter-Platten für die weitere Aufbereitung und Analytik aufbewahrt. In weiteren Siebschritten wurde eine Teilprobe für die Analytik der Bodeneigenschaften (Fraktion $< 2 \text{ mm}$) sowie die Bodenfraktionen für die Untersuchung auf großes Mikroplastik (LMPs, $5 \text{ mm} - 1 \text{ mm}$) und kleines Mikroplastik (SMPs, $< 1 \text{ mm}$) abgetrennt.

Der **Praxistest zur Probeaufbereitung und Analytik (4)** wurde an 173 teilweise georeferenzierten Mischproben durchgeführt (Kapitel 4). Eine umfassende Charakterisierung der identifizierten Plastikpartikel ist für die Risikoabschätzung zwingend erforderlich. Die gilt besonders, wenn durch Up-Scaling von Proben im Massenbereich von g oder kg auf ganze Schläge oder Einzugsgebiete geschlossen werden soll. Allen der identifizierten MePs hafteten Bodenpartikel an, dies gilt besonders für Fasern, die eine raue und große innere und äußere Oberfläche aufweisen. Dementsprechend wurden alle Partikel einer Reinigungsprozedur unterzogen. Hierfür kamen doppelt destilliertes Wasser und Natriumpyrophosphat zum Einsatz. In der kumulierten Probenmasse von 470 kg wurden 259 MePs gefunden, die dominiert werden von Folien, Fasern und Faserbündeln, im geringeren Umfang werden auch Fragmente und Filme gefunden. In den 844 gezogenen Bohrkernen wurden während der Verarbeitung im Gelände lediglich zwei MePs identifiziert. Dementsprechend ist ein umsichtiges Vorgehen bei der Identifizierung von MePs dringend erforderlich. Fehlende Funde an normalerweise sichtbaren MePs bei der Probenahme im Gelände sind also kein Indiz für eine auszuschließende Belastung eines Standortes. Dennoch wurden in 49 der 173 Mischproben keine MePs-Partikel gefunden auch nach intensiver Sichtung im Labor, das Maximum lag bei sieben Partikeln pro Probe. Nach der Reinigung der Partikel konnten neun verschiedene Polymere identifiziert werden, wobei in absteigender Reihenfolge PE, PP, PET und PS dominieren. Hierbei bestehen die Folien häufig aus PE, während die Fasern meist aus PP bestehen. (Dorau et al., 2024) Grundsätzlich spiegelt sich die Kompostapplikation

in der Zusammensetzung der gefundenen MePs wider, da andere Studien mit demselben Eintragspfad zu vergleichbaren Ergebnissen kommen (u. a. Edo *et al.*, 2022; Scopetani *et al.*, 2022). Insbesondere Filme, die auf Kennzeichnung von Früchten zurückzuführen sind, deuten auf unzureichende Mülltrennung in den Haushalten hin. Weiterführende und wiederkehrende Aufklärung der Verbraucher könnte hilfreich sein, die Zahl der Fehlwürfe zu verringern.

Die geostatistischen Auswertungen der Bodeneigenschaften zeigen, dass die bestimmten Bodeneigenschaften räumlich autokorreliert sind, die einzige Ausnahme bildet der Grobbodenanteil. Der pH-Wert des Bodens wird durch die extrinsische Variabilität bestimmt, wobei die räumlichen Muster durch das Probenahme-Design identifiziert werden können. Die längsgerichteten Muster lassen sich sehr wahrscheinlich mit den Fahrspuren erklären, da in diesen Bereichen mit einer ungleichmäßigen Applikation und Einarbeitung des Komposts zu rechnen ist. Von allen Bodeneigenschaften weist der pH-Wert die stärkste räumliche Abhängigkeit auf. Demzufolge sind Proben, die nah zueinander beprobt werden, ähnlicher als Proben mit weiteren Abständen. Die Verteilung der **MePs**-Funde zeigte keine räumlichen Cluster, weshalb von einer gleichmäßigen Verteilung des Komposts über die gesamte Fläche ausgegangen werden kann. Im Median wurden pro Probe 0,5 Partikel pro kg Boden gefunden, wobei der Median der Partikelmasse bei 2,26 mg pro kg Boden liegt. (Dorau *et al.*, 2024) Diese Ergebnisse liegen unter den Ergebnissen von Weber und Opp (2022), die in Auenböden der Lahn 2,06 P kg⁻¹ gefunden haben. Probenahme-Punkte ohne MePs-Funde treten dicht am Punkt mit dem höchsten Wert von 3,2 P kg⁻¹ auf, worin sich die Zufälligkeit der MePs-Funde widerspiegelt, was im Semivariogramm einem „pure nugget effect“ entspricht. Für die MePs-Masse zeigt sich eine schwach räumliche Abhängigkeit zwischen den Probenahme-Punkten. Es existieren jedoch keine Korrelationen mit den Bodeneigenschaften, was zumindest für den C_{org}-Gehalt nicht den Erwartungen entspricht, da die kompostbedingte Anhebung des C_{org}-Gehalts ebenda auch Plastik eintragen sollte. Die Suche nach einem robusten Schätzer für räumliche Analysen ist besonders für MePs herausfordernd. Die Daten sind nicht normalverteilt, was an einigen wenigen sehr hohen Werten liegt. Auch das Auftreten von Proben ohne Partikelfunde erschwert die statistischen Auswertungen. Der Umgang mit Null-Daten und extremen Ausreißern bedarf dringend einer weiterführenden wissenschaftlichen Diskussion. Als Diskussionsgrundlage werden weitere systematische Studien zur räumlichen Verteilung von Plastik in Böden benötigt, wobei verschiedene Eintragspfade adressiert werden müssen.

Im Gegensatz zum MePs war die Identifizierung von **LMPs** stark limitiert. Aufgrund des hohen Anteils verbleibender organischer Bodensubstanz (OBS) und daraus resultierender Maskierungseffekte ist davon auszugehen, dass es bei der Identifizierung der LMPs-Fraktion zu hohen Minderbefunden gekommen ist. Dementsprechend ist die verwendete Methode ungeeignet, um die LMPs-Fraktion reproduzierbar aus den Bodenproben zu isolieren und zu identifizieren. Es muss eine weiterführende, umfangreiche Methodenentwicklung durchgeführt werden, dies war nicht Gegenstand dieser Arbeit. Aufgrund des erhöhten Arbeitsaufwands und diverser technischer Probleme am Gerät (TED-GC-MS) liegen zum Redaktionsschluss dieses Abschlussberichts noch keine verwertbaren Ergebnisse für **SMPs** vor. Sobald der Bericht des Auftragnehmers der Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe (BGR) vorliegt, wird dieser kommentiert an das UBA weitergegeben.

Die **Ableitung von Empfehlungen für die Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik (5)** von Plastik in Böden wurden bei einem öffentlichen Fachgespräch an der BGR vorgestellt (09.10.2024 – 10.10.2024). Aus dem Stand des Wissens wurden folgende essentielle Empfehlungen für die Probenahme von Plastik in Böden abgeleitet:

- ▶ (I) Eintragspfade: Plastik gelangt über unterschiedliche Pfade in Böden, wobei diese einen spezifischen Fingerabdruck aufweisen. Historische Ereignisse, wie Einträge von Klärschlamm oder Kompost müssen schon bei der Flächenauswahl berücksichtigt werden.
- ▶ (II) Probenahme-Fläche: Angaben zu Bodentyp und grundlegenden Bodeneigenschaften sind unerlässlich, damit die Vergleichbarkeit verschiedener Studien erhöht wird. Die räumliche Verteilung des Plastiks in Böden muss erfasst werden, hierfür sollten die Probenahme-Punkte georeferenziert und die Koordinaten als Stammdaten festgehalten werden, um geostatistische Modellierung – nicht nur für die aktuellen, sondern auch für zukünftige Fragestellungen – zu ermöglichen.
- ▶ (III) Design der Probenahme: Es soll ein minimales Probevolumen bestimmt werden, was für die Gesamtprobe möglichst repräsentativ ist. Dies könnte die Gefahr grundlegender Fehler beim Skalieren von Datensätzen aus kleinen Probevolumina, hinsichtlich Partikelzahl oder Polymermasse, minimieren. Ein Probevolumen von mindestens zwei Litern sollte aus zehn Einzelstichproben zu einer Mischprobe zusammengefügt werden, wobei der Eintragspfad und Flächengröße die Zahl der zu entnehmenden Mischproben bestimmt.
- ▶ (IV) Probevorbereitung: Plastik muss aus der Bodenmatrix isoliert werden, hierbei kommt häufig in unterschiedlichen Kombinationen die Zerstörung der OBS und die Dichteseperation (DS) zum Einsatz. Anschließend müssen die isolierten MPs-Partikel gereinigt werden. Je kleiner die Zielfraktion an MPs ist, umso mehr sind reproduzierbare Verfahrensschritte erforderlich, diese sollten in standardisierten Verfahren (SOPs) festgelegt und anschließend arbeitstäglich dokumentiert werden.
- ▶ (V) Analytische Methoden: Bei der Bestimmung von Polymergehalten mittels Pyr-GC-MS-Verfahren sollten die Detektionsgrenzen (LODs) und Bestimmungsgrenzen (LOQs) angegeben werden. Darüber hinaus wird empfohlen die Zahl der analysierten Polymere auf die „common three“ (PP, PE, PS) zu beschränken, soweit das hinsichtlich des Eintragspfads sinnvoll erscheint. Bei spektroskopischen Methoden muss die Auflösung der Partikelgrößen bereitgestellt werden, bspw. durch Angaben der unteren und oberen Partikelgröße. Wiederfindungsraten müssen grundsätzlich bei allen Methoden bestimmt werden. Soweit möglich müssen dabei Referenzmaterialien zum Einsatz kommen. Die Reproduzierbarkeit von Wiederfindungsraten sollte grundsätzlich bestimmt und angegeben werden.

Alle oben definierten Ziele (1-5) für das Vorhaben konnten umgesetzt werden. Die wesentlichen Ergebnisse des Forschungsvorhabens lassen sich aus dem **Praxistests zu MePs** ableiten. Der beprobte Ackerstandort wurde über einen Zeitraum von 12 Jahren mit Kompost beaufschlagt. Insgesamt erfolgte die Beprobung an 173 größtenteils georeferenzierten Punkten mit insgesamt 844 Einzelstichproben, um geostatistische Analysen zu ermöglichen. Die vorliegenden Datenauswertungen zu Bodeneigenschaften und MePs-Funden lassen essentielle Implikationen über Plastik in Böden zu. Grundsätzlich führt die Applikation von Kompost aus Haushaltsbioabfällen zu einer Anreicherung von Plastik in Böden. Bei der Aufbereitung des identifizierten MePs sind mehrere Reinigungsschritte mit Natriumpyrophosphat (TSPP) und doppelt destilliertem Wasser (H_2O_{dd}) erforderlich, um anhaftende Bodenpartikel zu entfernen. Andernfalls kann es zu massiven Überbefunden bei der gravimetrischen Massebestimmung der Plastikpartikel kommen (300%). Die geostatistischen Analysen zeigen, dass die Variabilität der Verteilung von MePs in Böden wesentlich höher ist als die von natürlichen Bodenkenngrößen. Dementsprechend müssen für MePs deutlich größere Stichproben gezogen werden als für natürliche Bodenkenngrößen, um mit derselben Fehlertoleranz zu beproben. Die Probenahme auf Plastik sollte immer synergistisch zu weiteren Bodeneigenschaften sein. Dementsprechend erscheint es sinnvoll, die

Anzahl der Einzeleinstiche für eine Mischprobe so hoch wie möglich zu wählen, mindestens aber zehn Einzeleinstiche vorzunehmen. Des Weiteren sollten in der Fläche zufällige Stichproben genommen werden, da zwischen den Probenahme-Punkten hinsichtlich der MePs-Anzahl keine räumliche Autokorrelation vorliegt. Grundsätzlich sind weitere geostatistische Untersuchungen für MePs und kleinere Plastikfraktionen erforderlich, um die hier generierten Daten auch für andere Eintragspfade, Bodentypen und Nutzungsarten verfügbar zu machen. Dieser essentielle Schritt würde eine Brücke hin zur Methoden-Harmonisierung und damit auch zur Regulierung von Plastikkontaminationen in Böden bauen.

Summary

Since the 1930s to the 1940s increasing amounts of plastics are produced (Bläsing and Amelung, 2018), which leads to their accumulation in soils (Dorau et al., 2023). Plastics are ubiquitous in soils even in remote desert areas (Abbasi *et al.*, 2021). High concentrations of plastics in soils result in negative impact to soil organism and plant growth (Hoppe *et al.*, 2023). Therefore, plastic particles might be a global threat to soils. Different entry pathways lead to small-scale (sewage sludge, compost) or large-scale (erosion) accumulation of plastics in soils (Dorau et al., 2023). However, the detection of polymers in organic-rich soils is challenging (Hurley und Nizzetto, 2018). The wide size distribution, diverse shapes, different polymer types and ageing of the plastics explains the analytical difficulties (Ivleva, 2021). Great efforts have been made to improve analytical methods to minimize analytical errors (Möller *et al.*, 2020; Gwinnett and Miller, 2021; Prata *et al.*, 2021; Möller *et al.*, 2022), with at least partial achievements. In contrast, very little attention is paid to the development of suitable sampling strategies for plastics in soils (Möller *et al.*, 2020; Yu and Flury, 2021). Due to the potentially inhomogeneous distribution of plastics in the particulate soil matrix, the requirements for the sampling of plastics in soils are high (Dorau et al., 2023). Sampling is generally subjected to the random principle, which has various uncertainties due to the number, volume and location of the individual samples on the one hand and the sample processing (including homogenization, sample division, transport, storage) on the other hand (Gy, 1976). In general, an inadequate sampling strategy cannot provide reliable data, whereby the reliability of analytical data depends on a representative sampling strategy (Zhang, 2007). A fundamental difficulty for sampling, sample preparation and analysis lies in the particulate and relatively insoluble form of plastics (Dorau et al., 2024). This leads to an uneven distribution within the soils and is not comparable with the distribution of soil parameters that have developed over long periods of several thousand years within the respective soil horizons (Dorau et al., 2023). In addition, there is a high degree of heterogeneity, which poses a particular challenge in terms of sampling and its representativeness (Yu and Flury 2021) as well as sample preparation and analysis (Dorau et al., 2023). At the beginning of the project, no systematic studies were available that tested different strategies for sampling plastics in soils. This knowledge gap needs improvement. The present research project can help to reduce the addressed shortcomings. Accordingly, the following objectives were set:

- ▶ (1) Summarize the state of knowledge about soil sampling, sample preparation, sample pre-treatment and analysis of plastics in soils.
- ▶ (2) Development of various sampling concepts from the identified deficits and knowledge gaps in the current state of research. Coordination of the developed concepts with the project advisory board and the project management at the German Environment Agency.
- ▶ (3) Implementation of practical tests on sampling and sample preparation of plastics in soils.
- ▶ (4) Evaluation of the practical tests with regard to sample preparation and analysis. Geo-statistical evaluation of the measured data for plastics.
- ▶ (5) Derivation of recommendations for sampling, sample preparation and analysis of plastics in soils. Presentation of the results at a public expert workshop.

The **state of knowledge on sampling, sample preparation and analysis (1)** about plastics in soils is still limited (Chapter 1). The number of studies is constantly increasing, with a variety of different sampling strategies and analytical methods being used. This highlights the urgent need for representative sampling strategies, reproducible sample preparation and harmonized ana-

lytical methods to improve the comparability of studies. In general, the level of technical information provided in studies on plastics in soils should be increased. The important information (land use, sampling depth, and analytical methods) were recorded and presented in the majority of available publications. However, other important information, such as the type of homogenization in the field and/or in the laboratory, is missing in the majority of studies. In particular, the use of adequate soil classification systems to determine soil types is essential. (Dorau et al., 2023)

The extraction of plastics from soil samples is subject to major challenges, whereby the recovery rates depend largely on the methods used and the respective soil properties. Therefore, all studies on plastics in soils must determine important soil properties (e.g., texture, pH, C_{org} content) to cope with methodological challenges regarding reproducibility and recovery rates. In addition, systematic quality controls and the use of reference materials are indispensable in the analysis of plastics in soil. The analysis of small numbers of plastic particles in soil samples is challenging because of low polymer masses and particle sizes, which is why detection and resolution limits might be undercut. The limits of detection (LODs) and quantification (LOQs) must always be stated and given more consideration when evaluating data about plastics in soils. In complex analysis with pyrolysis gas chromatography with mass spectrometry (Pyr-GC-MS), not all individual polymers can be measured, which is why it is recommended to limit the analysis to these “common three” (polyethylene (PE), polypropylene (PP), polystyrene (PS)), if this makes sense with regard to the plastic input pathway in the investigated soils. In order to better understand the spatial and vertical distribution of MPs in soils, the integration of geo-statistical sampling and modeling is required. There is a lack of high-resolution data at the field scale. (Dorau et al., 2023) Therefore, the present study developed sampling concepts to generate high-resolution data for the compost pathway.

The **development of various sampling concepts (2)** were derived from the identified deficits and knowledge gaps in the current state of research (Chapter 2). For the present study, the application of compost from organic waste composting was selected as the input pathway. The amount of compost applied at the selected site is very precisely documented. Furthermore, the following requirements were also achieved:

- ▶ (I) The selected plot should have one soil type with comparable texture and comparable organic carbon content (C_{org} content) in order to avoid falsification of the analysis results due to sample preparation of different soil types and sample characteristics.
- ▶ (II) The sampling site should not have large deviations in altitude since erosion-related changes in plastic distribution must be excluded.
- ▶ (III) Apart from unavoidable atmospheric deposition, the input pathway should be assignable as the only significant input pathway.

The current literature on sampling does not yet contain any systematic geostatistical evaluations of the distribution and size of the sampling volume for plastics in soils. This study aims to improve the limited state of knowledge. The decision regarding the selected sampling concept was made in close consultation with the project management at the German Environment Agency (UBA) and the project advisory board (Chapter 2.2).

The practice for **sampling and sample preparation (3)** was carried out on an arable field in Schleswig-Holstein in March 2023 (Chapter 3). Randomized sampling with a Pürckhauer drilling rod over the entire sampling site showed a uniform distribution of the soil horizons depths.

Therefore, the excavated profile can be regarded as a representative of the soil formation present on the sampling site. The soil classification identified a Cambisol as soil type (Ad-hoc AG Boden, 2005). For the sampling grid, a uniform result of $2,350 \text{ g} \pm 140 \text{ g}$ (mean \pm standard deviation) was obtained for the mass of the 128 geo-referenced composite samples. This shows that a uniform soil type with comparable bulk density can be assumed. The specified named criteria (I – III) are fulfilled for the selected sampling site. The soil type is evenly distributed across the entire sampling area. In addition, the visual inspection of the field and data upon a digital elevation model did not reveal any topographic depressions; the applied compost appears to have been incorporated very evenly into the entire field. The depth of the Ap horizon also varied only minimally in the individual soil cores ($n = 844$). All samples were filled into aluminum boxes in the field. Storage before and after drying took place at room temperature in the same aluminum boxes. The samples were dried at $35 \text{ }^\circ\text{C}$ over a period of 14 days and afterwards sieved smaller than 5 mm. The mesoplastics (MePs) were removed from the sieve residue larger than 5 mm using tweezers, and stored in microtiter plates for further preparation and analysis. In further sieving steps, a subsample for the analysis of the soil properties (fraction $< 2 \text{ mm}$) and the soil fractions for the analysis of large microplastics (LMPs, $5 \text{ mm} - 1 \text{ mm}$) and small microplastics (SMPs, $< 1 \text{ mm}$) were separated.

The practice for **sample preparation and analysis (4)** were carried out on 173 mixed samples (Chapter 4). A comprehensive characterization of the identified plastic particles is mandatory for risk assessment. This is important when up-scaling from samples in the mass range of g or kg is used to draw conclusions about entire fields or catchment areas. All of the identified MePs were covered with soil particles, especially on fibers due to their rough and large surface. Thus, all particles were subjected to a cleaning process using double distilled water ($\text{H}_2\text{O}_{\text{dd}}$) and tetrasodium pyrophosphate (TSPP). In the cumulative sample mass of 470 kg, 259 MePs were found, which are dominated by foils, fibers and fiber bundles, fragments and films were also found to a lesser extent. Only two MePs were identified in the 844 cores taken during processing in the field. Accordingly, a cautious approach to the identification of MePs is urgently required. Nevertheless, no MePs particles were found in 49 of the 173 composite samples, with a maximum of seven particles per sample. After cleaning the particles, nine different polymers were identified, with PE, PP, polyethylene terephthalate (PET) and PS dominating in descending order. The films are often made of PE, while the fibers are mostly made of PP. (Dorau et al., 2024) In principle, the compost application is reflected in the composition of the MePs findings, as other studies with the same input pathway come to comparable results (e.g., Edo *et al.*, 2022; Scopetani *et al.*, 2022). In particular, films attributable to fruit labeling indicate insufficient waste separation in households. Further and recurring consumer education could be helpful in reducing the number of misthrows.

The geo-statistical analyses of the soil properties show that the specific soil properties are spatially auto-correlated; the only exception shows the coarse soil fraction. Soil pH is determined by extrinsic variability, and the spatial patterns can be identified by the sampling design. The longitudinal patterns can most likely be explained by the tractor lanes, since uneven applications and incorporations of the compost can be expected in these areas. The pH value shows the strongest spatial dependence of all measured soil properties. Therefore, samples close to each other are more similar than samples that are further apart. The distribution of the MePs findings showed no spatial clusters, which is why it can be assumed that the compost was evenly distributed over the entire sampling site. A median of 0.5 particles per kg soil was found per sample, with a median particle mass of 2.26 mg per kg soil. The distribution of the MePs findings showed no spatial clusters, which is why it can be assumed that the compost was evenly distributed over the entire area. (Dorau et al., 2024) These results are lower than the results of Weber and Opp (2022), who found 2.06 P kg^{-1} in alluvial soils from Lahn river. Sampling points without MePs

findings occur close to the point with the highest value of 3.2 P kg^{-1} , reflecting the randomness of the MePs findings, which corresponds to a “pure nugget effect” in semivariogram. The MePs mass shows a weak spatial dependence between the sampling points. As expected, the MePs metrics are correlated, but there are no correlations with the soil properties, which does not meet expectations. At least for the C_{org} content, the compost-related increase in the C_{org} content should have increased the plastic input.

The search for a robust estimator for spatial analyses is particularly challenging for MePs. The data does not follow normal distribution, which is due to a few very high values. The occurrence of samples without particles also complicates the statistical evaluations. Therefore, the handling of zero data and extreme outliers urgently requires further scientific discussions. Further systematic studies on the spatial distribution of plastics in soils are needed, whereby various input pathways must be addressed.

In contrast to MePs, the identification of **LMPs** was very limited. Due to the high proportion of remaining soil organic matter (SOM) and the resulting masking effects, it can be assumed that the identification of the LMPs fraction probably resulted in large under-detections. Accordingly, the used method is not suitable for reproducibly extraction and identification of the LMPs fraction from the soil samples. A further, extensive method development must be carried out, which was not the subject of this work. Due to the increased workload and various technical problems with the device (TED-GC-MS), no reliable results for **SMPs** were available at the time this final report went to press. As soon as the contractor's report is available to the authors, it will be commented and forwarded to the Environmental Agency.

The **derivation of recommendations for sampling, sample preparation and analysis (5)** for plastics in soils was presented at a public expert meeting at the BGR (09.10.2024 - 10.10.2024). The following essential recommendations for the sampling of plastics in soils were derived from the current state of knowledge and the present field trial:

- ▶ (I) Entry pathways: Plastic enters soils via different pathways, each of which has a specific fingerprint. Historical events, such as inputs from sewage sludge or compost, must be taken into account when selecting the sampling site.
- ▶ (II) Sampling site: Information on soil type and basic soil properties is essential to increase the comparability of different studies. The spatial distribution of plastics in soils must be recorded; for this purpose, the sampling points should be recorded in maps with GPS data to enable geo-statistical modeling.
- ▶ (III) Sampling design: A minimum sample volume should be determined that is as representative as possible of the total sample. This could minimize the risk of fundamental errors when scaling data sets from small sample volumes in terms of particle number or polymer mass. A sample volume of at least 2 L derived from at least ten individual samples is recommended for a composite sample. However, the entry pathway and the area of the sampling site should determine the number of composite samples.
- ▶ (IV) Sample preparation: Plastics must be isolated from the soil matrix, hence various combinations of SOM destruction and density separation (DS) were applied in the available literature. The isolated plastic particles must be cleaned from adhering soil particles. The smaller the target fraction of plastics, the more reproducible process steps are required. These steps should be defined in standardized procedures (SOPs) and subsequently documented on a daily basis.

- ▶ (V) Analytical methods: When determining polymer contents using Pyr-GC-MS methods, at least the LODs, LOQs and background values of the samples need specification. Furthermore, it is recommended to limit the number of analyzed polymers to the “common three” (PP, PE, PS), as far as this seems reasonable with regard to the input pathway. For spectroscopic methods, the resolution of the particle sizes must be provided. Recovery rates must be determined for all methods. If possible, reference materials must be used. The reproducibility of recovery rates should always be determined and specified.

All objectives (1-5) defined for the project were achieved. The main results of the research project can be derived from the **field sampling and analysis on MePs**. Compost was applied to the sampled field site over a period of 12 years. Sampling was carried out at a total of 173 georeferenced sampling points with a total of 844 individual samples to enable geostatistical analyses. The measured data on soil properties and MePs findings allow essential implications to be drawn about the dispersion of plastics in soils that received compost. In principle, the application of compost from household bio-waste leads to an accumulation of plastics in soils. When processing the identified MePs, several cleaning steps with TSPP and H₂O_{dd} are required to remove adhering soil particles. Otherwise, the gravimetric mass determination of the plastic particles may be massively overestimated (300%). The geo-statistical analyses showed that the variability of the distribution of MePs in soils is considerably higher than that of natural soil parameters. Accordingly, significantly larger samples must be taken for MePs than for natural soil parameters in order to sample with the same margin of error. Sampling for plastics should always be synergistic with the sampling for other soil properties. Thus, it seems sensible to select the number of individual sampling sites for a composite sample as high as possible, but at least ten individual samples are recommended. Furthermore, random samples should be taken in the field, as there is no spatial auto-correlation between the sampling points with regard to the number of MePs. In general, further geo-statistical investigations are required for MePs in order to make the data generated for the compost pathway available for other input pathways, soil types and forms of use. This essential step would build a bridge to method harmonization and thus also to the regulation of plastic contaminations in soils.

1 Wissensstand zur Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik von Plastik in Böden

Die im folgenden Kapitel dargestellten Ergebnisse wurden im Wesentlichen bereits in Microplastics and Nanoplastics publiziert (Dorau et al., 2023). Das Review steht frei verfügbar zum Download bereit. Da die Ergebnisse des nachfolgenden Kapitels den Verlauf des gesamten Vorhabens maßgeblich beeinflusst haben, wird unter 1.4 eine Bewertung des Wissensstands vorgenommen und die resultierenden Implikationen werden diskutiert. Auch wenn die Einteilung in verschiedene Größenfraktionen in der wissenschaftlichen Gemeinschaft weiterhin stark variiert, setzt sich immer mehr die folgenden u. a. vom CEN ISO/TR 21960 (2020) definieren Größen und Abkürzungen durch: Makroplastik (MaPs, > 5 mm), großes Mikroplastik (LMPs, 5-1 mm), kleines Mikroplastik (SMPs, 1-0,001 mm) und Nanoplastik (NPs, < 1000 nm). Grundsätzlich wird die Summe aus LMPs und SMPs häufig als Mikroplastik (MPs) zusammengefasst. Im nachfolgenden Text wird der Terminus „Plastik“ dann verwendet, wenn mehrere der Größenfraktionen adressiert werden sollen. Diese Bezeichnungen werden im gesamten Manuskript verwendet, eine Ausnahme davon wird für den Praxistest dieser Studie gemacht, dort umfasst das Mesoplastik (MePs) den Größenbereich von 5 mm bis 130 mm, was den tatsächlich identifizierten Funden an MePs entspricht und nach der oben genannten Definition, dem MaPs zugeordnet werden würde.

