

Identificación de microplásticos en efluentes y afluentes de humedales construidos de flujo subsuperficial horizontal

Flor Idalia Tirado Aguilar ^{1*}, Humberto Raymundo González Moreno ¹ y Carolina Peña Montes ²

¹ Laboratorio de Microplásticos, División de Estudios de Posgrado e Investigación, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Misantla, Veracruz, Km 1.8 Carretera a Loma del Cojolite, Misantla 93821, Veracruz, México.

² Unidad de Investigación y Desarrollo en Alimentos, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Veracruz, MA de Quevedo 2779, Veracruz 91897, México

* Autor de correspondencia: floridaliatirado1608@gmail.com; Tel.: (235)1034997

Desarrollo Sustentable (Humedales naturales y construidos)

Recibido: Aceptado: Publicado:
DOI: <https://doi.org/10.56845/terys.v5i1.639>

Resumen: Los microplásticos (MP) se han popularizado debido a su presencia en todos los entornos y ha sido definido como un contaminante nocivo, biomagnificador y bioacumulador; se ha reportado la presencia de MP en aguas residuales domésticas, mismas que se utilizan para el riego de cultivos agrícolas. El transporte, almacenamiento y destino final de los MP aún se desconocen. Los MP en aguas residuales son un problema poco conocido, más aún cuando se integran a la cadena alimenticia. El objetivo de este estudio es identificar la presencia de MP en Agua Residual Doméstica tratada mediante Humedales Construidos de Flujo Subsoperficial Horizontal con plantas ornamentales (*Hippeastrum hybridum hort* y *Heliconia bihai marginata*) mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y caracterización visual. La presencia de MP se identificó mediante análisis FTIR, la caracterización visual mediante la metodología de Peralta-Peláez (2023) y la clasificación de MP se realizó mediante la metodología de Crawford (2017). Las muestras analizadas mediante FTIR mostraron que este tipo de tratamiento de aguas residuales domésticas mediante Humedales Construidos puede retener los siguientes tipos de polímeros: PP, PS, PT y PTFE. Sin embargo, estas muestras de agua tratada aún contenían polímeros de PU, EVA, PA, PET y PMMA, lo que sugiere que estos polímeros se desplazan a través del flujo de aguas residuales entre el sustrato y las raíces de las plantas. Es probable que este transporte se vea influenciado por el tamaño de las partículas, el tipo de flujo en el sistema de Humedales. En las muestras de agua residual doméstica tratada, se detectaron 11 fibras y 6 fragmentos de MP por cada 500 ml de agua. Si bien no se cuantificó la eficiencia de eliminación y/o retención, estos hallazgos sugieren que el sistema de HC de flujo subsuperficial horizontal condicionado con plantas ornamentales tienen el potencial de retener MP.

Palabras clave: Microplásticos, Humedales Construidos, Aguas residuales domésticas

Identification of microplastics in effluents and influents of horizontal subsurface flow constructed wetlands

Abstract: Microplastics (MPs) have become widespread due to their presence in all environments and have been defined as harmful, biomagnifying, and bioaccumulative contaminants. The presence of MPs has been reported in domestic wastewater, which is often reused for irrigation of agricultural crops. However, the transport, storage, and final fate of MPs remain poorly understood. MPs in wastewater represent an underexplored environmental problem, particularly when they enter the food chain. The objective of this study is to identify the presence of MPs in domestic wastewater treated by horizontal subsurface flow constructed wetlands planted with ornamental species (*Hippeastrum hybridum hort* and *Heliconia bihai marginata*), using Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) and visual characterization. The presence of MPs was identified through FTIR analysis, visual characterization was conducted following the methodology proposed by Peralta-Peláez (2023), and MP classification was performed according to the methodology of Crawford (2017). FTIR analysis of the samples showed that this type of domestic wastewater treatment using constructed wetlands can retain the following polymer types: PP, PS, PT, and PTFE. However, the treated water samples still contained polymers such as PU, EVA, PA, PET, and PMMA, suggesting that these polymers are transported through the wastewater flow between the substrate and plant roots. This transport is likely influenced by particle size and the type of flow within the constructed wetland system. In the treated domestic wastewater samples, 11 fibers and 6 MP fragments were detected per 500 mL of water. Although removal and/or retention efficiency was not quantified, these findings suggest that horizontal subsurface flow constructed wetlands conditioned with ornamental plants have the potential to retain MPs.

