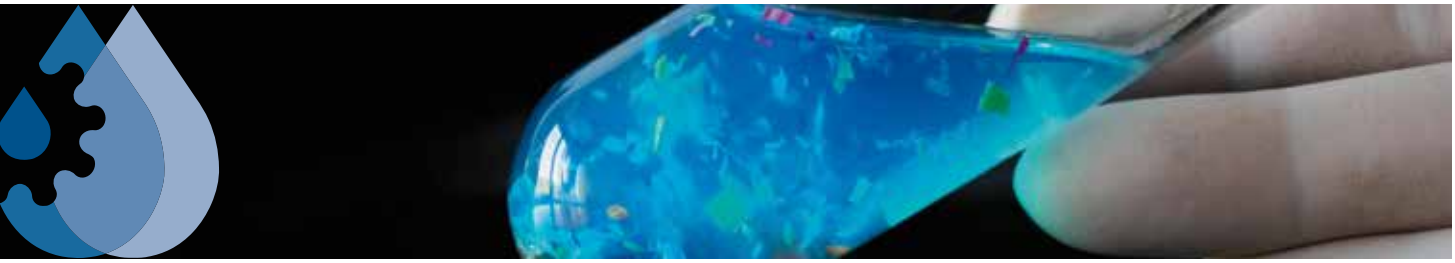


Comparación de metodologías para análisis de microplásticos en aguas de consumo según estándares europeos

Europa ha establecido una metodología para medir microplásticos en las aguas de consumo humano, que permita comprender su presencia en la cadena de suministro de agua, con métodos y criterios armonizados para determinar la concentración, forma, tamaño y composición de los microplásticos (Decisión Delegada UE 2024/1441). Sin embargo, se requiere precisar y revisar los procesos de pretratamiento en las muestras para su posterior análisis. En este trabajo se realiza una comparación de tres posibles métodos en aguas de consumo a la salida de los depósitos de regulación de la ciudad de Cádiz, donde se ha recogido 1 m^3 de agua para su análisis aplicando los siguientes métodos: filtración directa en bruto (D-FB); separación por densidad (D-ZnCl); y método de digestión ácida-*wet peroxide oxidation* (D-WPO). Se realizó un recuento de micropartículas según los tamaños (100, 63, 45 y 20 µm) y las formas (gránulos, fibras y fragmentos), con ayuda de un estereomicroscopio, y posterior análisis de la composición de los microplásticos mediante espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier Micro-FTIR. Se aconseja el método WPO, por ser el que identifica más tipologías de polímeros.

Palabras clave

Microplásticos, aguas de consumo, micro-FTIR, ETAP, Decisión Delegada UE 2024/1441.

COMPARISON OF METHODOLOGIES FOR MICROPLASTIC ANALYSIS IN DRINKING WATER ACCORDING TO EUROPEAN STANDARDS

Europe has established a methodology to measure microplastics in drinking water to understand their presence in the water supply chain, with harmonized methods and criteria to determine the concentration, shape, size, and composition of microplastics (Delegated Decision EU 2024/1441). However, it is necessary to specify and review the pretreatment processes in the samples for further analysis. Therefore, in this work, a comparison of three possible methods in drinking water at the output of the regulation reservoirs of the city of Cádiz (southern Spain) was carried out, where 1m3 of water was collected for analysis by applying the following methods: direct raw filtration (D-FB); density separation (D-ZnCl); and acid digestion method-Wet Peroxide Oxidation (D-WPO). A particle count was performed according to sizes (100, 63, 45 and 20 µm), and shapes (granules, fibers, and fragments) with the help of a stereomicroscope and subsequent analysis of the composition of the microplastics by Fourier transform infrared spectroscopy Micro-FTIR. The WPO method is recommended as it identifies more types of polymers.

Keywords

Microplastics, drinking water, micro-FTIR, ETAP, Delegated Decision UE 2024/1441.

María del Carmen Lebrero Martínez
máster en Gestión Integral del Agua, Departamento de Tecnologías del Medio Ambiente de la Universidad de Cádiz

Karol Dayana Herrera Aguirre
predoctoral FPI, Departamento de Tecnologías del Medio Ambiente de la Universidad de Cádiz

María Dolores Coello Oviedo
catedrática, Departamento de Tecnologías del Medio Ambiente de la Universidad de Cádiz

José María Quiroga Alonso
catedrático, Departamento de Tecnologías del Medio Ambiente de la Universidad de Cádiz

Ágata Egea-Corbacho Lopera
investigadora doctoral, Departamento de Tecnologías del Medio Ambiente de la Universidad de Cádiz

María Rocío Rodríguez Barroso
profesora titular, Departamento de Tecnologías del Medio Ambiente de la Universidad de Cádiz

1. INTRODUCCIÓN

Es conocido el impacto que los microplásticos (MP), partículas con un tamaño entre 5 mm y 1 µm (Frias *et al.,* 2019), están teniendo a nivel de la comunidad científica, confirmando su presencia, dispersión y toxicidad en infinidad de ambientes: aguas marinas, vertidos de aguas residuales en redes de saneamiento que las depuradoras de aguas residuales no llegan a eliminar, llegando a ríos y a los embalses empleados para abastecimiento de aguas de consumo humano.

La contaminación por plásticos se ha convertido en un grave problema ambiental del siglo XXI. Esta realidad puede parecer imaginable si se considera que la producción a gran escala de este material se inició en 1950 (Geyer *et al*., 2017). No obstante, ya en las últimas dos décadas del siglo XX la tasa de deposición superó a la tasa de producción de plásticos (Moore, 2008), y a principios de 2000 la cantidad de residuos plásticos creció más en una década que en los 40 años anteriores.

Todo esto, unido al hecho de que solo un 10% de los plásticos producidos son reciclados (UNEP, 2021), explica la ubicuidad de este material en todos los ecosistemas. Tal es su impacto que los plásticos pueden ser considerados un marcador del antropoceno, convirtiéndose así en parte del registro fósil terrestre (Corcoran *et al*. 2018).

Son muchos los estudios que han confirmado la presencia de MP en alimentos y en aguas de bebida, incluso en diferentes partes del cuerpo humano (sangre, placenta, testículos, pulmones, médula ósea (Monteleone *et al*., 2019; Jenner *et al*., 2022; Chen *et al*., 2024; Guo *et al*., 2024; Liang *et al*., 2024)), como resultado del uso rutinario de los plásticos en actividades cotidianas. Las posibles consecuencias de los microplásticos ingeridos en la salud humana han suscitado preocupación. Sin embargo, los datos actuales sobre esta cuestión proporcionan escasas pruebas científicas concluyentes sobre sus efectos adversos en la salud humana, debido a las limitaciones sustanciales de la información disponible sobre los efectos biológicos de los MP y la exposición a ellos.

En cuanto al análisis de MP, hay que destacar que son muy heterogéneos, ya que tienen dimensiones, composiciones y formas muy variables, pueden estar compuestos por uno o varios polímeros diferentes, pueden contener aditivos y sus características fisicoquímicas se ven influidas por su historial de degradación. Esta diversidad hace que la detección, la identificación y la cuantificación de los MP sean muy complejas, siendo necesario comprender mejor su presencia en toda la cadena de suministro de aguas destinadas al consumo humano mediante métodos armonizados que determinen la forma correcta de expresar los resultados según su forma, tamaño y composición.

Ante la necesidad de controlar los posibles contaminantes emergentes en las aguas de consumo, Europa se pronunció a través de la Directiva (UE) 2020/2184 del Parlamento Europeo y del Consejo de 16 de diciembre de 2020 relativa a la calidad de las aguas destinadas al consumo humano. Esta normativa, contempla el monitoreo para controlar compuestos emergentes, algunos considerados como disruptores endocrinos y los microplásticos. Para ello introduce una lista de observación, que incluye contaminantes biológicos, químicos y físicos que se consideran un riesgo para la salud humana.

Su transposición al reglamento español tuvo lugar tres años más tarde, a través del Real Decreto 3/2023, por el que se establecen los criterios técnico-sanitarios de la calidad del agua de consumo, su control y suministro. La lista de observación nacional (Anexo IV del Real Decreto) cuantifica el valor de referencia de sustancias y contaminantes emergente que se consideran un riesgo para la salud. Sin embargo, no aporta valores para los MP, mencionando que se incluirán en la lista cuando la Comisión Europea adoptara una metodología normalizada para medir los microplásticos en agua de consumo. Dicha metodología tuvo lugar un año más tarde, a través de la Decisión Delegada UE 2024/1441 de la Comisión, según la revisión de estudios científicos publicados que mencionaran la medición de MP en aguas potables, por lo que esta norma estándar ha aportado tanto el método empleado para separar y recoger micropartículas de muestras de agua potable, las técnicas analíticas para identificar y cuantificar los MP en las muestras recogidas.