1.1 Einleitung

Die rapide Zunahme der Produktion von Plastik seit den 1930-40er Jahren (Bläsing & Amelung, 2018), führt unweigerlich zum Eintrag von MPs in Böden. Aufgrund der ubiquitären Nachweisbarkeit von MPs in Böden, die sich selbst auf abgelegenen Wüstenregionen erstreckt (Abbasi et al., 2021), werden die Partikel inzwischen als grundlegende Bedrohung für die Böden angesehen. Verantwortlich sind verschiedene Pfade, die sowohl auf lokalisierbarer, kleinräumiger Ebene (Klärschlamm- oder Kompostapplikation) als auch auf diffuser, großräumiger Ebene (Wind- oder Wassertransport) zum Eintrag von MPs in Böden führen können. (Dorau et al., 2023) Durch beide Eintragspfade werden zahlreiche, persistente Polymere in Böden akkumuliert (Rillig, 2012). Dementsprechend kann das eingetragene MPs als ein Teil der OBS angesehen werden, welche mit zunehmender Verweildauer an die mineralische und organische Komponente der Böden assoziiert wird (Bläsing & Amelung, 2018). Grundsätzlich führt der Einschluss von MPs in Bodenaggregate zur Limitierung analytischer Methoden hinsichtlich der Identifizierung von Polymeren (Okoffo et al., 2021). Insbesondere die Identifizierung diverser Polymertypen in organik-reichen Böden stellt eine große analytische Herausforderung dar (Hurley und Nizzetto, 2018). Dies wird durch die breite Größenverteilung, vielfältige Formen, unterschiedliche Polymer- und Additivtypen sowie den unterschiedlichen Grad der Alterung des MPs erschwert (Ivleva, 2021). Deshalb wurden zahlreiche Ressourcen in die Verbesserung analytischer Methoden investiert, um grundlegende analytische Fehler zu minimieren (Elert *et al.*, 2017; Dierkes *et al.*, 2019; Möller *et al.*, 2020; Gwinnett and Miller, 2021; Prata *et al.*, 2021; Möller *et al.*, 2022). Hingegen wird der Entwicklung von geeigneten Probenahme-Strategien für MPs nur sehr wenig Aufmerksamkeit gewidmet (Möller *et al.*, 2020; Yu und Flury, 2021). Aufgrund der potentiell inhomogenen Verteilung von Plastik in einer partikulären Matrix gelten für die Beprobung von Böden verständlicherweise sehr hohe Anforderungen (Dorau et al., 2023). Die Verteilung unterliegt grundsätzlich dem Zufallsprinzip, welches verschiedene Unsicherheiten aufweist, die einerseits in Anzahl, Volumen und Lage der Einzelstichproben und andererseits in der Probeverarbeitung (u. a. Homogenisierung, Probeteilung, Transport, Lagerung) begründet sind (Gy, 1976). Die jeweiligen Fragestellungen bestimmen häufig die Probenahme-Strategien, wobei die Probenahme

mitunter auch regulatorische Aspekte berücksichtigen können. Grundsätzlich kann eine inadäquate Probenahme-Strategie keine zuverlässigen Daten liefern, wobei die Zuverlässigkeit von analytischen Daten von einer repräsentativen Probenahme-Strategie abhängig ist (Zhang, 2007). Eine grundsätzliche Schwierigkeit für Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik liegt in der partikulären und relativ unlöslichen Form des Plastiks begründet. Dies führt zu einer ungleichmäßigen Verteilung innerhalb der Böden und ist nicht vergleichbar mit der Verteilung von klassischen Bodencharakteristika, die sich über relativ lange Zeiträume von mehreren tausend Jahren innerhalb der jeweiligen Bodenhorizonte entwickelt haben. (Dorau et al., 2023)

Eine reproduzierbare und repräsentative Probenahme-Strategie ist ein wesentlicher Eckpfeiler, um die Präsenz und Verteilung von Plastik in Böden zu bestimmen. Darüber hinaus sind auch die verfügbaren analytischen Techniken zum Nachweis von MPs, bei der Erstellung einer Probenahme-Strategie zu berücksichtigen. Grundsätzlich zeigen die vorliegenden Daten zu MPs in Böden wenig Vergleichbarkeit, da keine SOPs zu Probenahme, Probevorbereitung und Analytik verfügbar sind. (Dorau et al., 2023) Deshalb ist für die Ableitung von wissenschaftlichen Mindestanforderungen eine weiterführende Entwicklung von Methoden und Qualitätskontrollen unerlässlich, um dadurch regulatorische Maßnahmen zu ermöglichen (Möller *et al.*, 2020; Dorau *et al.*, 2023). Bis heute existieren keine Richtlinien für die Überwachung von MPs in Böden (Büks und Kaupenjohann, 2020; Dorau *et al.*, 2023).

Ziel der vorliegenden Studie ist es, die aktuelle Literatur zu Probenahme und Probeaufbereitung zusammenzufassen und bestehende Wissenslücken zu identifizieren. Darüber hinaus werden wesentliche analytische Techniken herausgearbeitet, da diese sowohl die Probenahme-Strategie als auch die Probeaufbereitung wesentlich beeinflussen.

1.2 Methoden

1.2.1 Systematische Zusammenfassung und Datenquellen der vorliegenden Literatur

In Vorbereitung der Literaturrecherche wurden verschiedene Gruppen mit zugeordneten Kategorien definiert, die für die Bestimmung von MPs in Böden relevant sind (Tabelle 1).

Tabelle 1: Überblick über die von den Autoren definierten Gruppen und Kategorien mit Relevanz für die Untersuchung von MPs in Böden.

Group	Category	Comment	Unit
Input pathway	Pathway	Entrance of MP into soils, either targeted or non-targeted.	[-]
	Group	More specialized information about the depositional environment or process.	[-]
	Source	Who is responsible for MP pollution?	[-]
Study site	Size	Area of the study site for which the sample is representative.	[m ²]
	Soil classification	Description of the soil type / order under investigation.	[-]
	Soil management	Information about management practices (e.g., compost, sewage sludge).	[-]
	Land use	Land use classification (e.g., pasture, arable land).	[-]
	Soil properties	Soil properties that were measured concomitantly to MP contents (e.g., pH, texture).	[-]
Sampling design	Sketch	Sketch of the sampling design included (e.g., location and/or distance of the sampling plots).	[-]
	DIN/ISO/CEN	Sampling based on an existing technical note.	[-]
	Sampling time	Season of the year when sampling was conducted.	[-]
	Sampling device	Tool to excavate the soil sample (e.g., spade, auger).	[-]

Group	Category	Comment	Unit
Sampling	Sampling design	Design for soil sampling (e.g., random, raster, transect).	[-]
	Sampling depth	Depth from which the sample is obtained.	[cm]
	Depths	Number of depths differentiated for the study.	[n]
	Single sample	Single samples per composite sample taken per field.	[n]
	Composite sample	Composite samples representative per field.	[n]
	Composite sample mass	Mass per composite sample.	[kg]
	Total number of samples analyzed	Number of individual samples from which particle counts or mass were derived.	[n]
	Storage	Device to transport or store the sample (e.g., aluminum box, glass bottle).	[-]
	Homogenization in the field	How was the bulked sample mixed in the field (e.g., by hand, mixing and quartering).	[-]
Sample preparation	Homogenization in the laboratory	How was the bulked sample mixed in the laboratory (e.g., mortar, sample splitter).	[-]
	Drying	Drying procedure (e.g., oven drying, freeze drying, air drying).	[-]
	Drying temperature	Drying temperature.	[°C]
	Mesh size	Diameter of the mesh for physically sieving the soil sample.	[mm]
	Density separation (DSP)	Mass of soil taken for density separation and/or soil organic matter removal.	[g]
	DSP solution	Density of the solution used for density separation.	[g/cm ³]
	Pretreatment	Extracting agent to remove soil organic matter (e.g., H ₂ O ₂ , Fenton's reagent).	[-]
Analytical methods	Method	Spectroscopic or thermogravimetric (e.g., ATR-FTIR, SEM, Pyr-GC-MS).	[-]
	Polymers	Characteristic polymers under investigation.	[-]
	Unit	Unit of the particle count or mass (e.g., P/kg, P/m ²).	[-]
	Analytical result	Quantification of polymers either as counts (particles/weight) or contents (mass/weight).	[-]
	Reference material	Application of a recovery test or a reference soil (known MP content).	[-]
	LOQ/LOD and size information	Lowest possible concentration or particle size at which the method can detect.	[-]

LOQs: Bestimmungsgrenzen; LODs: Nachweisgrenzen.

Quelle: Dorau *et al.* (2023).

Insgesamt wurden 34 Kategorien zu den folgenden fünf Gruppen zugeordnet:

- ▶ Eintragspfad
- ▶ Informationen zum Probenahme-Standort
- ▶ Probenahme-Design
- ▶ Probeaufbereitung
- ▶ Analytische Methode

Die Literatursuche wurde mit Science Direct (n = 2.278 Artikel; <https://www.sciencedirect.com/>) und SCOPUS (n = 1.548 Artikel; <https://www.scopus.com/>) unter den Stichwörtern „Microplastic“ + „Sampling“ + „Soil“ durchgeführt. Es wurden nur Publikationen berücksichtigt die das Peer-Review-Verfahren durchlaufen haben. Stichtag der Recherche ist der 02.05.2022,

Publikationen die später erschienen sind, konnten nicht berücksichtigt werden. Um einen zusätzlichen Überblick über andere Fachdisziplinen zu erhalten, wurde das Stichwort „Soil“ jeweils durch „Water“ und „Air“ ersetzt. Publikationen hinsichtlich der Verteilung von MPs entlang von Stränden und Marschen wurden nicht ausgeschlossen, da diese mitunter zu Boden-Regolith-Toposequenzen oder zu anderen Reliefsequenzen zuordenbar sind. Das Literaturmanagement erfolgt mit der frei verfügbaren JabRef 5.6 Software. Alle Publikationen wurden nach derselben Vorgehensweise evaluiert, sofern der Titel einen Treffer zeigte, wurde die Zusammenfassung gelesen und bei positivem Befund die relevanten Informationen extrahiert. Nur 5% (n = 106 Publikationen) der Treffer aus der Recherche genügten den folgenden Anforderungen:

- ▶ Probenahme wurde im Gelände durchgeführt
- ▶ Im Labor wurde eine Probeaufbereitung vorgenommen
- ▶ Anzahl oder Masse des gefundenen MPs wurde bestimmt

Die Datenanalyse wurde mit der Programmiersprache R Version 4.2.0 (R Core Team, 2022) und der RStudio Version 2022.2.3.492 (RStudio Team and Rstudio, 2022) durchgeführt. Alle graphischen Darstellungen zeigen die Gesamtheit der Rohdaten aus den 106 ausgewählten Publikationen. Alle berechneten Daten zeigen den Mittelwert und die zugehörige Standardabweichung, wobei eine Ausreißer-Bereinigung vorgenommen wurde. Lag der Interquartilsabstand entweder das 1,5-fache über dem 75. Perzentil oder das 1,5-fache unter dem 25. Perzentil, dann wurde der Wert von den Berechnungen ausgeschlossen.

1.3 Ergebnisse und Diskussion

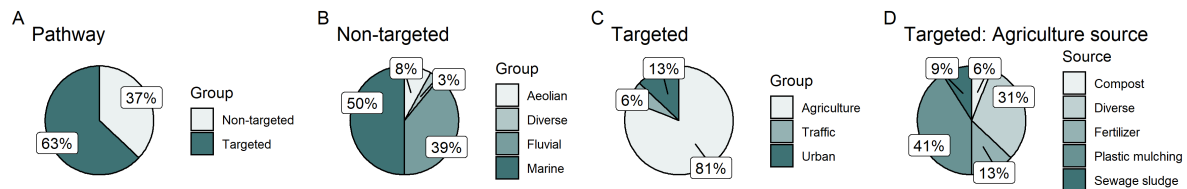
Die wesentlichen Ergebnisse der Literaturrecherche sind in Tabelle A3 zusammengefasst, die Tabelle zeigt die statistische Zusammenfassung der Daten aus 106 Publikationen dargestellt für definierte Gruppen und Kategorien. Für jede Kategorie werden sowohl die Rohdaten als auch die um Ausreißer bereinigten Daten dargestellt. Die Publikationen stammen aus 35 verschiedenen Ländern, wobei die überwiegende Mehrheit von chinesischen Instituten erhoben wurden (Abbildung A15).

1.3.1 Eintragungspfade von Plastik in Böden

Im letzten Jahrzehnt wurden zahlreiche Studien zur potentiellen Gefahr von MPs in Böden veröffentlicht, davon adressierten 2.278 die Probenahme in Böden (Abbildung A16). Die menschliche Gesundheit ist häufig nicht direkt von der Gefahr durch Bodenverunreinigung betroffen, was sich in der höheren Zahl an Publikationen für die Suchbegriffe „Luft“ (n = 5.159) und „Wasser“ (n = 9.221) widerspiegelt. Mit einer Zeitverzögerung von ca. fünf Jahren gegenüber den Kompartimenten Luft und Wasser, steigt seit 2015 auch die Zahl an Publikationen zu MPs in Böden exponentiell an. Etwa ein Drittel der Studien beschäftigt sich mit ungezielten Einträgen von MPs in Böden (Abbildung 1), hierbei liegen mehr Studien zu marinen (50%) als zu fluvialen (39%) und äolischen Einträgen (8%) vor. (Dorau et al., 2023) Marine Plastikkontaminationen sind weltweit ubiquitär in Meeren und Ozeanen, weshalb das Thema einer hohen öffentlichen Wahrnehmung unterliegt (u. a. Dekiff *et al.*, 2014). Etwa zwei Drittel der Studien untersuchte „gezielte“ Eintragungspfade, die sich den Gruppen Landwirtschaft (81%), Urbanität (13%) oder Verkehr (6%) zuordnen lassen. Hierbei werden Einträge aus dem Verkehr dominiert von Reifenabrieb aus Straßenabfluss und urbane Einträge aus ungewollten Einträgen durch sogenanntes Littering. Dies umfasst achtlos oder unabsichtlich verteiltes Plastik, welches in Böden eingetragen wird. Die Gruppe der landwirtschaftlichen Einträge werden dominiert durch Einträge aus Mulchfolien (41%), Dünger (13%), Klärschlamm (9%) und Kompost (6%). Abbildung A17 zeigt, dass je nach

Pfad die Anzahl der eingetragenen MPs-Partikel stark variiert, mit den niedrigsten Partikelzahlen über äolische Einträge ($0,42 \pm 0,33 \text{ P kg}^{-1}$) und den höchsten Partikelzahlen über urbane Einträge ($6,176 \pm 6,481 \text{ P kg}^{-1}$). Grundsätzlich stehen erhöhte Plastikkontaminationen in Böden im Zusammenhang mit menschlicher Aktivität und Urbanität. Böden werden als Senke für Plastik angesehen (Rillig, 2012).

Abbildung 1: Eintragungspfade für MPs in Böden innerhalb der ausgewählten Publikationen.



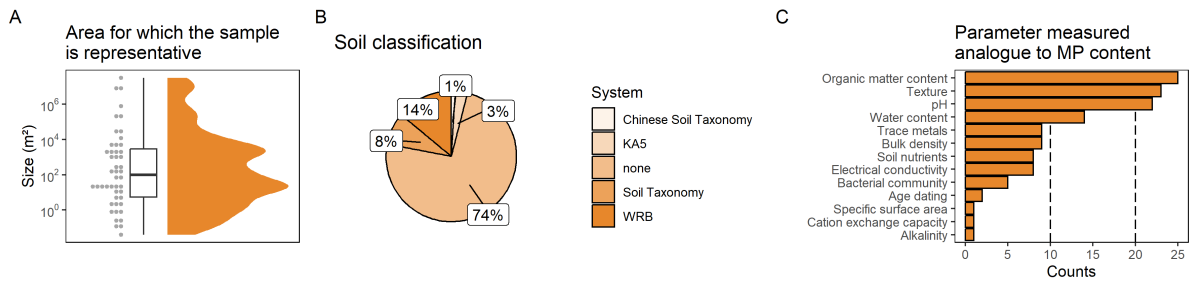
Daten extrahiert aus der Gruppe der Eintragungspfade aus den 106 ausgewählten Publikationen, sofern dazu Angaben gemacht wurden. A zeigt die Verteilung zwischen gezielten (63%) und ungezielten (37%) Einträgen. B zeigt, dass bei den ungezielten Einträgen die marinen Einträge mit 50% der Studien überwiegen. C zeigt, dass bei den gezielten Einträgen die Gruppe der landwirtschaftlichen Einträge mit 81% dominiert. Innerhalb der landwirtschaftlichen Einträge dominiert die Gruppe der Mulchfolien (41%), was Abbildung D verdeutlicht.

Quelle: Dorau *et al.* (2023).

1.3.2 Probenahme-Fläche

Die Größe der untersuchten Flächen liegt zwischen einigen Quadratmetern (z. B. Yang *et al.*, 2022) bis hin zu einigen Quadratkilometern (z. B. Sarkar *et al.*, 2022) mit einer durchschnittlichen Größe von $736 \text{ m}^2 \pm 1452 \text{ m}^2$ und einem Median von 25 m^2 (Abbildung 2). Was eine deutliche Rechtsschiefe des Datensatzes aufzeigt und damit die Überrepräsentation von kleinen Flächen verdeutlicht. Grundsätzlich war in der Mehrheit der Studien nicht klar definiert, welche Flächengröße die genommenen Mischproben repräsentieren. Kleine Flächen mit einer bestimmten Anzahl von Einzelproben bilden den wahren Messwert deutlich besser ab als größere Flächen mit einer vergleichbaren Anzahl von Einzelproben (Dorau *et al.*, 2023). Geostatistische Ansätze können erfolgreich für die Bestimmung der räumlichen Variabilität von Bodeneigenschaften genutzt werden (Cambardella *et al.*, 1994a). Diese Informationen liegen für MPs auf der Feldebene nicht vor, die anzunehmende Variabilität steht wahrscheinlich in Abhängigkeit von Eintragungspfad, Nutzungsart und Landschaftsform (Dorau *et al.*, 2023). Die Beprobung von größeren Flächen wird generell als sinnvoll erachtet, da Höhenunterschiede, insbesondere in Auenbereichen zu veränderten Sedimentationsbedingungen führen können, was kleinräumig zu großen Unterschieden in den sedimentierten MPs-Mengen führen kann (Rolf *et al.*, 2022). Demzufolge sollten topographische Karten mit eingezeichneten Probenahme-Punkten und -Flächen eine wichtige Grundlage für die Veröffentlichung von Daten darstellen. Abbildung 3 zeigt, dass nur in 47% der Publikationen, zumindest eine Skizze der Probenahme-Fläche aufzufinden ist. Darüber hinaus fehlt häufig die Information zur Bodenklassifikation, der Bodentyp wird nur in 24% der Publikationen bestimmt. Diese Informationen sind essentiell, da Bodentyp und Bodeneigenschaften wie Textur und organische Bodensubstanz die Wiederfindungsraten von MPs in Böden massiv beeinflussen können (Dorau *et al.*, 2023). Die MPs-Partikel sind mitunter in Bodenaggregate eingeschlossen und dadurch maskiert, was sich in verringerten Wiederfindungsraten bemerkbar macht (Q. Zhou *et al.*, 2018). Außerdem kann die Analytik mit Pyr-GC-MS zur Bestimmung von Polymergehalten durch Proben mit hohen Anteilen von organischer Bodensubstanz (OBS) gestört werden (Steinmetz *et al.*, 2020). Deshalb ist es zwingend erforderlich, bei Studien über MPs in Böden zumindest Bodentyp, Ausgangsmaterial und grundlegende Bodeneigenschaften wie Textur, C_{org} -Gehalt und pH-Wert anzugeben. Diese Informationen wurden bei 20% der untersuchten Studien bestimmt. (Dorau *et al.*, 2023)

Abbildung 2: Größe der Probenahme-Flächen, verwendete Klassifikationssystematiken und gemessenen Bodencharakteristika der ausgewählten Publikationen.



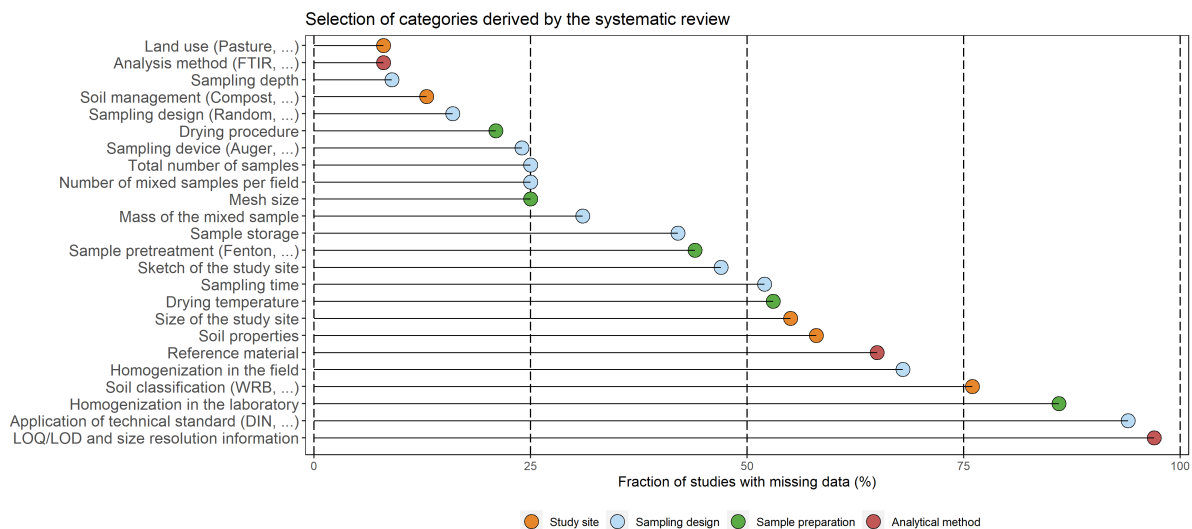
Daten extrahiert aus der Gruppe der 106 ausgewählten Publikationen, sofern dazu Angaben gemacht wurden. A zeigt die Verteilung der beprobten Flächengröße (Median in m²). B zeigt die verwendeten Bodenklassifikations-Systematiken, mit der häufigsten Verwendung (74%) der Bodenkundlichen Kartieranleitung (KA5). C zeigt die gemessenen Bodencharakteristika mit der häufigsten Bestimmung von organischer Bodensubstanz, Textur und pH-Wert, wobei nur bei einem Viertel der Publikationen überhaupt Bodencharakteristika bestimmt wurden.

Quelle: Dorau *et al.* (2023).

1.3.3 Design der Probenahme

In lediglich 25% der untersuchten Studien wurde das Probenahme-Gerät angegeben, am häufigsten wurde zur Beprobung ein Spaten verwendet (Abbildung 3). Mitunter erfolge die Probenahme mit Hilfe von Vakuumpumpen, um MPs von der Bodenoberfläche von Wanderwegen abzusaugen und zu isolieren, die über Abrieb und Fragmentierung von Kleidung eingetragen wurden (Forster *et al.*, 2022). Die Probenahme mit Bohrgerät oder Stechzylindern ist sinnvoll, um unterschiedliche Lagerungsdichten innerhalb der Probenahme-Flächen zu berücksichtigen.

Abbildung 3: Fehlende Daten aus der Gruppe der „analytischen Methoden“ aus allen ausgewählten Publikationen.



Daten extrahiert aus der Gruppe der 106 ausgewählten Publikationen. Die Abbildung zeigt, dass in mehr als 75% der Publikationen folgende essentielle Daten fehlen: LOD und LOQ, Verweise auf technische Standards, Homogenisierung der Böden im Labor sowie die verwendete Bodensystematik.

Quelle: Dorau *et al.* (2023).

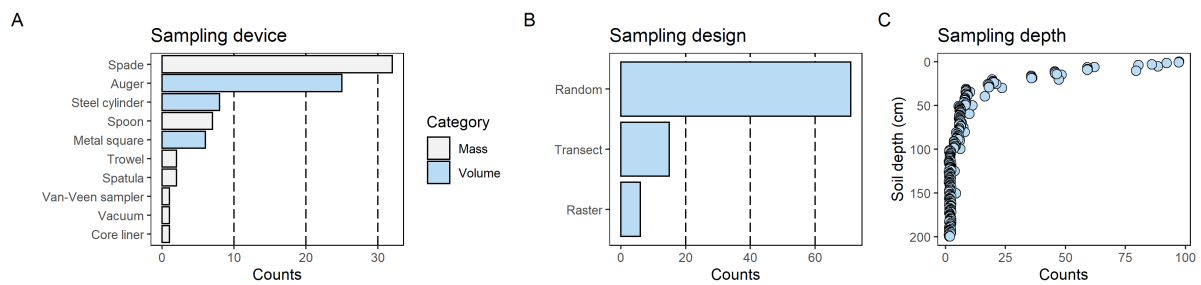
Nach Helcoski *et al.* (2020) kann es in Marschgebieten mit geringen Lagerungsdichten von 0,26 g cm⁻³ bis 0,81 g cm⁻³ sinnvoll sein, die identifizierten MPs-Partikel nicht auf das Gewicht, sondern auf die Partikelanzahl pro Fläche (P kg⁻¹) oder das Volumen zu beziehen (P L⁻¹).

Zufällige oder stratifiziert zufällige Probenahme erfolgte in zwei Drittel der Studien, welche dazu Informationen bereitgestellt haben (Abbildung 4). Die Erstellung von Mischproben wurde durchgeführt an Transekten entlang von Flüssen (Scheurer & Bigalke, 2018), bei der Beprobung von Standorten unter der Verwendung von Mulchfolien (Steinmetz et al., 2021) und entlang von Straßenböden (Müller et al., 2022). Eine Transekt-Beprobung erfolgte lediglich an 12% der untersuchten Studien. Die Zeit der Probenahme ist gleichmäßig über das gesamte Jahr verteilt (Abbildung A18). Grundsätzlich sollte der Zeitpunkt der Probenahme an die Eintragspfade angepasst werden. Die MPs-Gehalte steigen durch jede weitere Applikation von Klärschlamm an (Corradini et al., 2019), weshalb eine Beprobung vor und nach der Applikation anzuraten ist. Selbiges gilt bei der Verwertung von Kompost oder beim Einsatz von mit Mikroplastik gekapselten Düngern sowie bei der Beprobung von Sedimenten nach Hochwasserereignissen. (Dorau et al., 2023)

Unbeantwortet bleibt bisher die Frage nach der optimalen Anzahl von Einzelproben, um eine möglichst repräsentative Mischprobe herzustellen. Selbiges gilt für Masse oder Volumen der Einzel- und Mischproben. Aus den vorliegenden Daten wurde eine durchschnittliche Nummer von $3,7 \pm 1,6$ Einzelproben und $1,4 \pm 0,7$ Mischproben pro räumliche Einheit berechnet. In 54% der Studien mit zugehörigen Daten erfolgte ausschließlich die Entnahme einer einzelnen Mischprobe mit einer Masse von $1,3 \text{ kg} \pm 1,1 \text{ kg}$. Grundsätzlich zeigen größere Probemassen kleinere Fehler, werden die MPs-Partikel in P kg^{-1} Trockenmasse angegeben, wird eine Masse von mindestens einem Kilogramm empfohlen (Möller et al., 2020). Andere Autoren schlagen größtmögliche Probemassen bzw. Probevolumina vor, beispielsweise zweihundert Liter bezogen auf die Fläche von einem Quadratmeter zu entnehmen und diese dann durch Probenteilung zu reduzieren (Yu und Flury, 2021). Zusammenfassend bleibt festzuhalten, dass die Anwendbarkeit sowohl für große als auch für kleine Probevolumina bisher nicht an einem Standort überprüft wurde, weshalb grundlegende Aussagen nicht möglich sind. Nach dem bisherigen Wissenstand muss bei der Wahl des Probevolumens der Eintragspfad, die Aufbereitungsmethode und die Analyse-methode berücksichtigt werden.

Bei der überwiegenden Mehrheit der ausgewählten Studien erfolgte die Probenahme in den oberen 30 cm der Mineralbodenhorizonte. Mitunter werden aber auch andere Ansätze verfolgt. Forster et al. (2022) beprobten nur die Bodenoberfläche, eine andere Studie entnahm hingegen Proben bis in eine Tiefe von 2 m (Weber et al., 2022c). Eine vertikale Beprobung in mehreren Tiefenstufen ist aus wissenschaftlicher Sicht wünschenswert, häufig aber limitiert durch zeitliche und monetäre Rahmenbedingungen, was letztlich die Anzahl der analysierbaren Proben beschränkt. Durchschnittlich wurden 43 ± 37 Proben analysiert, wobei die Spanne sehr weit gefasst ist und von 444 Proben mittels visueller Begutachtung (Ghimire et al., 2017) auf lediglich zwölf Proben bei Pyr-GC-MS-Messungen variiert (Müller et al., 2022). Probeaufbereitung und Analytik mit Pyr-GC-MS sind aufwendig und dementsprechend kostenintensiv. (Dorau et al., 2023)

Abbildung 4: Extrahierte Daten aus der Gruppe „Probenahme-Design“ aus allen ausgewählten Publikationen.



Daten extrahiert aus der Gruppe „Probenahme-Design“ der 106 ausgewählten Publikationen, sofern dazu Angaben gemacht wurden. A zeigt die verwendeten Probenahme-Geräte, wobei der Spaten das am häufigsten eingesetzte Werkzeug ist. B zeigt die verwendeten Probenahme-Designs, mit der häufigsten Verwendung von Zufallsbeprobungen. C zeigt die Probenahme-Tiefe, wobei sich die Beprobungen im überwiegenden Maße auf den oberen Bodenhorizont beschränkt.

Quelle: Dorau *et al.* (2023).

1.3.4 Probevorbereitung und Probeaufbereitung

Grundsätzlich ist während des Transports und der Lagerung von Bodenproben zur Analytik auf MPs keine Kühlung erforderlich, da unter Raumtemperatur keine Veränderung des persistenten MPs zu erwarten ist. In den ausgewählten Publikationen wurden die Proben vor der weiteren Aufbereitung zunächst getrocknet, hierbei dominiert die Ofentrocknung (60%), gefolgt von der Lufttrocknung (39%), in seltenen Fällen (1%) wurden die Proben gefriergetrocknet (Abbildung 5). Trocknungstemperaturen über 40 °C werden nicht empfohlen, da sie möglicherweise die physikalischen Eigenschaften durch Glasübergang, Schmelzen oder Degradierung von MPs verändern (Thomas *et al.*, 2020). Bevor die Proben chemisch oder physikalisch verändert werden, um sie für die Analytik vorzubereiten, ist eine adäquate Homogenisierung erforderlich. Homogenität der Proben ist gegeben, wenn der Analyt zufällig verteilt in der Probe vorliegt, wobei perfekt homogenisierte Proben faktisch nicht existieren, was im besonderen Maße für die Verteilung von MPs-Partikel in Bodenproben anzunehmen ist. Der Vorgang der Probehomogenisierung darf keinesfalls unterschätzt werden, da Versuchsergebnisse durch inadäquate Homogenisierung massiv verfälscht werden können (Dorau *et al.*, 2024). Es stehen verschiedene händische und automatisierte Techniken zur Probehomogenisierung zur Verfügung, häufig werden das händische Teilen durch Vierteln oder das automatische Teilen mit einem Riffelteiler eingesetzt. Abbildung 3 zeigt, dass in den untersuchten Studien häufig Angaben zur Homogenisierung im Gelände (68%) und im Labor (86%) fehlen. (Dorau *et al.*, 2023) Je mehr Geräte zum Einsatz kommen und je länger die Probe der Umgebungsluft exponiert ist, desto größer ist die Gefahr einer Probenkontamination.

