

VALUE CE-IN

Caratterizzazione di microplastiche mediante tecniche di microscopia ottica ed elettronica in impianti di depurazione delle acque reflue civili

R. Guzzinati¹, B. Esposito², C.M. Cellamare¹, S. Busi¹, F. Corticelli³, S. Casu¹, E. Tesini¹, M. Ferraris¹, M. Capobianco⁴, M.L. Navacchia⁴, F. Riminucci², L. Petta¹

1) ENEA-LEA, 2) Proambiente -Tecnopolo Bologna CNR, 3)JIMM-CNR, 4) ISOF-CNR



Coordinatore



ENEA
Agenzia nazionale per le nuove tecnologie,
l'energia e lo sviluppo economico sostenibile

Partner



Progetto cofinanziato dalla Regione Emilia-Romagna (bando POR - FESR 2014 - 2020)



Regione Emilia-Romagna

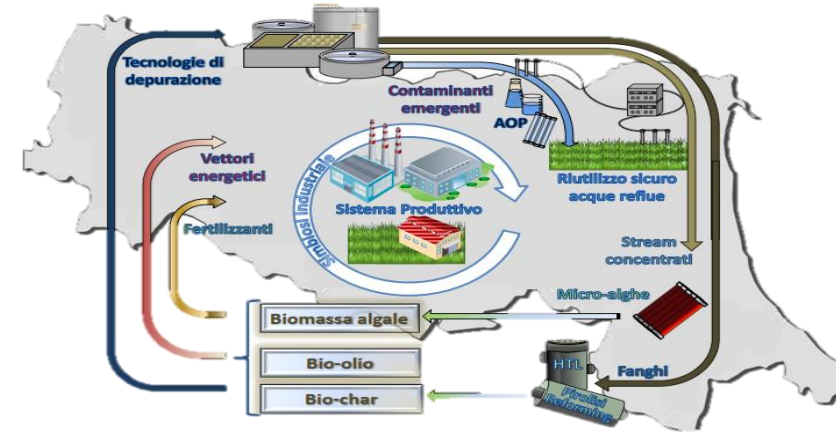
Progetto VALUE CE-IN

VALorizzazione di acque reflUE e fanghi in ottica di economia CircularE e simbiosi Industriale

Partners: ENEA-LEA (Coordinatore), CIRI-EA UniBO, Terra&Acqua Tech UniFE, LEAP PoliMI, Proambiente CNR, HERA, CAVIRO, Agrosistemi, Irritec, Alga&Zyme, PromosAgri.

Durata : 2 anni (Kick-of 25 Giugno 2019, avvio ufficiale 5/7/2019)

Budget totale progetto: 1.118.391 € (Contributo RER: 797.874,75 €)



Obiettivo generale: implementazione di approcci e tecnologie su scala reale in ottica di economia circolare e simbiosi industriale per la filiera della gestione delle acque reflue e fanghi municipali ed industriali, finalizzati al miglioramento della sostenibilità ambientale ed energetica ed all'introduzione di nuovi scenari e modelli di business.



Fase 4: FOCUS MICROPLASTICHE NEI DEPURATORI ACQUE REFLUE

(ENEA-LEA e Proambiente)

Duplici ruoli: - abbattimento
- immissione in ambiente

FINALITÀ:

- ✓ Indagine sulle metodiche di campionamento e analisi di Microplastiche (MPs) e Contaminanti Emergenti (CE) in reflui e fanghi
- ✓ Contributo all'individuazione di tecniche e procedure analitiche standardizzate
- ✓ Indagine su sistemi di trattamento di MPs e CE

Caratterizzazione microplastiche

Tecniche analitiche complementari

STEREOMICROSCOPIO MICROSCOPIA OTTICA (in chiaro e in fluorescenza)

- Raccolta e categorizzazione per tipologia, dimensione e forma (es. fibra, foglietto) e descrizione dei materiali identificati
- Conteggio Microparticelle e microfibre



FTIR-ATR SPETTROMETRIA IR IN RIFLETTANZA TOTALE ATTENUATA

- Identificazione composizione polimerica
- Analisi Veloce
- Non distruttiva



E.S.E.M.

MICROSCOPIA ELETTRONICA

- Raccolta informazioni sulla morfologia superficiale delle particelle



Micro FTIR-ATR SPETTROMETRO FTIR ACCOPPIATO A MICROSCOPIO

Campioni analizzati in microscopia ottica ed elettronica

- Standard di plastiche di uso comune e quotidiano
- Campioni reali di acque reflue e fanghi di depurazione

Obiettivi

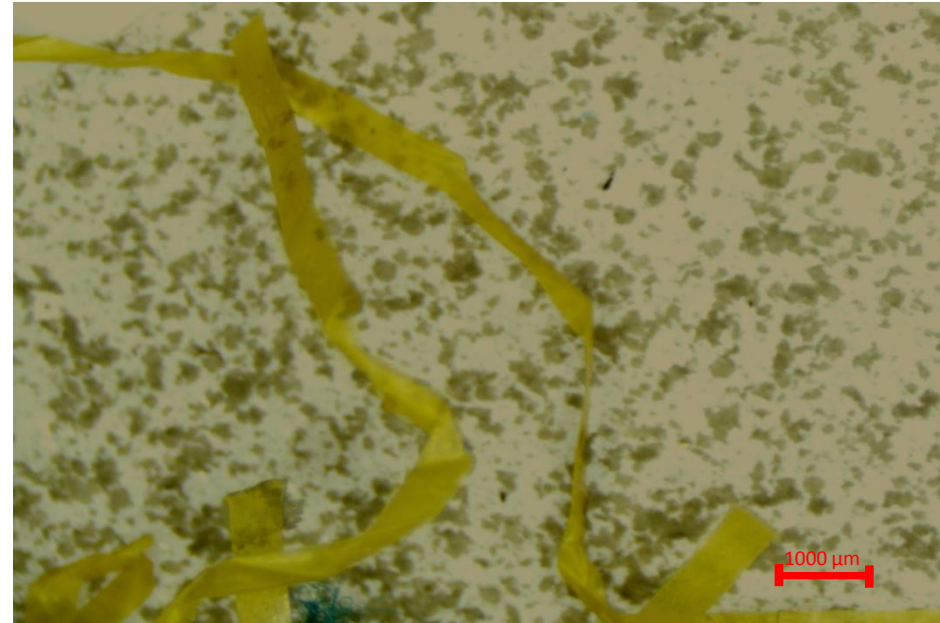
- Creazione di una libreria di microplastiche standard condivisa di supporto per l'identificazione delle microplastiche di uso quotidiano potenzialmente presenti nelle acque reflue
- Studio e valutazione dell'effetto dei pretrattamenti utilizzati sulle principali plastiche in relazione a:
 - ✓ Forma
 - ✓ Colore
 - ✓ Dimensione
 - ✓ Comportamento delle Microplastiche

Campioni standard di plastiche di uso comune e quotidiano

Microscopia ottica, stereomicroscopio



Polietilene
Frammento di retina gialla sacchetto limoni



Polietilene
Frammento di retina gialla sacchetto limoni
DOPO trattamento ossidativo con H_2O_2 35% per 48 h



Polietilene
Frammento di retina gialla sacchetto limoni
DOPO attacco acido con H_2SO_4 48% per 24 h

Campioni standard di plastiche di uso comune e quotidiano

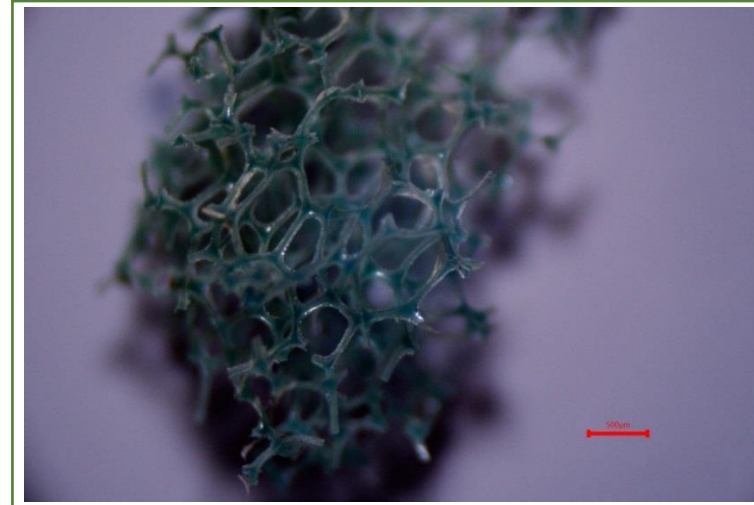
Microscopia ottica, stereomicroscopio

Aggregazione microplastiche di differenti tipologia e forma



Polietilene
*Frammento di retina gialla
sacchetto limoni e*
Poliestere
Fibre foulard