También es interés de la norma aportar limitaciones de dichas técnicas y las unidades correctas para expresar las cantidades según el tamaño, formas y composición de los microplásticos. Sin embargo, ante las limitaciones y dificultades para el análisis de MP, es necesario precisar, según las condiciones de la calidad del agua, los procesos de pretratamiento de las muestras para su posterior análisis, puesto que no especifica el pretratamiento que se le ha de dar a las muestras recogidas, sino que solo menciona que "en caso necesario, podrán aplicarse medidas de separación de densidad o de tratamiento químico para reducir la presencia de materiales no plásticos,

FIGURA 1. Depósito de regulación de Cádiz (disposición de tamices).

como minerales, materia orgánica y óxidos metálicos, siempre y cuando el análisis no pueda efectuarse directamente en el filtro de recogida; y por otro lado, toda información sobre el tratamiento de la muestra ha de quedar registrada y se aplicarán normas estándar de laboratorio y seguridad medioambiental" (Comisión Europea, 2024).

Aunque los métodos de análisis de microplásticos para matrices como aguas residuales o lodos han sido trabajados desde hace más de un lustro (Franco *et al.*, 2020; Franco *et al.*, 2021; Sakali *et al.*, 2021; Sakali *et al.*, 2022; Sakali *et al.*, 2024), las dificultades para identificar microplásticos en matrices de aguas limpias, se han realizado con posterioridad por las limitaciones y dificultad de los métodos. Por ello, el objetivo de este trabajo ha sido realizar una comparación de 3 posibles métodos para optimizar la técnica analítica y saber cuál es la más adecuada, óptima y rentable para medir los microplásticos. Estos métodos son: filtración directa en filtros de cogida; oxidación de la materia orgánica (WPO, *wet peroxide oxidation*) y separación por densidad. Para ello se ha seleccionado como punto de muestreo los depósitos de regulación de la ciudad de Cádiz (sur de España). Los 3 pretratamientos se han basado en la filtración de partículas recogidas en 1 m^3 de agua recogidos en muestreos sucesivos y posterior aplicación de los métodos, además de dar más detalles sobre la analítica a seguir, de los que carece la propia metodología.

TABLA 1

RECOPILACIÓN DE DATOS SOBRE LAS MUESTRAS.

Muestra	Código	Tratamiento	Volumen	Fecha
1 (FB)	D FB	Filtración bruto	1150	18/06/2024
2 (WPO)	D WPO	WPO	1017	24/06/2024
3 ($ZnCl_2$)	D ZNCL	Separación densidad	1009	04/07/2024

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. TOMA DE MUESTRAS

La toma de muestras se llevó a cabo entre los meses de junio y julio de 2024. El muestreo se realizó en los depósitos de regulación de Cádiz (**Figura 1**). La **Tabla 1** recoge los puntos de muestreo recogidos en 3 fechas diferentes, mediante tamices de acero inoxidable de los tamaños de 100, 63, 45 y 20 micras. Se filtraron en torno a 1.000 L de agua (1 m^3) y se emplearon los siguientes métodos: filtración directa en bruto (D-FB); separación por densidad (D-ZnCl); y D-WPO método de digestión ácida-*wet peroxide oxidation* (Masura *et al.*, 2015).

La distribución de los tamaños de las partículas para cada tamiz es la siguiente:

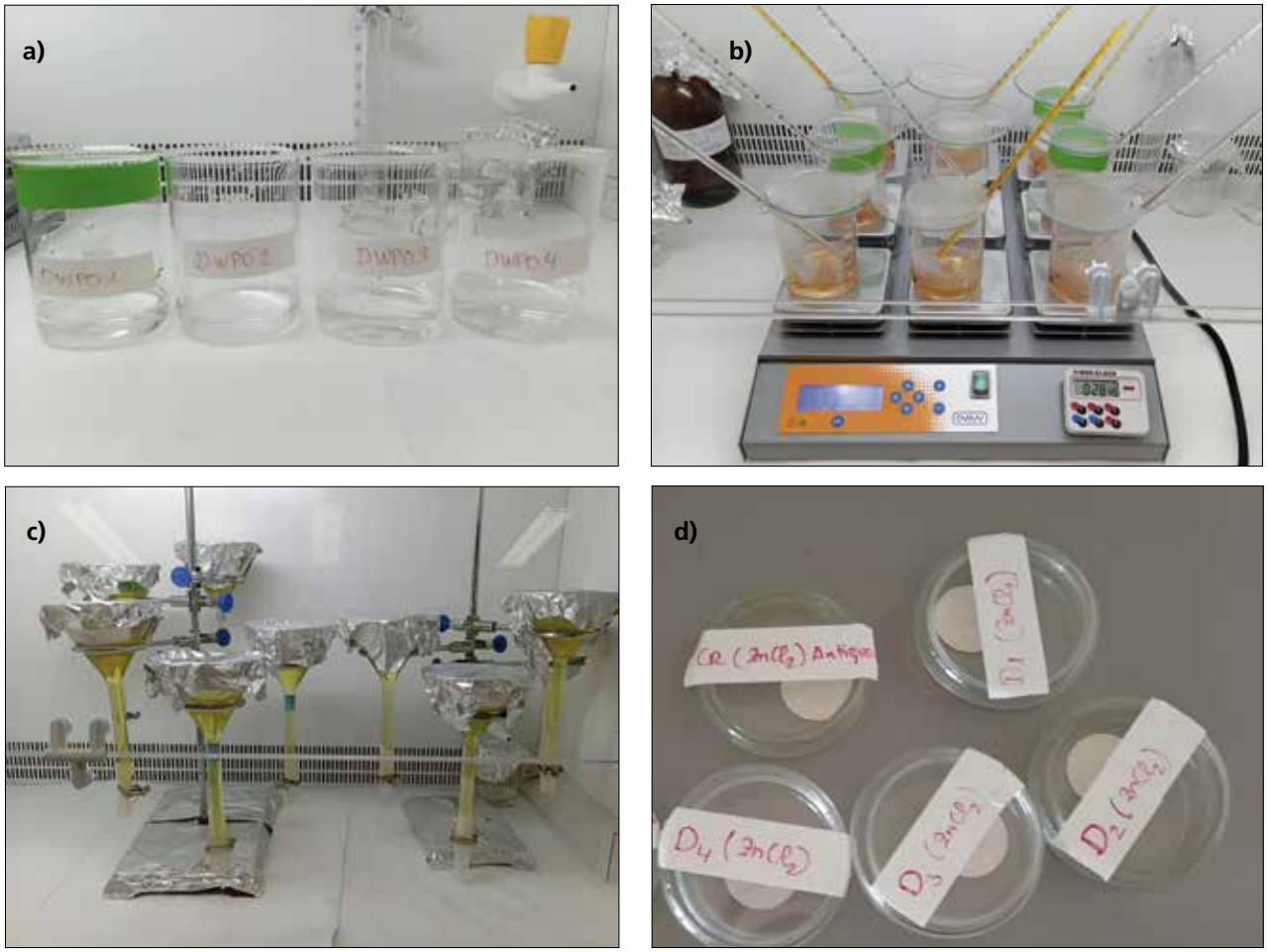
- Tamiz 1 (100 µm): partículas cuyo tamaño se encuentra comprendido entre 5 mm y 100 µm (100 µm ≤ n < 5.000 µm).
- Tamiz 2 (63 µm): partículas cuyo tamaño se encuentra comprendido entre 100 µm y 63 µm (63 µm ≤ n < 100 µm).
- Tamiz 3 (45 µm): partículas cuyo tamaño se encuentra comprendido entre 100 µm y 45 µm (45 µm ≤ n < 63 µm).
- Tamiz 4 (20 µm): partículas cuyo tamaño se encuentra comprendido entre 45 µm y 20 µm (20 µm ≤ n < 45 µm).

2.2 EXTRACCIÓN DE MP DE LAS MUESTRAS

Una vez en el laboratorio, las partículas de la muestra D-FB fueron recogidas mediante la limpieza de los tamices con agua Milli-Q y transfiriendo las partículas en vasos de precipitado (**Figura 2a**), sin más pretratamiento posterior. Para el caso de las muestras D-ZNCL y D-WPO, los vasos de precipitado se llevaron a estufa para evaporar el agua (temperatura de aproximadamente 75 °C) durante 2-3 días. Se tuvo la precaución de tapar con papel de aluminio, para evitar la posible contaminación cruzada.