Nach der Probetrocknung und Homogenisierung erfolgt die Siebung, wobei sich für die avisierten Größenfraktionen, die Einteilungen durchgesetzt haben, die bereits zu Beginn des Kapitels diskutiert wurden (Kapitel 1). Die dort definierten Einteilungen von 5 mm - 1 mm für LMPs und 1 mm - 0,001 mm für SMPs haben sich in der wissenschaftlichen Gemeinschaft durchgesetzt (Ivleva, 2021). Dementsprechend wurde die Maschenweite kleiner 5 mm in den untersuchten Studien am häufigsten eingesetzt, wobei insgesamt 30 verschiedene Maschenweiten verwendet wurden (Abbildung 5B). Zur Bestimmung von Bodeneigenschaften wird grundsätzlich die Fraktion kleiner 2 mm genutzt, die sich an der Definition der Obergrenze der Grobsand-Fraktion orientiert. Dies führt zu einer Inkonsistenz in den Datensätzen hinsichtlich der Einteilung in LMPs und SMPs, was bei der Beprobung - mit einem definierten Volumen - unbedingt berücksichtigt werden muss. In der evaluierten Literatur variierte die Zahl der sogenannten Sieblinien stark

zwischen eins und fünf, wobei die Abtrennung in mehrere Fraktionen die nachfolgenden Aufbereitungsschritte (u. a. DS) verbessern kann, da Matrixeffekte reduziert werden. (Dorau *et al.*, 2023) Durch sequenzielle, automatisierte Bildanalyse können die MPs-Partikel zusätzlich entsprechend der längsten Ausdehnung in verschiedenen Unterfraktionen eingeteilt werden (Abbasi *et al.*, 2021).

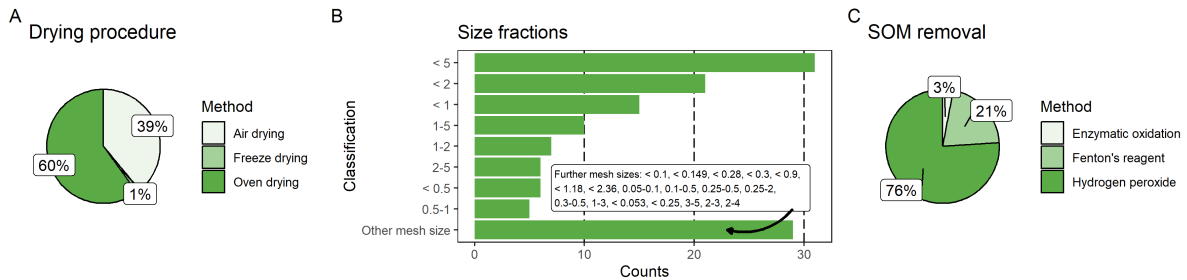
Spektroskopische Verfahren benötigen in der Regel reine Proben, um das Signal-Rausch-Verhältnis zu minimieren. Bei Pyr-GC-MS-Methoden können die organische Bodensubstanz und Mineraloberflächen zu falsch-positiven oder falsch-negativen Ergebnissen bei der Quantifizierung von Polymergehalten führen. Deshalb kommt eine Vielzahl von Aufreinigungsverfahren zum Einsatz, um die Verfälschung von Analyseergebnissen zu verringern. Die Aufreinigung bzw. Zerstörung der OBS (Wasserstoffperoxid (H_2O_2), Fentons-Reagenz, Enzyme) wird mitunter auch dann empfohlen, wenn die Träger auf denen MPs-Partikel gesammelt werden keine sichtbaren organischen Boden- und/ oder Pflanzenreste aufweisen. (Dorau *et al.*, 2023)

Zur Aufreinigung und/ oder zur Verringerung von OBS kommen Oxidationsmittel (Wasserstoffperoxid (H_2O_2), Fentons-Reagenz (H_2O_2 + Eisensulfat ($FeSO_4$))) und/ oder enzymatische Zersetzung zum Einsatz (Abbildung 5C). Hierbei dominiert die Verwendung von H_2O_2 (30%), wobei ein mittleres Feststoff zu Lösungsverhältnis von $5,7 \pm 10$ Masse Volumen⁻¹ angewendet wird (Abbildung A19). Die mittlere Reaktionstemperatur liegt bei $60 \text{ °C} \pm 9 \text{ °C}$ mit einer Spannweite von 25 °C bis 75 °C , mit einer Reaktionszeit von $44 \text{ h} \pm 26 \text{ h}$ und einer weiten Spannweite von 1 h bis zu 192 h. Die Maskierung von MPs-Partikeln durch die OBS kann, u. a. bei hyperspektralen Methoden, die Identifizierung der Polymere verhindern (Faltynkova *et al.*, 2021). In 76% der betrachteten Studien erfolgte eine Behandlung der Proben mit H_2O_2 , während in den restlichen Studien keine Angaben zur Entfernung der OBS gemacht wurden. Neben der organischen Substanz stört auch die Mineralfraktion die Analytik von MPs in Böden, weshalb in 87% der Studien eine DS erfolgt ist. Die Mehrzahl der Studien (63%) verwendete eine Salzlösung, mitunter wurden auch zwei oder drei verschiedene Salzlösungen eingesetzt. Die eingewogene Probemasse für die DS liegt bei $84 \text{ g} \pm 87 \text{ g}$, die mittlere Dichte der Salzlösung bei $1,4 \text{ g cm}^{-3} \pm 0,2 \text{ g cm}^{-3}$. Am häufigsten wurde Natriumchlorid (NaCl) verwendet, was bei Sättigung eine maximale Dichte (ρ) von $1,2 \text{ g cm}^{-3}$ erreichen kann. Dies ist die Limitierung der NaCl-Lösungen, da häufig verwendete Plastik (u. a. Polyethylenterephthalat (PET), $\rho = 1,31 - 1,43 \text{ g cm}^{-3}$) eine höhere Dichte aufweisen und deshalb nicht abgetrennt werden können. Höhere Dichten haben Lösungen aus kostenintensivem Natriumpolywolframat ($3Na_2WO_4 \cdot 9WO_3 \cdot H_2O$, $\rho \approx 1,7 \text{ g cm}^{-3}$) und toxischem Zinkchlorid ($ZnCl_2$, $\rho \approx 1,7 \text{ g cm}^{-3}$). In der analysierten Literatur wurden 14 verschiedene Dichtelösungen verwendet, deren Dichten eine Spannweite von $1,0 - 1,85 \text{ g cm}^{-3}$ aufweisen. Die hohe Spannweite verdeutlicht, dass eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse unterschiedlicher Studien kaum möglich ist. (Dorau *et al.*, 2023) Um bedeutende Polymere (PET; Polyoxymethylene (POM), $\rho = 1,20 - 1,58 \text{ g cm}^{-3}$; Polyvinylchlorid (PVC), $\rho = 1,41 - 1,61 \text{ g cm}^{-3}$) mit höheren Dichten abzutrennen, sind grundsätzlich Dichtelösungen mit höherer Dichte anzuraten (Okoffo *et al.*, 2021). Hohe Abscheideraten können so beispielsweise mit $ZnCl_2$ erzielt werden, dennoch besteht selbst bei vollständiger Abscheidung der mineralischen Komponente das Problem, dass der nach der DS abgezogene Überstand häufig noch partikuläre OBS enthält, welche die nachgeschaltete Analytik mit $\mu FTIR$ stören kann (Möller *et al.*, 2022).

Es ist bekannt, dass die Bodeneigenschaften (u. a. Aggregatstabilität, Carbonatgehalt, Gehalt an OBS, Tongehalt) die Wiederfindungsraten von Polymeren stark beeinflussen. Demzufolge sind matrixabhängige Wiederfindungsraten bei der Analytik von Bodenproben zwingend erforderlich. Lediglich 37 der evaluierten 106 Studien haben einen Wiederfindungstest durchgeführt. (Dorau *et al.*, 2023) Unter anderem werden die Wiederfindungsraten vom Polymertyp und vom

Gehalt der OBS bestimmt (Corradini et al., 2019), was verdeutlicht, wie wichtig die bodenchemische Charakterisierung der untersuchten Böden ist. Die Anpassung von Methoden aus Untersuchungen von Sedimenten müssen wohlüberlegt angepasst werden, wenn sie wirksam für die Untersuchung von Böden eingesetzt werden sollen (Cutroneo et al., 2021).

Abbildung 5: Extrahierte Daten aus der Gruppe „Probearbeitung“ (A und B) und „Probeaufbereitung“ (C) aus allen ausgewählten Publikationen.



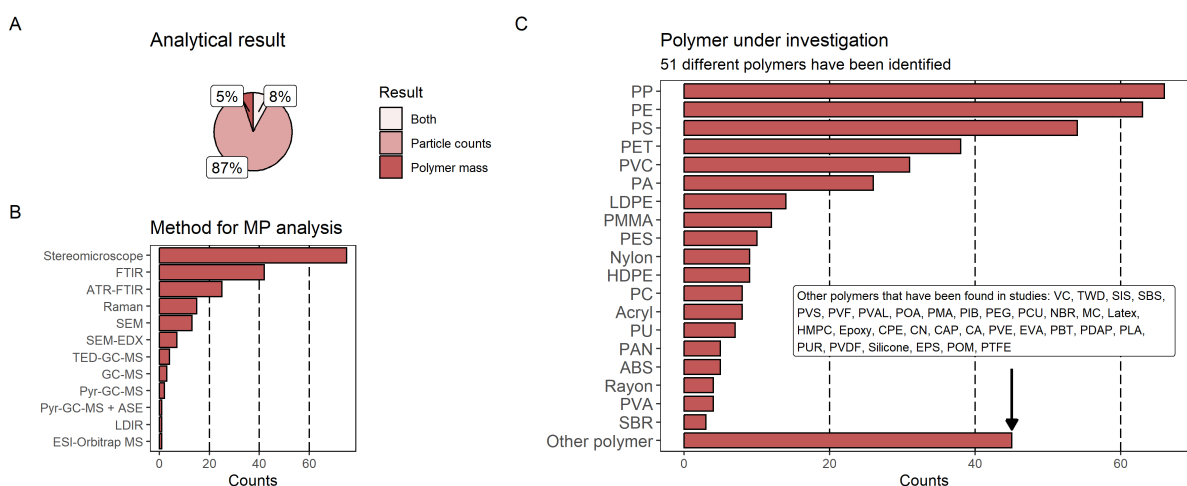
Daten extrahiert aus der Gruppe „Probearbeitung“ und -aufbereitung der 106 ausgewählten Publikationen, sofern dazu Angaben gemacht wurden. A zeigt die Methoden zur Trocknung der Proben, wobei die Lufttrocknung mit 60% das am häufigsten eingesetzte Verfahren ist. B zeigt die untersuchten Größenfraktionen mit der die Proben gesiebt wurden, am häufigsten wurde die Fraktion kleiner 5 mm abgetrennt. C zeigt die Methoden zur Entfernung der OBS, wobei die Verwendung von Wasserstoffperoxid in 76% der Fälle das Mittel der Wahl ist.

Quelle: Dorau et al. (2023).

1.3.5 Analytische Methoden

Die Notwendigkeit zur Untersuchung von MPs in der Umwelt hat zur Entwicklung einer Vielzahl von analytischen Methoden geführt. Viele dieser Methoden werden auch für die Untersuchung von Bodenproben genutzt, hierbei kam die visuelle Identifizierung in 87% der 106 untersuchten Studien zum Einsatz. Die visuelle Identifizierung ist eine relativ einfache und kostengünstige Methode (Abbildung 6).

Abbildung 6: Extrahierte Daten aus der Gruppe „Analytische Methoden“ aus allen ausgewählten Publikationen.



Daten extrahiert aus der Gruppe „Analytische Methoden“ der 106 ausgewählten Publikationen, sofern dazu Angaben gemacht wurden. A zeigt, dass in 87% der Studien die Partikelanzahl bestimmt wurde, wobei in 5% der Studien sowohl die Partikelzahl als auch die Polymermasse angegeben wird. B zeigt die verwendeten Analysemethoden, am häufigsten wurden Lichtmikroskopie und Fouriertransformierte-Infrarotspektroskopie (FTIR) eingesetzt. C zeigt die identifizierten Polymere, am häufigsten wurden in absteigender Reihenfolge Polypropylen (PP), Polyethylen (PE) und Polystyrol (PS) gefunden.

Quelle: Dorau et al. (2023).

Nur 13% der Studien nutzten Pyr-GC-MS-Methoden, um damit die Konzentration der einzelnen Polymere zu bestimmen (Dorau *et al.*, 2023). Beide Methoden (FTIR, Pyr-GC-MS) kamen immerhin in 5% der Studien zum Einsatz (u. a. Tun *et al.*, 2022; Chouchene *et al.*, 2022). In 70% der Publikation wurden Lichtmikroskope zur Identifizierung von MPs verwendet, zusätzlich erfolgte teilweise die Identifizierung der Polymertypen mittels FTIR (40%), abgeschwächter Totalreflexions-FTIR (ATR-FTIR, 23%) oder Raman-Spektroskopie (14%) (Dorau *et al.*, 2023). Nach Zhou *et al.* (2019) führt die hochauflösende Raman-Spektroskopie mitunter zu sehr hohen Partikelzahlen ($2,2 \cdot 10^4 - 6,9 \cdot 10^5$ P kg⁻¹). Je kleiner die Partikel, desto größer wird die Querempfindlichkeit der Methoden gegenüber der OBS, was zu falsch-positiven oder falsch-negativen Ergebnissen führen kann. (Dorau *et al.*, 2023) Mitunter kommt auch Rasterelektronenmikroskopie (REM) mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) zum Einsatz, um den Grad der MPs Degradierung zu untersuchen (u. a. Vetrimurugan *et al.*, 2020; Rezaei *et al.*, 2022). Spektroskopische Methoden können durch Mikroskopie mit polarisiertem Licht oder den Einsatz von Fluoreszenzfarbstoffen verbessert werden (Möller *et al.*, 2020).

Die kostenintensiven Methoden der Pyr-GC-MS können sowohl den Polymertyp als auch dessen Masse bestimmen (Dorau *et al.*, 2023). Hierfür sind aufwendige Probevorbereitungen mit der Kombination von DS und Zerstörung der OBS nötig, des Weiteren ist die analysierbare Probe-masse in der Regel sehr gering und liegt zwischen 10 - 50 mg (Eisentraut *et al.*, 2018). Das Hochskalieren von sehr geringen Probenmassen ist fehlerbehaftet und benötigt eine möglichst perfekte Homogenisierung der Gesamtprobe, was auch aufgrund der unterschiedlichen Partikelgrößen der verschiedenen Polymerfraktionen nahezu unmöglich ist (Dorau *et al.*, 2023).

Abbildung A20 zeigt, dass in 80% der untersuchten Studien die gewählte Einheit für MPs in P kg⁻¹ angegeben wird. Häufig werden dabei sehr kleine Teilproben auf sehr große Einheiten skaliert, was aufgrund der oben diskutierten inhomogenen Verteilung von MPs-Partikel in Bodenproben zu großen Fehlern führen kann. Dementsprechend geben manche Autoren die Partikelzahl bezogen auf kleinere Massen an (u. a. P g⁻¹, P 5 g⁻¹, P 30 g⁻¹, P 100 g⁻¹), was hinsichtlich der Skalierungsfehler sinnvoll erscheint. Dies führt dazu, dass Analyseergebnisse zwischen den Studien schwierig zu vergleichen sind. Wobei die Vergleichbarkeit auch aufgrund der vielen verschiedenen Probenahme-Designs, Aufbereitungsschritte und Analysetechniken nicht sinnvoll erscheint. (Dorau *et al.*, 2023)

Am häufigsten werden in der untersuchten Literatur die folgenden Polymere nachgewiesen: Polypropylen (PP) > Polyethylen (PE) > Polystyrol (PS), weshalb für diese Polymeren die Begrifflichkeit der „common three“ vorgeschlagen wird. Diese Polymere werden weltweit am häufigsten produziert, wobei 36% auf PE, 21% auf PP und 8% auf PS entfallen (Geyer *et al.*, 2017). Insgesamt wurden in den Studien 51 verschiedene Polymere identifiziert, dieser heterogene Fingerabdruck verdeutlicht die zukünftigen analytischen Herausforderungen. Dementsprechend könnte es hilfreich sein, die Analytik auf diese „common three“ zu beschränken, da insbesondere bei der komplexen Analytik mit Pyr-GC-MS nicht alle Einzelpolymere gemessen werden können.

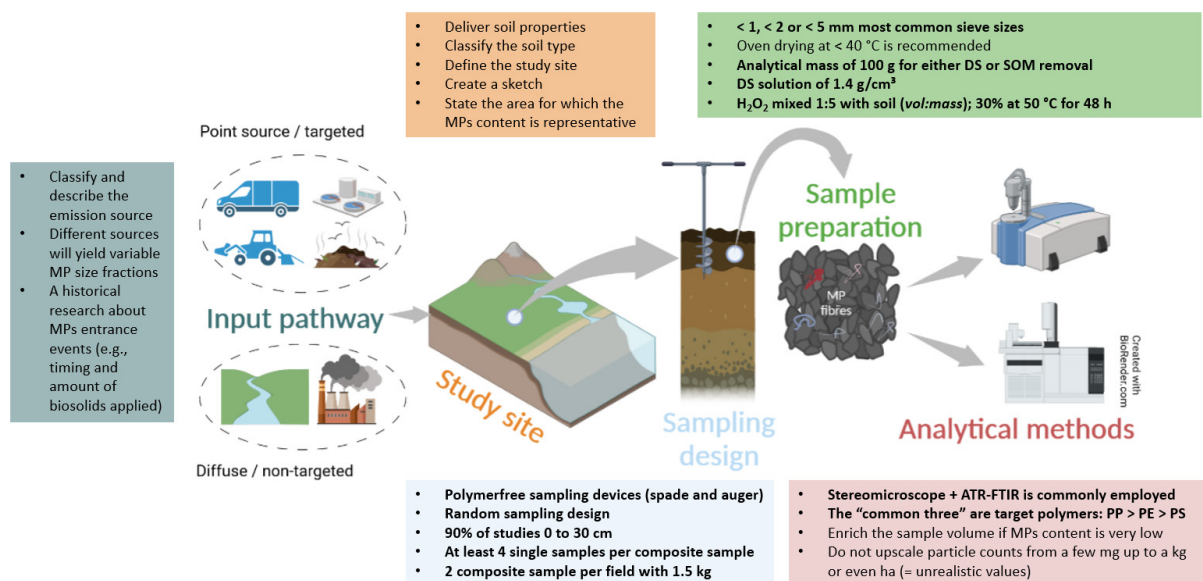
1.4 Empfehlungen für weiterführende Konzepte

Verschiedene Probenahme-Konzepte, fehlende grundlegende Informationen und fehlende SOPs führen zu einer mangelnden Vergleichbarkeit von Studien über MPs in Böden. Insbesondere das Skalieren von Daten hinsichtlich der MPs-Gehalte oder Partikelzahlen ist aufgrund der heterogenen MPs-Partikel Verteilung in Böden fehlerbehaftet, entsprechend sind größere Probevolumina empfehlenswert, um die Repräsentativität zu erhöhen. Ein konzeptualisiertes Arbeitsschema hinsichtlich der hier vorgenommenen Gruppierungen kann Abbildung 7 entnommen werden. Dieses kann als Vorschlag an nötigen technischen, analytischen und statistischen Mindestanforderungen für die Untersuchung von MPs in Böden angesehen werden, die aus der bestehenden

Literatur abgeleitet wurden. Aus Sicht der Autoren (Dorau et al., 2023), sollten folgende Mindestanforderungen in zukünftigen Studien adressiert werden, um reproduzierbare und repräsentativere Ergebnisse zu erzielen:

- ▶ **Eintragspfade:** MPs gelangt über unterschiedliche Pfade in Böden, wobei diese einen spezifischen Fingerabdruck (Größenfraktion, Form, Polymerzusammensetzung) aufweisen. Insbesondere historische Ereignisse, wie Applikationen (u. a. Klärschlamm, Kompost) sollten berücksichtigt werden, um die Ergebnisse in den korrekten Kontext zu setzen.
- ▶ **Probenahme-Fläche:** Angaben zu Bodentyp und grundlegenden Bodeneigenschaften sind unerlässlich, damit die Vergleichbarkeit verschiedener Studien erhöht wird. Besonders die Erfassung der räumlichen Verteilung des MPs in einer definierten Bodeneinheit über verschiedene Skalen (Horizont, Bodenprofil, Feldmaßstab, Bodenregion) ist notwendig, um zukünftig bodenspezifische Richtlinien ableiten zu können. Hierfür sollten die Probenahme-Punkte in Karten mit GPS-Punkten festgehalten werden, damit die geostatistische Modellierung von Datensätzen ermöglicht werden kann.
- ▶ **Design der Probenahme:** Zusätzliche Daten zur räumlichen Verteilung von MPs in Böden sind erforderlich, um die Repräsentativität der Beprobung abzuschätzen. Hierfür sollte ein minimales Probevolumen bestimmt werden, was für die Gesamtprobe möglichst repräsentativ ist. Dies könnte die Gefahr grundlegender Fehler beim Skalieren von Datensätzen aus kleinen Probevolumina, hinsichtlich Partikelzahl oder Polymermasse, minimieren.
- ▶ **Probevorbereitung:** MPs muss aus der Bodenmatrix isoliert werden, hierfür stehen verschiedene Verfahren zur Verfügung (manuelle oder elektrostatische Extraktion, DS). Anschließend müssen die MPs gereinigt werden, des Weiteren ist eine Reduktion der OBS erforderlich. Je kleiner die Zielfraktion an MPs ist, umso mehr sind reproduzierbare Verfahrensschritte erforderlich, diese sollten in umfangreichen SOPs festgelegt und anschließend arbeitstäglich dokumentiert werden.
- ▶ **Analytische Methoden:** Bei der Bestimmung von Polymergehalten mittels Pyr-GC-MS-Verfahren sollten zumindest LODs, LOQs und Blindwerte der Proben angegeben werden. Darüber hinaus wird empfohlen die Zahl der analysierten Polymere auf die „common three“ (PP, PE, PS) zu beschränken, soweit das hinsichtlich des Eintragspfads sinnvoll erscheint. Bei spektroskopischen Methoden müssen die oberen und unteren Grenzen der Partikelgrößen bereitgestellt werden. Wiederfindungsraten müssen grundsätzlich bei allen Methoden bestimmt werden. Soweit möglich sollten dabei Referenzmaterialien zum Einsatz kommen. Die Reproduzierbarkeit von Wiederfindungsraten sollte grundsätzlich bestimmt und angegeben werden.

Abbildung 7: Konzeptualisierte Empfehlungen zur Bestimmung von MPs-Kontaminationen in Böden.



Die farbigen Boxen adressieren die jeweiligen Gruppen, die für diese zusammenfassende Studie ausgewählt wurden. Aus den wesentlichen Ergebnissen konnten Handlungsempfehlungen für die Untersuchung von MPs in Böden abgeleitet werden. Hinsichtlich der Eintragspfade ist zu beachten, dass Quellen klassifiziert und beschrieben werden und historische Daten über MPs-Einträge dokumentiert werden. Darüber hinaus sollten quellspezifische MPs-Größenfraktionen berücksichtigt werden. Bezogen auf die Probenahme-Flächen werden unverzichtbare Mindestanforderungen definiert (u. a. Bodeneigenschaften, Bodentyp, Karte der Fläche). Hinsichtlich des Probenahme-Designs wird empfohlen, Zufallsstichproben zu entnehmen und mindestens vier besser zehn Einzelproben zu einer Mischprobe zu vereinigen, die Probenahme muss möglichst polymerfrei gestaltet werden. Für die Probevorbereitung wird die Fraktionierung in MePs (MaPs), LMPs und SMPs vorgeschlagen, bei der Trocknung dürfen 40 °C nicht überschritten werden und schließlich sollte die Probemasse für die weiterführende Probevorbereitung möglichst 100 g nicht unterschreiten. Bei der Analytik ist zu beachten, dass neben der visuellen Identifizierung, die Kombination verschiedener Methoden (Spektroskopie, Pyr-GC-MS) angewendet werden sollte.

Quelle: Dorau *et al.* (2023).

1.5 Schlussfolgerungen

Die Zahl an Studien über MPs in Böden steigt stetig an, wobei eine Vielzahl von verschiedenen Probenahme-Strategien und analytischen Methoden eingesetzt werden. Dies verdeutlicht die dringende Notwendigkeit von möglichst repräsentativen Probenahme-Strategien, reproduzierbarer Probeaufbereitung und harmonisierter analytischer Methoden, um die Vergleichbarkeit der Studien zu verbessern. Grundsätzlich sollte das Maß der bereitgestellten technischen Informationen bei Studien zu MPs in Böden erhöht werden. Die wichtigen Informationen (Landnutzung, Probenahme-Tiefe, analytische Methoden, Partikelzahl oder Polymerkonzentrationen) werden in der Mehrzahl der vorliegenden Publikationen erfasst und dargelegt. Andere wichtige Informationen, wie die Art der Probehomogenisierung im Feld und/ oder im Labor fehlen hingegen in der Mehrzahl der Studien. Insbesondere der Einsatz adäquater Bodenklassifikations-Systematiken zur Bestimmung der Bodentypen ist zwingend erforderlich und sollte die Basis aller Studien über MPs in Böden sein. Die Extraktion und Aufkonzentration von MPs aus Bodenproben unterliegt weiterhin großen Herausforderungen, wobei die Wiederfindungsraten wesentlich von den eingesetzten Methoden und den jeweiligen Bodeneigenschaften abhängig sind. Deshalb müssen grundsätzlich alle Studien zu MPs in Böden wichtigen Bodeneigenschaften (u. a. Textur, pH-Wert, C_{org}-Gehalt) bestimmen, damit methodische Herausforderungen hinsichtlich Reproduzierbarkeit und Wiederfindungsraten ausgeräumt werden können. Zusätzlich sind systematische Qualitätskontrollen und der Einsatz von Referenzmaterialien bei der Analytik auf MPs unverzichtbar. Einem grundlegenden Problem unterliegt die Analytik bei geringer Anzahl von MPs-

Partikel in Bodenproben. Dies geht einher mit geringen Polymermassen und Partikelgrößen, weshalb mitunter Detektions- und Auflösungslimits erreicht werden. Diese müssen grundsätzlich angegeben werden und bei der Bewertung der Ergebnisse mehr Beachtung finden. Bei der komplexen Analytik mit Pyr-GC-MS können nicht alle Einzelpolymere gemessen werden, deshalb wird empfohlen, die Analytik auf diese „common three“ (PP, PE, PS) zu beschränken, falls das hinsichtlich des Eintragspfads sinnvoll ist. Um die räumliche und vertikale Verteilung von MPs in Böden besser zu verstehen, ist die Integration von geostatistischer Probenahme und Modellierung erforderlich. Hierfür fehlen insbesondere hochaufgelöste Daten auf der Feldskala. Damit die aufgezeigten Herausforderungen bei Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik von MPs in Böden adressiert werden können, wurde basierend auf der vorliegenden Literatur eine Handlungsempfehlung mit nötigen Mindestanforderungen für nachfolgende Studien erstellt. Diese Mindestanforderungen wurden im weiteren Projektverlauf umgesetzt, was essenzielle Auswirkungen auf den geplanten Projektverlauf hat, welche im folgenden Abschnitt diskutiert werden.

1.6 Implikationen für den weiteren Projektverlauf

Aus den Ergebnissen der vorgenommenen Literaturstudie ergeben sich wichtige Implikationen für den weiteren Projektverlauf. Die projektrelevanten Punkte sollen hier zusammengefasst werden. In zahlreichen Studien zur Probenahme und Analytik von Plastik in Böden wurde der Einsatz von geostatistischen Methoden bei der Beprobung ignoriert. Dementsprechend soll das hier abgeleitete Probenahme-Konzept verschiedene geostatistische Methoden prüfen, um die vorhandenen Wissenslücken zu verkleinern. Darüber wird in der Literatur häufig ein Up-Scaling von sehr kleinen Probevolumina bis auf die Einzugsgebietsebene vorgenommen, was ein hohes Risiko birgt, mögliche Fehler bei Probenahme, Probeaufbereitung und/ oder Analytik zu potenzieren. Deshalb müssen unterschiedlich große Probevolumina untersucht werden. Weiterhin ist es wichtig, historische Datengrundlagen zur Flächennutzung und möglicher Applikation von plastikhaltigen Klärschlämmen oder Komposten zu kennen. Aus der Summe der identifizierten Defizite der vorliegenden Literatur zu Plastik in Böden ergeben sich folgende Mindestanforderungen, an das hier zu entwickelnde Probenahme-Konzept:

- ▶ Bei der Flächenauswahl ist zu beachten, dass historische Daten verfügbar sind.
- ▶ Die Bodenklassifikation ist durch das Anlegen einer Profilgrube zu ermöglichen.
- ▶ Zur Auswahl der nachgeschalteten Probeaufbereitung und Analytik ist die Bestimmung von grundlegenden Bodeneigenschaften (u. a. pH-Wert, C_{org} -Gehalt, Textur) erforderlich.
- ▶ Der Einsatz verschiedener geostatistischer Ansätze ist notwendig, um die Heterogenität der Verteilung von Plastik in der Fläche abschätzen zu können.
- ▶ Untersuchung verschiedener Probegrößen, um eine Empfehlung hinsichtlich adäquater Probevolumina ableiten zu können.

Darüber hinaus ist das Probenahme-Konzept an den Eintragspfad zu orientieren, was eine Vereinheitlichung von Verfahren extrem erschwert. Auch sollte bereits bei der Entwicklung des Probenahme-Konzepts, die zu untersuchende Größenfraktion des Plastiks berücksichtigt werden. Bestenfalls können alle Größenfraktionen (MePs, LMPs, SMPs) untersucht werden. Hinsichtlich der ökotoxikologische Risikoabschätzung muss insbesondere auf die kleineren Partikelfraktionen (SMPs, NPs) ein größeres Augenmerk gelegt werden. Je kleiner die Partikel sind, desto höher ist die Wahrscheinlichkeit der toxischen Wirkung auf Bodenlebewesen und Pflanzen. Dar-

über hinaus steigt die Wahrscheinlichkeit für den Transport der Partikel im Boden mit dem Sickerwasser. Diese Erkenntnisse basieren auf neuen Forschungsergebnissen (u. a. Hoppe *et al.*, 2023), die zum Zeitpunkt der Antragstellung noch nicht vorlagen. Dies wurde auch bei der Entwicklung des Probenahme-Konzepts, in enger Abstimmung mit UBA und Projektbeirat, berücksichtigt. Demzufolge wurden beim UBA zusätzliche Mittel zur Verfügung gestellt, um auch die Plastikfraktion kleiner als 1 mm (SMPs) zu untersuchen. Die zusätzlichen Vergabemittel wurden auf Wunsch des Geldgebers an das Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e. V. (IUTA) vergeben, damit an einem Teil der Proben auch SMPs mittel Pyr-GC-MS untersucht werden können.