Variazione di colore

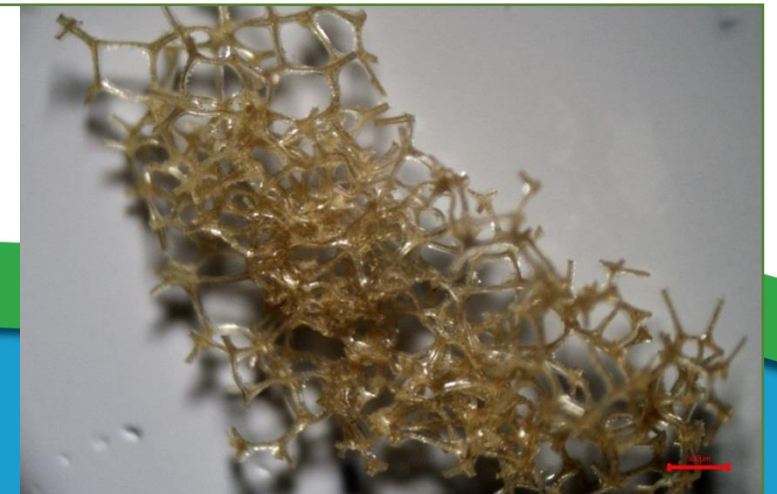


Poliuretano
*Spugna per
piatti nuova*

Polietilene
*Frammento di
retina gialla
sacchetto limoni
e Polietilene*
Sacco immondizia

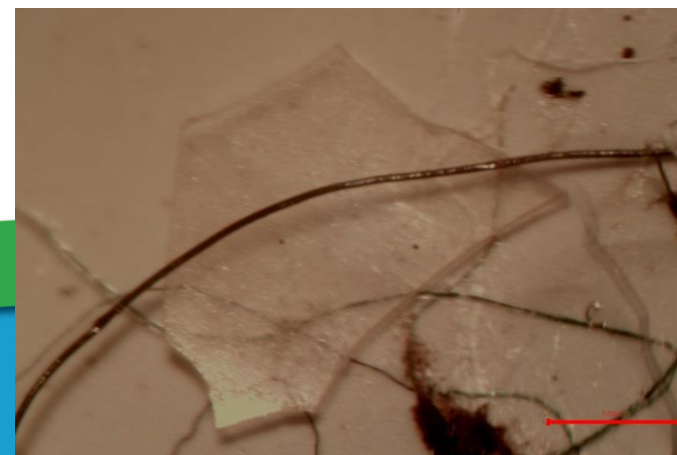
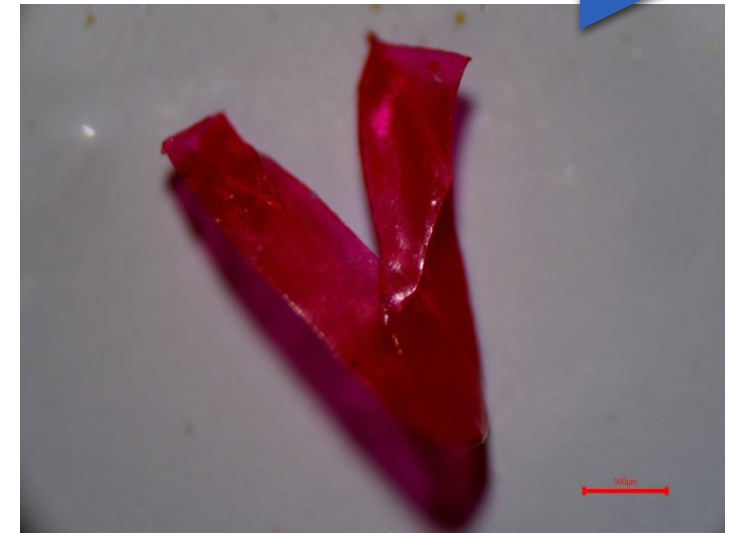
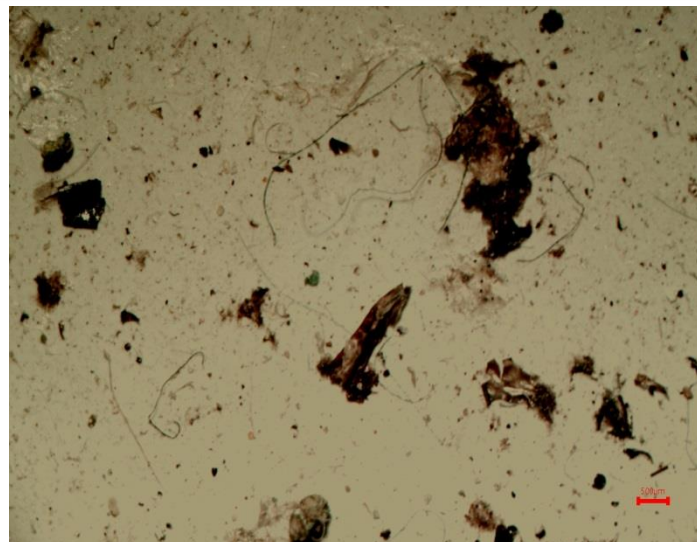


Poliuretano
*Spugna per
piatti in DOPO
trattamento
acido*

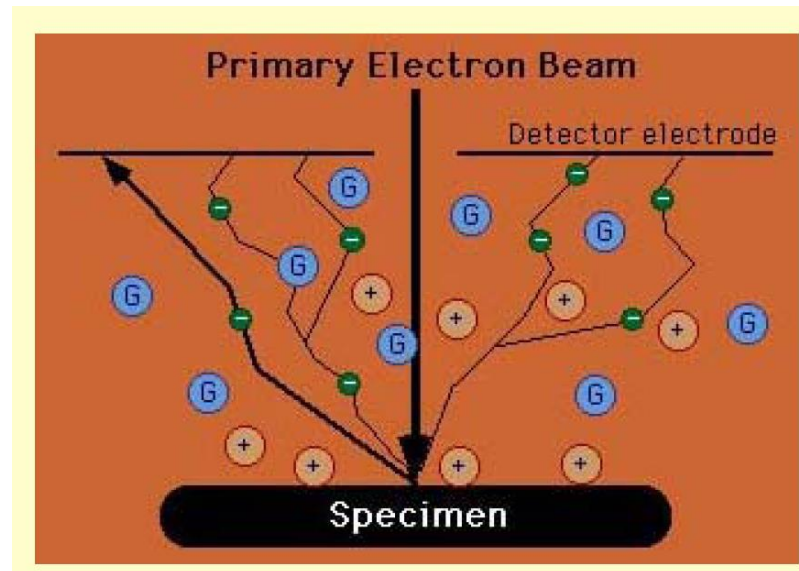


Campioni reali di acque reflue e fanghi di depurazione

Ottimizzazione del metodo di pretrattamento e analisi per la riduzione delle interferenze



Studio morfologico di microplastiche mediante E.S.E.M.



Campioni microplastiche da campionamento.

Uscita depuratore di Granarolo.