Para el caso de la muestra D-ZNCL se realizó la fase de separación por densidad, para obligar a los polímeros a flotar y ser recogidos en superficie (**Figura 2b**), que consiste en transferir la muestra a un embudo de decantación donde se adicionó a cada muestra 0,5 g de $ZnCl_2$ por cada mL de disolución, durante 48 h. Una vez las partículas más densas

FIGURA 2. Procedimiento del pretratamiento aplicado a las muestras: a) recogida de muestras de tamices de acero inoxidable; b) WPO; c) separación por densidad; y d) filtros tras proceso de filtración.



decantaron, la fase sobrenadante se recogió por un procedimiento de filtración mediante vacío. Se utilizaron filtros de plata, con tamaño de poro de 0,45 µm y 25 mm de diámetro que fueron colocados en una placa de Petri de vidrio (F**igura 2d**) y se secaron en la estufa a 40 °C durante al menos 24 h. Después, se almacenaron y conservaron para su posterior identificación en el equipo Micro-FTIR y el microscopio estereoscópico.

El método de digestión ácida (sobre la muestra D-WPO), contiene toda la secuencia (**Figura 3**). Antes de la fase de separación por densidad se sometió al proceso de oxidación de la materia orgánica con peróxido de hidrógeno húmedo (WPO) establecido por la NOAA (Masura *et al.*, 2015). Se añaden 20 mL de solución acuosa, 0,05 M de sulfato de hierro (Fe II) y 20 mL de solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 30% a una temperatura controlada sin superar los 75 °C (**Figura 2b**). Posteriormente se procede a la separación por densidad, y filtración en filtros de plata explicada en el caso de la muestra D-ZNCL (**Figuras 2b** y **2c** y **Figura 3**).

FIGURA 3. Esquema del método de extracción de MP de las muestras. Fuente: elaboración propia de los autores.

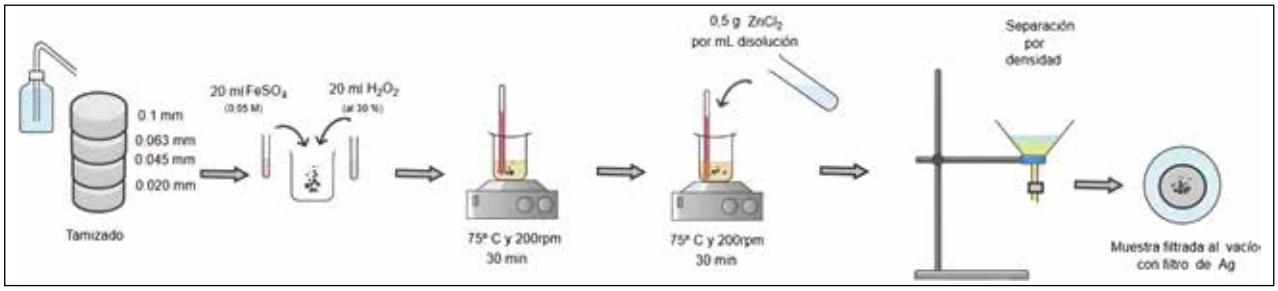
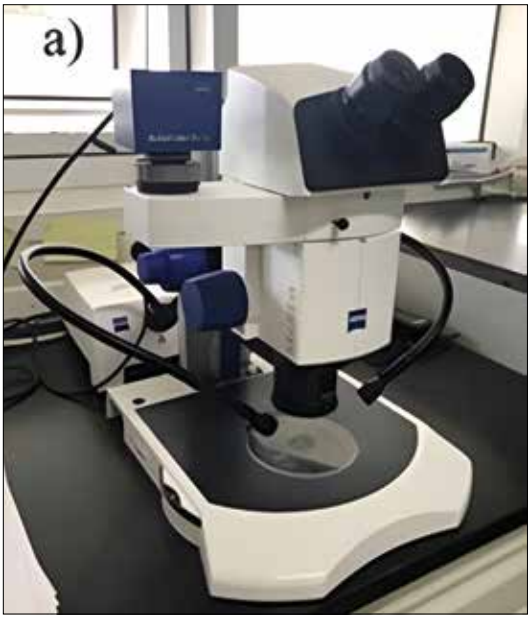
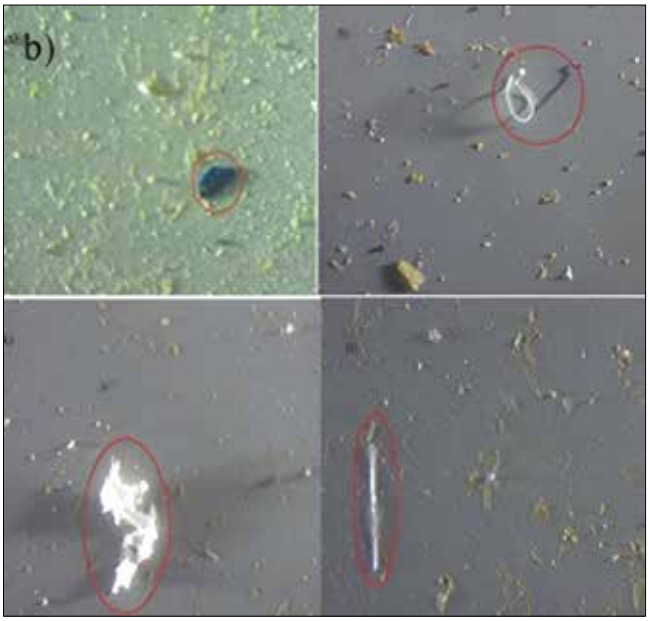


FIGURA 4. a) Microscopio estereoscópico Carl Zeiss Axio Imagen; b) imágenes de fragmentos y fibras.





2.3. ANÁLISIS E IDENTIFICACIÓN DE LOS MP

Tras el secado de los filtros, se aplicaron técnicas e instrumentos específicos para llevar a cabo el análisis, la identificación y la cuantificación de los microplásticos presentes en la muestra.

2.3.1. Cuantificación de micropartículas

Las micropartículas presentes en los filtros se cuantificaron y se caracterizaron mediante un microscopio estereoscópico Carl Zeiss Axio Imagen, obteniendo así una observación simple visual, a través de las fotografías tomadas con la cámara adaptada a la lupa (Zeiss AxioCam ERc5s) y que posteriormente fueron procesadas con el *software* ZEN 2 core (**Figura 4a**). Esta técnica se basa en la identificación visual, realizando el conteo de micropartículas presentes, al tiempo que se caracterizan en función de su forma. Las partículas cuantificadas se clasificaron según su forma: fragmento, fibra y gránulo, tal y como se recoge en la **Figura 4b**.

2.3.2. Identificación mediante micro-FTIR

Posteriormente, se empleó la espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier micro-FTIR mediante el espectrofotómetro micro-FTIR Spotligh 400 de Perkin Elmer (**Figura 5**) en reflectancia, en el rango del espectro desde 4.000 a 650 cm^{-1} (Rodríguez-Barroso *et al*, 2025). Se empleó el *software* Spectrum Imagen de Perkin Elmer y Spectrum IR 10, permitiendo la identificación de micropartículas correspondientes a polímeros según su tipología, comparando con la librería de espectros y considerando válidos los resultados con un grado de similitud >70% (Edo *et al.*, 2020). En la **Figura 6** se muestra una imagen del tipo de espectro.

FIGURA 5. Espectrofotómetro micro-FTIR Spotligh 400 de Perkin Elmer.