Ursprünglich war im Projektantrag die Erstellung eines Normentwurfs für die Beprobung von Plastik in Böden vorgesehen. Aus der vorliegenden Literaturrecherche muss abgeleitet werden, dass dies mit dem derzeitigen Stand des Wissens nicht möglich ist. Aufgrund der Vielzahl verschiedener Eintragspfade von Plastik in Böden (u. a. Kompost, Klärschlamm, Reifenabrieb, Littering, Mulchfolien) muss davon ausgegangen werden, dass es pfadspezifische Größenfraktionen, Polymerzusammensetzungen und Verteilungsmuster von Plastik in Böden gibt. Darüber hinaus liegen bisher keine geostatistischen Datenauswertungen vor, weshalb durch die vorliegende Arbeit zunächst eine umfangreiche Grundlage zur räumlichen Verteilung von Plastik in Böden geschaffen werden muss.

2 Entwicklung verschiedener Probenahme-Konzepte

Im folgenden Kapitel werden die verschiedenen Probenahme-Konzepte vorgestellt (Kapitel 2.1). Anschließend wird die Vorstellung und Diskussion der Konzepte mit der Projektleitung am UBA und dem Projektbeirat dargelegt (Kapitel 2.2). Die daraus folgenden Konsequenzen für den weiteren Projektverlauf werden in Kapitel 2.3 aufgezeigt.

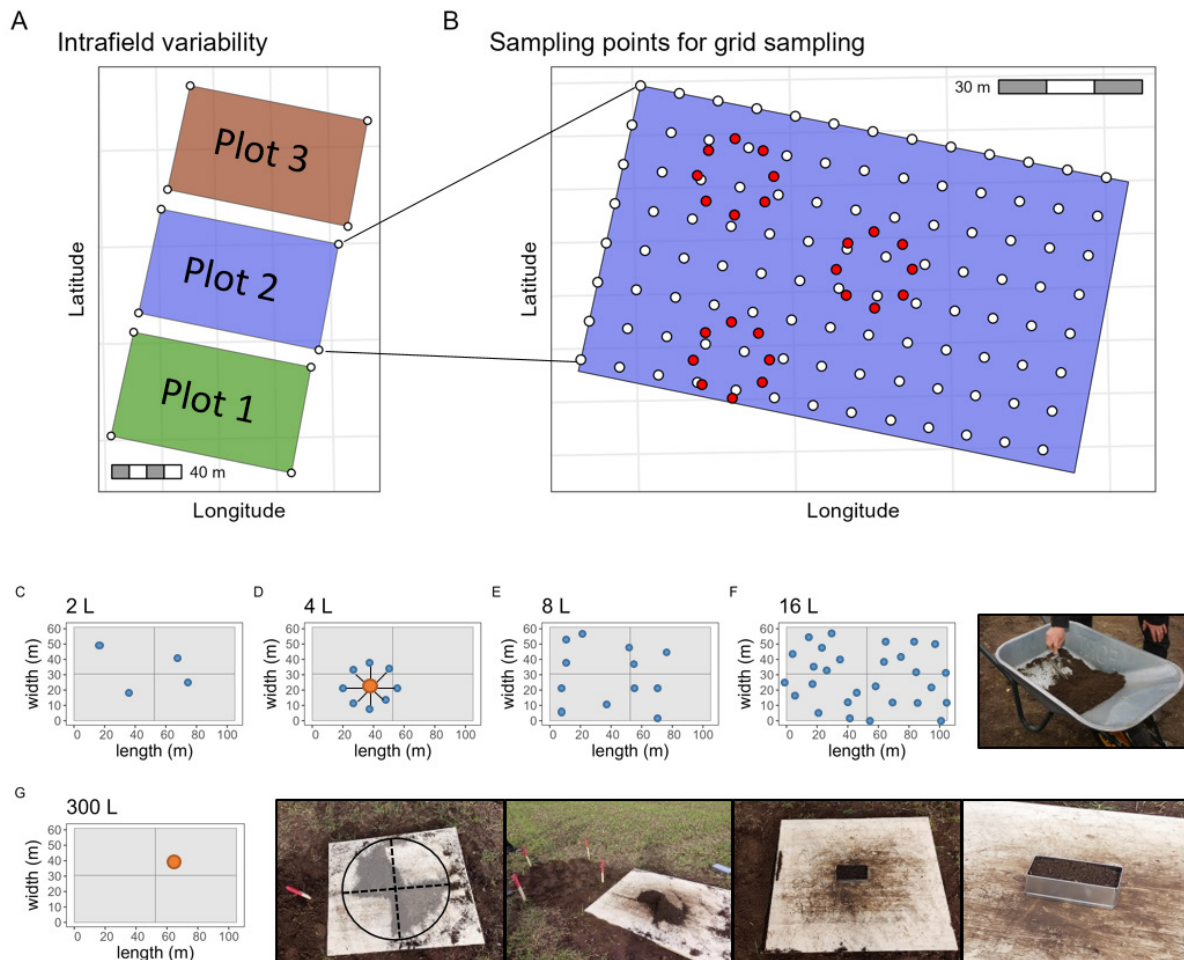
2.1 Vorstellung der verschiedenen Probenahme-Konzepte

Aus der Literaturrecherche (Kapitel 1) wurden die folgenden Anforderungen an eine mögliche Probenahme-Fläche abgeleitet: (I) Der ausgewählte Plot soll nur einen Bodentyp mit vergleichbarer Textur und vergleichbaren C_{org} -Gehalten aufweisen, um die Verfälschung der Analyseergebnisse durch die Probeaufbereitung von unterschiedlichen Bodentypen zu vermeiden. (II) Die Fläche soll möglichst geringe Abweichungen im Höhenprofil aufweisen, damit erosionsbedingte Veränderungen der Plastikverteilung weitestgehend ausgeschlossen werden können. (III) Die Historie des Eintragspfads von Plastik muss bekannt und dokumentiert sein. (IV) Der Eintragspfad soll, abgesehen von unvermeidbaren atmosphärischen Depositionen, möglichst eindeutig als der einzige wesentliche Eintragspfad zuordenbar sein. (Dorau *et al.*, 2024) Für die vorliegende Arbeit wurde als Eintragspfad die Applikation von Kompost aus der Biomüll-Kompostierung ausgewählt. Am ausgewählten Standort ist die applizierte Menge an Kompost sehr genau dokumentiert, außerdem sind auch alle weiteren oben genannten Anforderungen erfüllt.

Die meisten vorliegenden Studien zu Plastik in Böden sind explorativ, um ein tieferes Verständnis der Plastikdynamik in Böden zu generieren, sind jedoch systematische Studien nötig (Weber *et al.*, 2021). Darüber hinaus liegt eine Publikation vor, die großmaßstäbliche, deutschlandweite Modellierungen des Plastikeintrages in Böden durchgeführt hat (Brandes *et al.*, 2021). Bisher gibt es jedoch keine Studien, welche die räumliche Verteilung von Plastik in Böden mit geostatistischen Methoden evaluiert haben. Um die Variabilität von Plastik auf der Feldskala zu erklären und eine adäquate Probegröße abzuleiten, sind anspruchsvolle Probenahme-Designs nötig (Dorau *et al.*, 2023). Grundsätzlich hat die räumliche Vorhersage von Bodencharakteristika eine lange Geschichte in der Bodenforschung, wobei sie ursprünglich für die Bergbauindustrie entwickelt wurde (Hillel, 2005). Eine häufig eingesetzte Methode für die räumliche Interpolation ist das sogenannte „Kriging“, welches über Semivariogramme die Varianz zwischen Probenahme-Punkten bestimmt (Chesworth, 2008). Die Erfassung solcher Daten wird als zwingend erforderlich angesehen, um Aussagen über die Repräsentativität von Einzelproben treffen zu können (Dorau *et al.*, 2023). Dementsprechend wurde das hierfür nötige Probenahme-Design der Projektleitung und dem Projektbeirat vorgeschlagen.

Abbildung 8 zeigt die geplante Lage der unterschiedlichen Probenahme-Punkte innerhalb der ausgewählten Probenahme-Fläche. Im folgenden Kapitel werden die einzelnen Probenahme-Designs kurz beschrieben.

Abbildung 8: Lage der unterschiedlichen Probenahme-Punkte innerhalb der ausgewählten Probenahme-Fläche.



Innerhalb der Probenahme-Fläche wurden drei Plots mit identischer Größe definiert (A). In allen drei Plots wurde jeweils dasselbe Beprobungs-Muster gelegt, um die Variabilität zwischen den Einzelflächen identifizieren zu können. Hierbei kamen unterschiedliche Probenahme-Designs zu Einsatz. Die Abbildungen C, E, und F zeigen die zufällig verteilte Probenahme-Punkte mit unterschiedlich großen Probevolumina von 2 L (C), 8 L (E) und 16 L (F), die jeweils zu einer Mischprobe vereinigt wurden. Die Variante D zeigt die Beprobung analog zur Bodenzustands-Erhebung nach Jacobs *et al.* (2018), das Probevolumina entspricht 4L. G zeigt die Beprobung von einem Volumen von 300 L, welches durch Probeteilung auf ein Volumen von 2,5 L reduziert wurde. Abbildung B zeigt den zweiten Plot, dieser liegt in der Mitte der Fläche. In diesen Plot wurde zusätzlich ein Raster mit 104 georeferenzierten Probenahme-Punkten gelegt, die Entfernung zu den benachbarten Punkten beträgt jeweils 8 m. Zusätzlich gibt es 24 Verdichtungs-Punkte mit Punktabständen kleiner als 8 m, um Semivariogramme erstellen zu können. Die Gesamtzahl beträgt 128 georeferenzierte Probenahme-Punkte.

Quelle: Dorau *et al.* (2024).

2.1.1 Plastikverteilung innerhalb eines Rasters

In den zentralen Plot der ausgewählten Fläche wird ein Raster gelegt, welches geostatistische Auswertungen hinsichtlich der räumlichen Verteilung von Plastik innerhalb der Fläche ermöglicht. Die Auswahl der Probenahme-Punkte erfolgt mit dem geographischen Informationssystem (GIS; ArcGIS Desktop, Esri, Release 10.8.2). Das reguläre Raster von 8 m x 8 m enthält insgesamt 104 einzelne Probenahme-Punkte. Zusätzlich werden 24 sogenannte irreguläre Verdichtungs-Punkte mit Abständen kleiner als 8 m eingefügt, um Semivariogramme berechnen zu können. Dementsprechend sind insgesamt 128 Einzelproben vorgesehen, wobei an jedem Punkt drei Einzelproben entnommen und zu einer Mischprobe vereinigt werden sollen. Grundsätzlich gilt, dass die Probenanzahl für geostatistische Verfahren so hoch wie möglich gewählt werden sollte:

Je höher die Probenzahl, desto besser und aussagekräftiger sind die Ergebnisse. Die hier gewählten Rasterabstände und Probenanzahl orientiert sich an der realisierbaren Probenanzahl im Projektrahmen.

2.1.2 Plastikverteilung in unterschiedlichen Probenahme-Volumina

Dieser Ansatz soll die Bestimmung eines repräsentativen Elementarvolumens (REV) ermöglichen. Die verschiedenen Probevolumina (2 L, 4 L, 8 L, 16 L, 300 L) zielen darauf ab, entweder die Anzahl der Einzelproben für eine Mischprobe oder das Gesamtvolumen der Probe zu erhöhen. Das REV-Konzept wurde in den 1950er Jahren in den Materialwissenschaften (Hill, 1952) und der Bodenphysik (Hubbert, 1957) entwickelt, es beschreibt den Zusammenhang des kleinsten und größten Probevolumens, welches charakteristisch für die Gesamtprobe ist. Um diesen Aspekt zu berücksichtigen, soll das REV in fünf Varianten erhöht werden. Alle fünf Varianten werden in jedem der drei vorgesehenen Plots mit dreifacher Wiederholung entnommen. Dementsprechend gibt es von jeder Variante neun Wiederholungen bezogen auf die Gesamtfläche.

2.2 Abstimmung der Konzepte mit Projektleitung und Projektbeirat

Am 10.11.2022 kamen an der BGR die Projektleitung des UBA und das Beiratsgremium zusammen. Das Gremium setzte sich aus sieben Personen aus Wissenschaft, Bundes- und Landesbehörden sowie Unternehmen zusammen. Die in den vorangegangenen Kapiteln beschriebene Flächenauswahl mit den zugehörigen Probenahme-Konzepten wurde zunächst umfangreich in Form von Präsentationen vorgestellt. Um auf einem Standort möglichst viele unterschiedliche Probenahme-Designs testen zu können, wurde entschieden, einen Standort auszuwählen, um dadurch die Anzahl der möglichen Einzelproben zu erhöhen. Darüber hinaus sollte sichergestellt werden, dass in allen Größenfraktionen Plastik-Partikel gefunden werden. Dementsprechend fiel die Auswahl auf einen Standort, der seit mehreren Jahren mit Biokompost gedüngt wurde. Diese gemeinsame Entscheidung wurde von Projektbeirat und der Projektleitung zur Umsetzung freigegeben.

2.3 Implikationen des Probenahme-Konzepts für den Projektverlauf

Auf Grundlage des in Kapitel 1 erarbeiteten Wissensstands in Kombination mit den daraus resultierenden Anforderungen an das Probenahme-Design (Kapitel 2) wurde in enger Abstimmung mit Projektleitung und Projektbeirat entschieden, die ursprünglich avisierte Beprobung von drei Flächen auf die Untersuchung einer Fläche zu reduzieren. Dies geht einher mit der Vervielfachung der geplanten Anzahl an Einzelproben ($n = 844$), damit der erhobene Datensatz eine geostatistische Auswertung ermöglicht. Diese Anpassung ist zwingend erforderlich, da in der aktuellen Literatur bisher keine geostatistischen Auswertungen zu Plastik in Böden verfügbar sind.

3 Praxistest: Probenahme und Probearbeitung

3.1 Einleitung

Bisher liegen zu Plastik in Böden zahlreiche explorative Studien vor, während systematische Studien fehlen, die ein tieferes Verständnis zur Dynamik von Plastik in Böden generieren könnten (Weber *et al.*, 2021). Plastikkontaminationen wurden für verschiedene Standorte und Landnutzungen untersucht (Dorau *et al.*, 2024). Des Weiteren liegen Studien vor, welche die Plastikkontaminationen auf einem nationalen Level modelliert haben (Brandes *et al.*, 2021). Hingegen existieren momentan keine geostatistischen Untersuchungen zur räumlichen Verteilung von Plastik in Böden (Dorau *et al.*, 2024). Dementsprechend werden dringend Studien benötigt, die die Variabilität von Plastik in Böden und adäquate Probevolumina auf der Feldskala mit geeigneten geostatistischen Methoden untersuchen (Dorau *et al.*, 2023).

Grundsätzlich hat die räumliche Vorhersage von Bodeneigenschaften eine lange Geschichte in der Bodenkunde und wurde ursprünglich für die Bergbau-Industrie entwickelt (Hillel, 2005). Eine häufig eingesetzte Methode für die geostatistische Interpolation von Bodeneigenschaften ist das „Kriging“ (Dorau *et al.*, 2024). Diese Methode verwendet Semivariogramme, die die Varianz zwischen zwei Probenahme-Punkten innerhalb einer endlichen Fläche untersuchen (Chesworth, 2008). Metriken die sich aus dem Semivariogramm ableiten lassen sind: (1) „nugget“ (Messfehler und die Variationen, die über eine Distanz auftreten, die kleiner ist als das kürzeste Probenahme-Intervall.); (2) „sill“ (Wert ab dem die Varianz nicht mehr von der Distanz der Probenahme-Punkte abhängt.) und (3) range (Die Distanz, ab der die Varianz den Wert des „sill“ erreicht.) (Dorau *et al.*, 2024). Die Erfassung dieser Metriken, mit Bezug zum pfadspezifischen Plastik-Fußabdruck sind nötig, um die Repräsentativität von Einzelproben abschätzen zu können (Dorau *et al.*, 2023). Die Bestimmung der Plastikverteilung im Boden und deren Vergleich zu Bodeneigenschaften ist darüber hinaus sinnvoll, um die Variation der unterschiedlichen Daten in einen Zusammenhang zu setzen und dadurch zwischen Probenahme- und Messfehler differenzieren zu können (Dorau *et al.*, 2024).

Die vorliegende Studie untersucht die räumliche Verteilung von Plastik hochauflösend für einen Ackerstandort (Braunerde, 3 ha), der über einen Zeitraum von zwölf Jahren mit Kompost gedüngt wurde. Insgesamt werden 173 größtenteils georeferenzierte Mischproben entnommen, davon entfallen 128 Proben auf ein vorgegebenes Probenahme-Raster und 45 Mischproben auf fünf verschiedene Probenahme-Designs mit variierender Größe des Probevolumens (2 L, 4 L, 8 L, 16 L, 300 L). Das Ziel der Studie ist es: (1) Den Fußabdruck des Plastiks, in allen Proben zu bestimmen. (2) Die räumliche Verteilung des Plastiks in Bezug zur Verteilung der Bodeneigenschaften zu setzen. (3) Aus den verschiedenen Probenahme-Designs, dasjenige zu identifizieren, welches für die Beprobung von Plastik in Böden am repräsentativsten ist. (Dorau *et al.*, 2024)

3.2 Methoden

3.2.1 Probenahme-Fläche, Probenahme-Design und Probenahme

Die Probenahme erfolgte während einer dreiwöchigen Feldkampagne in Schleswig-Holstein (März, 2023). Für die Auswahl der Fläche waren folgende Kriterien ausschlaggebend:

- ▶ (1) Die Historie des Bodenmanagements des Standorts muss dokumentiert vorliegen, damit der Haupteintragspfad (Kompostapplikation) des Plastiks bekannt ist.
- ▶ (2) Die Fläche muss möglichst geringe Variationen in Höhenprofil aufweisen, um erosive Veränderung der Plastikverteilung weitestgehend ausschließen zu können.

- ▶ (3) Auf dem Standort darf nur ein Bodentyp auftreten, um unterschiedliche Maskierungseffekte des Plastiks bei der Probeaufbereitung zu vermeiden.
- ▶ (4) Die Bodeneigenschaften müssen möglichst homogen über die Gesamtfläche verteilt sein, um Maskierungseffekte bei der Probeaufbereitung zu vermeiden und geostatistische Auswertungen der Bodeneigenschaften zu ermöglichen.

Für die Probenahme wurde plastikfreies Probenahme-Gerät und Probebehälter verwendet (Abbildung A21). Der Eintrag von Plastikfasern aus Kleidung lässt sich unter realistischen Bedingungen nicht verhindern, es wurden leere Probenahme-Gefäße mitgeführt, um durch diese sogenannten Blanks, mögliche Kontamination nachweisen zu können. Der hauptsächliche Eintragspfad von Plastik in die untersuchte Fläche ist die Applikation von Kompost aus der Kompostierung von Haushalts-Biomüll. Über die letzten zwölf Jahre wurde der Kompost im Einklang mit der aktuellen Düngemittelverordnung (DüMV, 2012) aufgebracht. Die jährliche Anlieferung des Komposts erfolgte im nordwestlichen Teil der Fläche relativ nah an der anliegenden Straße (Abbildung A22). Für die Verteilung des Komposts in der Fläche kam eine Streumaschine zum Einsatz, so dass von einer vergleichsweise gleichmäßigen Verteilung des Komposts und damit auch der Fremdstoffe (u. a. Plastik) ausgegangen werden kann. Ausgehend von einer gleichmäßigen Verteilung summiert sich die applizierte Masse auf 19 kg Kompost pro m². Die äußeren Grenzen der rechteckigen Fläche liegen bei 220 m x 130 m (Abbildung 8), in diese Fläche wurden drei gleichgroße Plots gelegt (105 m x 62 m). Die Plots erhielten einen Mindestabstand von 10 m zum Feldrand und untereinander, um äußere Einflüsse (u. a. Littering) und Randeffekte auf die Plots auszuschließen. Weiterhin waren die „Gassen“ zwischen den Plots die Bereiche in denen sich vorwiegend bewegt wurde, um den Einfluss der Probennehmer so gering wie möglich zu halten. In den zentralen Plot 2 wurde ein Raster gelegt, um die räumliche Verteilung des Plastiks mit geostatistischen Methoden auswerten zu können. Das Raster umfasst 104 reguläre Probenahme-Punkte mit einem Abstand von jeweils 8 m x 8 m. Darüber hinaus wurden 24 weitere irreguläre Probenahme-Punkte mit geringeren Abständen in das Raster gelegt, damit Semivariogramme berechnet werden können. Die Probenahme erfolgte mit einem Split Tube Sampler (Eijkelkamp, Giesbeek, Niederlande; 600 mL Volumen und 5 cm Ø), wobei an jedem der 128 Probenahme-Punkt drei Einstiche vorgenommen wurden, welche anschließend zu einer Mischprobe vereinigt wurden. Die Probenahme entspricht einer zufälligen Beprobung, da die Einzelproben zufällig auf einem Kreis (r = 30 cm) um den georeferenzierten Mittelpunkt entnommen wurden. Die Tiefe der Einstiche lag bei 30 cm, was der Tiefe des Ap-Horizonts entspricht.

Das zweite Probenahme-Design fokussierte sich auf die Untersuchung ansteigender Probevolumina (Kapitel 2.1.2), die zur Erstellung der Mischproben herangezogen wurden. Das REV-Konzept beschreibt den Zusammenhang des kleinsten und größten Probevolumens, welches charakteristisch für die Gesamtprobe ist. Um diesen Aspekt zu berücksichtigen, soll das REV in fünf Varianten erhöht werden. Alle fünf Varianten werden in jedem der drei Plots mit dreifacher Wiederholung entnommen. Dementsprechend gibt es von jeder Variante neun Wiederholungen bezogen auf die Gesamtfläche. Auch für dieses Probenahme-Design wurde der Ap-Horizont (0 cm - 30 cm) mit einem Split Tube Sampler beprobt. Die Beprobung der unterschiedlichen Probevolumina erfolgte nach drei verschiedenen Probenahme-Designs:

- ▶ Entnahme zufälliger Stichproben (2 L, 8 L, 16 L) aus allen drei Plots in dreifacher Wiederholung
- ▶ Entnahme von acht Stichproben auf einem definierten Kreis (r = 10 m) um einen Mittelpunkt analog zur Bodenzustands-Erhebung (Jacobs et al., 2018) in dreifacher Wiederholung pro Plot

- Entnahme einer 300 L Probe auf einer Fläche von 1 m² nach Yu und Flury (2021) in dreifacher Wiederholung pro Plot

Alle Einzelproben eines Probenahme-Punkts wurden in einer Schubkarre zu einer Mischprobe vereinigt und anschließend durch Teilen und Entfernen auf eine Gesamtprobe von 2 L reduziert. Aufgrund des deutlich höheren Volumens erfolgte dieses Vorgehen für die 300 L Variante auf einer unbehandelten Tischlerplatte (1,2 m x 1,2 m). Insgesamt wurden 173 Mischproben aus den unterschiedlichen großen Probevolumina hergestellt, somit wurden fast 500 kg Boden abgefüllt und ins Labor überführt. Die gesamte Probenmasse, die im Gelände homogenisiert und nach Abfüllen in die Blechdosen entnommen wurde, betrug mehrere Tonnen.

Mittels Pürckhauer Bohrstock erfolgte die Evaluierung der gesamten Fläche, hierfür wurden Zufallsstichproben über die gesamte Fläche gezogen. Im Zentrum der Fläche, zwischen Plot 3 und Plot 2, wurde eine Profilgrube angelegt, um eine Profilansprache vornehmen zu können. Im Anschluss erfolgte die Entnahme von Mischproben aus den oberen fünf Horizonten für die bodenchemische Analytik. Im Ap-Horizont wurden zusätzlich auch Stechzylinderproben für die bodenphysikalische Analytik entnommen.

3.2.2 Probevorbereitung

Alle Proben wurden bereits im Gelände in Aluminiumdosen abgefüllt (26 cm Länge x 13,5 cm Breite x 7,5 cm Höhe; 2,5 L Volumen; ADV-Pax, Dettingen, Germany). Die Lagerung vor und nach der Trocknung erfolgt bei Raumtemperatur in denselben Aluminiumdosen. Die Proben wurden über einen Zeitraum von 14 Tagen bei 35 °C getrocknet, die eingestellte Ventilation lag bei 40%, um Kontaminationen zu vermeiden. Bei einer höheren Lüfterintensität war von einer stärkeren Verwirbelung innerhalb des Trockenofens auszugehen und auch das Ansaugen von MPs-Fasern aus der Raumluft ist nicht auszuschließen. Anschließend erfolgte die Siebung der Proben kleiner 5 mm. Alle für diese Studie eingesetzten Siebe wurden aus Edelstahl gefertigt. Aus dem Siebrückstand größer 5 mm wurden die MePs mit einer Pinzette entnommen und in Mikrotiter-Platten für die weitere Aufbereitung und Analytik aufbewahrt. In weiteren Siebschritten wurde eine Teilprobe für die Analytik der Bodeneigenschaften (Fraktion < 2 mm) sowie die Bodenfraktionen für die Untersuchung auf LMPs (5 mm - 1 mm) und SMPs (< 1 mm) abgetrennt (Abbildung A23). Die weiteren Schritte zur Aufbereitung der einzelnen Größenklassen sind in den zugehörigen Kapiteln beschrieben (MePs: Kapitel 4.2.2; LMPs: Kapitel 4.2.3; SMPs: Kapitel 4.2.4).

3.3 Ergebnisse und Diskussion

Die zufällig durchgeführten Bohrungen mit einem Pürckhauer Bohrstock über die gesamte Probenahme-Fläche zeigten ein sehr einheitliches Bild der einzelnen Bodenhorizonte. Dementsprechend kann das aufgegrabene Profil als Stellvertreter für die in der Fläche vorliegende Bodenbildung angesehen werden (Abbildung A24). Bei der Profilbeschreibung wurde die Norm-Braunerde als Bodentyp identifiziert (Ad-hoc AG Boden, 2005), die horizontbezogene Grundcharakterisierung der Bodeneigenschaften kann Tabelle A4 entnommen werden. Dies entspricht einem Haplic Cambisol nach World Reference Base of Soil Resources (IUSS Working Group WRB, 2015). Der Bodentyp der Norm-Braunerde kann für die gesamte Probenahme-Fläche als dominierend angenommen werden.

Für das Probenahme-Raster wurde für die Masse der 128 georeferenzierten Mischproben ein einheitliches Ergebnis von 2.350 g ± 140 g (Mittelwert ± Standardabweichung) erzielt. Dies zeigt, dass von einem einheitlichen Bodentyp mit vergleichbarer Lagerungsdichte ausgegangen werden kann.

Die in Kapitel 3.2.1 vorgegebenen Kriterien für die Flächenauswahl (Punkt 1 - 4) sind erfüllt. Sowohl die Bodeneigenschaften als auch Bodentyp sind gleichmäßig über die gesamte Probenahme-Fläche verteilt. Darüber hinaus ließen sich bei der optischen Begutachtung keine übermäßigen Geländedepressionen erkennen, der applizierte Kompost scheint sehr gleichmäßig in den gesamten Schlag eingearbeitet zu sein. Auch die Tiefe des Ap-Horizonts variiert in den einzelnen Bodenkernen (n = 844) nur minimal.

4 Praxistest: Probeaufbereitung, Analytik und Geostatistik

Die Ergebnisse und Schlussfolgerungen für das nachgewiesene MePs wurden bereits im European Journal of Soil Science publiziert (Dorau et al., 2024). Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung des Manuskripts lagen noch keine eindeutigen Definitionen für MePs vor, weshalb im folgenden Kapitel die Bezeichnung MePs im Größenbereich von 130 mm - 5 mm liegen, was genau der im Gelände gefundenen Größenfraktion entspricht. Analog zu CEN ISO/TR 21960 (2020) würde diese Fraktion dem MaPs zugeordnet werden.

4.1 Einleitung

Der aktuelle Stand des Wissens zur Probeaufbereitung wurde ausführlich in Kapitel 1.3.4 dargelegt. Die verfügbaren analytischen Methoden zum Nachweis von Plastik in Böden sind ausführlich in Kapitel 1.3.5 beschrieben. Grundsätzlich lässt sich aus dem aktuellen Kenntnisstand ableiten, dass die eingesetzten Aufbereitungsmethoden häufig an die speziellen Anforderungen der nachgeschalteten Analytik angepasst werden. Dies führt zu einer Vielzahl unterschiedlicher Aufbereitungsmethoden in der aktuellen Literatur. Was aus analytischer Sicht verständlich und sinnvoll ist, stellt aus regulatorischer Sicht eine grundlegende Herausforderung dar. Die Vielzahl unterschiedlicher Methoden (Aufbereitung und Analytik) führt dazu, dass die vorliegenden Literaturdaten nicht vergleichbar sind. Die Vergleichbarkeit wird zusätzlich dadurch erschwert, dass unterschiedliche Eintragungspfade verschiedene Größenfraktionen von Plastik in Böden einbringen.

Auch die in dieser Studie vorgesehenen Aufbereitungsmethoden und Analysetechniken wurden an die jeweiligen Größenfraktionen des Plastiks angepasst, was im folgenden Kapitel detailliert beschrieben wird. Der Vorteil der vorliegenden Studie ist, dass für eine Stichprobe von 30 Proben alle Plastikfraktionen (MePs, LMPs, SMPs) bestimmt werden sollen.

4.2 Methoden

4.2.1 Boden

Die Analytik der Bodeneigenschaften wurde an der getrockneten Feinbodenfraktion kleiner 2 mm durchgeführt. Die Messung des pH-Werts erfolgte potentiometrisch mit einer Glaselektrode (SenTix82, WTW, Weilheim, Germany) in einem Extrakt aus H_2O_{dd} und Boden (5:1 V/V). Eine Teilprobe der Bodenproben wurde vermahlen (MM 400, Retsch, Haan, Germany; 28 Hz, 4 min), um den organischen Kohlenstoffgehalt (C_{org} -Gehalt) und den Stickstoffgehalt (N-Gehalt) im Feststoff zu bestimmen (vario MAX CNS, Elementar GmbH, Hanau, Germany). Um die Kationenaustauschkapazität (KAK) abzuleiten, wurden 2,5 g Boden mit NH_4Cl (1 mol L^{-1}) perkoliert. Die Messung der ausgetauschten Kationen erfolgte mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES, PlasmaQuant PQ9000 Elite, Analytik Jena, Jena, Germany). Die Lagerungsdichte der Böden konnte über den Quotienten aus Trockenmasse und bekanntem Probevolumen (ergibt sich aus den bekannten Maßen des Split Tube Sampler) berechnet werden.