Campioni trattati con H_2O_2 più $FeSO_4$ e $NaCl$ in soluzione satura

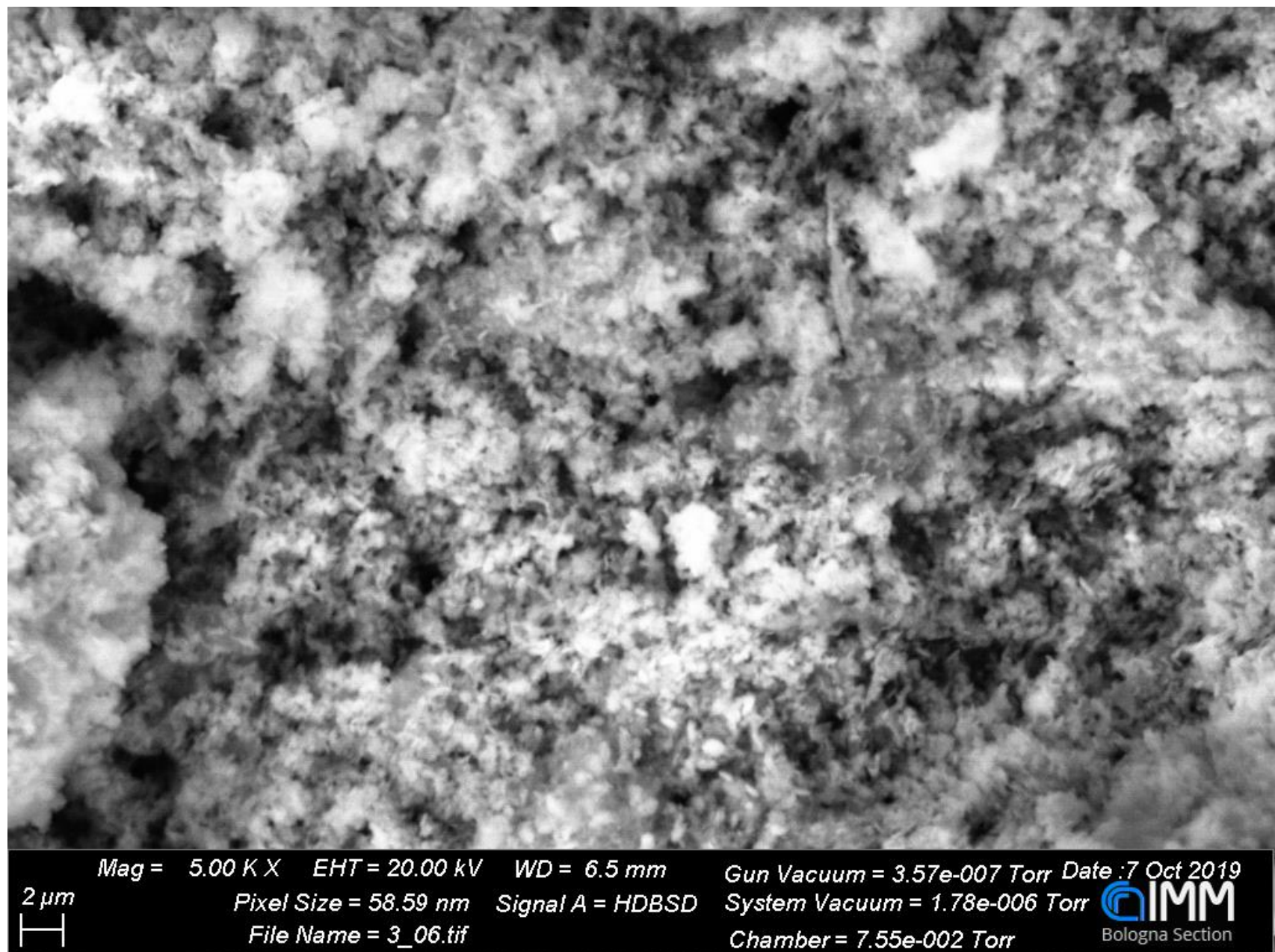
Setaccio 3 nitrocellulosa 0,5-2,8 μm

Setaccio 4 carta filtro 500-200 μm

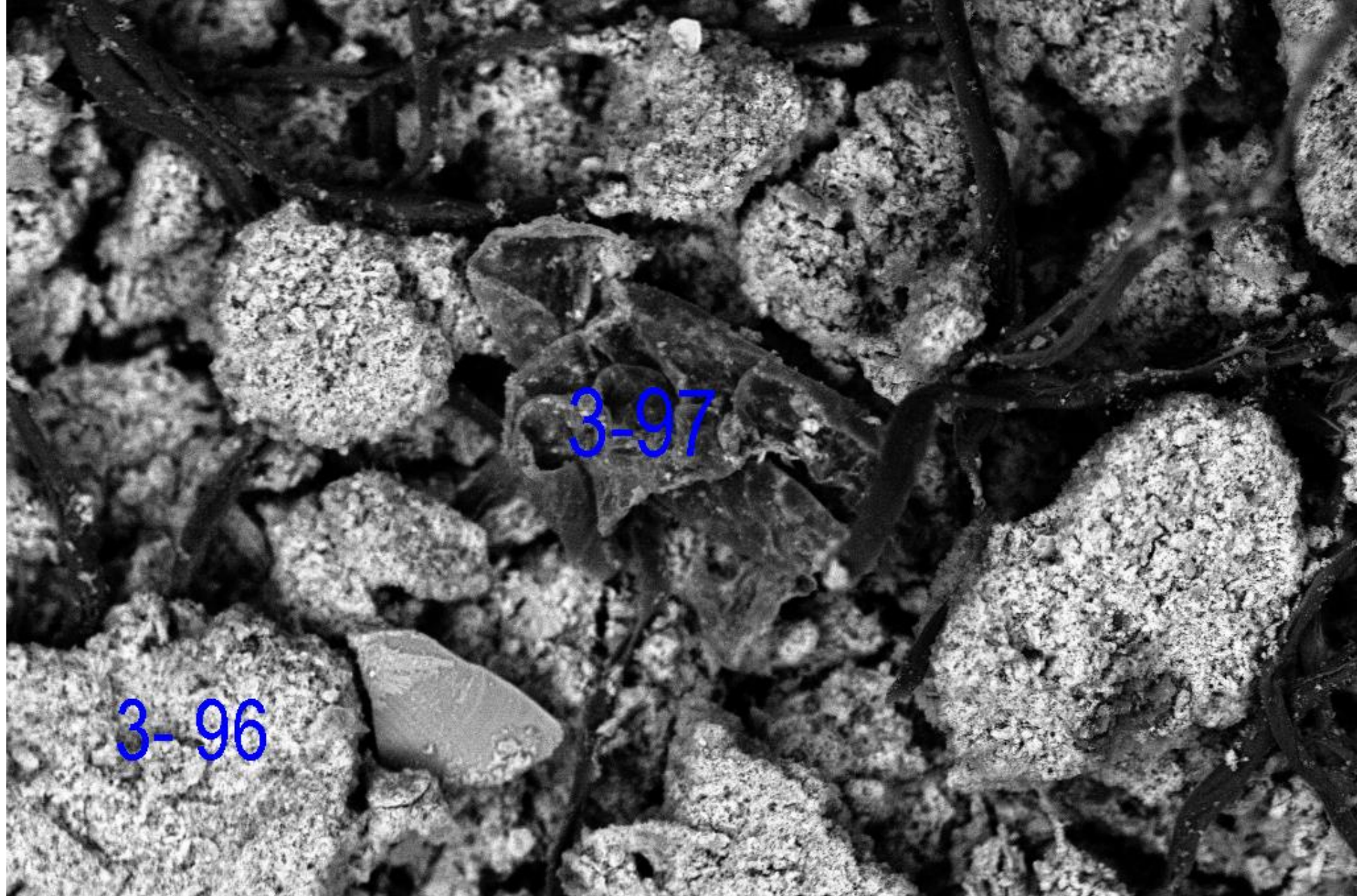
Setaccio 5 nitrocellulosa 150-200 μm

Mix plastiche artificiali filtro nitrocellulosa, separazione fisica con soluzione satura di $C_{12}H_{22}O_{11}$

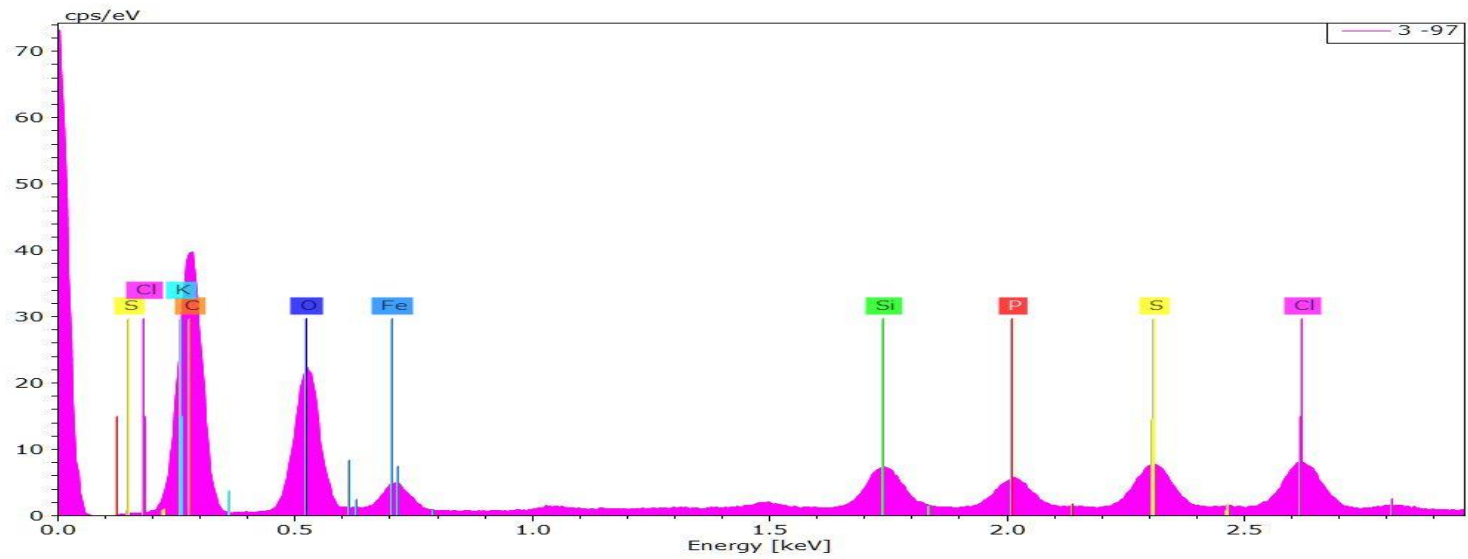
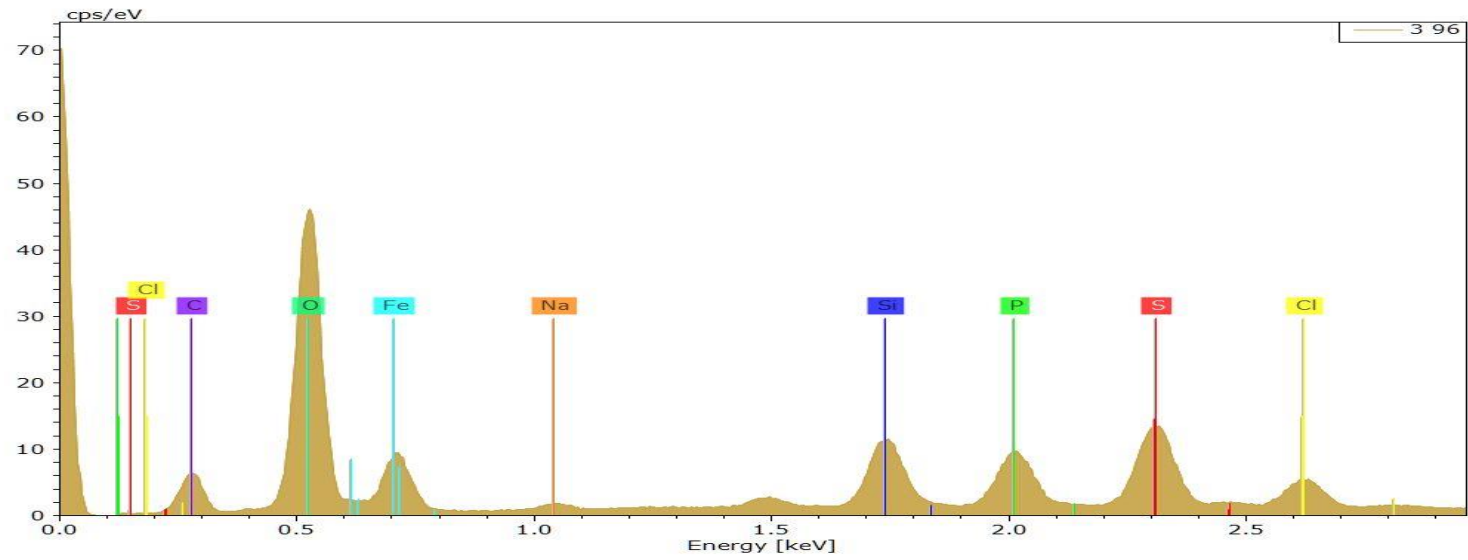
Setaccio 3