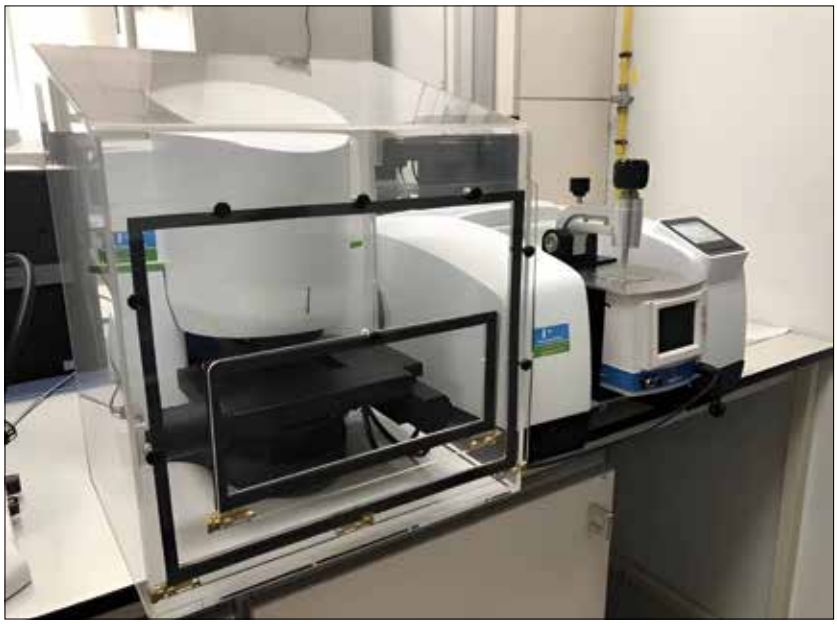
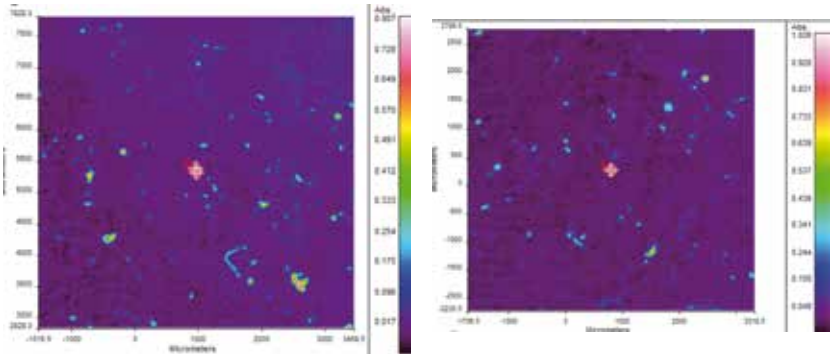


FIGURA 6. Imagen IR correspondiente a la muestra Depósitos 2 (WPO).



2.4. CONTROL DE LA CONTAMINACIÓN

Durante el tratamiento y análisis de las muestras, se implementaron medidas rigurosas para prevenir cualquier posible contaminación. En el laboratorio, se emplearon cámaras de flujo laminar para garantizar un ambiente controlado. Se minimizó el uso de material plástico, y las muestras fueron recubiertas y protegidas con papel aluminio durante todo el proceso. Finalmente, se incluyó el análisis de blancos de procedimiento utilizando los mismos reactivos aplicados a las muestras, siguiendo el protocolo establecido para asegurar la validez de los resultados.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados se van a presentar según la distribución por tamaños de las micropartículas en las 3 muestras analizadas, la morfología y los tipos de polímeros.

3.1. DISTRIBUCIÓN PARTÍCULAS SEGÚN SU TAMAÑO

Las imágenes de la **Figura 7** muestran los filtros de tamaños menores (20 µm) para cada uno de los métodos empleados. Cabe destacar la elevada presencia de micropartículas en el método de filtración en bruto (**Figura 7a**), en comparación con los otros dos métodos analíticos (**Figuras 7b** y **7c**). En algunos estudios similares en aguas de una potabilizadora (República Checa) se llegaron a contabilizar hasta un 95% del total de las partículas estudiadas correspondían a las de tamaño inferior a 10 µm (Pivokonsky *et al.*, 2018).

En la **Figura 8** se muestran los resultados de la cuantificación de micropartículas según los tamaños (número de Mpart/m^3), observando que el método filtración en bruto (D-FB) arrojó un valor de 33.310 Mpart/m^3 frente a 1.600 y 2.330 Mpart/m^3 para la digestión y de separación por densidad, respectivamente. Se atribuye que estos dos últimos procesos permiten eliminar partículas que no son de interés para este estudio.

Sin embargo, el recuento de la separación por densidad (2.330 MPart/m^3) cuantifica casi en un 40% más partículas que la digestión ácida (1.600 MPart/m^3). Esto es coherente con el hecho de que la muestra sometida a digestión ácida es capaz de eliminar micropartículas de composición orgánica que dificulta la identificación de MP. Sumado a lo anterior, la posterior separación por densidad obliga a partículas de alta densidad a ser eliminadas del sistema por precipitación.

En cuanto a la distribución porcentual de los 4 tamaños analizados (ver **Figura 9**), en los 3 métodos predomina la fracción más pequeña (entre 45 y 20 µm), evidenciándose un alto porcentaje en la muestra de filtración en bruto (91%), mientras que en los otros dos métodos esta distribución porcentual se homogeneiza (en torno al 50%). Teniendo en cuenta que estas aguas proceden de una planta de potabilización (ETAP), parece que los procesos son eficaces a la hora de retener partículas de mayor tamaño (>100 µm), no siendo tan efectivos para eliminar partículas de menor calibre (por debajo de 63 µm), y muy poca eficiencia en retirar partículas entre 45 y 20 µm.

FIGURA 7. Imágenes de los filtros en estereomicroscopio para los tamaños de 20 micras: a) filtración en bruto; b) separación por densidad; y c) digestión ácida.

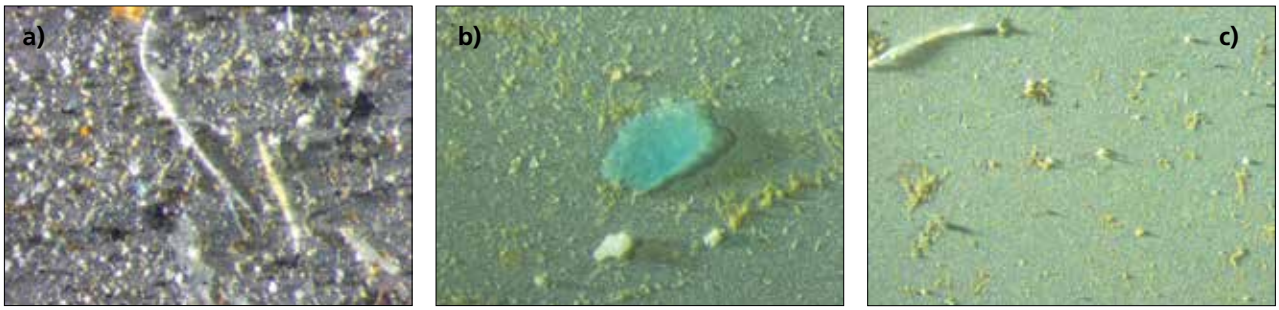


FIGURA 8. Distribución de partículas según los tamaños.

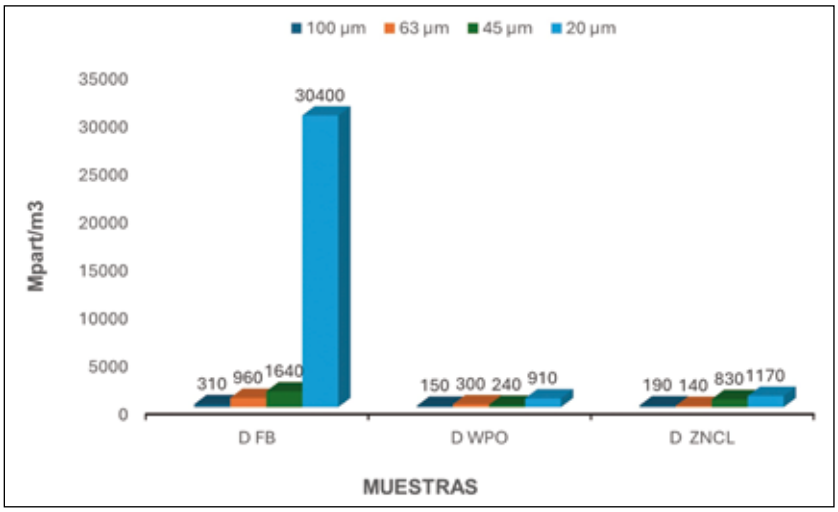
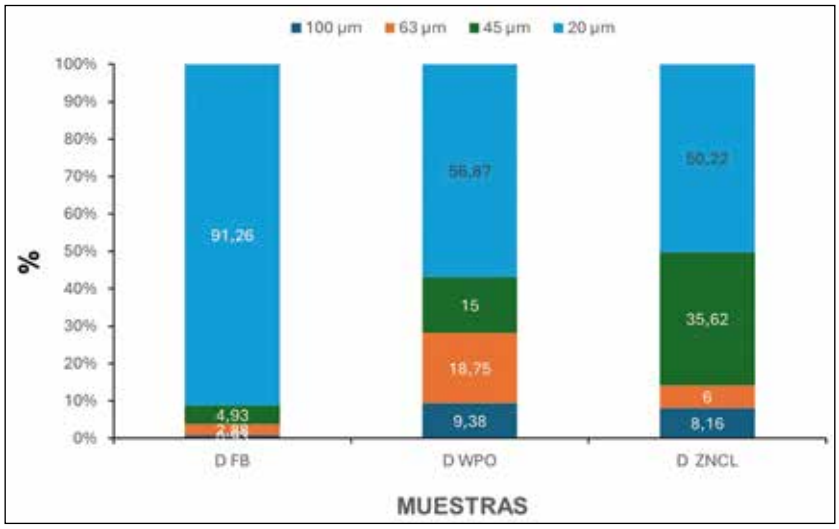


FIGURA 9. Distribución porcentual de micropartículas según los tamaños.