4.2.2 Mesoplastik

4.2.2.1 Bildanalytik

Das MePs wurde in allen 173 Mischproben der Fraktion $> 5 \text{ mm}$ bestimmt. Die Probevorbereitung erfolgte wie in Kapitel 3.2.2 beschrieben. Jeder der gefundenen Partikel wurde mit einem digitalen Lichtmikroskop (Bresser WLAN 1.080P, Rhede, Germany) fotografiert (Abbildung A25). Die ungereinigten Partikel wurden mit einem Glasträger abgedeckt, um die Fläche der

dreidimensionalen Partikel zu vergrößern. Besonders für im Boden gealterte krause Folien ist dies wichtig. Das Sichtfeld betrug für alle Partikel genau 43 mm x 24 mm (2.688 Pixel x 1.512 Pixel), zusätzlich wurde zur Skalierung ein Kupferzylinder mit definierter Größe (3,175 mm Ø) auf dem Träger platziert. Dies erlaubte die Berechnung des Feret-Durchmessers der Partikel, welcher den durchschnittlichen Durchmesser über alle Orientierungen wiedergibt. Die Bildauswertung erfolgte mit dem R-Paket „pliman“ (Olivoto, 2022), welches für Pflanzenanalysen entwickelt wurde und perfekt geeignet ist, um zwischen den MePs im Vordergrund und der Hintergrundebene zu differenzieren. Die gefundenen Partikel wurden fünf verschiedenen Gruppen zugeordnet (Folien, Filme, Fasern, Faserbündel, Fragmente), die sich in Form, Flexibilität und Dimensionalität unterscheiden. Fasern und Faserbündel stellen eine Herausforderung bei der automatisierten Bildauswertung dar, da sie keine scharfen und eindeutig definierten Grenzen haben. Dementsprechend erfolgte die Vermessung dieser Partikel händisch, mit Lineal und Messschieber entlang ihrer längsten Achse. Zusätzlich zur Einteilung in die genannten Gruppen, dem Feret-Durchmesser und der zweidimensionalen Projektionsfläche wurde für jeden Partikel auch die Farbe dokumentiert. Die zweidimensionale Projektionsfläche kann nur als Abschätzung für die reale Oberfläche der dreidimensionalen Partikel angesehen werden.

4.2.2.2 Reinigung und Gravimetrie

Nach der Bildanalyse erfolgte zunächst die Auswaage der ungereinigten Partikel (XPR2U, Mettler Toledo, Gießen, Germany). Anschließend wurden die Partikel in mehreren Schritten gereinigt, um die an die Oberfläche assoziierten Bodenkolloide zu entfernen. Der erste Reinigungsschritt erfolgte in $\text{H}_2\text{O}_{\text{dd}}$ für 24 h. Die luftgetrockneten Partikel wurden im zweiten Schritt für eine Stunde mit TSP ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) im Ultraschallbad behandelt (SONOREX Digital 10P, Bandelin, Berlin, Germany). Um eine Fragmentierung der Partikel zu vermeiden, lag die eingetragene Energie bei 20%. Der zweite Reinigungsschritt wurde durch Spülen mit $\text{H}_2\text{O}_{\text{dd}}$ und Trocknung der Partikel abgeschlossen. Im dritten Reinigungsschritt wurden die Partikel für 24 h mit $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ TSP behandelt, wobei die oben beschriebene einstündige Ultraschallbehandlung erneut eingesetzt wurde. Der dritte Reinigungsschritt endete mit der Spülung ($\text{H}_2\text{O}_{\text{dd}}$) und Trocknung der Partikel. Nach jedem der drei Reinigungsgänge erfolgte eine Auswaage der Partikel.

4.2.2.3 Infrarotspektroskopie

Die Identifikation des Polymertyps erfolgte mit Abgeschwächter-Totalreflexion-Fouriertransformierte-Infrarotspektroskopie (ATR-FTIR, Nicolet 8700, ThermoFisher, Waltham, USA). Die Auflösung lag bei 4 cm^{-1} . Für jedes Spektrum wurden 32 Einzelscans durchgeführt. Zusätzlich zu den MePs aus den Bodenproben wurden Referenzpartikel aus reinen Polymeren (PE, PET, PP, PS,) in dreifacher Wiederholung analysiert, wobei alle Polymertypen der Referenzpartikel eindeutig zugeordnet werden konnten.

4.2.2.4 Statistik und Geostatistik

Alle Daten wurden mit RStudio (R Core Team, 2023; version 2023.9.1.494, R version 4.3.0) verarbeitet und mit deskriptiver und induktiver Statistik analysiert. Der Test auf Normalverteilung erfolgt mittels Shapiro-Wilk-Tests, wobei ein p-Wert $< 0,05$ nicht normalverteilte Daten aufzeigt. Die Schiefe und der beidseitige Monte-Carlo-Test auf Schiefe wurden mit dem R-Paket „statpsych“ (Bonett, 2023) berechnet. Die Unterschiede in der Verteilung des MePs zwischen den Plots 1 - 3 wurde mit dem nicht-parametrischen Kruskal-Wallis-Test nach Box-Cox-Transformation überprüft. Das R-Paket „ggcorrplot“ wurde zur Erstellung von Korrelationen zwischen den Bodeneigenschaften und den MePs-Metriken verwendet (Spearman-Rank-Korrelation; ggplot2 Based Publication Ready Plots, 2025). Sofern nicht anders adressiert, geben alle Werte

im Text den Median wieder. In den zugehörigen Klammern werden die Minimum- und Maximum-Werte angegeben. Die räumlichen Analysen wurden im Wesentlichen mit den R-Paketen „sf“ (Pebesma, 2018) und „gstat“ (Gräler *et al.*, 2016) durchgeführt. Grundsätzlich sind experimentelle Variogramme instabil, wenn die Daten Ausreißer aufweisen (David, 1988), was für die Verteilung von Plastik in Böden sehr wahrscheinlich ist. Deshalb wurden in dieser Studie paarweise, relative Variogramme als robuster Schätzer für die experimentellen Variogramme nach Bai und Deutsch (2020) angewendet. Die Daten für die räumliche Verteilung wurden keinen weiteren Transformationen unterzogen. Eine graphische Visualisierung wird durch Semivariogramme angezeigt, welche die Varianz der unterschiedlichen Beobachtungen in Bezug auf ihre räumlichen Distanzen wiedergeben. Die Semivarianzen wurden berechnet, um den Grad der räumlichen Variabilität zu identifizieren, der durch „range“, „nugget“ und „sill“ wiedergegeben wird (Kapital 3.1). Für tiefergehende Details zu den drei genannten Begriffen sei auf Dorau *et al.* (2024) verwiesen. Die relative Größe des „nugget“-Effekts in Prozent kann durch den Quotienten aus Semivarianz und Gesamtvarianz berechnet werden (Q in %). In Übereinstimmung mit Cambardella *et al.* (1994) können folgende Klassen definiert werden, die ermöglichen, den Grad der räumlichen Abhängigkeit vom Probenahme-Punkten einzuordnen:

- ▶ (1) $Q < 25\%$ => starke räumliche Anhängigkeit
- ▶ (2) $Q = 25\% - 75\%$ => moderate räumliche Abhängigkeit
- ▶ (3) $Q > 75\%$ => geringe räumliche Abhängigkeit
- ▶ (4) $Q = \text{„random“}$ => keine räumliche Abhängigkeit

Zweidimensionales, gewöhnliches Kriging wurde angewendet, um die Werte, für die im Folgenden dargestellten Karten, mit einer Zellengröße von 1 m x 1m darzustellen. Für den Fall, dass keine räumliche Abhängigkeit errechnet wurden, zeigen die Zellen keine farbkodierten Interpolationen. Aufgrund der extremen Schiefe der Verteilung von MePs in Böden sind geostatistische Auswertungen im Vergleich zu Bodeneigenschaften schwierig, da MePs als diskrete Einzelpartikel unterschiedlicher Größe vorliegen. Die Transformation von Daten mit extrem schiefen Verteilungen auf Normalverteilung ist kompliziert. Darüber hinaus stellt der Umgang mit den zahlreichen Ausreißern eine große Herausforderung dar. Die Ausreißer-Bereinigung der MePs-Funde im Spektrum der großen Partikel wird von den Autoren als nicht zulässig angesehen (Dorau *et al.*, 2024). Da momentan keine weiteren geostatistischen Studien vorliegen, ist eine Anpassung an die wissenschaftliche Praxis nicht möglich. Die Suche nach robusten Schätzern für Variogramme ist wünschenswert, bietet jedoch keine einfachen Lösungen zum Umgang mit Ausreißern und zur Transformation von Daten (Lark, 2000).

Für die geostatistischen Auswertungen wurden auch die bestimmten Bodeneigenschaften herangezogen (pH, KAK, C_{org} -Gehalt, N-Gehalt), da diese wahrscheinlich durch die Applikation von Kompost beeinflusst werden. Bezüglich der MePs-Funde wurden die Anzahl der Partikel pro kg ($P \text{ kg}^{-1}$) und die kumulierte Gesamtmasse (mg kg^{-1}) der gereinigten Partikel einbezogen.

Zur Abschätzung der Probegröße wurden die Daten aus dem Probenahme-Raster herangezogen (nicht probabilistisch), da die Zahl der Einzelproben ($n = 128$) wesentlich höher ist als bei der probabilistischen Beprobung der drei Plots. Folgende Gleichung wurde zur Berechnung der Probegröße verwendet:

$$n = \frac{CV\%^2 t_{\alpha}^2}{E\%^2} \quad (\text{Eq. 1})$$

CV ist der Variationskoeffizient, t_α ist die Student-t-Verteilung mit dem Freiheitsgrad n-1 bei einem α von 0.05, E ist das spezifische Fehlerlimit. Bei nicht-normalverteilten Eingangsdaten wurde die BOX-Cox-Transformation angewendet, um die Grundvoraussetzungen für die Berechnung der Student-t-Verteilung erfüllen zu können. (Dorau et al., 2024)

4.2.3 Großes Mikroplastik

Eine Teilprobe der 173 Mischproben wurden für die Analytik auf LMPs vorbereitet. Die Probevorbereitung erfolgte zunächst analog zum Mesoplastik. Die Aufbereitung und Analytik der LMPs-Fraktion war nicht Teil des Auftrags des vom UBA finanzierten Forschungsvorhabens „SOSMA“. Die Untersuchungen des LMPs wurden an der BGR zum Aufbau der eigenen Methodenkompetenz durchgeführt. Hierfür wurde ein Aliquot von 50 g Boden (Siebdurchgang < 5 mm) mittels fraktionierendem Löffeln in ein Sieb < 1mm gegeben. Die Extraktion der LMPs-Fraktion (1 mm – 5 mm) erfolgte aus der Siebfraction des Bodens (1 mm – 5 mm). Ein Aliquot dieser Fraktion (24,3 g \pm 2,44 g) wurde in 50 ml Zentrifugenröhrchen (Sarstedt, Nümbrecht, Deutschland) gegeben und mit 25 ml einer DSP-Lösung aus Natriumbromid (NaBr, 99%, p.a. grade, Carl Roth GmbH & Co. KG, Karlsruhe, Deutschland, Dichte = 1,2 g cm⁻³) und (TSPP; 0,01 mol L⁻¹ Na₄P₂O₇ * 10H₂O, Merck GmbH, Darmstadt, Deutschland) versetzt und für eine Stunde in einem Überkopfschüttler rotiert (8 U min⁻¹). Nach einer Sedimentationszeit von einer Stunde erfolgte die Vakuumfiltration (Whatman, Maidstone, Vereinigtes Königreich; 47 mm Ø, 8 µm Porengröße) des Überstands, bestehend aus OBS und LMPs. Die Glasgefäße der Filtrationsapparatur wurden anschließend mit Ethanol (99,5%, Ph. Eur. grade, Carl Roth GmbH & Co. KG, Karlsruhe, Deutschland) gespült, um am Glas zurückgehaltenen OBS und LMPs auf den Filter zu überführen. Zusätzlich erfolgte die Färbung der Filtrerrückstände mit Nilrot (Carl Roth GmbH & Co. KG, Karlsruhe, Deutschland; 20 µg mL⁻¹ in Ethanol), nach 15 min Einwirkzeit wurden die Proben für eine Stunde bei 50 °C getrocknet. Die Evaluierung der Proben auf LMPs erfolgte mit einem digitalen Lichtmikroskop (Ivesta 3, Leica, Wetzlar, Germany), wobei sowohl im sichtbaren als auch im UV-Spektrum (375 nm; VisiLED ring light, Schott, Mainz, Germany) gearbeitet wurde. Die Entnahme potentieller LMPs-Funde erfolgte mittels Pinzette, von diesen wurde der Feret-Durchmesser analog zum MePs bestimmt (Kapitel 4.2.2.1). Bei ausreichender Größe der Partikel wurde der Polymertyp mit FTIR (Thermo-Electron iS50 FTIR Advanced Flex Gold Infrarotspektrometer, Thermo Fisher Scientific, Waltham, USA) bestimmt. Die Auswaage zur gravimetrischen Massebestimmung erfolgte mittel Präzisionswaage (XPR2U, Mettler Toledo, Gießen, Germany).

4.2.4 Kleines Mikroplastik

Die Aufbereitung und Analytik der SMPs-Fraktion durch einen externen Auftragnehmer war im Projektantrag nicht vorgesehen. Nach intensiver Literaturrecherche und Diskussionen mit Fachexperten u. a. in Normungsgremien und mit dem Projektbeirat war es jedoch nicht begründbar, die ökotoxikologisch relevante Plastik-Fraktion < 1 mm aus dem Projekt auszuschließen. Deshalb wurde beim zweiten Projekttreffen am 14.06.2022 zwischen BGR und UBA eine Ergänzung der Zielsetzung in Bezug auf die Erweiterung der ursprünglich nicht vorgesehenen SMPs-Größenfraktion abgestimmt. Die nötigen Mittel wurden durch das UBA zur Verfügung gestellt, um eine Teilprobe auf SMPs analysieren zu können. Es erfolgte die Vergabe der Aufbereitung und Analytik des SMPs, wobei die Messungen mit Thermischer Extraktion und Desorption kombiniert mit Gaschromatographie-Massenspektrometrie (TED-GC-MS) durchgeführt werden sollen. Es werden Bodenproben untersucht, die von der BGR entnommen, vorbereitet und charakterisiert wurden. Hierbei soll die Abtrennung von SMPs-Partikeln aus der Feinbodenfraktion (< 1 mm) durchgeführt werden. Anschließend erfolgt die Bestimmung von spezifischen Polymergehalten (PE, PP, PS, PET, SBR) mit TED-GC-MS.

Eine Teilprobe ($n = 93$) aus den 173 Mischproben wurden an der BGR für die Analytik auf SMPs vorbereitet. Die Probevorbereitung erfolgte zunächst analog zum Mesoplastik, die Fraktion des Siebdurchgangs kleiner 5 mm wurde anschließend auf einen Siebdurchgang von 1 mm gesiebt, wobei aus dem Siebdurchgang die SMPs-Fraktion beim Auftragnehmer (IUTA) aus 250 g Bodenprobe extrahiert wurde. Anschließend erfolgte in einem ersten Schritt die Matrixreduktion mittels DS (NaI, Dichte = $1,8 \text{ g cm}^{-3}$, Volumen = 800 ml). Nach einer Absetzzeit von 24 h wurde im zweiten Aufbereitungsschritt ein Fenton-Aufschluss, des filtrierten Überstands aus der DS durchgeführt, um die organische Matrix weiter zu reduzieren. Ein Aliquot der verbliebenen Probe wurde nach der händischen Homogenisierung mittels Mörser in einen Aluminiumoxidtiegel überführt und anschließend mittels TED-GC-MS analysiert. Als Zielpolymere sollten PE, PET, PP, PS und Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR) untersucht werden. Für weitere methodische Details sei auf den Endbericht des IUTA verwiesen.

Aufgrund der inhomogenen Verteilung der SMPs in den aufbereiteten Proben konnten in Vorversuchen keine reproduzierbaren Ergebnisse mittels TED-GC-MS erzielt werden (Kapitel 4.3.4, Endbericht IUTA). Dementsprechend wurde in Abstimmung mit dem IUTA und dem UBA entschieden, einen weiteren Homogenisierungsschritt einzufügen. Hierfür wurde an der BGR eine Methode zur Kyrovermahlung der Proben-Extrakte entwickelt. Um mögliche Polymerfragmente in den Proben durch Zerkleinerung gleichmäßig zu verteilen, wurden die Mahlbecher vor der Vermahlung von außen mit flüssigem Stickstoff gekühlt. Die Vermahlung in Spezialbechern erfolgte mit einer Schwingmühle (MM 400, Retsch, Haan, Germany; 28 Hz, 4 min). Anschließend wurden die vermahlenden Proben erneut zum IUTA verschickt, wo die Messungen mittels TED-GC-MS durchgeführt werden sollen. Aufgrund des erhöhten Arbeitsaufwands und diverser technischer Probleme an der TED-GC-MS liegen zum Redaktionsschluss dieses Abschlussberichts noch keine Ergebnisse vor, sobald der Bericht des Auftragnehmers der BGR vorliegt, wird dieser kommentiert an das UBA weitergegeben.

4.3 Ergebnisse und Diskussion

4.3.1 Boden

Die räumliche Verteilung der gemessenen Bodeneigenschaften wird in Kapitel 4.3.2.3 gemeinsam mit der räumlichen Verteilung des MePs dargestellt und diskutiert.

4.3.2 Mesoplastik

4.3.2.1 Reinigung und Gravimetrie

Mit Hilfe des Referenzmaterials konnten die temperatur- und druckbedingten Schwankungen der Präzisionswaage über den Messzeitraum kontrolliert werden, die Unterschiede waren sehr niedrig und lagen im Mittel bei 0,0134 mg mit einer Standardabweichung von 0,0079 mg (Abbildung A26).

Eine umfassende Charakterisierung der identifizierten MePs-Partikel ist für die Risikoabschätzung zwingend erforderlich. Die gilt besonders, wenn durch Up-Scaling von Proben im Massenbereich von g oder kg auf ganze Schläge oder Einzugsgebiete geschlossen werden soll. Besonderes Augenmerk gilt es auf die Partikelmassen zu legen, da die hydrophoben Plastikoberflächen mit den Bodenpartikeln interagieren können (Huang et al., 2022), was die Masse der Partikel deutlich erhöhen kann. Darüber hinaus erfolgt eine schnelle Besiedlung von Plastikpartikeln im Boden mit Mikroorganismen, was zur Ausbildung von Biofilmen führt, diese werden mitunter als „plastisphere“ bezeichnet (Amaral-Zettler, et al., 2020; Zhu et al., 2022). Sichtbare Bodenpar-

tikel waren an allen der 259 gefundenen Partikel vorhanden (Abbildung A26), dies gilt besonders für Fasern, die eine raue und große Oberfläche aufweisen. Dementsprechend wurden alle Partikel einer Reinigungsprozedur unterzogen, hierfür kamen H_2O_{dd} und TSPP zum Einsatz (Kapitel 4.2.2.2). Der letzte Reinigungsschritt zeigte im Vergleich zum zweiten Reinigungsschritt nur noch eine geringe Veränderung der Partikelmasse, weshalb von einer vollständigen Entfernung der Bodenpartikel ausgegangen werden kann (Abbildung 9). Die identifizierten Faserbündel wiesen den größten Anteil an assoziierten Bodenpartikeln auf (Median = 0,544 mg Boden mg^{-1} Faserbündel), was sich über die raue und große Oberfläche im Vergleich zu den anderen Plastikpartikeln erklären lässt. In Bezug auf den Polymertyp hafteten die meisten Bodenpartikel an PE (Median = 0,652 mg Boden mg^{-1} Polymer) die geringste Anhaftung von Boden zeigte PS (Median = 0,069 mg Boden mg^{-1} Polymer). Bei der Interpretation dieser Ergebnisse sollte berücksichtigt werden, dass die Zahl der identifizierten PE-Partikel ($n = 124$) deutlich höher lag als die der PS-Partikel ($n = 5$), was für PE-Partikel eine höhere Repräsentativität und Robustheit gegenüber Ausreißern bedeutet. Die Bestimmung der polymerspezifischen Bodenmasse kann helfen, die Wechselwirkungen und den Verbleib von Plastik in Böden zu verstehen und sollte deshalb grundsätzlich bestimmt werden. Sowohl unterschiedliche Bodeneigenschaften als auch die Alterung von Plastik im Boden werden diesen Parameter beeinflussen.

4.3.2.2 Fußabdruck des Mesoplastiks

In der kumulierten Probenmasse von 470 kg wurden 259 MePs gefunden, die dominiert werden von Folien, Fasern und Faserbündeln, im geringeren Umfang werden auch Fragmente und Filme gefunden (Abbildung A25). Wie zu erwarten werden Plastikfragmente, insbesondere nach längerer Verweildauer im Boden, durch Bodenpartikel maskiert. In den 844 gezogenen Bohrkernen wurden während der Verarbeitung im Gelände lediglich zwei MePs identifiziert. Dementsprechend ist ein umsichtiges Vorgehen bei der Identifizierung von MePs dringend erforderlich. Dennoch wurden in 49 der 173 Mischproben keine MePs-Partikel gefunden, das Maximum lag bei sieben Partikeln pro Probe. Nach der Reinigung der Partikel konnten neun verschiedene Polymere identifiziert werden, wobei in absteigender Reihenfolge PE, PP, PET und PS dominieren. Hierbei bestehen die Folien häufig aus PE, während die Fasern meist aus PP bestehen. Grundsätzlich spiegelt sich die Kompostapplikation in der Zusammensetzung der gefundenen MePs wider, da andere Studien mit demselben Eintragspfad zu vergleichbaren Ergebnissen kommen (u. a. Edo *et al.*, 2022; Scopetani *et al.*, 2022). Darüber hinaus ist es schlüssig, dass keine zweifarbigen, schwarz-weißen Folienfragmente gefunden wurden, was auf Mulch- oder Silagefolien hindeuten würde (Piehl *et al.*, 2018). Dies kann aufgrund der bekannten Management-Historie der untersuchten Fläche ausgeschlossen werden. Grundsätzlich deuteten insbesondere Filme, die auf Kennzeichnung von Früchten zurückzuführen sind, auf unzureichende Mülltrennung in den Haushalten hin. Weiterführende und wiederkehrende Aufklärung der Verbraucher könnte hilfreich sein, die Zahl der Fehlwürfe zu verringern. (Dorau *et al.*, 2024)

Tabelle A5 zeigt wichtige statistischen Größen zu den analytischen Parametern aus Bodeneigenschaften und Mesoplastik-Funden. Der Median der Projektionsfläche der MePs liegt bei 47 mm^2 ($3 \text{ mm}^2 - 407 \text{ mm}^2$), der Median des Feret-Durchmessers bei 18,5 mm (5,4 mm – 130 mm) und der Median der Masse bei 2,26 mg (0,11 mg – 221 mg). Die Daten zu MePs weisen eine rechtsschiefe Verteilung auf, da viele kleine Partikel und wenige große Partikel gefunden werden. Die aufsummierte MePs-Gesamtfläche liegt mit $0,7 \text{ dm}^2 \text{ ha}^{-1}$ deutlich unter der von Piehl *et al.* (2018) gefundenen Fläche von $45 \text{ dm}^2 \text{ ha}^{-1}$ für einen Ackerstandort. Der Vergleich zwischen Studien mit unterschiedlichen Probenahme-Designs ist häufig nichtzulässig. Während die vorliegende Studie bis in eine Tiefe von 30 cm beprobte, wurde bei Piehl *et al.* (2018) nur die Bodenoberfläche beprobt. Grundsätzlich spiegelt der gezeigte Fußabdruck die Management-Geschichte

des Standorts eindeutig wider, die langfristige Applikation von Kompost führt zum Eintrag und zur Akkumulation von MePs in Böden. (Dorau et al., 2024)

Abbildung 9: Schematischer Überblick über die Mechanismen der Reinigungsprozedur und Überblick über die Entfernung von Bodenpartikeln von der Partikeloberfläche.

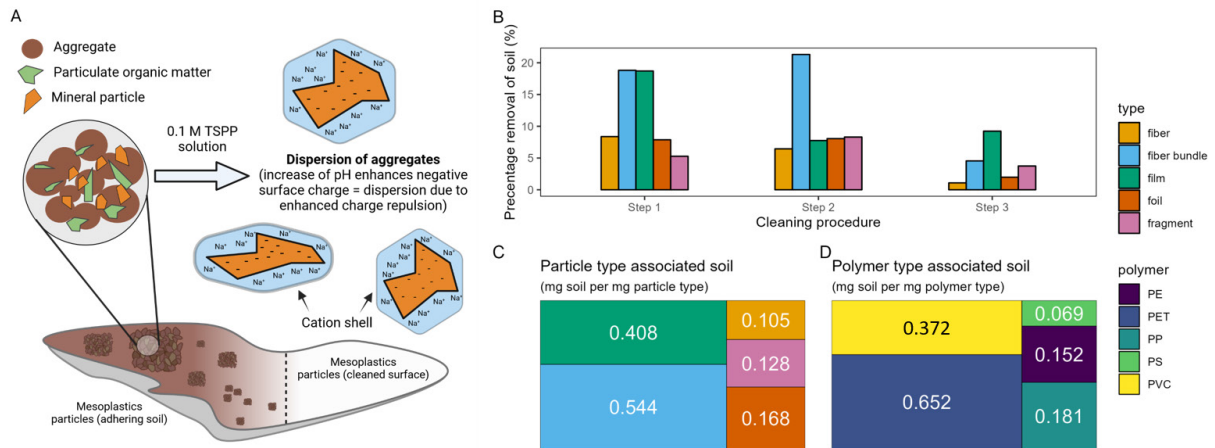


Abbildung A zeigt die Mechanismen der Reinigung des Mesoplastiks mit Natriumpyrophosphat, das als Dispergiermittel fungiert. Abbildung B zeigt die prozentuale Masseabnahme der Partikel über die drei Reinigungsschritte über die identifizierten Partikeltypen. C zeigt die Bodenmasse, die den Partikeltypen anhaftet, D zeigt die Bodenmasse, die den verschiedenen Polymertypen anhaftet.

Quelle: Dorau et al. (2024).

Abbildung 10: Charakterisierung des MePs, das in der Summe der analysierten Proben gefunden wurde.

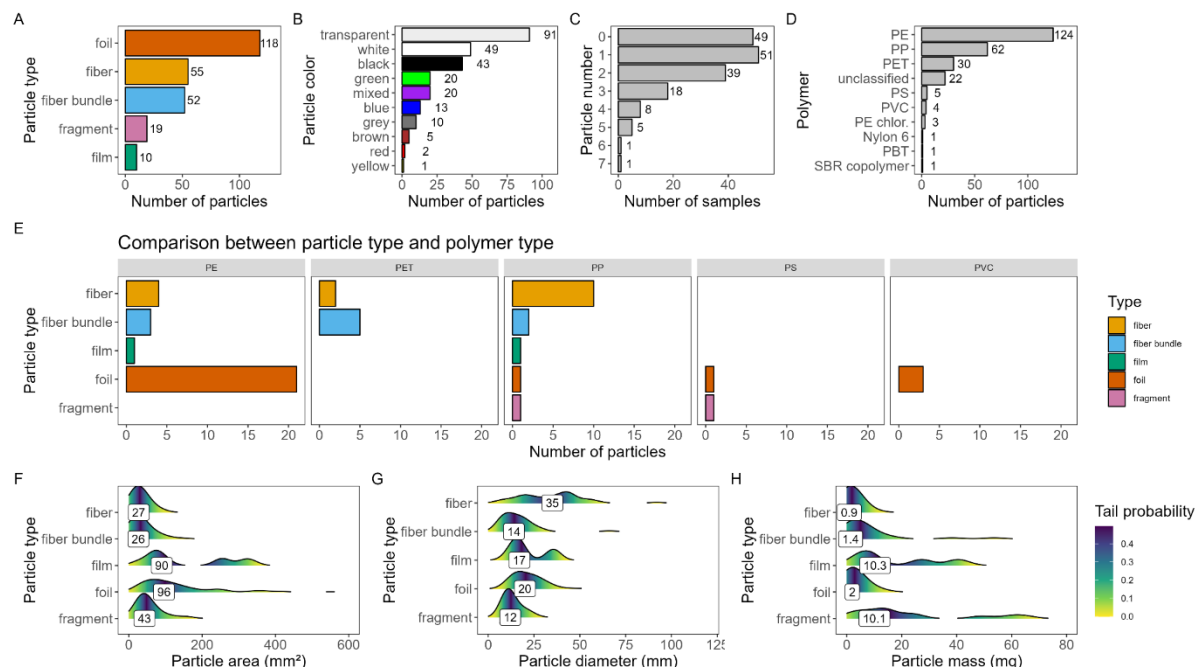


Abbildung A zeigt die Partikeltypen, die deutlich von transparenten Folien dominiert werden (B). Abbildung C zeigt, dass in der Mehrheit der Proben mindestens ein Partikel gefunden wurde. Als Polymertyp treten in absteigender Reihenfolge am häufigsten PE, PP, PET und PS auf (D). Abbildung E zeigt, von welchem Polymertyp die Partikeltypen dominiert werden, wobei die Folien häufig aus PE und die Fasern häufig aus PP bestehen. Abbildung F-G zeigen, dass Partikelfläche, Partikeldurchmesser und Partikelmasse eine rechtsschiefe Verteilung aufweisen.

Quelle: Dorau et al. (2024).