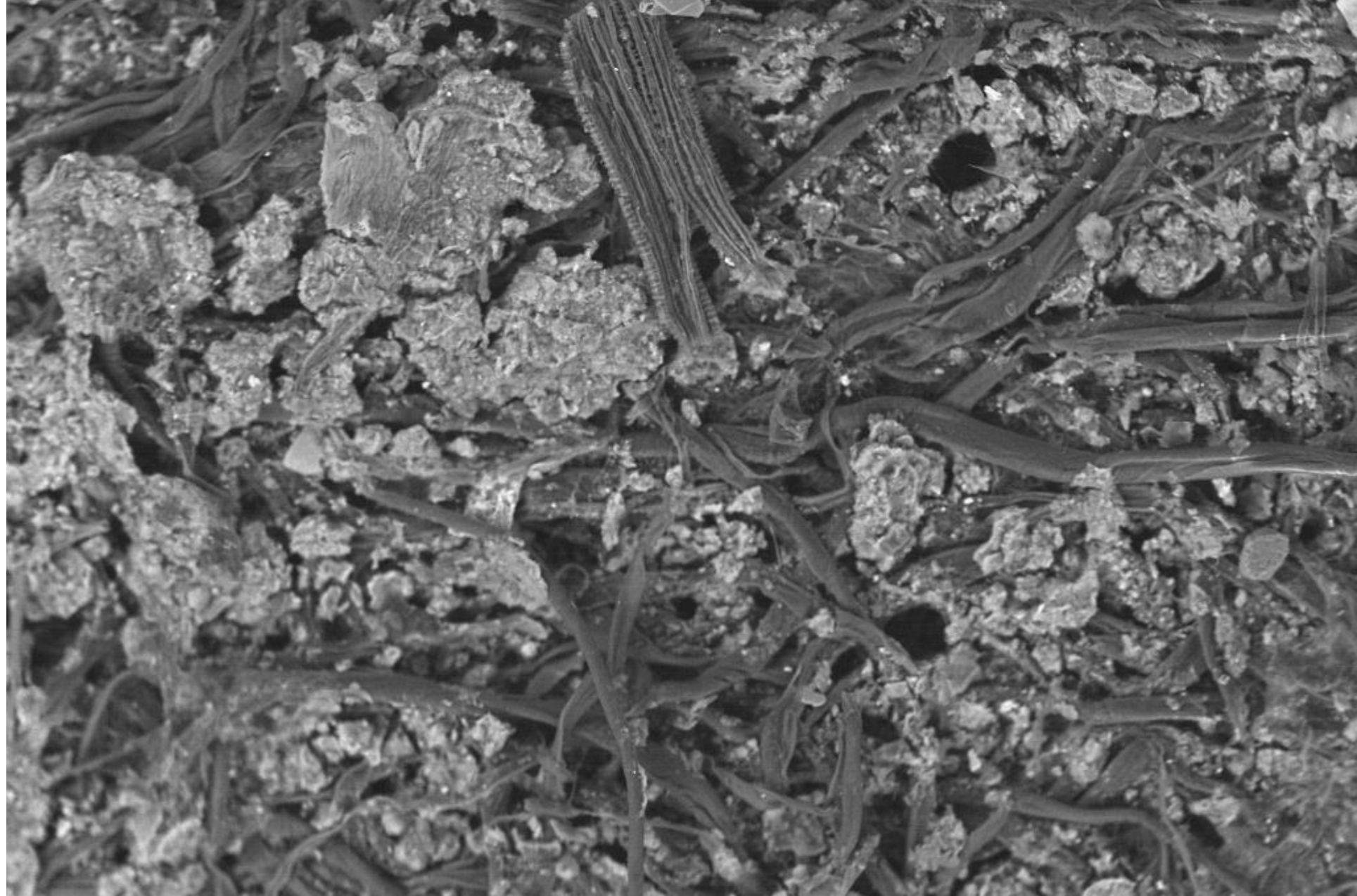
Setaccio 3



Mag = 379 X EHT = 20.00 kV WD = 10.5 mm Gun Vacuum = 3.88e-007 Torr Date : 7 Oct 2019
100 µm Pixel Size = 772.1 nm Signal A = HDBSD System Vacuum = 1.73e-006 Torr IMM
|-----| File Name = 3_07.tif Chamber = 7.62e-002 Torr Bologna Section



Setaccio 4



Mag = 300 X EHT = 20.00 kV WD = 6.0 mm Gun Vacuum = 3.51e-007 Torr Date : 7 Oct 2019
100 μ m Pixel Size = 976.6 nm Signal A = HDBSD System Vacuum = 1.81e-006 Torr IMM
File Name = 4_04.tif Chamber = 7.44e-002 Torr Bologna Section