Aunque las estaciones de tratamiento de agua potable no están diseñadas ni equipadas específicamente para la eliminación de microplásticos del agua, las tecnologías empleadas tradicionalmente en estas plantas permiten la eliminación de un porcentaje considerable de estas partículas. Por ejemplo, los procesos de coagulación y floculación son efectivos para la separación de los microplásticos de mayor tamaño. El proceso de filtración también es apto para retirar las partículas más grandes. No obstante, la eliminación de las micropartículas de menor tamaño necesita de tecnologías específicas, como puede ser el empleo de membranas de ultrafiltración, la electrocoagulación, la extracción magnética o los sistemas híbridos (Shen *et al.*, 2020). En el presente estudio se puede establecer que el 90% de las micropartículas se encuentran en el rango entre 63 y 20 µm. Conclusiones parecidas fueron obtenidas en un estudio en plantas de tratamiento en la zona noroeste de Alemania, en partículas comprendidas entre 50 a 150 µm, estableciendo que el número de partículas suele disminuir al aumentar el tamaño de partículas de estudio (Mintenig *et al*,. 2019).

Hasta el momento se puede establecer que los métodos de separación por densidad con $ZnCl_2$ presentaron una distribución parecida a las muestras con el protocolo completo WPO, por lo que en cuanto al recuento de partículas ambos métodos permiten obtener resultados efectivos, considerándose como viables y descartando el método de filtración en bruto.

Teniendo en cuenta que la decisión delegada UE 2024/1441 recomienda filtrar el agua por los tamaños de 100 y 20 µm, y que a tenor de los resultados en este estudio para el agua de la zona de Cádiz se ha identificado un importante número de micropartículas de tamaños intermedios (63 y 45 µm), cabe aconsejar introducir un tamiz de malla intermedia, como por ejemplo el de 45 µm. Por lo que, para futuros trabajos, con condiciones similares al agua de Cádiz, se podría establecer la recogida de partículas en 3 tamaños: 100, 45 y 20 µm, evitando colmatar el filtro de 20 micras.

3.2. DISTRIBUCIÓN DE LAS FORMAS DE MICROPARTÍCULAS

En la **Tabla 3** se indica el número de micropartículas por metro cúbico (n/m^3) para cada una de las formas que se identificaron (fragmentos, fibras y gránulos), mientras que en la **Figura 10** se observa la distribución porcentual, con un claro predominio de los fragmentos frente a las fibras y a los gránulos en los tres métodos analíticos, con porcentajes muy pequeños de fibras (menor del 10%) y muy bajos para gránulos, por debajo del 1%. Por lo general las fibras, hilos o filamentos se relacionan en este tipo de estudios con la contaminación en la toma y análisis de muestras, pues son elementos poco comunes en las aguas de consumo tras su tratamiento (Bhat *et al.*, 2024).

TABLA 3

CANTIDAD DE MICROPARTÍCULAS POR M3 ATENDIENDO A LA FORMA QUE PRESENTAN.

MP	D- FB (n/m^3)	D- WPO (n/m^3)	D- ZNCL(n/m^3)
Fragmento	31.920	1.460	2.200
Fibra	1.310	120	100
Granulo	70	10	10

FIGURA 10. Distribución porcentual de la forma de micropartículas en las diferentes muestras.

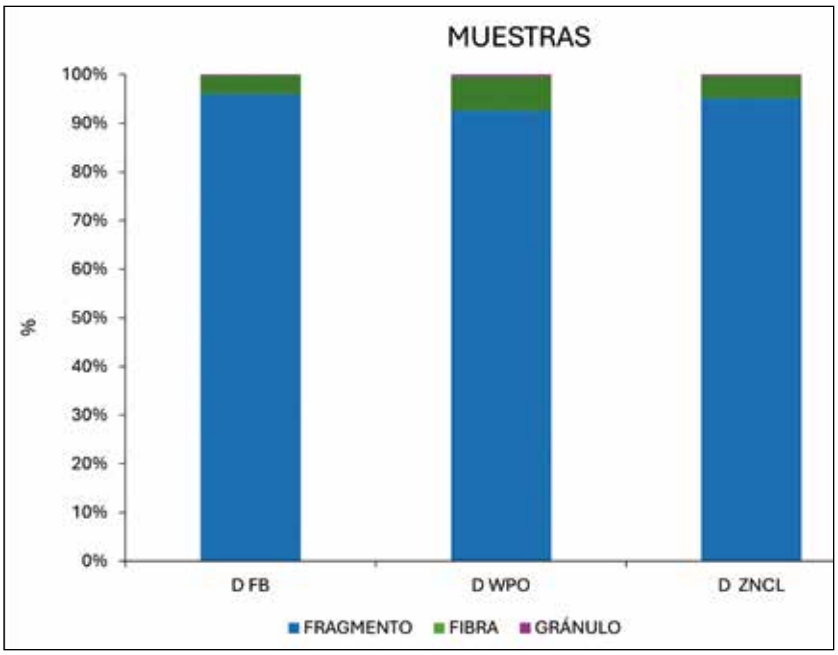


TABLA 4

CONTENIDO DE POLÍMEROS EN FUNCIÓN DE SU TIPO.

Polímero	D- FB (n/m^3)	D- WPO (n/m^3)	D- ZNCL(n/m^3)
PE	70	130	10
PP	-	20	15
PS	1.270	370	-
PVC	1.270	-	-
PA	5.370	50	-
PTFE	10	350	-
Otros	7.330	70	130
Total	**15.320**	**990**	**155**

Estos resultados pueden fundamentar y dar sentido a la clasificación establecida en la decisión delegada UE 2024/1441, contempla dos formas: partículas o fibras, quedando englobadas fragmentos y gránulos como partículas y, por otro lado, las fibras. Este resultado concuerda además con el tamaño de las partículas, pues en general las fibras se encuentran mayoritariamente en las categorías superiores de tamaño (mayores de 100 µm), las menos abundantes. Por el contrario, los fragmentos y sobre todo los gránulos destacan en las categorías inferiores de tamaño (Semmouri *et al.*, 2022; Ramaremisa *et al.*, 2024).

3.3. COMPOSICIÓN DE LOS MICROPLÁSTICOS

Según la decisión delegada UE 2024/1441, la clasificación de microplásticos debe realizarse en tres categorías: MP prioritarios; MP sintéticos o polímeros naturales modificados químicamente que no figuren en la lista de polímeros prioritarios; y otros (por ejemplo, minerales, polímeros naturales, otros o incluso microplásticos no identificados, según Comisión Europea, 2024). La decisión delegada establece una clasificación de 10 tipos de polímeros prioritarios: polietileno (PE); polipropileno (PP); tereftalato de polietileno (PET); poliestireno (PS); policloruro de vinilo (PVC); poliamida (PA); poliuretano (PU); polimetacrilato de metilo (PMMA); politetrafluoroetileno (PTFE) y policarbonato (PC).