4.3.2.3 Räumliche Verteilung von Bodeneigenschaften und Mesoplastik

Um das landwirtschaftliche Management zu verbessern, ist die Kenntnis der räumlichen Verteilung von Bodeneigenschaften auf der Feldskala zwingend erforderlich. Die geostatistischen Auswertungen der Bodeneigenschaften zeigen, dass die bestimmten Bodeneigenschaften räumlich autokorreliert sind, die einzige Ausnahme bildet der Grobbodenanteil (Tabelle 2). Die intrinsische Variabilität von Bodeneigenschaften entsteht durch natürliche Abweichungen. Die extrinsische Variabilität wird durch die individuelle Bewirtschaftungspraxis bestimmt (Rao und Wagnon, 1985). Der pH-Wert des Bodens wird durch die extrinsische Variabilität bestimmt, wobei die räumlichen Muster durch das Probenahme-Design identifiziert werden können. Der applizierte Kompost hatte einen pH-Wert zwischen 8,5 und 8,7 (Tabelle A5) und liegt damit weit über den pH-Werten (6,2 – 6,9), die im zentralen Plot 2 gemessen wurden. Die längsgerichteten Muster lassen sich sehr wahrscheinlich mit den Fahrspuren erklären, da in diesen Bereichen mit einer ungleichmäßigen Applikation und Einarbeitung des Komposts zu rechnen ist (Abbildung 11). Der C_{org} -Gehalt ist positiv mit der KAK korreliert, was wahrscheinlich auf den Beitrag der zusätzlichen funktionellen Gruppen aus der organischen Bodensubstanz zurückzuführen ist ($r = 0,42$; Abbildung A27). Dementsprechend zeigen Proben mit höheren C-Gehalten auch eine höhere KAK. Von allen Bodeneigenschaften weist der pH-Wert die stärkste räumliche Abhängigkeit mit dem geringsten „range“ auf. Demzufolge sind Proben, die nah zueinander beprobt werden, ähnlicher als Proben mit weiteren Abständen.

Die Verteilung der Mesoplastik-Funde zeigte keine räumlichen Cluster, weshalb von einer gleichmäßigen Verteilung des Komposts über die gesamte Fläche ausgegangen werden kann. Im Median wurden pro Probe 0,5 Partikel pro kg Boden gefunden, wobei der Median der Partikelmasse bei 2,26 mg pro kg Boden liegt, weitere Details dazu finden sich in Kapitel 4.3.2.2. Diese Ergebnisse liegen etwas unter den Ergebnissen von Weber und Opp (2022), die in Auenböden der Lahn 2,06 P kg⁻¹ gefunden haben. Deutlich höhere Werte (6,75 P kg⁻¹) finden sich in landwirtschaftlich genutzten Böden nahe chinesischer Vororte (Liu et al., 2018).

Probenahme-Punkte ohne MePs-Funde treten dicht am Punkt mit dem höchsten Wert von 3,2 P kg⁻¹ auf, worin sich die Zufälligkeit der MePs-Funde widerspiegelt, was im Semivariogramm einem „pure nugget effect“ entspricht. Für die MePs-Masse zeigt sich eine schwach räumliche Abhängigkeit zwischen den Probenahme-Punkten. Wie zu erwarten sind die MePs-Metriken miteinander korreliert ($r = 0,83$; Abbildung A27), es existieren jedoch keine Korrelationen mit den Bodeneigenschaften, was zumindest für den C_{org} -Gehalt nicht den Erwartungen entspricht, da die kompostbedingte Anhebung des C_{org} -Gehalts ebenda auch Plastik eintragen sollte.

Die Suche nach einem robusten Schätzer für räumliche Analysen ist besonders für MePs herausfordernd. Die Daten zeigen eine deutliche Rechtsschiefe und sind dementsprechend nicht normalverteilt, was an einigen wenigen sehr hohen Werten liegt. Auch das Auftreten von Proben ohne Partikelfunde erschwert die statistischen Auswertungen. Der Umgang mit Null-Daten und extremen Ausreißern bedarf dringend einer weiterführenden wissenschaftlichen Diskussion, wobei diese momentan nicht in Sicht ist, da die nötige Datengrundlage momentan nicht vorliegt. Als Diskussionsgrundlage werden weitere systematische Studien zur räumlichen Verteilung von Plastik in Böden benötigt, wobei verschiedene Eintragspfade adressiert werden müssen (Dorau et al., 2024).

Tabelle 2: Auswahl an Parametern aus der Berechnung der paarweisen Semivariogramme. Diese Daten wurden für die Prozedur des „kriging“ der Bodeneigenschaften und des Mesoplastiks verwendet.

Com-part-ment	Name	Model	Nugget var	Total var	Nugget-%	Range (m)	Spatial class
Soil	Coarse soil (> 2 mm)	Gau	0.0194	98.8	-	> 100	-
Soil	BD ¹	Sph	0.0020	0.0037	55	18.6	M
Soil	SOC ²	Ste	0.0027	0.0076	35	9.6	M
Soil	Nitrogen content	Exp	0.0025	0.0074	33	5.7	M
Soil	CEC ³	Mat	0.0066	0.0193	34	12.0	M
Soil	pH (H ₂ O)	Gau	0.0000	0.0004	8	4.1	S
Polymers	MePs count (P kg ⁻¹)	Gau	1.0132	1.0132	-	-	R
Polymers	MePs mass (mg kg ⁻¹)	Mat	0.9155	1.2100	75	4.3	W

1. BD = Bulk density, 2. SOC = Soil organic carbon, 3. CEC = Cation exchange capacity, 4. Gau = Gaussian model, 5. Sph = Spherical model, 6. Exp = Exponential model, 7. Mat = Matern model, 8. Nugget-(%) = (nugget variance / total variance) * 100, 9. The spatial class refers to the following: S = Strong spatial dependency (Nugget (%) < 25), M = Moderate spatial dependency (Nugget (%) > 25 and < 75), W = Weak spatial dependency (Nugget (%) >= 75), R = Random
Quelle: Dorau *et al.* (2024).

4.3.2.4 Implikationen zur Probenahme und zur räumlichen Analyse von Mesoplastik

Zwischen den unterschiedlichen Plots konnten keine signifikanten Unterschiede in Bezug auf die MePs-Anzahl festgestellt werden (Abbildung 12a). Demnach ist die Variabilität zwischen den drei Plots von untergeordneter Bedeutung, das MePs liegt gleichmäßig verteilt vor. Grundsätzlich war eine ungleichmäßige Verteilung erwartbar, mit höheren Partikelfunden in Plot 3, da dort die Anlieferung des Komposts erfolgt ist. Um die Leistungsfähigkeit des Probenahme-Designs abschätzen zu können, wurde der Interquartil-Abstand (IQR) berechnet, der die gegebene Verteilung um einen definierten Mittelwert wiedergibt. Hierbei impliziert ein niedriger IQR einen robusteren Schätzer für das entsprechende Probenahme-Design (Abbildung 12b). Das Volumen der Probenahme zeigte unklare Ergebnisse hinsichtlich der identifizierten MePs-Anzahl. In Plot 3 wurden keine Partikel im kleinsten Probenahme-Volumen (2 L) gefunden (Abbildung 12c). Für den C_{org}-Gehalt nimmt der IQR kontinuierlich mit steigender Anzahl an Einzelproben pro Mischprobe ab, mit den niedrigsten IQR für die Variante mit 16 L Probevolumen, was grundsätzlich den Erwartungen entspricht. Eine höhere Anzahl von Einzelproben bildet den wahren Wert mit einer geringeren Abweichung ab. Das größte Probevolumen (300 L) ist kein besserer Schätzer, wenn der gemessene Parameter räumlichen Abhängigkeiten unterliegt, was für den C_{org}-Gehalt mit einer moderaten räumlichen Abhängigkeit zutrifft (Tabelle 2).

Räumliche Daten für Plastik in Böden, die für geostatistische Analysen geeignet sind, wurden bisher wenig publiziert (Ghimire *et al.*, 2020; Yu und Flury, 2021). Die vorliegenden Ergebnisse zeigen, dass sowohl die MePs-Anzahl als auch die MePs-Masse deutlich höhere Variationskoeffizienten aufweisen als die analysierten Bodeneigenschaften. Bei einem tolerierbaren Fehler von 10% bezüglich des wahren Werts werden zur Bestimmung des C_{org}-Gehalts lediglich drei Stichproben benötigt (Abbildung 13). Um dieselbe Genauigkeit für die Bestimmung der MePs-Masse zu erhalten, müssten von den 128 entnommenen Einzelproben mehr als 50 analysiert werden.

Abbildung 11: Interpolierte Karten für die Bodeneigenschaften und die Mesoplastik-Funde in Plot 2.

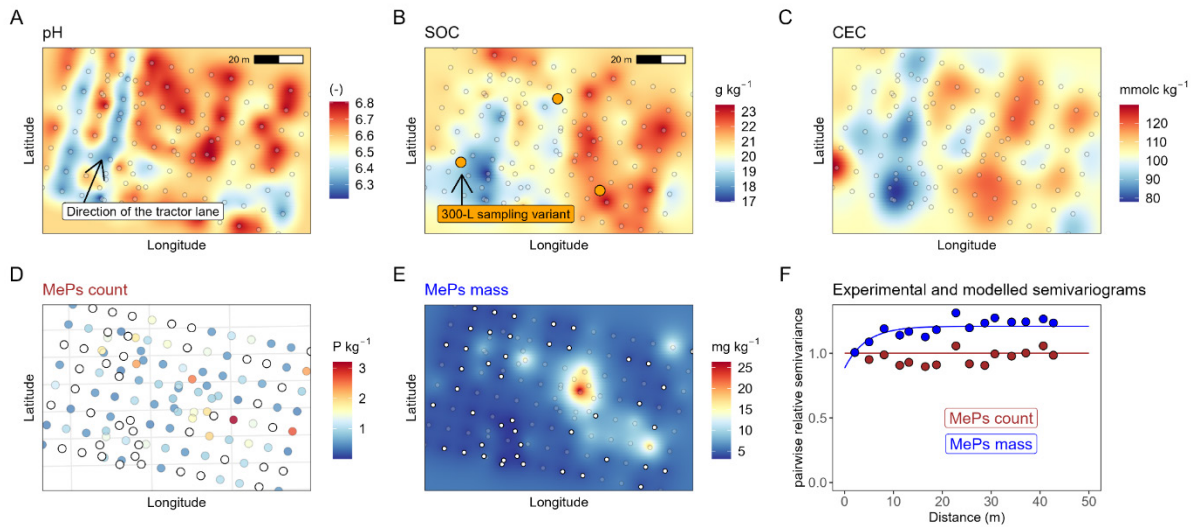


Abbildung A zeigt die interpolierte Karte für den pH-Wert mit klar erkennbaren Mustern in Richtung der Fahrspuren. B zeigt die interpolierte Karte für den C_{org} -Gehalt, zusätzlich geben die orangenen Kreise die Orte der 300 L Beprobung an. C zeigt die interpolierte Karte für die Kationenaustauschkapazität. D zeigt die Karte für die Anzahl der gefundenen Mesoplastik-Partikel, E zeigt die Karte für die interpolierte Mesoplastik-Masse. Alle Karten wurden mit der Prozedur des „krigings“ erstellt. Abbildung F zeigt die experimentellen und modellierten Daten für die Mesoplastik-Anzahl und die Mesoplastik-Masse. Hierbei zeigt die Mesoplastik-Anzahl keine räumliche Autokorrelation und die Mesoplastik-Masse eine schwache Autokorrelation. Alle in den Karten eingezeichneten Punkte zeigen das Probenahme-Raster, wobei die weißen Kreise in D und E Probenahme-Punkte ohne MePs anzeigen.

Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Abbildung 12: Variabilität zwischen den drei Plots der Probenahme-Fläche für die Mesoplastik-Anzahl und die C_{org} -Gehalte.

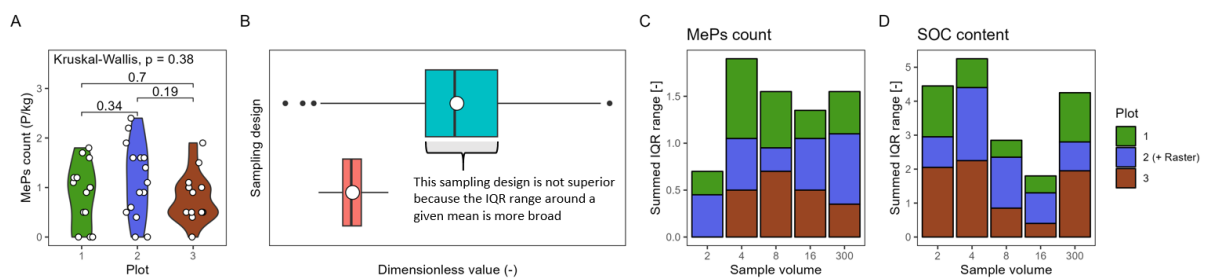


Abbildung A integriert die fünf volumenbezogenen Probenahme-Designs im Vergleich zwischen den Plots 1 – 3 bezüglich der identifizierten MePs-Anzahl, es konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen den Plots nachgewiesen werden. B dient der Visualisierung und der Erklärung der Verteilung um einen gegebenen Mittelwert (Interquartil-Abstand zwischen dem 25. - 75. Perzentil). C zeigt den summierten Interquartil-Abstand für die Mesoplastik-Anzahl für die fünf volumenbezogenen Beprobungen. D zeigt den summierten Interquartil-Abstand für den C_{org} -Gehalt für die fünf volumenbezogenen Beprobungen.

Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Abbildung 13: Darstellung der Variationskoeffizienten von Bodeneigenschaften, Mesoplastik-Anzahl und Mesoplastik-Masse sowie die Abschätzung der Stichprobe-Anzahl bei einem tolerierbaren Fehler von 10% für die gemessenen Daten.

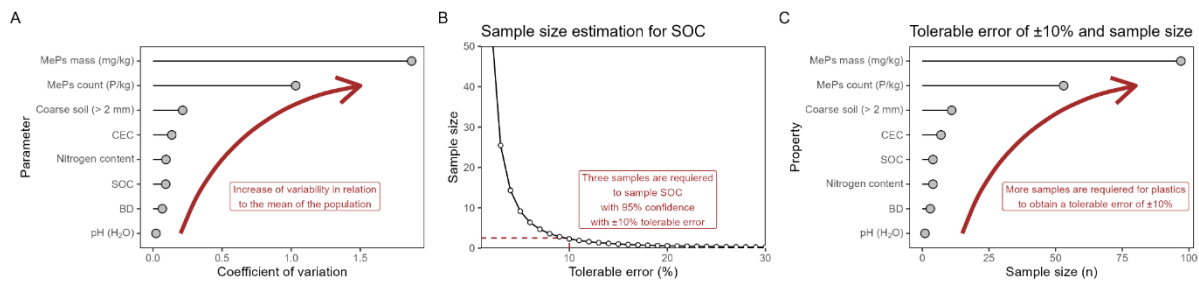


Abbildung A zeigt die Variationskoeffizienten für Mesoplastik und Bodeneigenschaften, wobei die Mesoplastik-Masse den höchsten und der pH-Wert den niedrigsten Wert aufweisen. B visualisiert die Anzahl der Einzelproben die nötig sind, um den C_{org}-Gehalt mit einem Fehler von maximal 10% zu bestimmen. C zeigt die benötigte Anzahl von Einzelproben für Bodeneigenschaften und Mesoplastik bei einem tolerierbaren Fehler von 10%, wobei die Probeanzahl für Mesoplastik-Masse und Mesoplastik-Anzahl etwa Faktor zehn höher liegt als für die bestimmten Bodeneigenschaften.

Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Dementsprechend muss die Zahl der Einzelproben für Mesoplastik im Vergleich zu Bodeneigenschaften grundsätzlich deutlich höher sein. Aufgrund der hohen Variabilität von MePs im untersuchten Standort ist von der Entnahme einer einzigen Masterprobe für einen Ackerschlag abzuraten. Unter Rücksichtnahme der vorgestellten Ergebnisse und des deutlich höheren Zeitaufwands zur Erstellung von Proben mit einem sehr hohen Volumen (16 L, 300 L) wird empfohlen, von einem Ackerschlag mehrere Mischproben mit einem kleineren Volumen (2 L - 8 L) als nur eine einzelne sehr große Mischprobe zu entnehmen. Aus den Berechnungen der Semivariogramme lässt sich ableiten, dass eine zufallsbasierte Probenahme für MePs zulässig ist (Abbildung 11). Um die erarbeiteten Ergebnisse, wie u. a. die hohe Variabilität des Variationskoeffizienten für die Mesoplastik-Anzahl (103%) und die Mesoplastik-Masse (183%), zu berücksichtigen, werden folgende Empfehlungen für zukünftige Probenahmen gegeben (Dorau *et al.*, 2024):

- ▶ (1) Die Nutzungshistorie hinsichtlich der Eintragspfade für Mesoplastik muss berücksichtigt werden. Probenahme-Punkte sollten mittel GPS erfasst und veröffentlicht werden, damit anhand dieser Daten weiterführende geostatistische Modellierungen ermöglicht werden.
- ▶ (2) Es sollten Zufallsstichproben genommen werden, wenn für die Probenahme-Punkte keine räumlichen Autokorrelationen vorliegen, wie für die MePs-Anzahl nachgewiesen. Andernfalls sind systematische Probenahmen vorzuziehen.
- ▶ (3) Aufgrund der signifikant höheren Varianz der MePs-Metriken (> 103%) im Vergleich zur Varianz der Bodeneigenschaften (< 21%) sind höhere Stichprobenzahlen nötig, um MePs repräsentativ zu beproben. Andernfalls muss ein größerer Probenahmefehler im Vergleich zu den Bodeneigenschaften akzeptiert werden.

4.3.3 Großes Mikroplastik

Mit der an der BGR entwickelten Methode zur Probeaufbereitung des LMPs wurden 106 LMPs-Partikel identifiziert. Die durchschnittliche LMPs-Masse im Boden liegt bei 111 mg kg⁻¹ ± 349 mg kg⁻¹ (Mittelwert ± Standardabweichung) der Feret-Durchmesser bei 4.62 mm ± 2.59 mm (Mittelwert ± Standardabweichung). Ein Viertel der Partikel hat faktisch eine Größe über 5 mm und müsste dementsprechend der MePs-Fraktion zugeordnet werden. Die Identifizierung von Polymeren mit FTIR wird erschwert, wenn die Plastikpartikel aus verschiedenen Polymeren zusam-

mengesetzt sind (Cowger et al., 2020). Darüber hinaus unterliegen die Polymere in Umweltmatrices verschiedenen Alterungsprozessen (Andrady, 2011), was deren Identifizierung mit FTIR zusätzlich erschwert. Für die LMPs-Fraktion konnten nur 50% der Partikel durch einen spektralen Abgleich aus Referenzdatenbanken (Güte von über 60% Übereinstimmung) anhand spezifischer Polymerspektren identifiziert werden. Grundsätzlich bleibt festzuhalten, dass die verwendete Methode zur Identifizierung von LMPs stark limitiert ist. Nach der DS wurden die aufschwimmenden Probeanteile auf einem Filter abgeschieden. Aufgrund des hohen Anteils verbleibender OBS und daraus resultierender Maskierungseffekte ist davon auszugehen, dass es bei der Identifizierung der LMPs-Fraktion zu hohen Minderbefunden gekommen ist. Dementsprechend ist die verwendete Methode ungeeignet, um die LMPs-Fraktion reproduzierbar aus den Bodenproben zu isolieren und zu identifizieren. Es muss eine weiterführende, umfangreiche Methodenentwicklung durchgeführt werden, dies war nicht Gegenstand dieser Arbeit und kann deshalb erst in nachfolgenden Studien durchgeführt werden.

4.3.4 Kleines Mikroplastik

Aufgrund des erhöhten Arbeitsaufwands und diverser technischer Probleme am Gerät (TED-GC-MS) liegen zum Redaktionsschluss dieses Abschlussberichts noch keine verwertbaren Ergebnisse vor, sobald der Bericht des Auftragnehmers der BGR vorliegt, wird dieser kommentiert an das UBA weitergegeben. Dennoch sollen hier die wesentlichen Herausforderungen bei der Aufbereitung und Analytik der untersuchten Proben kurz aufgezeigt und diskutiert werden. Für SBR konnte kein adäquater, mahlbarer Standard beschafft werden, weshalb auf weitere Messungen hinsichtlich dieses Zielpolymers verzichtet werden musste. Grundsätzlich zeigten Wiederholungsmessungen ($n = 3$) mit den Proben ohne Kryovermahlung keine reproduzierbaren Ergebnisse für die untersuchten Polymere (PE, PET, PP, PS) in den aufbereiteten Bodenproben. Aufgrund der inhomogenen Verteilung der Polymerfragmente in den Proben wurden entweder Werte unterhalb der Nachweisgrenze oder extrem hohe Werte (Überladung des Systems) detektiert. Dementsprechend wurde gemeinsam mit IUTA und UBA entschieden, die am IUTA aufbereiteten Proben einer Kryovermahlung zu unterziehen. Die Kryovermahlung erfolgte an der BGR, momentan wird die Analyse der Proben am IUTA mittels TED-GC-MS durchgeführt. Ursprünglich sollten 100 Proben aus den 173 Mischproben der Probenahme in Einzelmessungen analysiert werden. Aufgrund der hohen Inhomogenität und den daraus resultierenden nicht reproduzierbaren Ergebnissen wurde entschieden, die Probezahl auf 30 Proben zu reduzieren und diese in dreifacher Wiederholung zu analysieren.

5 Empfehlungen und Ausblick

Aus den **Ergebnissen zum Stand des Wissens** können die folgenden wesentlichen Implikationen abgeleitet werden. Die Zahl an Studien über MPs in Böden steigt stetig an, wobei eine Vielzahl von verschiedenen Probenahme-Strategien und analytische Methoden eingesetzt werden. Dies verdeutlicht die dringende Notwendigkeit von möglichst repräsentativen Probenahme-Strategien, reproduzierbarer Probeaufbereitung und harmonisierter analytischer Methoden, um die Vergleichbarkeit der Studien zu verbessern. Grundsätzlich sollte das Maß der bereitgestellten technischen Informationen bei Studien zu MPs in Böden erhöht werden. Die wichtigen Informationen (Landnutzung, Probenahme-Tiefe, analytische Methoden, Partikelzahl oder Polymerkonzentrationen) werden in der Mehrzahl der vorliegenden Publikationen erfasst und dargelegt. Andere wichtige Informationen, wie die Art der Probehomogenisierung im Feld und/ oder im Labor fehlen hingegen in der Mehrzahl der Studien. Insbesondere der Einsatz adäquater Bodenklassifikations-Systematiken zur Bestimmung der Bodentypen ist erforderlich und sollte die Basis aller Studien zu MPs in Böden sein. Die Extraktion und Aufkonzentration von MPs aus Bodenproben unterliegt großen Herausforderungen, wobei die Wiederfindungsraten wesentlich von den eingesetzten Methoden und den jeweiligen Bodeneigenschaften abhängig sind. Deshalb müssen grundsätzlich alle Studien zu MPs in Böden wichtige Bodeneigenschaften (u. a. Textur, pH-Wert, C_{org} -Gehalt) bestimmen, damit methodische Herausforderungen hinsichtlich Reproduzierbarkeit und Wiederfindungsraten ausgeräumt werden können. Zusätzlich sind systematische Qualitätskontrollen und der Einsatz von Referenzmaterialien bei der Analytik auf MPs unverzichtbar. Einem grundlegenden Problem unterliegt die Analytik bei geringer Anzahl von MPs-Partikel in Bodenproben. Dies geht einher mit geringen Polymermassen und Partikelgrößen, weshalb mitunter Detektions- und Auflösungslimits erreicht werden. Dies muss grundsätzlich angegeben werden und bei der Bewertung der Ergebnisse mehr Beachtung finden. Bei der komplexen Aufbereitung und Analytik mittels Pyr-GC-MS können nicht alle Einzelpolymere gemessen werden, deshalb wird empfohlen die Analytik auf die „common three“ (PP, PE, PS) zu beschränken, sofern das hinsichtlich des Eintragspfads sinnvoll ist. Um die räumliche und vertikale Verteilung von Plastik in Böden besser zu verstehen, ist die Integration von geostatistischer Probenahme und Modellierung erforderlich. Hierfür fehlen insbesondere hochaufgelöste Daten auf der Feldskala. Damit die aufgezeigten Herausforderungen bei Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik von Plastik in Böden adressiert werden können, wurde basierend auf der vorliegenden Literatur eine Handlungsempfehlung mit nötigen Mindestanforderungen für nachfolgende Studien erstellt. Diese Mindestanforderungen wurden im weiteren Projektverlauf umgesetzt. In zahlreichen Studien zur Probenahme und Analytik von MPs in Böden wurde der Einsatz von geostatistischen Methoden bei der Beprobung ignoriert. Dementsprechend soll das hier abgeleitete Probenahme-Konzept verschiedene geostatistische Methoden prüfen, um die vorhandenen Wissenslücken zu verkleinern. Darüber hinaus wird in der Literatur häufig ein Up-Scaling von sehr kleinen Probevolumina bis auf die Einzugsgebietsebene vorgenommen, was ein hohes Risiko birgt, mögliche Fehler bei Probenahme und/ oder Analytik zu potenzieren. Deshalb müssen unterschiedlich große Probevolumina untersucht werden. Weiterhin ist es wichtig, historische Datengrundlagen zur Flächennutzung und möglicher Applikation von plastikhaltigen Klärschlammern oder Komposten zu kennen. Aus der Summe der identifizierten Defizite der vorliegenden Literatur zu Plastik in Böden ergeben sich folgende Mindestanforderungen an das hier zu entwickelnde Probenahme-Konzept:

- ▶ Bei der Flächenauswahl ist zu beachten, dass historische Daten verfügbar sind.
- ▶ Die Bodenklassifikation ist durch das Anlegen einer Profilgrube zu ermöglichen.

- ▶ Zur Anpassung der nachgeschalteten Probeaufbereitung und Analytik ist die Bestimmung von grundlegenden Bodeneigenschaften (u. a. pH-Wert, C_{org} -Gehalt, Textur) erforderlich.
- ▶ Der Einsatz verschiedener geostatistischer Ansätze ist notwendig, um die Heterogenität von Plastik in der Fläche besser abschätzen zu können.
- ▶ Die Untersuchung verschiedener Probevolumina sollte auf verschiedene Eintragspfade erweitert werden, um Empfehlungen hinsichtlich adäquater Probevolumina ableiten zu können.

Darüber hinaus ist das Probenahme-Konzept an den Eintragspfad zu orientieren, was eine Vereinheitlichung von Verfahren extrem erschwert. Auch sollte bereits bei der Entwicklung des Probenahme-Konzepts, die zu untersuchende Größenfraktion des Plastiks berücksichtigt werden. Bestenfalls können alle Größenfraktionen (MePs, LMPs, SMPs) untersucht werden.

Aus den Ergebnissen des **Praxistests zu MePs** der untersuchten Fläche lassen sich folgende Schlussfolgerungen ziehen. Der beprobte Ackerstandort wurde über einen Zeitraum von 12 Jahren mit Kompost beaufschlagt. Insgesamt erfolgte die Beprobung an 173 größtenteils georeferenzierten Punkten mit insgesamt 844 Einzelstichproben, um geostatistische Analysen zu ermöglichen. Die vorliegenden Datenauswertungen zu Bodeneigenschaften und MePs-Funden lassen essentielle Implikationen über Plastik in Böden zu. Grundsätzlich führt die Applikation von Kompost aus Haushaltsbioabfällen zu einer Anreicherung von Plastik in Böden. Bei der Aufbereitung des identifizierten MePs sind mehrere Reinigungsschritte mit TPPS und H_2O_{dd} erforderlich, um anhaftende Bodenpartikel zu entfernen. Andernfalls kann es zu massiven Überbefunden bei der gravimetrischen Massebestimmung (300%) der Plastikpartikel kommen. Die geostatistischen Analysen zeigen, dass die Variabilität der Verteilung von Plastik in Böden wesentlich höher ist als die von natürlichen Bodenkenngößen. Dementsprechend müssen für Plastik deutlich größere Stichproben gezogen werden als für natürliche Bodenkenngößen, um mit derselben Fehlertoleranz zu beproben. Des Weiteren sollten in der Fläche zufällige Stichproben genommen werden, da zwischen den Probenahme-Punkten hinsichtlich der MePs-Anzahl keine räumlichen Autokorrelationen vorliegt. Grundsätzlich sind weiterführende geostatistische Untersuchungen für Plastik erforderlich, um die hier generierten Daten auch für andere Eintragspfade, Bodentypen und Nutzungsarten verfügbar zu machen. Dieser essentielle Schritt würde eine Brücke hin zur Methoden-Harmonisierung und damit auch zur Regulierung von Plastikkontaminationen in Böden bauen.

Aus den Ergebnissen des **Praxistests zu LMPs** lässt sich ableiten, dass die verwendete Methode zur Identifizierung von LMPs stark limitiert ist. Aufgrund des hohen Anteils verbleibender OBS nach der DS und daraus resultierender Maskierungseffekte ist davon auszugehen, dass es bei der Identifizierung der LMPs-Fraktion zu hohen Minderbefunden gekommen ist. Dementsprechend ist die verwendete Methode ungeeignet, um die LMPs-Fraktion reproduzierbar aus den Bodenproben zu isolieren und zu identifizieren. Es muss eine weiterführende, umfangreiche Methodenentwicklung durchgeführt werden, dies war nicht Gegenstand dieser Arbeit und kann deshalb nur in nachfolgenden Studien durchgeführt werden. Es ist davon auszugehen, dass die Effizienz der Entfernung der OBS sehr standortspezifisch ist. Die Identifikation der Plastikpartikel oder die Maskierung derselben durch OBS via spektroskopische Methoden wird deshalb auch durch die Bodeneigenschaften bestimmt.

Die Ergebnisse des **Praxistests zu SMPs** und die avisierte Bestimmung von Polymergehalten mittel TED-GC-MS durch einen externen Auftragnehmer liegen zum Redaktionsschluss dieses Berichts nicht vor, weshalb hier keine weiteren Ausführungen möglich sind.