Setaccio 5



2 μ m
H

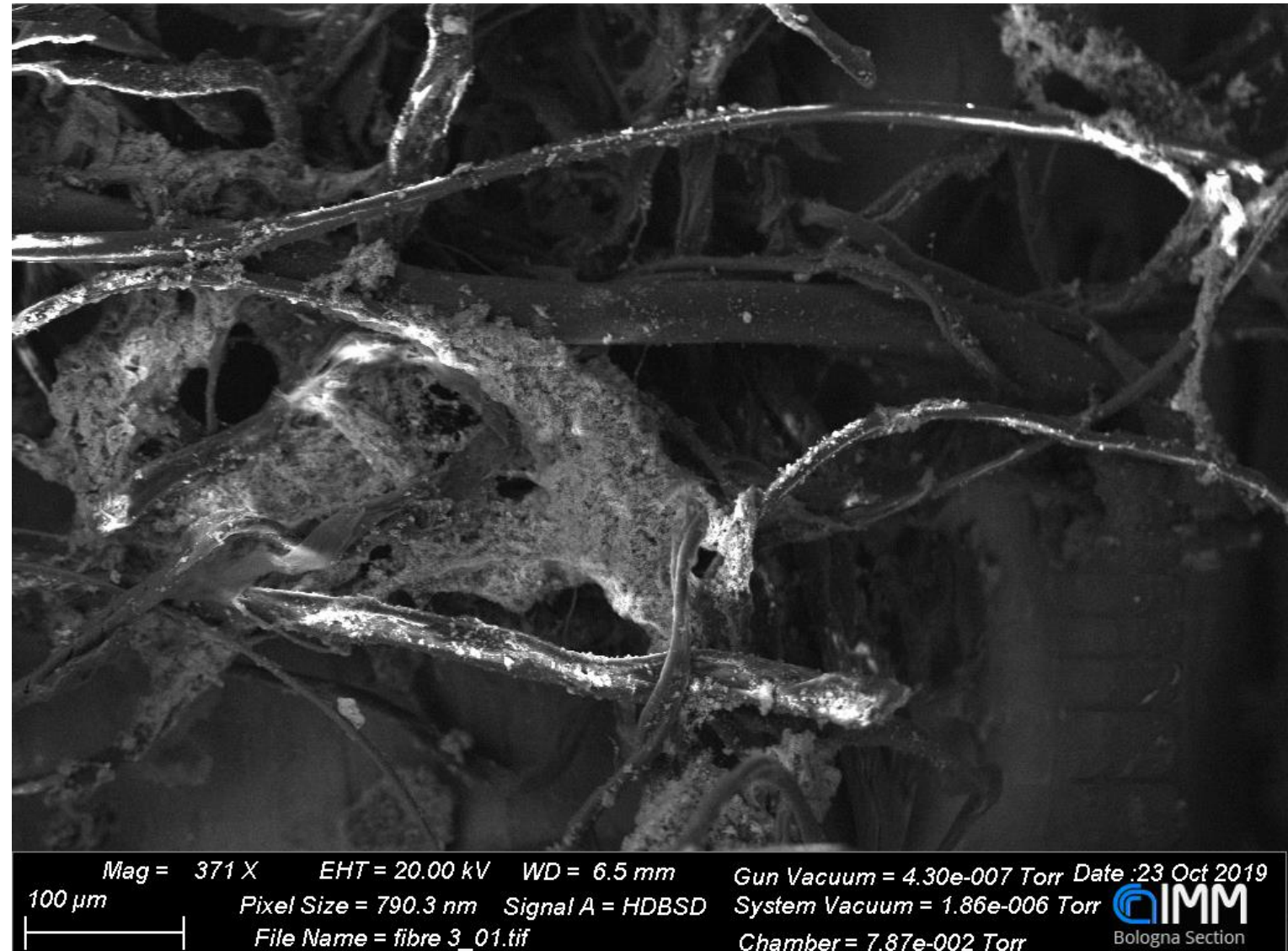
Mag = 4.03 K X EHT = 20.00 kV WD = 8.5 mm
Pixel Size = 72.79 nm Signal A = HDBSD
File Name = 5_02.tif

Gun Vacuum = 3.42e-007 Torr Date : 7 Oct 2019
System Vacuum = 2.55e-006 Torr
Chamber = 7.57e-002 Torr

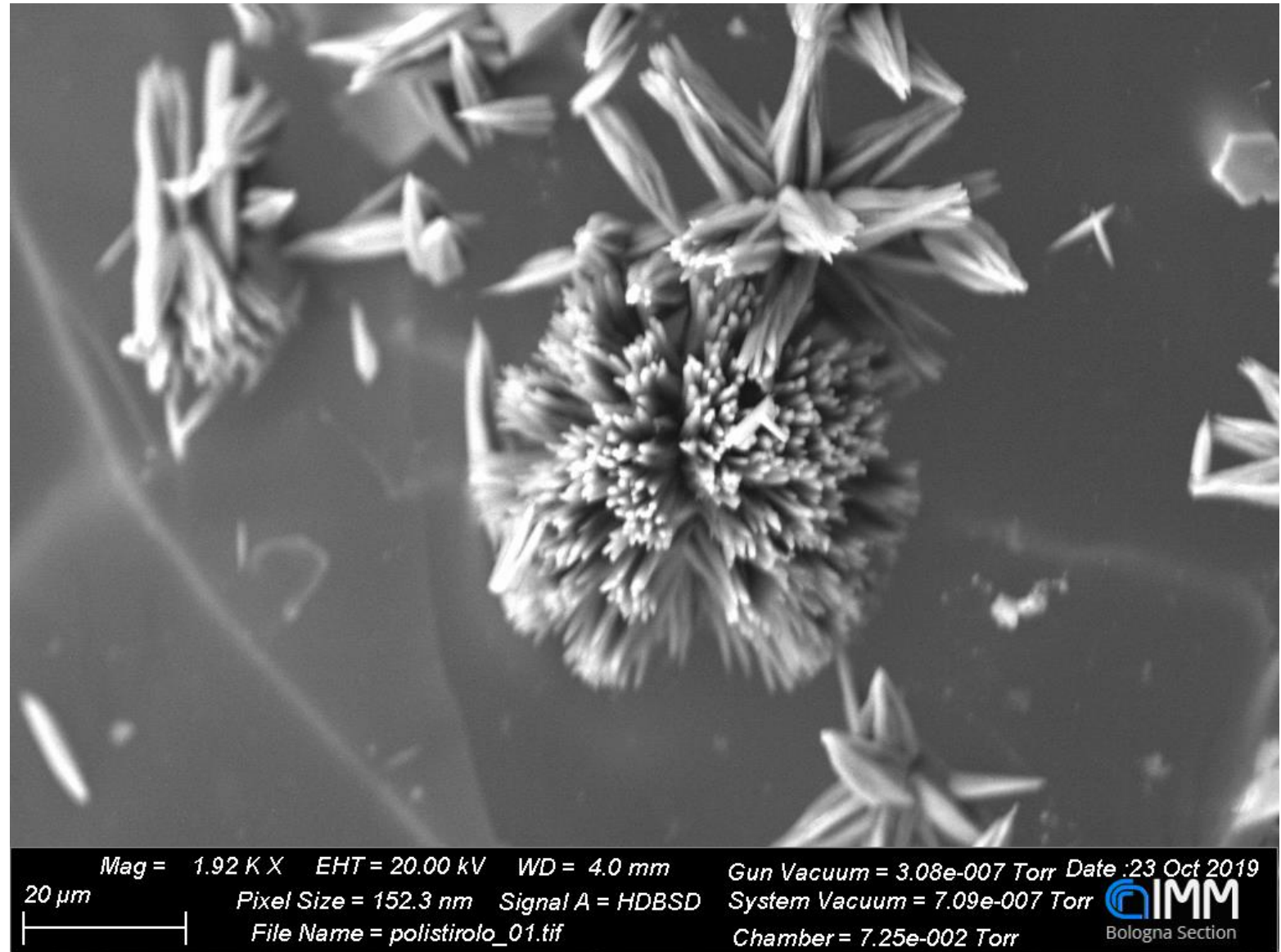

Bologna Section

Mix plastiche artificiali filtro nitrocellulosa, separazione fisica con soluzione satura di $C_{12}H_{22}O_{11}$

Fibra tessile



Polistirolo



spugna

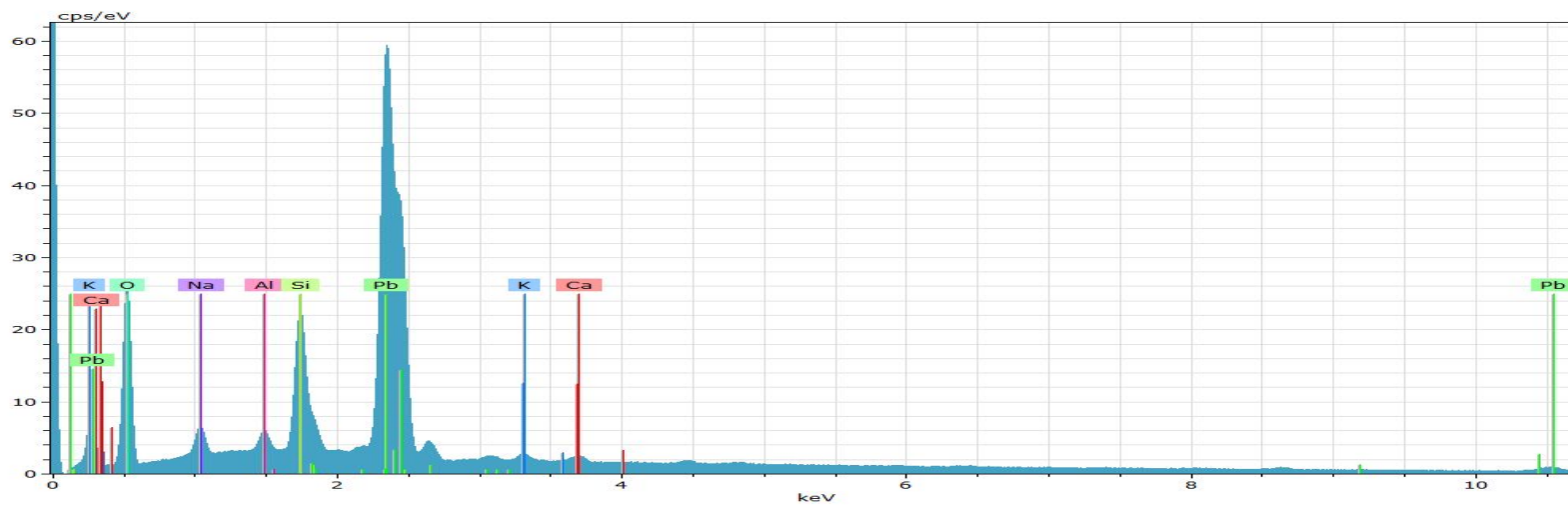


Mag = 3.01 K X EHT = 20.00 kV WD = 6.0 mm Gun Vacuum = 3.34e-007 Torr Date :23 Oct 2019
10 μ m Pixel Size = 97.22 nm Signal A = HDBSD System Vacuum = 9.77e-007 Torr 
File Name = spugna_04.tif Chamber = 7.22e-002 Torr Bologna Section