En este trabajo se ha recopilado la cantidad de microplásticos en la **Tabla 4**, expresados en n/m^3, destacando como los más abundantes los siguientes: PE, PTFE, PP y PS. El PE y el PS se usan para una amplia gama de productos de bajo coste como las bolsas de los supermer-

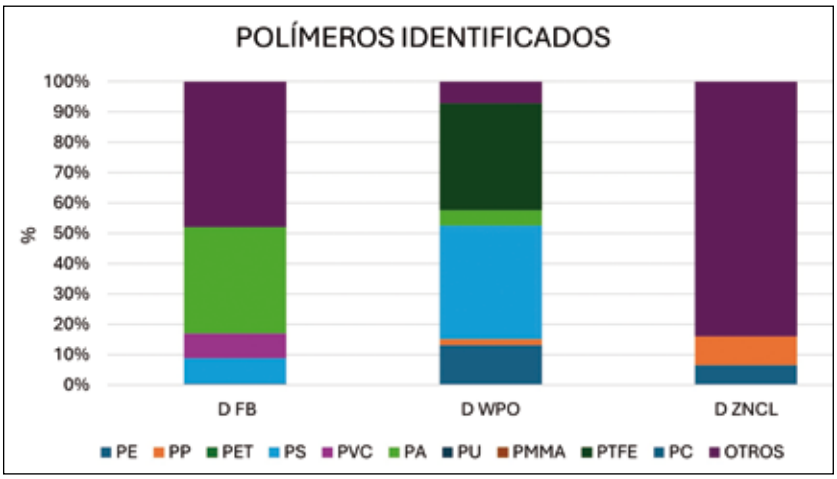
cados, botellas, espumas, platos, cubiertos, aislamientos, entre otros. El PTFE, conocido como teflón, es usado tanto en la industria como la vida cotidiana, en productos textiles, revestimientos, embalajes, hostelería y cocinado de productos.

Cabe destacar que el número de microplásticos es mayor en la filtración en bruto, cuantificándose 5.320 n/m^3 de un total de 33.310 Mpart/m^3, alcanzando casi el 50% de partículas como MP. Por otro lado, en el método de separación por densidad se identificaron 155 plásticos de un total de 2.330 Mpart/m^3 (7%), mientras que, para el método de digestión de las 1.600 micropartículas, se identificaron 990 como poliméricas (62%). En este caso el método que tiene menor eficiencia en la identificación de micropartículas es el de separación por densidad, mientras que la filtración en bruto y la digestión ácida son capaces de identificar más de un 50% de MP.

La comparación de estos resultados con los obtenidos en estudios análogos es compleja, pues la metodología empleada varía considerablemente entre ellos. Esta variabilidad en los métodos empleados se refleja en la obtención de resultados finales muy dispares. En el total de los estudios consultados el rango de concentración de microplásticos en aguas de consumo es muy amplio, siendo las concentraciones más bajas del orden de 10^3 MP/m^3 y las concentraciones más altas del orden de 10^6 MP/m^3 (World Health Organization, 2019).

Por ejemplo, en un estudio realizado en la República Checa en un medio similar al del presente trabajo, la cantidad de microplásticos obtenida para el agua de entrada a una potabilizadora fue de entre 1.473 y 3.605 10^3 MP/m^3, mientras que para el agua ya tratada era de 388 a 628 10^3 MP/m^3 (Pivokonsky *et al.*, 2018). Estos resultados son del mismo orden de magnitud que para los métodos empleados en este estudio, aunque en el estudio checo se consideraron partículas de hasta 1 µm.

FIGURA 11. Polímeros identificados y su distribución porcentual en la red de abastecimiento.



En contraste, otro estudio similar realizado en plantas de tratamiento en la zona noroeste de Alemania obtuvo concentraciones muy inferiores, entre 0 a 7 MP/m^3 (Mintenig *et al.*, 2019) Se puede entender esta ausencia de microplásticos haciendo alusión otra vez al tamaño de las partículas estudiadas, en este caso de 50 a 150 µm, pues la presencia de microplásticos suele disminuir al aumentar el tamaño de las partículas de estudio. Además, se deben considerar condiciones de la calidad del agua, su procedencia y las tecnologías usadas en las potabilizadoras.

Finalmente, un estudio que obtiene resultados similares al presente trabajo es el realizado en una de las ETAP de Cataluña (Dronjak *et al.*, 2022). En este último trabajo se obtuvieron concentraciones de 4.230 MP/m^3 en el agua de entrada y 75 MP/m^3 en el agua tratada. La similitud de resultados puede deberse a la igualdad de los tratamientos empleados en la potabilización, así como al límite de detección común de 20 µm.

Además de estos tipos principales se encontró una gran variedad de polímeros recogidos en el apartado otros, como son el PVA (acetato de polivinilo) y el poli vinil éter, PEG (Polietilenglicol), TPE (elastómeros termoplásticos, como el kraton) o incluso POM (polioximetileno) también conocido como poliacetal, entre otros. La presencia de otros polímeros como el PMMA puede ser consecuencia de la aplicación de coagulantes que contengan poliacrilamida (Cao *et al.*, 2024).

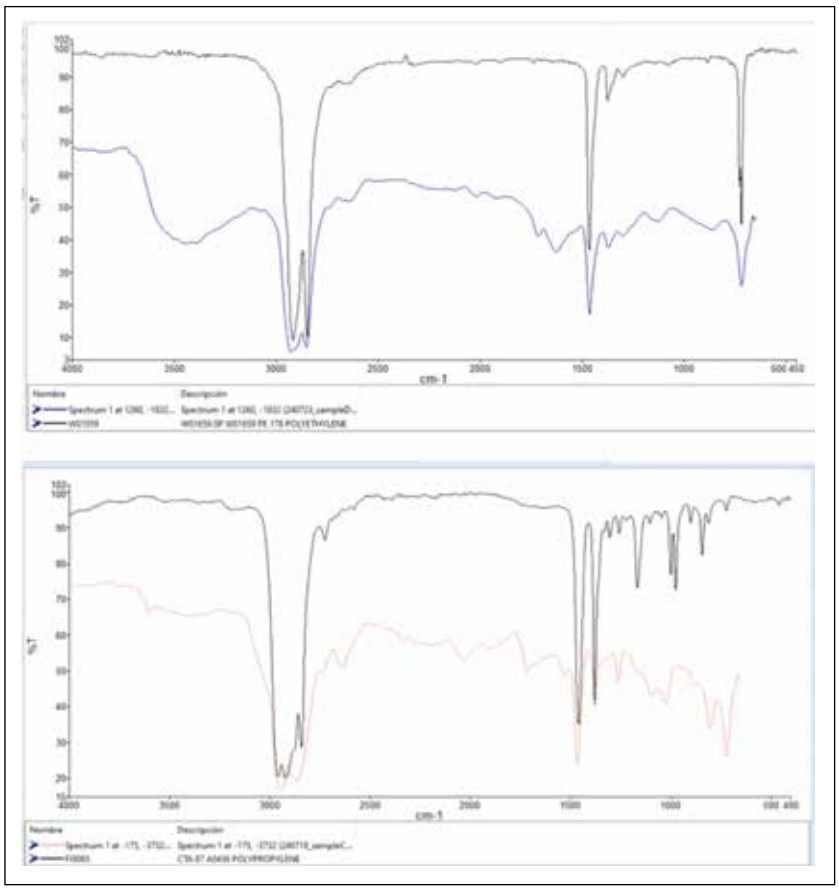
Al comparar los tipos de polímeros que se identifican con cada método estudiado, cabe destacar la muestra con digestión (WPO), que fue capaz de identificar 5 polímeros de la lista de prioritarios mencionada anteriormente (PE, PTFE, PS, PP y PA), al igual que la filtrada en bruto, mientras que la separación por densidad sólo identificó PE y PP.

Comparar estos resultados con los de estudios similares resulta complicado debido a las significativas diferencias en las metodologías utilizadas. Por ejemplo, en otro estudio en aguas potabilizadas en el

noreste de España (Dalmau-Soler *et al.*, 2021) también identificaron PP y PSA en partículas comprendidas entre 20 µm y 5 mm, a la entrada de una ETAP (960 ± 460 MP/m^3) y a la salida de la misma (del orden de 60 ± 40 MP /m^3). Otro estudio en grifos de Bélgica identificó polipropileno (PP) y tereftalato de polietileno (PET) en partículas comprendidas entre 24 y 1.000 µm, en cantidades del orden de 10±20 MP/m^3 (Semmouri *et al.*, 2022). En Sudáfrica (Ramaremisa *et al.*, 2024) se identificaron partículas en aguas de grifo entre 14.000 ± 5.600 partículas/m^3, de partículas inferiores a 1 mm, con una diversidad de tipos de polímeros, entre ellos polietileno de alta densidad (PE), poliuretano (PU), tereftalato de polietileno (PET) y otros compuestos como Poli(hexametilen tereftalamida) y Poli(acrilamida-co-ácido acrílico). En China, otro estudio (Yang *et al.*, 2023) llegó a encontrar 1.740-20.880 MP/m^3 en aguas de grifo, de partículas de tamaños comprendidos entre 20-150 µm, principalmente de poliamida (PA), tereftalato de polietileno (PET), poliuretano, (PU) acrilatos. En otro estudio en aguas de grifo de París (Trevisan *et al.*, 2022) se encontraron concentraciones entre 3 y 260 MP/m^3, inferiores a los encontrados en el presente estudio, ya que esta agua procede de una potabilizadora que contiene procesos de microfiltración y nanofiltración.