Die vorliegende Arbeit leistet einen großen Beitrag zur systematischen Forschung zu Plastik in Böden. Die in Kapitel 1 erarbeiteten Anforderungen an die Probenahme von Plastik in Böden wurden im Praxistest (Kapitel 4) konsequent umgesetzt. Einige der wesentlichen Anforderungen sind die Klassifikation des Bodentyps, die Grundcharakterisierung der Bodeneigenschaften, die Georeferenzierung von Probenahme-Punkten, das Mitziehen von Prozessblindwerten und die Bestimmung von Wiederfindungsraten. Die genannten Anforderungen sollten als Mindestmaß hinsichtlich der guten wissenschaftlichen Praxis für Studien zu Plastik in Böden gelten. Aus der Praxisstudie können aufgrund unvollständiger Ergebnisse zu LMPs und SMPs nur Empfehlung für die Beprobung hinsichtlich von MePs abgegeben werden.

Grundsätzlich unterliegt die Untersuchung von Plastik in Böden weiterhin großen Herausforderungen. Die Heterogenität der Verteilung von Plastik in der Fläche wird bestimmt vom Eintragspfad, der seinerseits Typ, Form, Größenbereich und Alterung der Polymere im Boden vorgibt. Deshalb können die hier präsentierten Ergebnisse nur auf den gewählten Eintragspfad von Kompost aus der Biokompostierung verallgemeinert werden. Weitere systematische Studien zu anderen Eintragspfaden sind erforderlich, um ganzheitliche Empfehlungen zur Beprobung, Probeaufbereitung und Analytik von Plastik in Böden ableiten zu können. Dies wird die Harmonisierung von integrierten Methoden voranbringen und kann damit den Grundstein für die Entwicklung von Normen legen.

6 Danksagung

Ein Dank gebührt Dr. Katrin Scholz und Dr. Annegret Biegel-Engler für die Betreuung des Projekts seitens des Umweltbundesamts. Für die fruchtbaren wissenschaftlichen Diskussionen danken wir herzlich Dr. Collin Weber, Dr. Christian Weber, Dr. Stephan Kaufhold, Dr. Reiner Dohrmann, Dr. Zacharias Steinmetz, Daniela Thomas, Katrin Hampe, Dr. Anke Boisch, Tanja Bölke, Lars Konen sowie allen Mitgliedern des Projektbeirats. Ein großer Dank gebührt sowohl dem Nutzer als auch dem Besitzer der Probenahme-Fläche für den Zugang zur Fläche und die wertvollen Gespräche zu deren Nutzungsgeschichte. Für die hervorragende Laborarbeit möchten wir uns ganz herzlich bei Sarah Fliegel, Maha Abou-Abdo, Astrid Jaeckel, Christiane Kamphuis, Amelie Kumke, Vanessa Helle, Simone Wunderwald, Melanie Hein, Andre Marx, Okan Dönerci und Ronja Rassing bedanken. Für die gute Zusammenarbeit mit dem IUTA bedanken wir uns bei Dr. Mike Wenzel, Dr. Carmen Wolf und Aline-Kathrin Andert. Allen Kolleg*innen bei zweiband sei für die hervorragende Zusammenarbeit gedankt.

7 Quellenverzeichnis

Internet

Bai, J. and Deutsch, C.V. (2020): The Pairwise Relative Variogram. Available at: <https://geostatisticslessons.com/pdfs/pairwiserelative.pdf> (Accessed: 07 July 2025).

ggplot2 Based Publication Ready Plots. (2025): Available at: <https://rpkgs.datanovia.com/ggpubr/>. (Accessed: 27 June 2025).

Künstliche Intelligenz

Die Erstellung der englischen Kurz- und Langzusammenfassung erfolgte mit Hilfe von DeepL (Mai 2025, DeepL.com, free version). Die Übersetzung wurde von den Autoren grundlegend überarbeitet.

Normen

Ad-hoc Ag Boden (2005): *Bodenkundliche Kartieranleitung*. Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe. Available at: https://www.bgr.bund.de/InfoGeo/DE/Gremien/Boden/Kartierung/kartierung_node.html (Accessed: 07 July 2025).

CEN ISO/TR 21960 (2020): Plastics - Environmental aspects - State of knowledge and methodologies. Fassung 2021/02.

Zeitschriftenaufsatz

Abbasi, S., Turner, A., Hoseini, M., & Amiri, H. (2021): Microplastics in the Lut and Kavir Deserts, Iran. In: *Environmental Science & Technology*, 55, 9, S. 5993–6000. <https://doi.org/10.1021/acs.est.1c00615>

Amaral-Zettler, L. A., Zettler, E. R., & Mincer, T. J. (2020): Ecology of the plastisphere. In: *Nature Reviews Microbiology*, 18, 3, S. 139–151. <https://doi.org/10.1038/s41579-019-0308-0>

Andrady, A. L. (2011): Microplastics in the marine environment. In: *Marine Pollution Bulletin*, 62, 8, S. 1596–1605. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.05.030>

Bläsing, M., & Amelung, W. (2018): Plastics in soil: Analytical methods and possible sources. In: *Science of The Total Environment*, 612, S. 422–435. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.08.086>

Brandes, E., Henseler, M., & Kreins, P. (2021): Identifying hot-spots for microplastic contamination in agricultural soils—A spatial modelling approach for Germany. In: *Environmental Research Letters*, 16, 10. <https://doi.org/10.1088/1748-9326/ac21e6>

Büks, F., & Kaupenjohann, M. (2020): Global concentrations of microplastics in soils – a review. In: *SOIL*, 6, 2, S. 649–662. <https://doi.org/10.5194/soil-6-649-2020>

Cambardella, C. A., Moorman, T. B., Novak, J. M., Parkin, T. B., Karlen, D. L., Turco, R. F., & Konopka, A. E. (1994a): Field-Scale Variability of Soil Properties in Central Iowa Soils. In: *Soil Science Society of America Journal*, 58, 5, S. 1501–1511. <https://doi.org/10.2136/sssaj1994.03615995005800050033x>

- Chesworth, W. (2008): Encyclopedia of soil science. 1st ed. <https://lib.ugent.be/catalog/ebk01:100000000393875>
- Chouchene, K., Nacci, T., Modugno, F., Castelvetro, V., & Ksibi, M. (2022): Soil contamination by microplastics in relation to local agricultural development as revealed by FTIR, ICP-MS and pyrolysis-GC/MS. In: *Environmental Pollution*, 303, 119016. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2022.119016>
- Corradini, F., Meza, P., Eguiluz, R., Casado, F., Huerta-Lwanga, E., & Geissen, V. (2019): Evidence of microplastic accumulation in agricultural soils from sewage sludge disposal. In: *Science of The Total Environment*, 671, S. 411–420. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.03.368>
- Cowger, W., Gray, A., Christiansen, S. H., DeFrono, H., Deshpande, A. D., Hemabessiere, L., Lee, E., Mill, L., Munno, K., Ossmann, B. E., Pittroff, M., Rochman, C., Sarau, G., Tarby, S., & Primpke, S. (2020): Critical Review of Processing and Classification Techniques for Images and Spectra in Microplastic Research. In: *Applied Spectroscopy*, 74, 9, S. 989–1010. <https://doi.org/10.1177/0003702820929064>
- Cutroneo, L., Reboa, A., Geneselli, I., & Capello, M. (2021): Considerations on salts used for density separation in the extraction of microplastics from sediments. In: *Marine Pollution Bulletin*, 166. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.112216>
- David, M. (1988): Handbook of applied advanced geostatistical ore reserve estimation. 1st ed. <https://www.osti.gov/biblio/7146478>
- Dekiff, J. H., Remy, D., Klasmeier, J., & Fries, E. (2014): Occurrence and spatial distribution of microplastics in sediments from Norderney. In: *Environmental Pollution*, 186, S. 248–256. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2013.11.019>
- Dierkes, G., Lauschke, T., Becher, S., Schumacher, H., Földi, C., & Ternes, T. (2019): Quantification of microplastics in environmental samples via pressurized liquid extraction and pyrolysis-gas chromatography. In: *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 411, 26, S. 6959–6968. <https://doi.org/10.1007/s00216-019-02066-9>
- Dorau, K., Hoppe, M., Rückamp, D., Köser, J., Scheeder, G., Scholz, K., & Fries, E. (2023): Status quo of operation procedures for soil sampling to analyze microplastics. In: *Microplastics and Nanoplastics*, 3, 15. <https://doi.org/10.1186/s43591-023-00063-5>
- Dorau, K., Rückamp, D., Weber, C., Scheeder, G., Reißing, R., Peth, S., Otto, P., Altmann, K., Fries, E., & Hoppe, M. (2024): Characterization and spatial distribution of mesoplastics in an arable soil. In: *European Journal of Soil Science*, 75, 6. <https://doi.org/10.1111/ejss.70016>
- Edo, C., Fernández-Piñas, F., & Rosal, R. (2022): Microplastics identification and quantification in the composted Organic Fraction of Municipal Solid Waste. In: *Science of the Total Environment*, 813. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.151902>
- Eisentraut, P., Dümichen, E., Ruhl, A. S., Jekel, M., Albrecht, M., Gehde, M., & Braun, U. (2018): Two Birds with One Stone—Fast and Simultaneous Analysis of Microplastics: Microparticles Derived from Thermoplastics and Tire Wear. In: *Environmental Science & Technology Letters*, 5, 10. <https://doi.org/10.1021/acs.estlett.8b00446>
- Elert, A. M., Becker, R., Duemichen, E., Eisentraut, P., Falkenhagen, J., Sturm, H., & Braun, U. (2017): Comparison of different methods for MP detection: What can we learn from them, and why asking the right question before measurements matters? In: *Environmental Pollution*, 231, S. 1256–1264. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.08.074>

- Faltynkova, A., Johnsen, G., & Wagner, M. (2021): Hyperspectral imaging as an emerging tool to analyze microplastics: A systematic review and recommendations for future development. In: *Microplastics and Nanoplastics*, 1, 13. <https://doi.org/10.1186/s43591-021-00014-y>
- Forster, N. A., Wilson, S. C., & Tighe, M. K. (2022): Examining sampling protocols for microplastics on recreational trails. In: *Science of The Total Environment*, 818, 151813. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.151813>
- Geyer, R., Jambeck, J. R., & Law, K. L. (2017): Production, use, and fate of all plastics ever made. In: *Science Advances*, 3, 7. <https://doi.org/10.1126/sciadv.1700782>
- Ghimire, S., Flury, M., Scheenstra, E. J., & Miles, C. A. (2020): Sampling and degradation of biodegradable plastic and paper mulches in field after tillage incorporation. In: *Science of The Total Environment*, 703, 135577. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135577>
- Ghimire, S., Saxton, A. M., Wszelaki, A. L., Moore, J. C., & Miles, C. A. (2017): Reliability of soil sampling method to assess visible biodegradable mulch fragments remaining in the field after soil incorporation. In: *HortTechnology*, 27, 5. <https://doi.org/10.21273/HORTTECH03821-17>
- Gräler, B., Pebesma, E., & Heuvelink, G. (2016): Spatio-Temporal Interpolation using gstat. In: *The R Journal*, 8, 1, 204–218. <https://journal.r-project.org/archive/2016/RJ-2016-014/RJ-2016-014.pdf>
- Gwinnett, C., & Miller, R. Z. (2021): Are we contaminating our samples? A preliminary study to investigate procedural contamination during field sampling and processing for microplastic and anthropogenic microparticles. In: *Marine Pollution Bulletin*, 173, 113095. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.113095>
- Gy, P. M. (1976): The sampling of particulate materials—A general theory. In: *International Journal of Mineral Processing*, 3, 4, S. 289–312. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(76\)90020-X](https://doi.org/10.1016/0301-7516(76)90020-X)
- Helcoski, R., Yonkos, L. T., Sanchez, A., & Baldwin, A. H. (2020): Wetland soil microplastics are negatively related to vegetation cover and stem density. In: *Environmental Pollution*, 256, 113391. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.113391>
- Hill, R. (1952): The Elastic Behaviour of a Crystalline Aggregate. In: *Proceedings of the Physical Society. Section A*, 65, 5, S. 349. <https://doi.org/10.1088/0370-1298/65/5/307>
- Hillel, D. (2005): CIVILIZATION, ROLE OF SOILS. In: *Encyclopedia of Soils in the Environment*, S. 199–204, Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B0-12-348530-4/00006-0>
- Huang, D., Wang, X., Yin, L., Chen, S., Tao, J., Zhou, W., Chen, H., Zhang, G., & Xiao, R. (2022): Research progress of microplastics in soil-plant system: Ecological effects and potential risks. In: *Science of The Total Environment*, 812, 151487. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.151487>
- Hubbert, M. K. I. N. G. (1957): DARCY'S LAW AND THE FIELD EQUATIONS OF THE FLOW OF UNDERGROUND FLUIDS. *International Association of Scientific Hydrology. Bulletin*, 2, 1, S. 23–59. <https://doi.org/10.1080/02626665709493062>
- Hurley, R. R., & Nizzetto, L. (2018): Fate and occurrence of micro(nano)plastics in soils: Knowledge gaps and possible risks. In: *Current Opinion in Environmental Science & Health*, 1, S. 6–11. <https://doi.org/10.1016/j.coesh.2017.10.006>
- IUSS Working Group WRB. (2015): World Reference Base for Soil Resources 2014, update 2015, International soil classification system for naming soils and creating legends for soil maps. World Soil Resources Reports No. 106. FAO, Rome.

- Ivleva, N. P. (2021): Chemical Analysis of Microplastics and Nanoplastics: Challenges, Advanced Methods, and Perspectives. In: *Chem. Rev.*, 121, 19, S. 11886–11936. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.1c00178>
- Lark, R. M. (2000): A comparison of some robust estimators of the variogram for use in soil survey. In: *European Journal of Soil Science*, 51, 1, S. 137–157. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2389.2000.00280.x>
- Liu, M., Lu, S., Song, Y., Lei, L., Hu, J., Lv, W., Zhou, W., Cao, C., Shi, H., Yang, X., & He, D. (2018): Microplastic and mesoplastic pollution in farmland soils in suburbs of Shanghai, China. In: *Environmental Pollution*, 242, S. 855–862. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.07.051>
- Möller, J. N., Heisel, I., Satzger, A., Vizsolyi, E. C., Oster, S. D. J., Agarwal, S., Laforsch, C., & Löder, M. G. J. (2022): Tackling the Challenge of Extracting Microplastics from Soils: A Protocol to Purify Soil Samples for Spectroscopic Analysis. In: *Environmental Toxicology and Chemistry*, 41, 4, S. 844–857. <https://doi.org/10.1002/etc.5024>
- Möller, J. N., Löder, M. G. J., & Laforsch, C. (2020): Finding Microplastics in Soils: A Review of Analytical Methods. In: *Environmental Science & Technology*, 54, 4. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b04618>
- Müller, A., Kocher, B., Altmann, K., & Braun, U. (2022): Determination of tire wear markers in soil samples and their distribution in a roadside soil. In: *Chemosphere*, 294, 133653. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.133653>
- Okoffo, E. D., O'Brien, S., Ribeiro, F., Burrows, S. D., Toapanta, T., Rauert, C., O'Brien, J. W., Tscharke, B. J., Wang, X., & Thomas, K. V. (2021): Plastic particles in soil: State of the knowledge on sources, occurrence and distribution, analytical methods and ecological impacts. In: *Environmental Science: Processes & Impacts*, 23, 2, S. 240–274. <https://doi.org/10.1039/d0em00312c>
- Olivoto, T. (2022): Lights, camera, pliman! An R package for plant image analysis. In: *Methods in Ecology and Evolution*, 13, 4, S. 789–798. <https://doi.org/10.1111/2041-210X.13803>
- Piehl, S., Leibner, A., Löder, M. G. J., Dris, R., Bogner, C., & Laforsch, C. (2018): Identification and quantification of macro- and microplastics on an agricultural farmland. In: *Scientific Reports* 8, 1, 17950. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-36172-y>
- Prata, J. C., Reis, V., Costa, J. P. da, Mouneyrac, C., Duarte, A. C., & Rocha-Santos, T. (2021): Contamination issues as a challenge in quality control and quality assurance in microplastics analytics. In: *Journal of Hazardous Materials*, 403, 123660. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.123660>
- Pebesma, E. (2018): Simple Features for R: Standardized Support for Spatial Vector Data. In: *The R Journal*, 10, 1, S. 439–446. <https://doi.org/10.32614/RJ-2018-009>
- Rezaei, M., Abbasi, S., Pourmahmood, H., Oleszczuk, P., Ritsema, C., & Turner, A. (2022): Microplastics in agricultural soils from a semi-arid region and their transport by wind erosion. In: *Environmental Research*, 212, 113213. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.113213>
- Rillig, M. C. (2012): Microplastic in Terrestrial Ecosystems and the Soil? In: *Environ. Sci. Technol.*, 46, 12, S. 6453–6454. <https://doi.org/10.1021/es302011r>
- Rao, P. S. C. and Wagenet, R. J. (1985): Spatial Variability of Pesticides in Field Soils: Methods for Data Analysis and Consequences, In: *Weed Science*, 33, 5.
- Rolf, M., Laermans, H., Kienzler, L., Pohl, C., Möller, J. N., Laforsch, C., Löder, M. G. J., & Bogner, C. (2022): Flooding frequency and floodplain topography determine abundance of microplastics in

an alluvial Rhine soil. In: *Science of The Total Environment*, 155141.

<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.155141>

Sarkar, A., Deb, S., Ghosh, S., Mandal, S., Quazi, S. A., Kushwaha, A., Hoque, A., & Choudhury, A. (2022): Impact of anthropogenic pollution on soil properties in and around a town in Eastern India. In: *Geoderma Regional*, 28, e00462. <https://doi.org/10.1016/j.geodrs.2021.e00462>

Scheurer, M., & Bigalke, M. (2018): Microplastics in Swiss Floodplain Soils. In: *Environmental Science & Technology*, 52, 6, S. 3591–3598. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b06003>

Scopetani, C., Chelazzi, D., Cincinelli, A., Martellini, T., Leiniö, V., & Pellinen, J. (2022): Hazardous contaminants in plastics contained in compost and agricultural soil. In: *Chemosphere*, 293, 133645. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.133645>

Steinmetz, Z., Kintzi, A., Muñoz, K., & Schaumann, G. E. (2020): Data from: A simple method for the selective quantification of polyethylene, polypropylene, and polystyrene plastic debris in soil by pyrolysis-gas chromatography/mass spectrometry. In: *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 147, 104803. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2020.104803>

Steinmetz, Z., Löffler, P., Eichhöfer, S., David, J., Muñoz, K., & Schaumann, G. E. (2021): Are agricultural plastic covers a source of plastic debris in soil? A first screening study. In: *SOIL Discussions*, 2021, S. 1–21. <https://doi.org/10.5194/soil-2021-70>

Thomas, D., Schütze, B., Heinze, W. M., & Steinmetz, Z. (2020): Sample Preparation Techniques for the Analysis of Microplastics in Soil—A Review. *Sustainability*, 12, 21.

<https://doi.org/10.3390/su12219074>

Tun, T. Z., Kunisue, T., Tanabe, S., Prudente, M., Subramanian, A., Sudaryanto, A., Viet, P. H., & Nakata, H. (2022): Microplastics in dumping site soils from six Asian countries as a source of plastic additives. In: *Science of The Total Environment*, 806, 150912. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.150912>

Vetrimurugan, E., Jonathan, M. P., Sarkar, S. K., Rodríguez-González, F., Roy, P. D., Velumani, S., & Sakthi, J. S. (2020): Occurrence, distribution and provenance of micro plastics: A large scale quantitative analysis of beach sediments from southeastern coast of South Africa. In: *Science of The Total Environment*, 746, 141103. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.141103>

Weber, C. J., Hahn, J., & Opp, C. (2022): Spatial Connections between Microplastics and Heavy Metal Pollution within Floodplain Soils. In: *Applied Sciences (Switzerland)*, 12, 2. <https://doi.org/10.3390/app12020595>

Weber, C. J., Opp, C., Prume, J. A., Koch, M., Andersen, T. J., & Chiffard, P. (2021): Deposition and in-situ translocation of microplastics in floodplain soils. In: *Science of The Total Environment*, 152039. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.152039>

Weber, C. J., Weihrauch, C., Opp, C., & Chiffard, P. (2021): Investigating microplastic dynamics in soils: Orientation for sampling strategies and sample pre-processing. In: *Land Degradation and Development*, 32, 1, S. 270–284. <https://doi.org/10.1002/ldr.3676>

Yang, L., Kang, S., Wang, Z., Luo, X., Guo, J., Gao, T., Chen, P., Yang, C., & Zhang, Y. (2022): Microplastic characteristic in the soil across the Tibetan Plateau. In: *Science of The Total Environment*, 828, 154518. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.154518>

Yu, Y., & Flury, M. (2021): How to take representative samples to quantify microplastic particles in soil? In: *Science of The Total Environment*, 784, 147166. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.147166>

- Zhang, C. (2007): *Fundamentals of Environmental Sampling and Analysis*. Wiley, 2nd ed.
- Zhou, Q., Zhang, H., Fu, C., Zhou, Y., Dai, Z., Li, Y., Tu, C., & Luo, Y. (2018): The distribution and morphology of microplastics in coastal soils adjacent to the Bohai Sea and the Yellow Sea. In: *Geoderma*, 322, S 201–208. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2018.02.015>
- Zhou, Y., Liu, X., & Wang, J. (2019): Characterization of microplastics and the association of heavy metals with microplastics in suburban soil of central China. In: *Science of The Total Environment*, 694, 133798. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.133798>
- Zhu, D., Ma, J., Li, G., Rillig, M. C., & Zhu, Y.-G. (2022): Soil plastispheres as hotspots of antibiotic resistance genes and potential pathogens. In: *The ISME Journal*, 16, 2, S. 521–532. <https://doi.org/10.1038/s41396-021-01103-9>

A Anhang

A.1 Fachgespräch zur Vorstellung der Ergebnisse

Die Ergebnisse des Projekts wurden bei einem Fachgespräch an der BGR präsentiert und mit zahlreichen Experten aus Wissenschaft, Behörden und Wirtschaft diskutiert (Abbildung A14). Am ersten Tag der Tagung wurde eine allgemeine Einführung zum Thema Plastik in der Umwelt vorgenommen. Hierbei lag der Schwerpunkt auf dem Kompartiment Boden. Zunächst wurde der Stand der Forschung in einem Vortragsblock dargestellt und diskutiert. Darüber hinaus stellten die externen Teilnehmerinnen ihre Arbeiten auf zahlreichen Poster vor. Dies führte zum Abschluss des ersten Tags zu einer angeregten und fruchtbaren Diskussion.

Am zweiten Tag erfolgte die Präsentation von Ergebnissen aus zwei Forschungsvorhaben zur Probenahme von Plastik in Böden. Der erste Vortrag fasste das Projekt „Plastik und Mikroplastik im Boden“ (PLASBo, UBA Österreich) zusammen. Der zweite Vortrag präsentierte das Projekt „Plastik im Boden – Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik“ (Refoplan-Vorhaben, UBA Deutschland). Anschließend entwickelte sich eine lebhafte Podiumsdiskussion mit allen Referent*innen des Tages. Im Anschluss an die Veranstaltung bestand die Möglichkeit, die Probenvorbereitung und bildgebende Analytik für MePs und MPs in den Laboren der BGR anzusehen. Hierbei konnten verschiedene Kooperationen hinsichtlich der Analytik von Plastik vereinbart werden.

Folgende Vorträge wurden während der Tagung präsentiert:

- ▶ Mikroplastik in der Umwelt (Dr. Kristof Dorau, BGR)
- ▶ Ökotoxizität von Mikroplastik (Dr. Karsten Schlich, Fraunhofer IME)
- ▶ Nachweis, Verbleib und Wirkung von Mikro- und Nanoplastik in Böden (Dr. Martin Hoppe, BGR)
- ▶ Probenahme, Probevorbereitung und Analytik von Mikroplastik (Dr. Kristof Dorau, BGR, Projekt SOSMA)
- ▶ Boden als Senke für Mikroplastik (Dr. Helene Walch, UBA Österreich, Projekt PLASBo)
- ▶ Plastik im Boden – Probenahme, Probeaufbereitung und Analytik (Dr. Kristof Dorau, BGR, Projekt SOSMA)
- ▶ Bestimmung von Polymergehalten aus Bodenproben mittel TED-GC-MS (Dr. Carmen Wolf, IUTA, Projekt SOSMA)
- ▶ Berichte aus nationalen und internationalen Gremien (Dr. Kristof Dorau, BGR; Dr. Martin Hoppe, BGR; Dr. Katrin Scholz, UBA)

Abbildung A14: Flyer zum Fachgespräch „Plastik im Boden“ an der BGR.



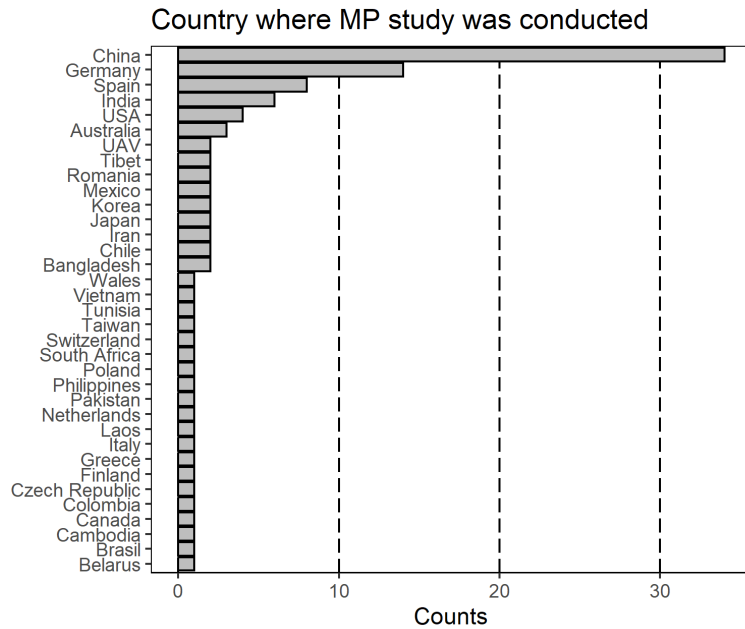
Quelle: BGR.

B Anhang

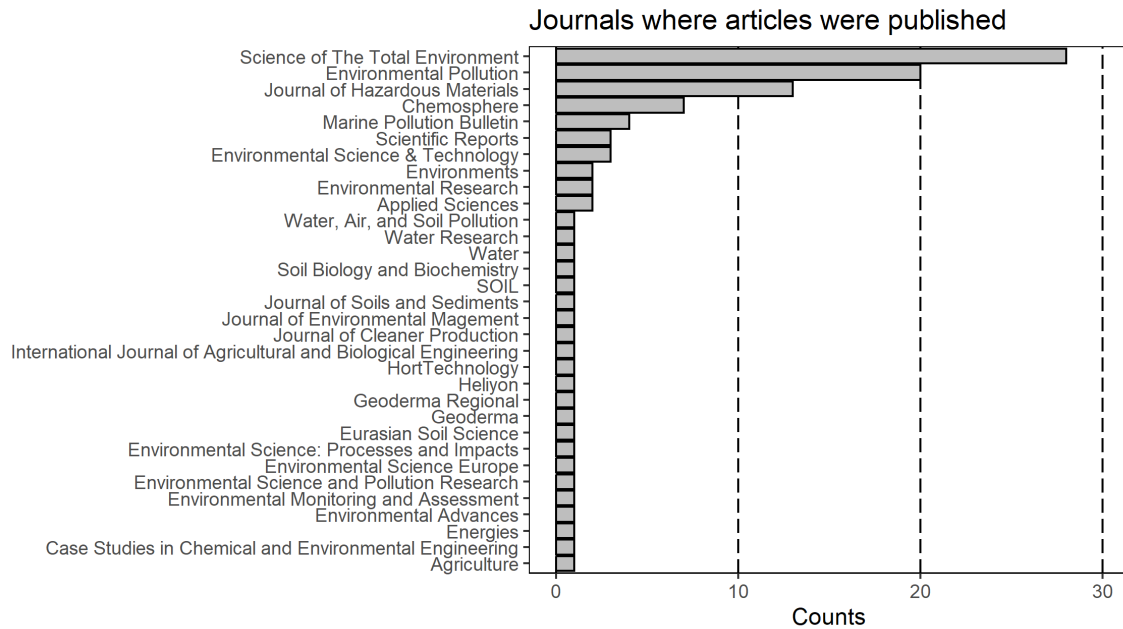
B.1 Abbildungen

Abbildung A15: Anzahl der Studien zu MPs in Böden nach Herkunftsländern der Institution des Erstautors (A). Verlage in denen die Studien zu MPs in Böden publiziert wurden (B).

A

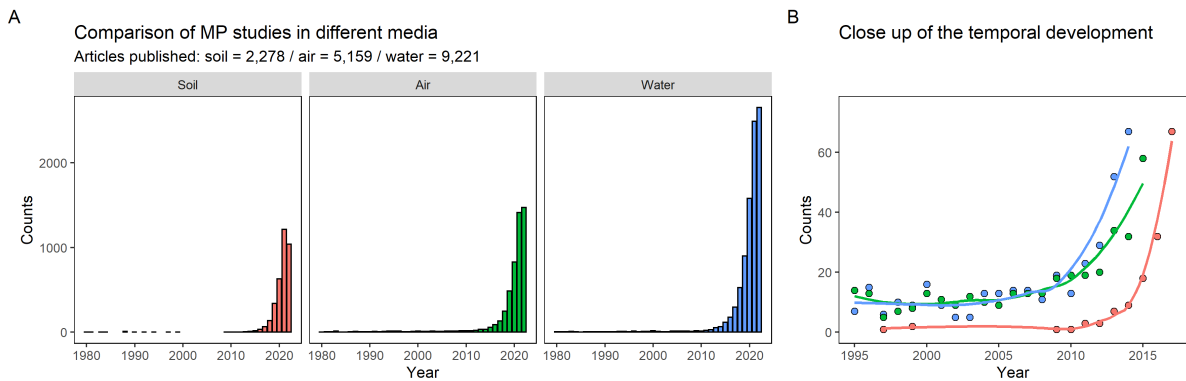


B



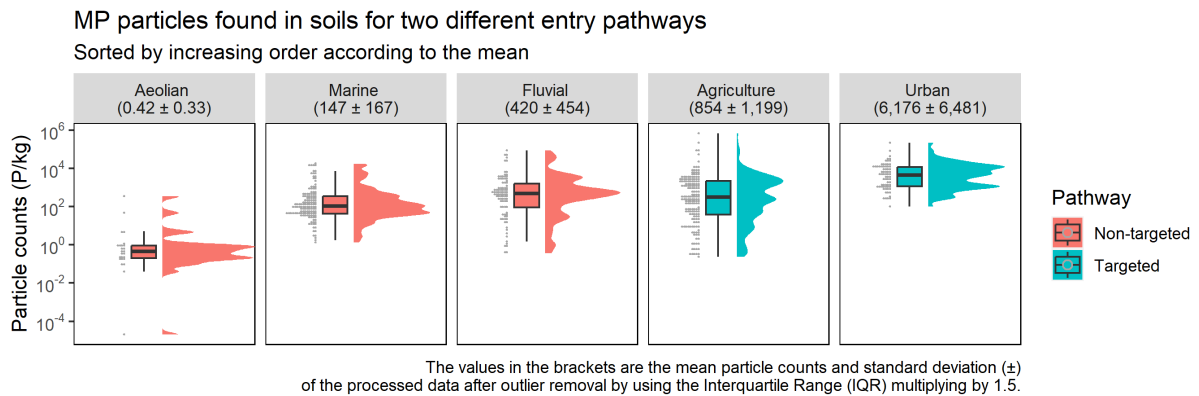
Quelle: Dorau *et al.* (2023).