Uscita depuratore 1,06-0,45 μm

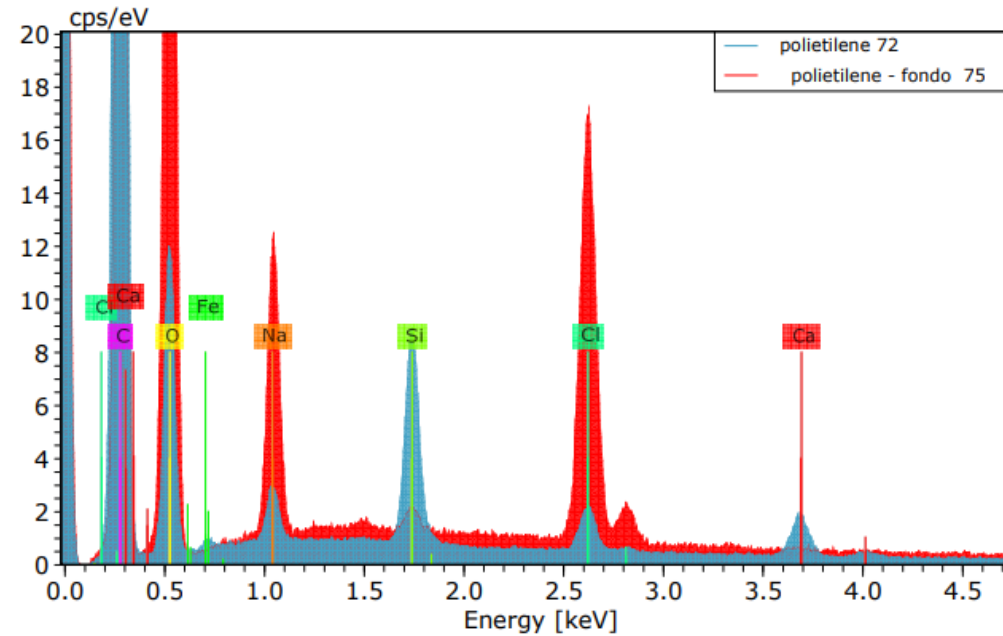
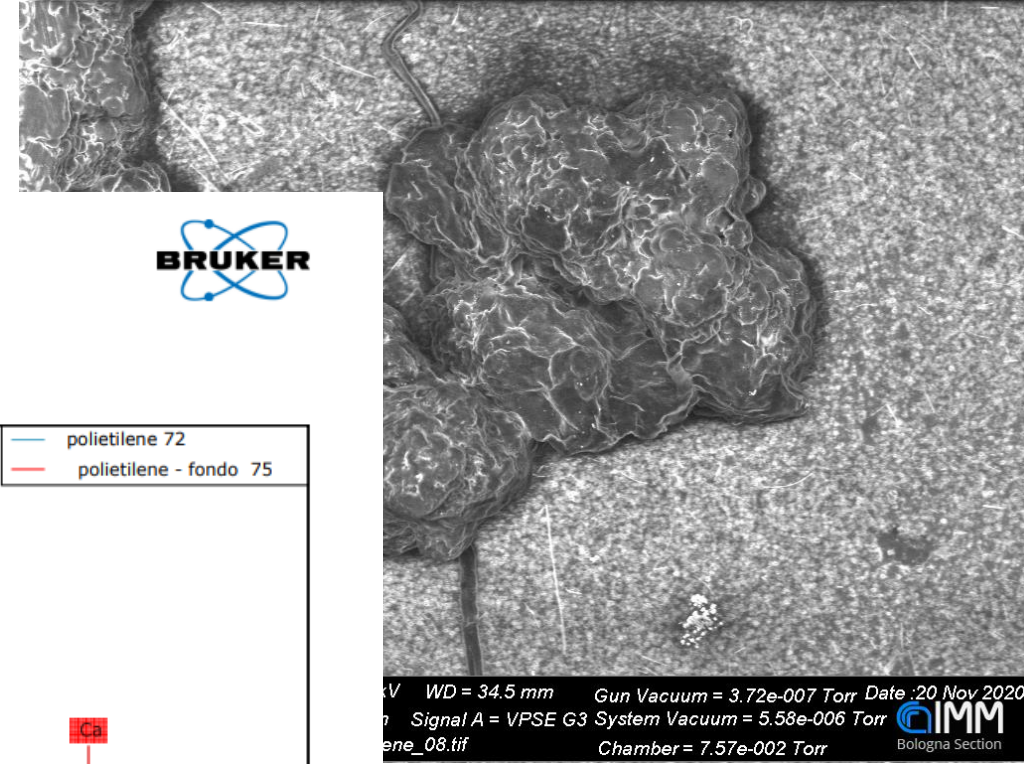
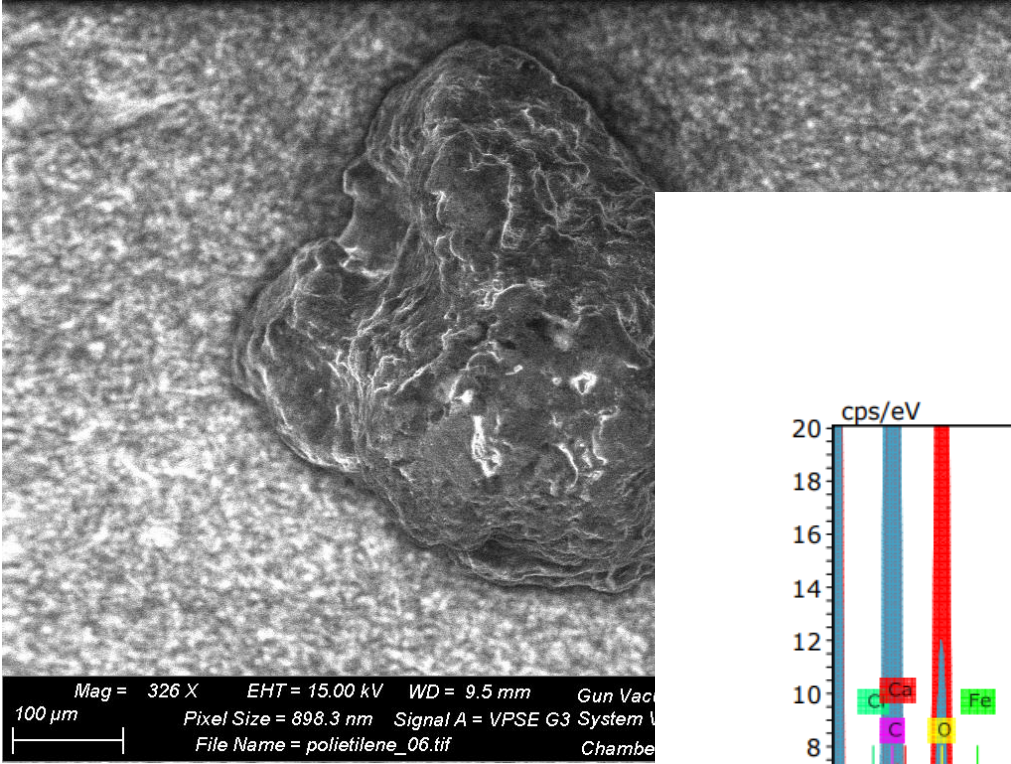