En la **Figura 11** se representa la distribución porcentual con respecto al número total de polímeros que se identificaron en la **Tabla 4**, entendiendo como 'otros' los que indica la decisión delegada como minerales, polímeros naturales o incluso microplásticos no identificados. Según se observa, el tratamiento de filtración en bruto reflejó casi un 50% como 'otros', lo que puede dar a entender que las partículas no llegan a ser identificadas de forma rigurosa por micro-FTIR.

FIGURA 12. Espectros FTIR del PE y PP identificados con sus respectivos espectros de la biblioteca de referencia.



En el caso del método de separación por densidad se llegó a identificar solo PE y PP y hasta un 84% quedaron recogidos como 'otros' al tratar de identificarlos con micro-FTIR, atribuyéndose a causas similares mencionadas con el método de filtración en bruto.

Finalmente, el método WPO, identifica 5 tipos de polímeros (PE, PTFE, PS, PP y PA) y tan solo un 7% se consideran otros polímeros. A modo de ejemplo, en la **Figura 12** se muestran algunos de los espectros de infrarrojos obtenidos del análisis mediante el micro-FTIR. Estos espectros se han comparado con los espectros de referencia de infrarrojos de los polímeros atendiendo a la biblioteca de espectros presente en el *software* Spectrum de Perkin Elmer. El espectro A corresponde a PE, con un porcentaje de similitud de 94%. El espectro B corresponde a PP, con una similitud de 78%. Ambos están considerados como polímeros prioritarios.

4. CONCLUSIONES

Según el objetivo propuesto en este estudio de realizar una comparativa de 3 posibles métodos de análisis de microplásticos en aguas de consumo humano, se puede establecer lo siguiente:

- Un número elevado de micropartículas dificulta las técnicas de cuantificación e identificación de MP, debido a la sensibilidad de las técnicas y a los procedimientos analí-

» El método que engloba la digestión ácida (WPO) para limpieza de micropartículas y su separación por densidad y filtración es el que arroja un menor número de partículas y facilita el recuento con estereomicroscopio, por lo que es el más aconsejable según este estudio

ticos usados en este estudio. Tanto es así que el método de filtración en bruto se desestima, ya que se emplea mucho tiempo en el recuento. También se da el caso que la técnica de micro-FTIR identifica casi el 50% como otros polímeros.

- Mediante el método de separación por densidad se mejora bastante el recuento de partículas en el filtro soporte, por lo que parece un buen método en esta primera fase, aunque son resultados más creíbles que los del método de filtración en bruto. Sin embargo, el micro-FTIR es incapaz de identificar los polímeros, encontrando hasta un 84% como otros polímeros, por lo que llegados a este punto se aconseja seguir indagando en mejoras con el método espectroscópico.
- El método que engloba la digestión ácida (WPO) para limpieza de micropartículas y su separación por densidad y filtración es el que arroja un menor número de partículas y facilita el recuento con estereomicroscopio, siendo viable en la primera fase del estudio. A ello se une que el micro-FTIR es capaz de identificar un 90% de partículas del listado de polímeros prioritarios del método estándar europeo, por lo que lo hace viable.

De esta forma, aunque la Decisión Delegada UE 2024/1441 no especifica nada acerca de los procesos de pretratamiento, se ha demostrado en este trabajo que existen sistemas de agua domiciliaria con la necesidad de aplicar tratamientos químicos para reducir la presencia de materiales no plásticos. Por ello y según el objetivo propuesto en este estudio de realizar una comparación de 3 posibles métodos, se opta por recomendar el método de WPO.

Sin embargo, con respecto al método de digestión ácida, cabe destacar algunas limitaciones que han de mejorarse en los procesos de recuento, puesto que sigue siendo muy alto el número de partículas cuantificadas en los filtros lo que entorpece su posterior identificación espectroscópica, por lo que se recomienda realizar mejoras en los procesos finales de captura de partículas en los filtros soportes y hacer validaciones del método con polímeros de la lista prioritaria en concentraciones conocidas.

A tenor de los resultados, se recomienda analizar 3 tamaños y realizar la filtración de 1 m^3 de agua en tamices de acero inoxidable en cascada en los tamaños 100, 45 y 20 µm, en lugar de 2 tamaños (100 y 20 µm) tal y como refleja la decisión delegada.

En cuanto a las formas estudiadas se recomienda usar solo 2 formas: microplásticos, que englobaría a los gránulos y fragmentos; y fibras, de acuerdo con la metodología estándar europea.

5. AGRADECIMIENTOS

Esta investigación fue financiada por el Ministerio de Ciencia e Innovación de España (PID2022-141731OB-100), proyecto titulado 'Tecnologías de potabilización para eliminación de contaminantes emergentes en presencia de microplásticos en aguas de consumo, comprobación de efectos tóxicos'. Los autores desean expresar su más sincero agradecimiento a Antonio Delgado Andújar, responsable de Producción y Control Sanitario del Consorcio de Aguas de la Zona Gaditana (CAZG).

Bibliografía

[1] Bhat, M.A.; Gaga, E.O.; Gedik, K. (2024). How can contamination be prevented during laboratory analysis of atmospheric samples for microplastics? Environmental Monitoring and Assessment 196(2). doi: 10.1007/s10661-024-12345-3.

[2] Cao, N.D.T. *et al.* (2024). Microplastics contamination in water supply system and treatment processes. Science of the Total Environment 926. doi: 10.1016/j.scitotenv.2024.171793.

[3] Chen, Q. *et al.* (2024). Placental and fetal enrichment of microplastics from disposable paper cups: implications for metabolic and reproductive health during pregnancy. Journal of Hazardous Materials 478. doi: 10.1016/j.jhazmat.2024.135527.

[4] Corcoran, P.L.; Jazvac, K.; Ballent, A. (2018). Plastics and the Anthropocene. Encyclopedia of the Anthropocene 1-5, pp. 163-170. doi: 10.1016/B978-0-12-809665-9.10000-X.

[5] Dalmau-Soler, J.; Ballesteros-Cano, R.; Boleda, R.; Paraira, M.; Ferrer, N.; Lacorte, S. [sin fecha]. Microplastics from headwaters to tap water: occurrence and removal in a drinking water treatment plant in Barcelona Metropolitan area (Catalonia, NE Spain). Disponible en: https://doi.org/10.1007/s11356-021-13220-1.

[6] Dronjak, L. *et al.* (2022). Screening of microplastics in water and sludge lines of a drinking water treatment plant in Catalonia, Spain. Water Research 225. doi: 10.1016/j.watres.2022.119185.

[7] Edo, C.; González-Pleiter, M.; Leganés, F.; Fernández-Piñas, F.; Rosal, R. (2020). Fate of microplastics in wastewater treatment plants and their environmental dispersion with effluent and sludge. Environmental Pollution 259. doi: 10.1016/j.envpol.2019.113837.

[8] Franco, A.A.; Arellano, J.M.; Albendín, G.; Rodríguez-Barroso, R.; Quiroga, J.M.; Coello, M.D. (2021). Microplastic pollution in wastewater treatment plants in the city of Cádiz: Abundance, removal efficiency and presence in receiving water body. Science of the Total Environment 776. doi: 10.1016/j.scitotenv.2021.145795.

[9] Franco, A.A.; Arellano, J.M.; Albendín, G.; Rodríguez-Barroso, R.; Zahedi, S.; Quiroga, J.M.; Coello, M.D. (2020). Mapping microplastics in

Cadiz (Spain): Occurrence of microplastics in municipal and industrial wastewaters. Journal of Water Process Engineering 38. doi: 10.1016/j.jwpe.2020.101596.

[10] Frias, J.P.G.L.; Nash, R. (2019). Microplastics: Finding a consensus on the definition. Marine Pollution Bulletin 138, pp. 145-147. doi: 10.1016/j.marpolbul.2018.11.022.

[11] UNEP (2021). From pollution to solution a global assessment of marine litter and plastic pollution. Disponible en: https://www.unep.org/.

[12] Geyer, R.; Jambeck, J.R.; Law, K.L. (2017). Production, use, and fate of all plastics ever made. Disponible en: https://www.science.org.

[13] Guo, X. et al. (2024). Discovery and analysis of microplastics in human bone marrow. Journal of Hazardous Materials 477. doi: 10.1016/j.jhazmat.2024.135266.