Keywords: Microplastics, Constructed Wetlands, Domestic Wastewater

Introducción

Los MP se suman a una serie de problemas existentes que atacan y afectan a los ecosistemas y a la salud humana/animal, es considerado como un contaminante emergente ubicuo (Al-Azzawi *et al.*, 2020), nocivo,

biomagnificador y bioacumulador (Andrady, 2022) que puede ocasionar daño en el ADN, daño celular e inflamación (Vethaak *et al.*, 2021) atribuyendo estas características a sus diversas formas (películas, fibras, fragmentos y esferas) y composiciones (poliestireno (PE), polietileno (PE), polipropileno (PP), tereftalato de polietileno (PET), cloruro de polivinilo (PVC), poliamida (PA) y acrílicos) (Castañeta *et al.*, 2020), mayormente estudiados en la fauna acuática (Mansoor *et al.*, 2023), reportado también, como responsable de afectar la estructura del suelo, su porosidad y capacidad de retención de agua (Bläsing & Amelung, 2018), además de su presencia en aguas residuales, aunado a esto, el transporte de los MP en suelos y aguas subterráneas, su migración y destino aún se desconoce (Zhang *et al.*, 2022); estos hechos conllevan a suponer su integración y presencia en los cultivos agrícolas como consecuencia de las prácticas comunes en la agricultura y la irrigación de los cultivos con aguas residuales domésticas sin tratar, una situación frecuente en México, donde el 85% de los cultivos reciben este tipo de riego (Mendoza *et al.*, 2021).

Esto ha llevado a algunos investigadores a intentar eliminar los MP de las aguas residuales mediante plantas de tratamiento tradicionales (PTAR), pero los MP permanecen intactos en el agua después del tratamiento, debido a que originalmente no fueron diseñadas para ese propósito (Muños *et al.*, 2014). Otros trabajos de investigación se han centrado en soluciones basadas en la naturaleza, como los Humedales Construidos (HC), que han demostrado ser útiles para limpiar aguas residuales industriales y domésticas, incluso aguas residuales de mataderos (Rivera *et al.*, al 2023). Dadas sus características de eliminación (físicas, químicas y biológicas), los HC se consideraron una posible alternativa para eliminar con éxito los MP. Recientemente se informó que los HC de flujo subsuperficial retienen MP, con una eficiencia de hasta 98,13% (Chen *et al.*, 2021), sin embargo, algunos estudios los colocan como tratamiento secundario o terciario (García *et al.*, 2023; Komorowska, *et al.*, 2024). El tipo de flujo utilizado con mayor frecuencia es el subsuperficial horizontal (Nani *et al.*, 2024), y también se ha destacado que, la adecuación de las plantas ornamentales en los sistemas de humedales es un elemento clave en la eficiencia de eliminación de contaminantes comunes en aguas residuales, bajo este contexto, el objetivo de este estudio fue identificar la presencia de MP en Agua Residual Doméstica tratada mediante Humedales Construidos de Flujo Subsuperficial Horizontal con plantas ornamentales (*Hippeastrum hybridum hort* y *Heliconia bihai marginata*) mediante FTIR y caracterización visual.

Materiales y Métodos

En esta sección se describen por etapas los materiales y métodos empleados para el estudio:

Etapas 1. Instalación del sistema de humedal construido de flujo subsuperficial horizontal