Application Note



Polietilene

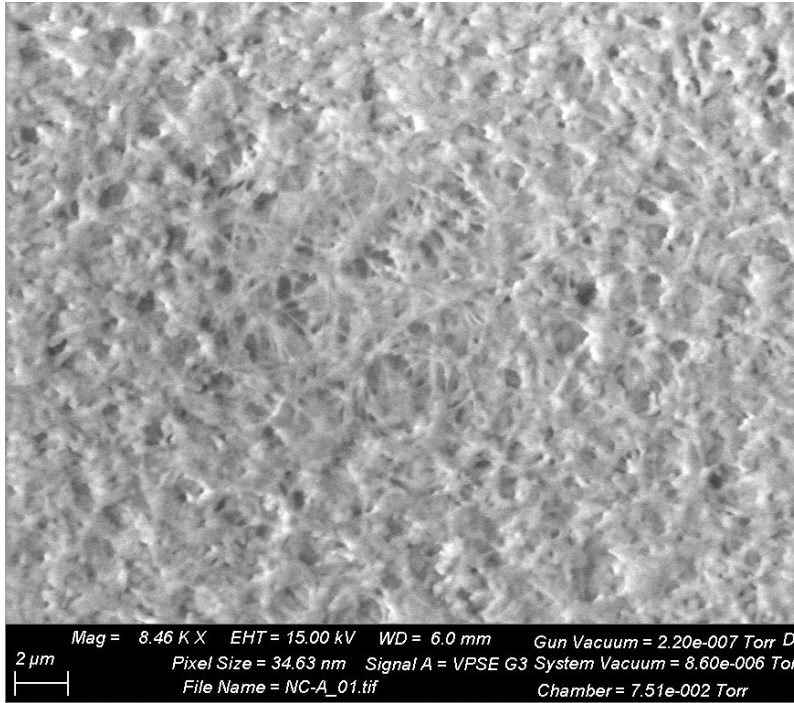
Application Note



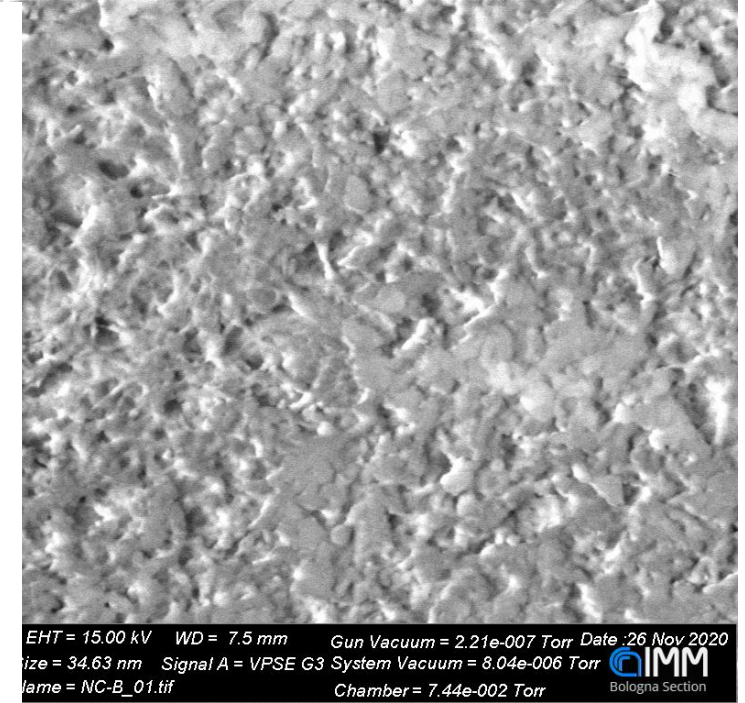
- Mag= ingrandimenti
- EHT= extra high tension
- WD= working distance
- Gun Vacuum= pressione sorgente
- System Vacuum=pressione della camera del campione
- Chamber= pressione nell'intorno del campione

Nitrocellulosa

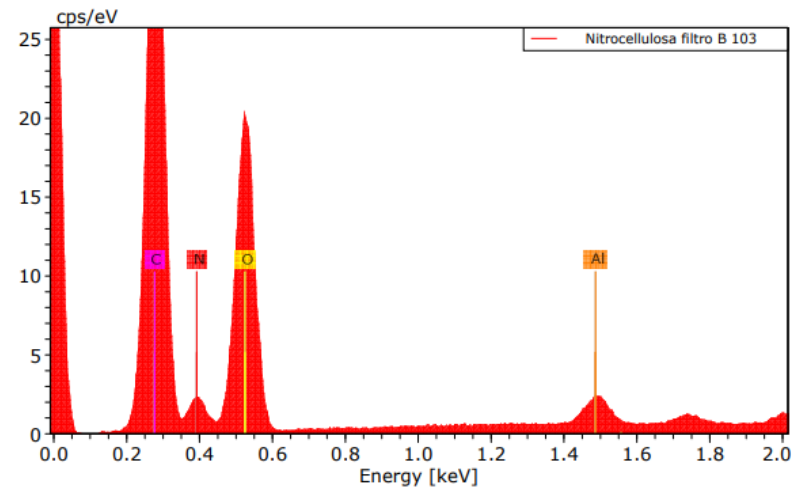
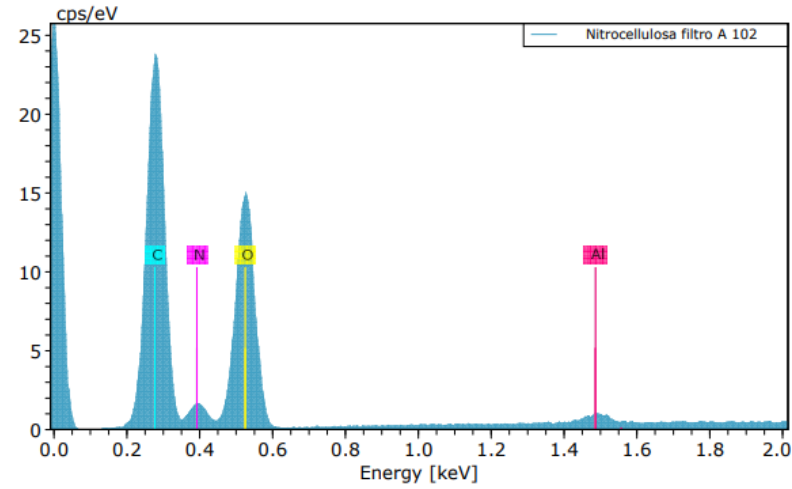
Pre-trattamento