Abbildung A16: Anzahl an Publikationen zu MPs in den Umweltmedien Boden, Luft und Wasser (A). Zeitliche Entwicklung der Forschung innerhalb der verschiedenen Umweltkompartimente (B).



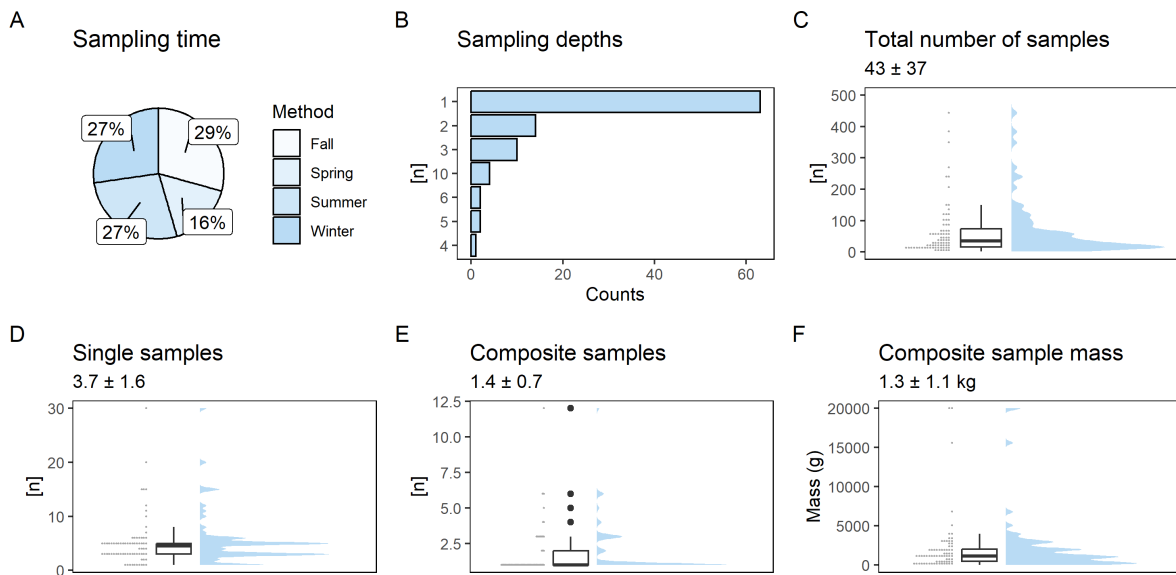
Quelle: Dorau *et al.* (2023).

Abbildung A17: Anzahl der in den Böden gefundenen MPs-Partikel untergliedert nach unterschiedlichen Eintragspfaden mit Unterscheidung zwischen gezieltem und ungezieltem Eintrag.



Quelle: Dorau *et al.* (2023).

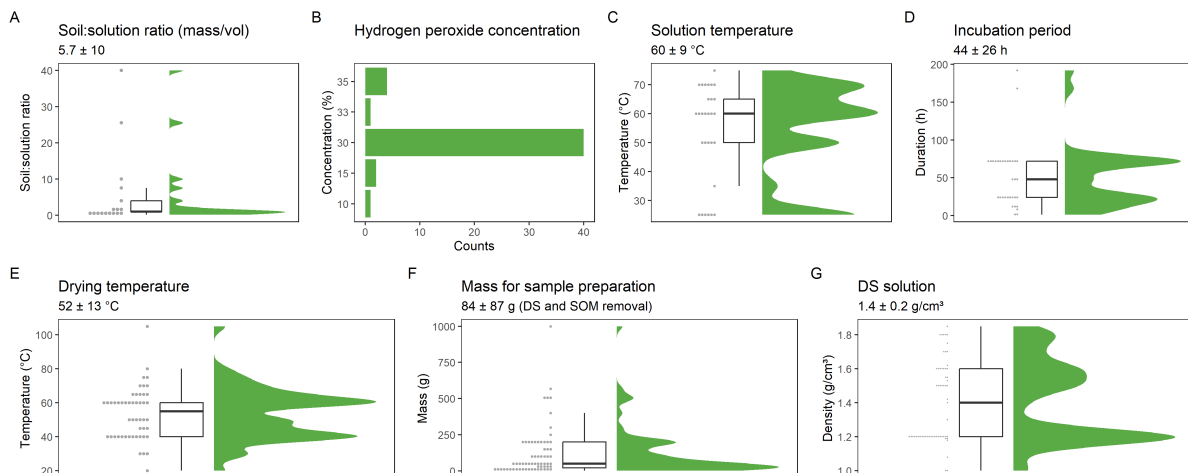
Abbildung A18: Daten zum Zeitpunkt der Probenahme im Jahresverlauf (A), zur Tiefe der Beprobung in Bezug auf die einzelnen Publikationen (B), Median der genommenen Proben pro Publikation (C), Median der Einzelproben pro Publikation (D), Median der Mischproben pro Publikation (E), Median der Masse der Mischprobe (F).



Quelle: Dorau *et al.* (2023).

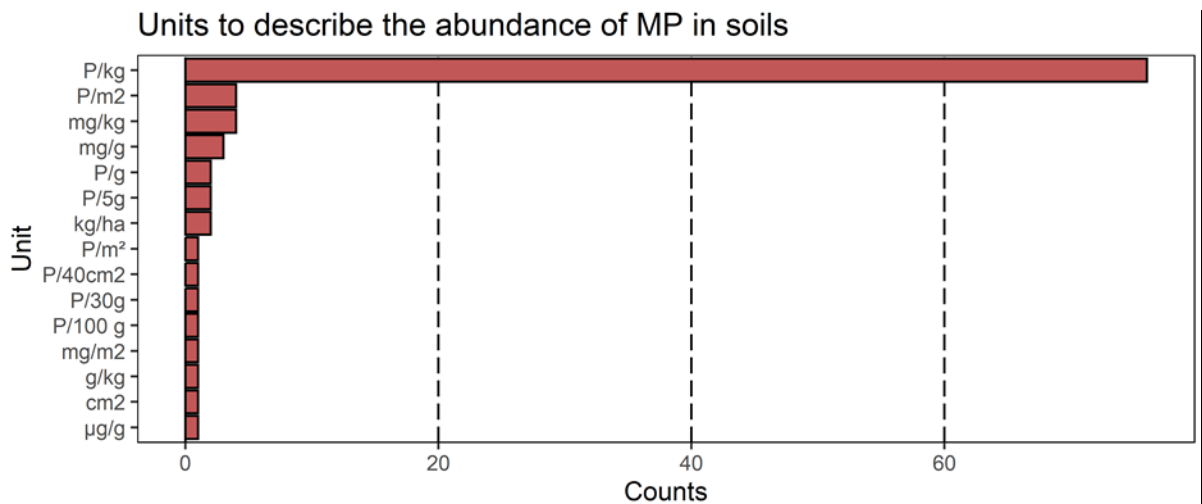
Abbildung A19: Daten zur Probeaufarbeitung: Verhältnis von Feststoff zur Separationslösung (A), Konzentration von Wasserstoffperoxid (B), Median der Temperatur bei der Auflösung der OBS (C), Median der Temperatur bei Probentrocknung nach der Behandlung (D), Median der eingesetzten Masse für die Probeaufbereitung (E), Median der Dichte der Separationslösung (F).

Metrics for density separation and SOM removal



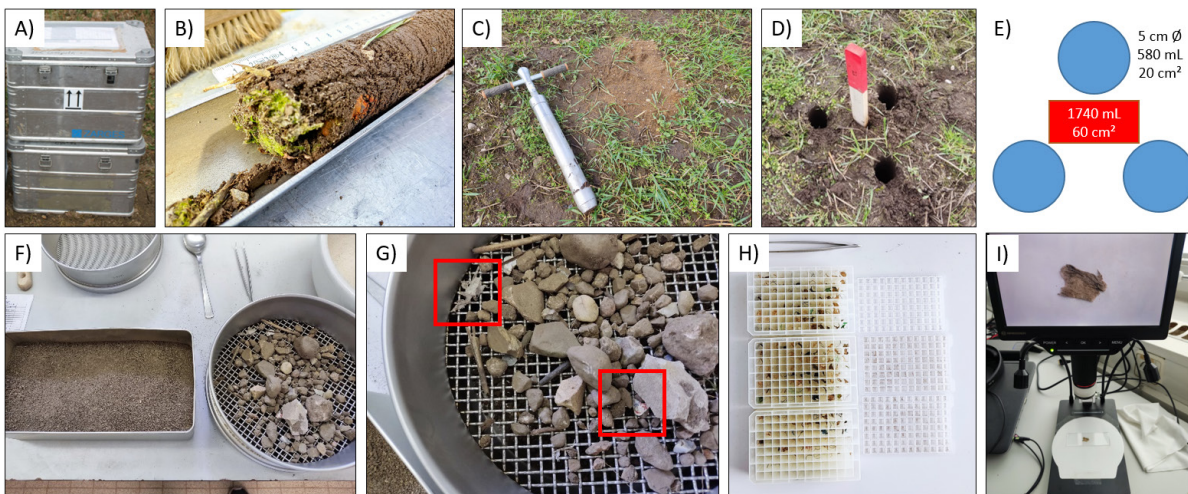
Quelle: Dorau *et al.* (2023).

Abbildung A20: Verschiedenen Einheiten zur Beschreibung des Auftretens von MPs in den untersuchten 106 Publikationen.



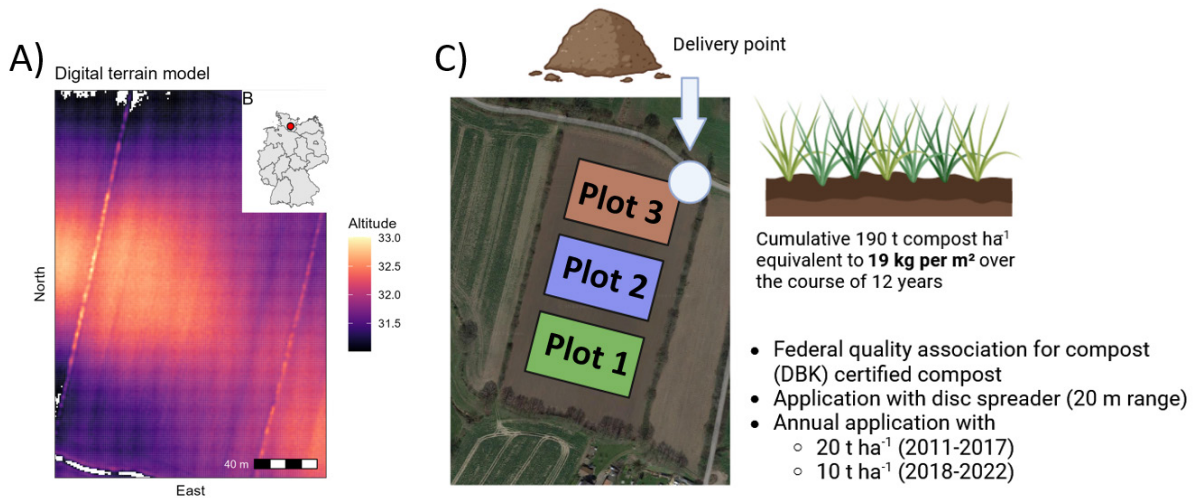
Quelle: Dorau *et al.* (2023).

Abbildung A21: Die Abbildungen A-C zeigen plastikfreies Probenahme-Gerät, welches bei der Probenahme-Kampagne zum Einsatz kam. D und E zeigt die Verteilung der drei Probenahme-Punkte für eine Mischprobe um den gesetzten GPS-Punkt. F bis I zeigen verschiedene Schritte der Probeaufbereitung (Siebung, Reinigung, Bildanalyse).



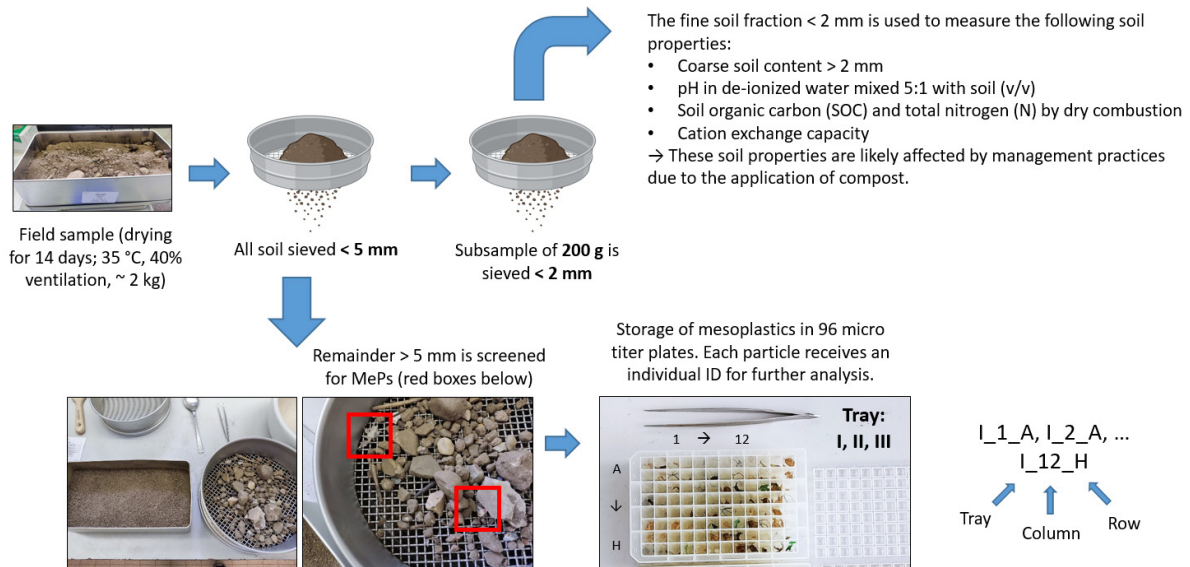
Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Abbildung A22: A zeigt das digitale Höhenmodell der Probenahme-Fläche mit nur sehr geringen Höhenunterschieden. B zeigt die Lage der Fläche im Norden von Deutschland. C zeigt den Anlieferungspunkt des Komposts und die Lage der drei Teilflächen (Plot 1, Plot 2, Plot 3) innerhalb der Gesamtfläche.



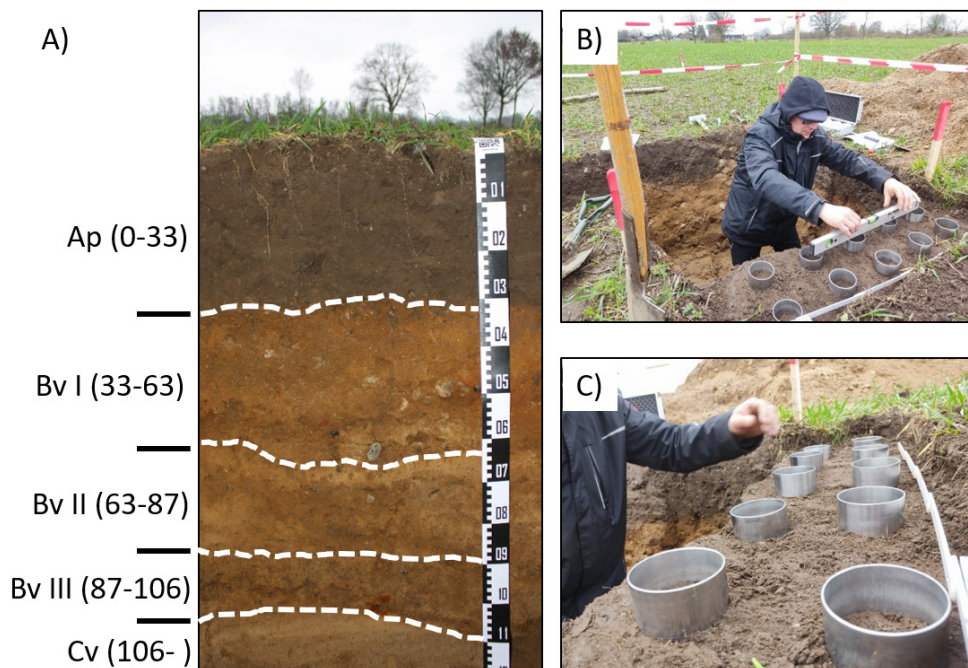
Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Abbildung A23: Die Abbildung zeigt die Probevorbehandlung durch Siebung kleiner 5 mm. Im Sieb verbleibt das MePs, das mittels Pinzette händisch aus dem Sieb abgesammelt wurde und anschließend für die weitere Aufbereitung in einer Mikrotiter-Platte gelagert wird. Des Weiteren werden durch Siebung eine Teilstichprobe (200 g, < 2 mm) für die Bestimmung der Bodeneigenschaften sowie die Bodenfraktionen für die Bestimmung der LMPs (5 mm – 1 mm) und SMPs (< 1 mm) gewonnen.








Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Abbildung A24: A zeigt das Bodenprofil der Probenahme-Fläche mit den visualisierten Horizontgrenzen. B und C zeigen die Entnahme von Stechzylinder-Proben im Ap-Horizont des Profils.



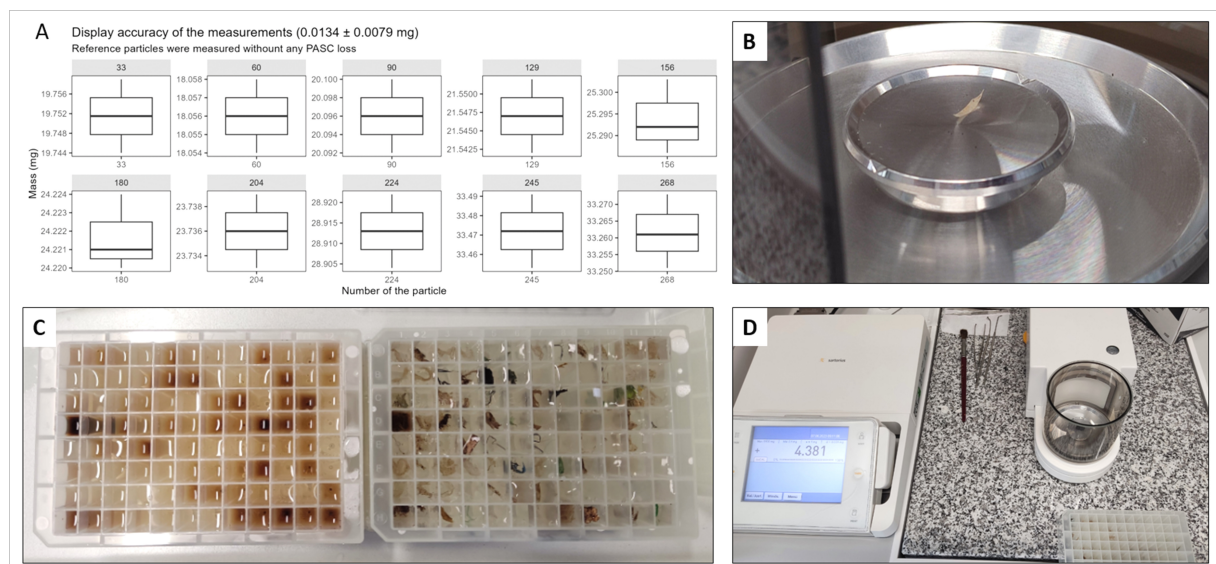
Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Abbildung A25: Die Abbildung zeigt eine Auswahl an Partikeln für jede der fünf Kategorien, insgesamt wurden 118 Partikel den Folien, 55 Partikel den Fasern, 52 Partikel den Faserbündeln, 19 Partikel den Fragmenten und zehn Partikel den Filmen zugeordnet.

Image	Particle type	Criteria	Image segmentation
	Foil	Thin polymer foils, flexible, crisp, single color, presumably from disposal bags, sharp boundaries	100% successful (n = 118)
	Film	Packaging material, less flexible and thicker as foils, multiple colors, sharp boundaries	100% successful (n = 10)
	Fibre	Longitude particles, flexible, presumably originating from garden work or packing material, no sharp and clearly defined particle edges	Not successful (n = 55)
	Fibre bundle	Dense mesh of multiple fibres, presumably from textiles or packaging material, no sharp and clearly defined particle edges	Not successful (n = 52)
	Fragment	3D structure, solid and not flexible or foldable, sharp boundaries	100% successful (n = 19)

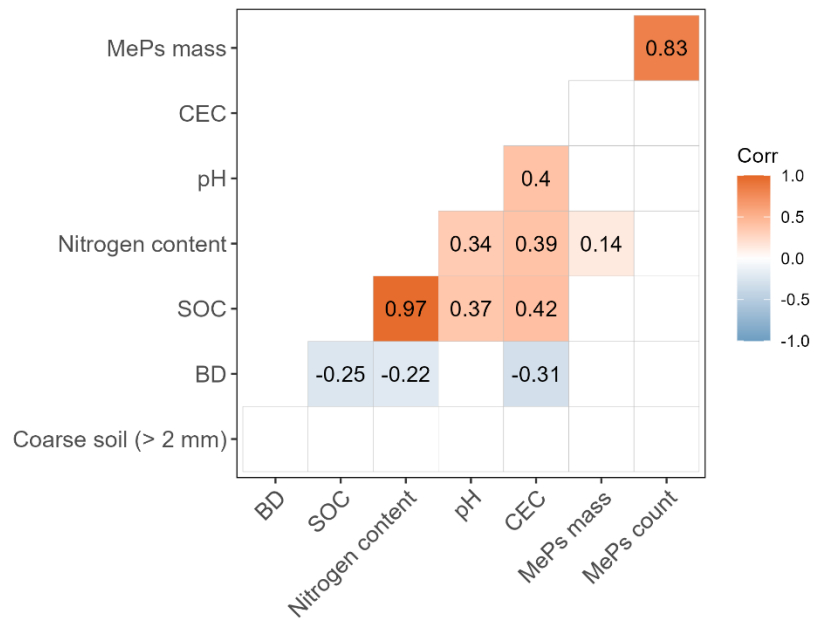
Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Abbildung A26: Abbildung A zeigt die Abweichung der eingesetzten Präzisionswaage während des Messzeitraums. Abbildung B und D zeigen die Waage, Abbildung C zeigt die unge reinigten und gereinigten Mesoplastik-Partikel.



Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Abbildung A27: Korrelationsmatrix für die wichtigsten Bodenkenngrößen und die Mesoplastik-Funde. Dargestellt sind die signifikanten Spearman-Korrelationskoeffizienten für die Masse und die Anzahl der Mesoplastik-Funde, Kationenaustauschkapazität, pH, N-Gehalt, C_{org}-Gehalt, Lagerungsdichte und Grobbodenanteil.



Quelle: Dorau *et al.* (2024).

B.2 Tabellen

Tabelle A3: Statistische Zusammenfassung der Daten aus 106 Publikationen dargestellt für definierte Gruppen und Kategorien.

Group	Category	Unit	Cases	Mean	Median	SD	Min	Max	25th perc.	75th perc.
Study site	Size	m ²	48	1032750	100	4865419	0.04	32000000	5.5	3125
			39	736	25	1452	0.04	5130	2.1	550
Sampling design	Single samples	n	74	5.1	4.5	4.6	1	30	3	5
			65	3.7	3.0	1.6	1	7	3	5
	Mixed sample	n	79	1.78	1	1.7	1	12	1	2
			72	1.36	1	0.7	1	3	1	1
	Total samples	n	80	79	35	143	2	1100	16	73
			72	43	30	37	2	150	15	60
Mixed sample mass	g	73	2155	1150	3674	10	20000	500	2000	
		68	1321	1000	1073	10	4000	408	2000	
Sample preparation	Drying temp.	°C	50	53.5	55	15.3	20	105	40	60
			49	52.4	50	13.5	20	80	40	60
	Analytic mass	g	65	125	50	174	0.05	1000	20	200
			60	84	50	87	0.05	400	18	150
	Treatment volume	mL	26	84	50	75	10	250	30	100
			25	77	50	68	10	200	30	100
	Treatment temp.	°C	32	54	60	16	25	75	50	66
			26	60	60	9	3	75	52	70
Treatment duration	h	37	51	48	40	1	192	24	72	
		35	44	48	26	1	72	24	72	
Particle counts	Aeolian		25	16.1	0.44	68	0.00002	340	0.20	0.89
			19	0.42	0.32	0.33	0.00002	1.1	0.17	0.63
	Marine		142	1020	106	2948	1.3	16867	41.5	351
			97	147	84	167	1.3	800	40.0	179
	Fluvial	P/kg	93	3868	469	12260	0.37	84824	90	1563
			71	420	322	454	0.37	2004	38	633
	Agriculture		175	7927	306	55354	0.23	690000	38.5	2154.5
			139	854	231	1199	0.23	6235	25.0	1322.0
	Urban		71	11444	4518	27830	100	218182	1150	11882
			61	6176	3877	6481	100	26761	1100	10572

Für jede Kategorie werden sowohl die Rohdaten (Hintergrundfarbe weiß) als auch die um Ausreißer bereinigten Daten (Hintergrundfarbe grau) dargestellt.

Quelle: Dorau *et al.* (2023).

Tabelle A4: Zusammenfassung der wesentlichen Bodeneigenschaften aus dem Profil des Probenahme-Standorts.

Horizon	Soil depth	Clay	Silt	Sand	pH (H2O)	SOC	CEC	FeDCB	MnDCB
	(cm)	(%)	(%)	(%)	(-)	(g/kg)	(mmol _c /kg)	(g/kg)	(g/kg)
Ap	0 to 33	10.3	14.9	74.8	6.49 ± 0.13	19.7 ± 0.4	94 ± 11	4.93 ± 0.17	0.68 ± 0.02
Bv1	33 to 63	3.4	3.6	93.0	6.60 ± 0.10	1.65 ± 0.1	14 ± 1	3.32 ± 1.03	0.23 ± 0.06
Bv2	63 to 87	4.1	4.6	91.3	6.59 ± 0.03	0.93 ± 0.2	9 ± 1	2.69 ± 0.38	0.21 ± 0.02
Bv3	87 to 106	4.1	2.7	93.2	6.63 ± 0.07	0.75 ± 0.1	11 ± 3	3.39 ± 1.29	0.27 ± 0.06
Cv	106 to 140	3.4	1.2	95.3	6.66 ± 0.02	0.25 ± 0.01	4 ± 1	1.54 ± 0.04	0.10 ± 0.01

Quelle: Dorau *et al.* (2024).

Tabelle A5: Statistische Auswertungen für Kompost, Bodeneigenschaften und Mesoplastik.

Compartment	Variable	Units	Min	P05	Mean	Median	SD	CV	P95	Max	Shapiro-Wilk test ⁵	Skewness coefficient ⁶
Compost	Area	cm ² L ⁻¹	1.85	1.93	3.14	3.20	1.20	0.382	4.26	4.30	-	-
Compost	pH (H ₂ O)	-	8.50	8.52	8.60	8.60	0.08	0.009	8.68	8.70	-	-
Compost	LOI ¹	g kg ⁻¹	298	301	329	322	33.1	0.100	368	376	-	-
Soil	Coarse soil (> 2 mm)	%	6.80	8.96	12.80	12.30	2.78	0.217	18.0	20.90	< 0.001	0.517 (0.006)
Soil	BD ²	g cm ⁻³	0.93	1.12	1.23	1.23	0.083	0.065	1.36	1.45	< 0.001	-0.295 (0.158)
Soil	SOC ³	g kg ⁻¹	15.62	17.42	20.38	20.32	1.831	0.090	23.3	24.99	0.467	0.156 (0.385)
Soil	Nitrogen content	g kg ⁻¹	1.46	1.63	1.89	1.89	0.170	0.090	2.16	2.36	0.111	0.173 (0.338)
Soil	pH (H ₂ O)	-	6.18	6.34	6.60	6.61	0.130	0.020	6.78	6.89	< 0.001	-0.561 (0.003)
Soil	CEC ⁴	mmol _c kg ⁻¹	67.34	82.82	102.57	101.79	12.7	0.124	123	159	0.002	0.420 (0.023)
Polymers	Area	mm ²	3.00	8.35	74.15	47.30	75.1	1.014	248	407	< 0.001	2.271 (< 0.001)
Polymers	Diameter	mm	5.40	8.88	22.93	18.50	15.6	0.683	46.3	130	< 0.001	2.713 (< 0.001)
Polymers	MePs mass	mg kg ⁻¹	0.00	0.00	7.63	2.26	20.3	2.671	34.5	221	< 0.001	7.444 (< 0.001)
Polymers	MePs count	P kg ⁻¹	0.00	0.00	0.71	0.50	0.66	0.930	1.90	3.20	< 0.001	0.980 (< 0.001)

¹ LOI = Loss of ignition at 450 °C

² BD = Bulk density (could only be measured for the grid soil sampling approach)

³ SOC = Soil organic carbon

⁴ CEC = Cation exchange capacity

⁵ Test of the normality of the residuals. A p-value less than 0.05 indicates non-normality on a 5% significance level

⁶ Estimate of skewness coefficient with the p-value in parentheses. A small p-value (e.g., < 0.05) and the skewness estimate is positive/negative rejects a skewness of zero, comparable to the symmetry of a normal distribution

Quelle: Dorau *et al.* (2024).