[14] Jenner, L.C.; Rotchell, J.M.; Bennett, R.T.; Cowen, M.; Tentzeris, V.; Sadofsky, L.R. (2022). Detection of microplastics in human lung tissue using μFTIR spectroscopy. Science of the Total Environment 831. doi: 10.1016/j.scitotenv.2022.154907.

[15] Liang, J. et al. (2024). Unraveling the threat: Microplastics and nano-plastics' impact on reproductive viability across ecosystems. Science of the Total Environment 913. doi: 10.1016/j.scitotenv.2023.169525.

[16] Masura, J.; Baker, J.; Foster, G.; Arthur, C. (2015). Laboratory Methods for the Analysis of Microplastics in the Marine Environment: Recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments.

[17] WHO (2019). Microplastics in drinking-water. 2019. World Health Organization, disponible en: https://www.who.int/publications/i/item/9789241516198 [acceso: 12 febrero 2025].

[18] Mintenig, S.M.; Löder, M.G.J.; Primpke, S.; Gerdts, G. (2019a). Low numbers of microplastics detected in drinking water from ground water sources. Science of the Total Environment 648, pp. 631-635. doi: 10.1016/j.scitotenv.2018.08.178.

[19] Mintenig, S.M.; Löder, M.G.J.; Primpke, S.; Gerdts, G. (2019b). Low numbers of microplastics detected in drinking water from ground water sources. Science of the Total Environment 648, pp. 631-635. doi: 10.1016/j.scitotenv.2018.08.178.

[20] Monteleone, A.; Schary, W.; Fath, A.; Wenzel, F. (2019). Validation of an extraction method for microplastics from human materials. Clinical hemorheology and microcirculation 73(1), pp. 203-217. doi: 10.3233/CH-199209.

[21] Moore, C.J. (2008). Synthetic polymers in the marine environment: A rapidly increasing, long-term threat. Environmental Research 108(2), pp. 131-139. doi: 10.1016/j.envres.2008.07.025.

[22] Pivokonsky, M.; Cermakova, L.; Novotna, K.; Peer, P.; Cajthaml, T.; Janda, V. (2018). Occurrence of microplastics in raw and treated drinking water. Science of the Total Environment 643, pp. 1644-1651. doi: 10.1016/j.scitotenv.2018.08.102.

[23] Ramaremisa, G.; Tutu, H.; Saad, D. (2024). Detection and characterisation of microplastics in tap water from Gauteng, South Africa. Chemosphere 356. doi: 10.1016/j.chemosphere.2024.141903.

[24] Sakali, A. et al. (2021). A new protocol to assess the microplastics in sewage sludge. Journal of Water Process Engineering 44. doi: 10.1016/j.jwpe.2021.102344.

[25] Sakali, A.; Coello, D.; Brigui, J.; Albendín, G.; Arellano, J.; Quiroga, J.M.; Rodríguez-Barroso, R. (2022). Annual estimates of microplastics in municipal sludge treatment plants in southern Spain. Journal of Water Process Engineering 49. doi: 10.1016/j.jwpe.2022.102956.

[26] Sakali, A.; Egea-Corbacho, A.; Coello, D.; Albendín, G.; Arellano, J.; Rodríguez-Barroso, R. (2024). Analysis of microplastics in the reuse of compost in three agricultural sites (Cádiz, Spain) as a circular economy strategy: detection of micropollutants and incidence of plastic ingestion levels by annelids. Environmental Science and Pollution Research. doi: 10.1007/s11356-024-34615-w.

[27] Semmouri, I.; Vercauteren, M.; Van Acker, E.; Pequeur, E.; Asselman, J.; Janssen, C. (2022). Presence of microplastics in drinking water from different freshwater sources in Flanders (Belgium), an urbanized region in Europe. International Journal of Food Contamination 9(1). doi: 10.1186/s40550-022-00091-8.

[28] Shen, M. et al. (2020). Removal of microplastics via drinking water treatment: Current knowledge and future directions. Chemosphere 251. doi: 10.1016/j.chemosphere.2020.126612.

[29] Trevisan, R.; Chelazzi, D.; Coon, S.; Barbier, J.S.; Dris, R. [sin fecha]. Microplastic occurrence after conventional and nanofiltration processes at drinking water treatment plants: Preliminary results.

[30] Yang, X.; Xu, X;, Zhou, Y.; Yao, Y.; Shen, C.; Liu, J. (2023). Longitudinal and vertical distribution of microplastics in various pipe scales in an operating drinking water distribution system. Journal of Hazardous Materials 459. doi: 10.1016/j.jhazmat.2023.132108.

[31] Comisión Europea (2024). Boletín Oficial del Estado. Available at: https://www.boe.es/doue/2024/1441/L00001-00007.pdf (último acceso: 2024).

[32] Rodríguez-Barroso, R.; Cruceira, A.; Coello Oviedo, M.D.; Quiroga alonso, J.M.; Egea-Corbaho Lopera, A. (2025). Microplastics in drinking water. Efficiency of treatment and distribution of a drinking water distribution cycle. Cleaner Engineering and Technology, 100972. https://doi.org/10.1016/j.clet.2025.100972.

Normas de publicación para autores

Estimado Colaborador:

Para facilitar la publicación de los artículos técnicos (o procesos y sistemas) en nuestra revista TECNOAQUA se han elaborado unas breves normas de forma y contenidos para sus autores.

RECOMENDACIONES A LOS AUTORES DE ARTÍCULOS

1. Los artículos deben ser inéditos, nuestra política editorial requiere exclusividad para publicarlos. No obstante, si tuviera interés en publicarlos en otro medio a posteriori, dicho medio deberá pedirnos autorización.

2. Deberán figurar el nombre y dos apellidos del autor o autores, su titulación y/o cargo en la entidad a la que pertenezcan, dirección completa, teléfono de contacto, fax, e-mail y web.

3. El título no debe sobrepasar las 20 palabras, con su traducción al inglés. (La traducción no es necesaria en caso de procesos y sistemas).

4. Se debe incluir un breve resumen del artículo de unas 100 palabras, junto a 5-8 palabras clave, y la traducción de todo ello al inglés (Todo este punto debe obviarse en el caso de procesos y sistemas).

5. El texto seguirá una línea de explicación coherente y progresiva, contando de partes con títulos y subtítulos numerados, que habitualmente empiezan con una introducción al tema (número 1), para pasar a su estudio de planteamientos, resultados, discusión.....- número 2, 3, 4, 4.1, 4.2...), terminando con las conclusiones y, si los hubiera, los agradecimientos (punto final). Por último, se añade la bibliografía (numerada dentro de corchetes [1], [2]...).

6. El artículo se redactará evitando el lenguaje académico o excesivamente denso, sin por ello dejar de mantener un rigor conceptual, explicando cuando convenga aquellos términos o conceptos de uso poco habitual.

7. Preferentemente se utilizarán frases y párrafos cortos. Debe evitarse la inclusión de notas a pie de página, incorporándolas dentro del texto.

8. Se cuidará la correcta expresión de las unidades, símbolos y abreviaciones.

9. El texto tendrá una extensión de unas 5-8 hojas, formato DIN A4 a espacio simple. Tipo de letra preferente: Times New Roman, 12.

10. Se incluirán gráficos, esquemas o fotografías en color para facilitar la comprensión del texto, todos ellos bajo el epígrafe de Figura, indicándose su ubicación en el texto escrito. Cada figura llevará su número y pie explicativo. Todas las figuras deben tener la suficiente calidad gráfica para su reproducción (300 píxeles por pulgada) y deben enviarse por separado. (Es aconsejable añadirlas en el texto escrito en baja calidad para, al menos, conocer su ubicación).

11. Las fotografías y dibujos deben tener un mínimo de 300 píxeles de resolución, tamaño 13x8 cm (mínimo), y en formato jpg, tiff o bmp, preferentemente.

12. El artículo se dirigirá al coordinador editorial de la revista TECNOAQUA, vía e-mail a: tecnoaqua@infoedita.net

13. Una vez recibido el artículo, la dirección de la revista estudiará su contenido. En caso de aceptación se indicará la fecha aproximada de publicación, que depende del tema del artículo y su relación con el contenido de cada número de la revista, así como del orden de artículos recibidos con anterioridad.

14. Una vez publicado el artículo, la revista envía un ejemplar de cortesía a cada autor firmante. A solicitud del interesado se puede enviar una carta o fax donde se especifique la aceptación del mismo antes de su publicación.