Post-trattamento



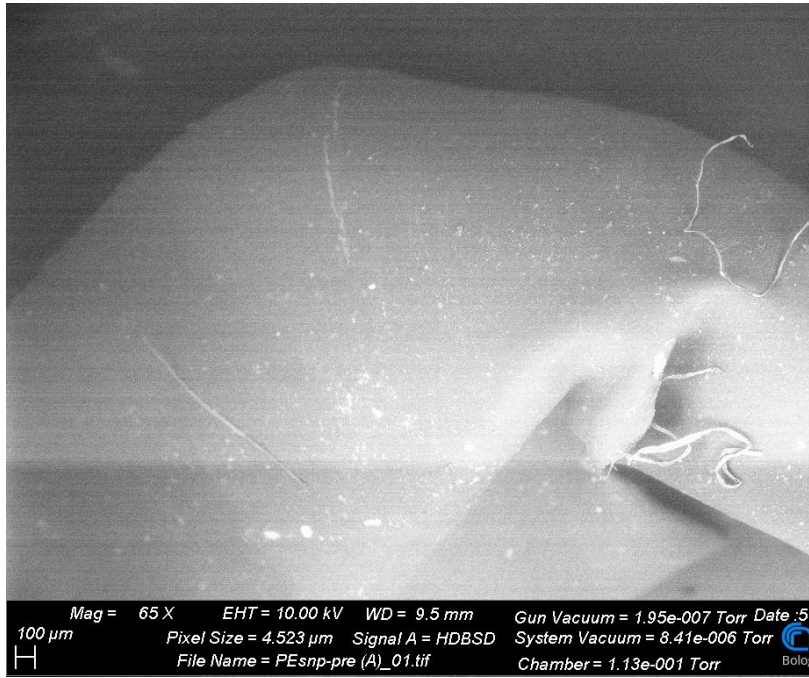
Application Note



Trattamento: H₂O₂

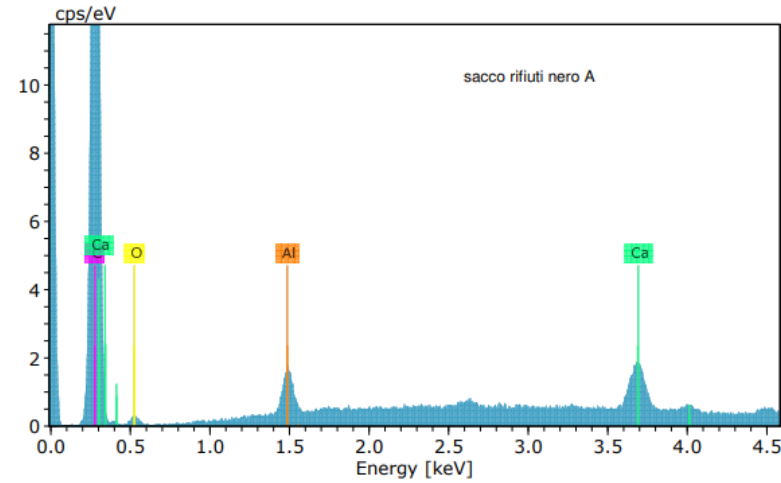


Pre-trattamento

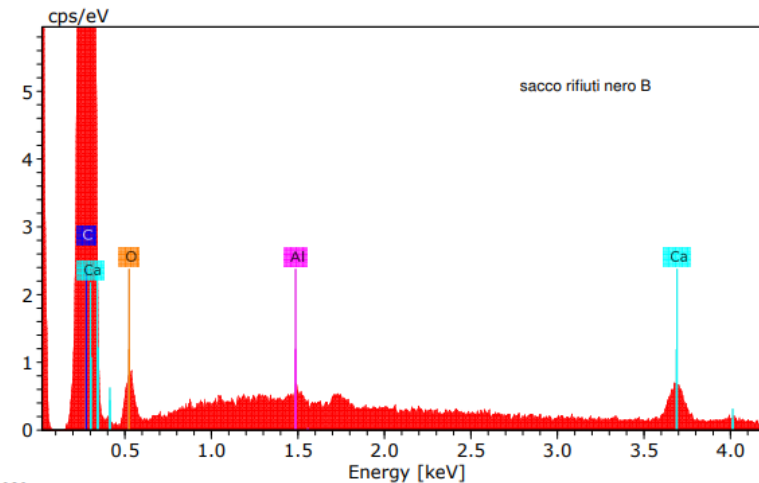
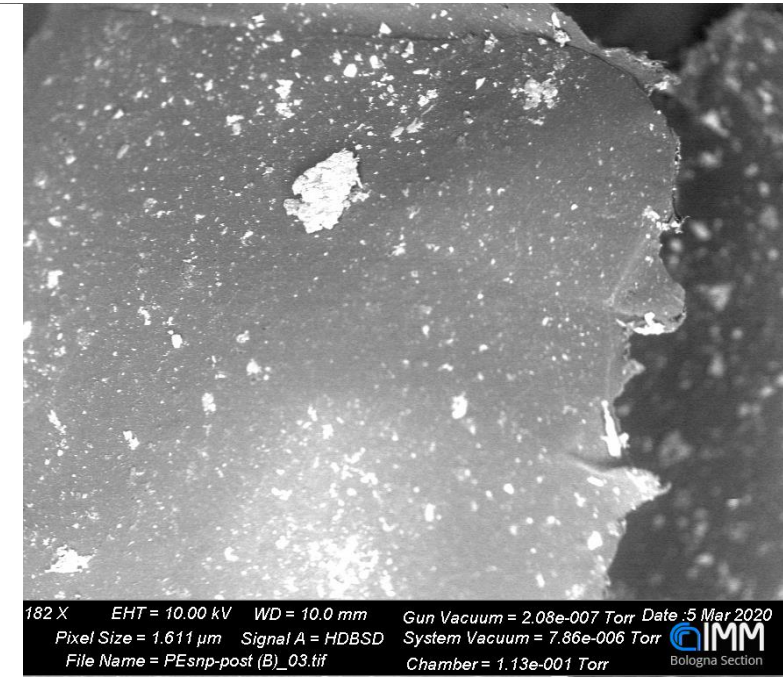


Sacco rifiuti nero

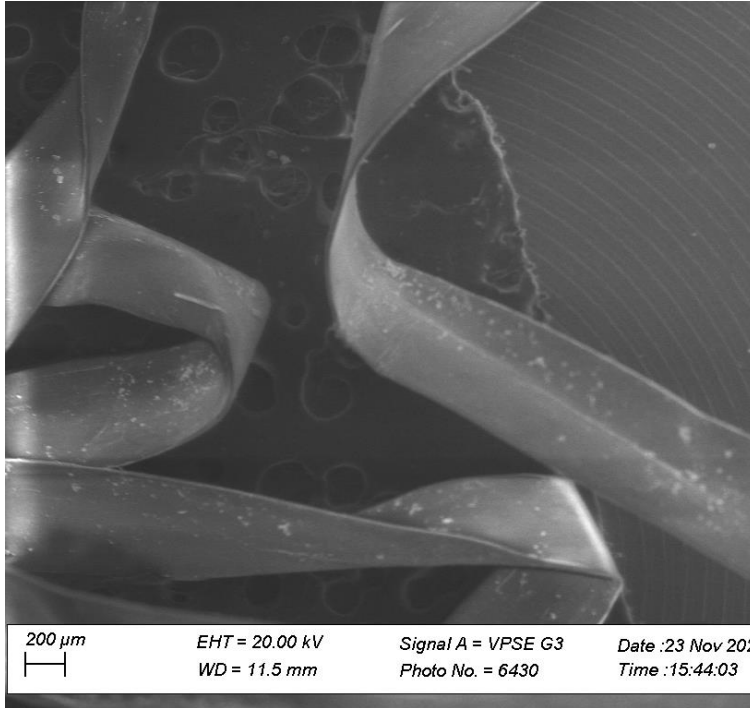
Application Note



Post-trattamento

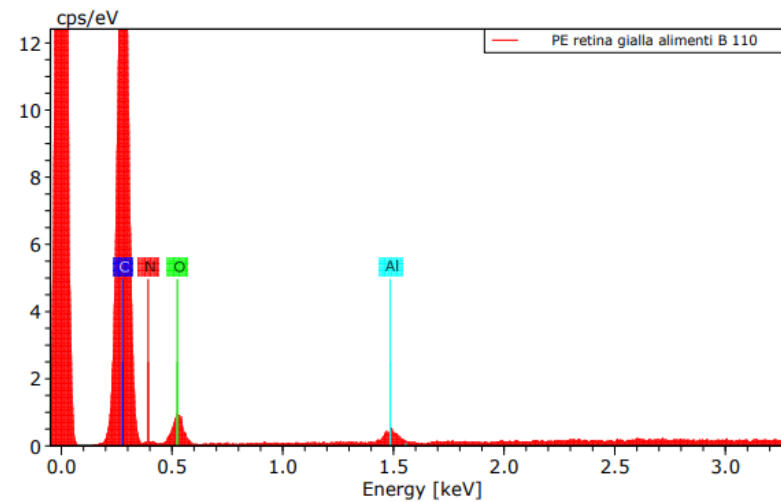
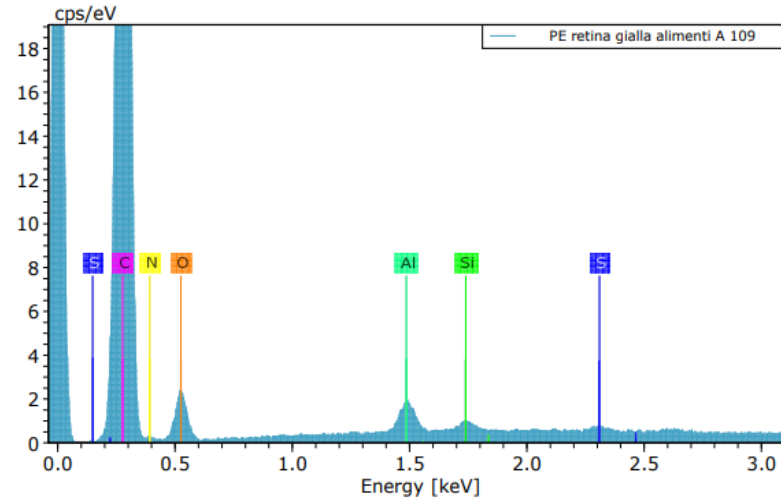


Pre-trattamento

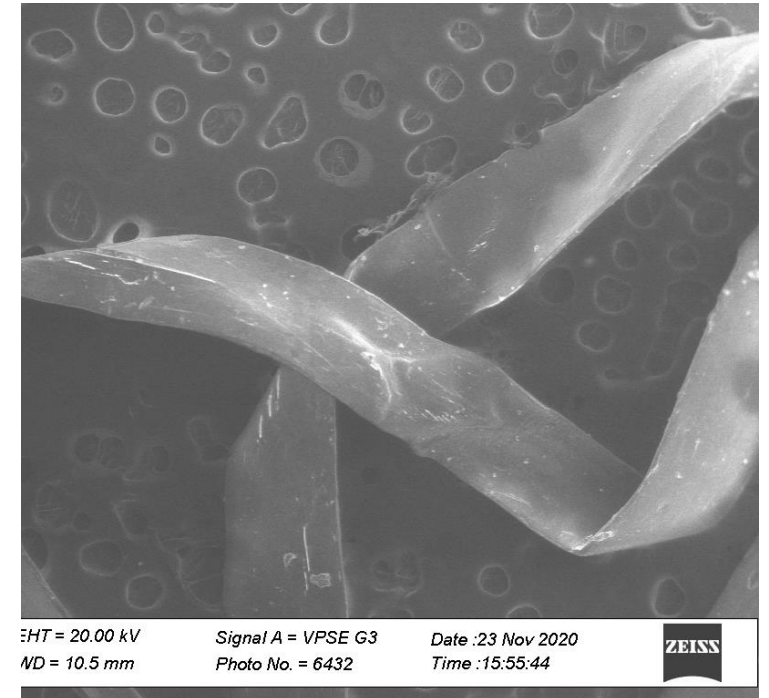


Retina gialla

Application Note



Post-trattamento



Grazie

Luigi Petta

luigi.petta@enea.it

Biagio Esposito

b.esposito@consorzioproambiente.it

Roberta Guzzinati

roberta.guzzinati@enea.it