El sistema de humedales está compuesto por ocho celdas horizontales de flujo subsuperficial en cajas de plástico con un volumen útil de 68 L (dimensiones: largo 41 cm, ancho 59 cm y alto 41 cm), rellenas con sustrato de roca de tezontle rojo de 8 mm de diámetro y aproximadamente 40% de porosidad, previamente tamizadas, se adaptaron con dos tipos diferentes de plantas ornamentales, *Hippeastrum hybridum hort* y *Heliconia bihai marginata*, además de acondicionar celdas de policultivo y control (sin plantar); el tiempo de retención hidráulica fue de 5 días. Este sistema se alimenta mediante un mecanismo de tuberías acoplado a un contenedor de 100 L, que se llena semanalmente con aguas residuales domésticas, provenientes del alcantarillado que corre a 15 m del área experimental. El sistema de humedales está compuesto por dos celdas sembradas con *Hippeastrum hybridum hort*, dos celdas con *Heliconia bihai marginata*, dos con policultivo y dos celdas control, y cabe mencionar que, debe pasar por un período de adaptación (un mes), el cual es esencial para asegurar que la planta ornamental se adapte a su nuevo ecosistema.

Etapas 2. Análisis mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Para su identificación química, se aplicó la técnica de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), se utilizó un espectrofotómetro equipado con un módulo Perkin Elmer ATR con un cristal de diamante y un área de muestreo de 1,5 mm en una ventana óptica de 400 a 3500 cm^{-1} para identificar el o los tipos de polímeros (Käppler *et al.*, 2016). Sin embargo, previamente se necesitó realizar un pretratamiento para cada muestra de agua, el pretratamiento con llevó los siguientes pasos:




1. Muestreo: Se utilizó un recipiente de vidrio estéril de 500 ml con tapa metálica.

2. Digestión de la materia orgánica: utilizando hidróxido de potasio y un termoagitador durante 24 h a una temperatura de 50 °C, se logró la digestión de la materia orgánica de cada muestra de agua.
3. Sedimentación: cuarenta y ocho horas después de la digestión de la materia orgánica, las muestras fueron transferidas a tubos de ensayo de vidrio de 60 ml con tapa, utilizando una pipeta de vidrio previamente marcada con una etiqueta de identificación.

Etapa 3. Caracterización visual

Se necesitó contar con los siguientes equipos y consumibles para llevar a cabo la metodología de filtración de las muestras de agua de los HC y Agua Residual Doméstica:

Tabla 1. Enlistado de equipos y combustibles necesarios para la implementación de la metodología de filtración

Equipos/consumibles	Descripción
<p>Suministros de filtración</p> <ul style="list-style-type: none"> • Portafiltros Swinnex Filter Holder de 47mm • Filtros de celulosa o fibra de vidrio de 47mm • Pinzas de punta fina • Vaso de precipitados • Jeringas de 60 ml • Placa de Petri • Microscopio óptico • Estereoscopio 	<p>Todo material debe ser y/o estar esterilizado</p> 
<p>Proceso de filtración</p> <ul style="list-style-type: none"> • Muestras de agua en recipientes de 500 mL previamente marcadas para su identificación 	<p>La muestra se vierte en un vaso de precipitado, el filtro se coloca en el portafiltros y el portafiltros se coloca en el recipiente de muestra; para suministrar la muestra de agua con la ayuda de la jeringa, se retira el filtro con las pinzas y se coloca en una placa de Petri y se marca para su identificación</p> 
<p>Proceso de secado</p> <ul style="list-style-type: none"> • Área seca a temperatura ambiente (26-35°C) 	<p>El tiempo de secado del filtro es de 24 h.</p> 
<p>Proceso de visualización</p> <ul style="list-style-type: none"> • El microscopio y estereoscópico deben estar a una altura promedio para mayor comodidad del investigador 	<p>El filtro se visualiza mediante un microscopio óptico y un microscopio estereoscópico modelo VE S-1, marca VELAB, con diferentes objetivos de lente (aumentos, 2× y 4×).</p>

Resultados y Discusión

El sistema de humedales

Para fines prácticos y metodológicos de acuerdo con la Norma Mexicana NMX-AA-003-1980, Aguas residuales-Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980. La toma de muestra de aguas residuales tratadas fueron recolectadas 12 hrs antes de su transporte al laboratorio.

Análisis de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Para cada tipo de agua analizada (a = aguas residuales domésticas, b = aguas residuales domésticas tratadas mediante Humedales Construidos), los resultados se muestran en gráficos (Figura 1). Los rangos se interpretaron con base en los hallazgos de la literatura (Käppler *et al.*, 2016).

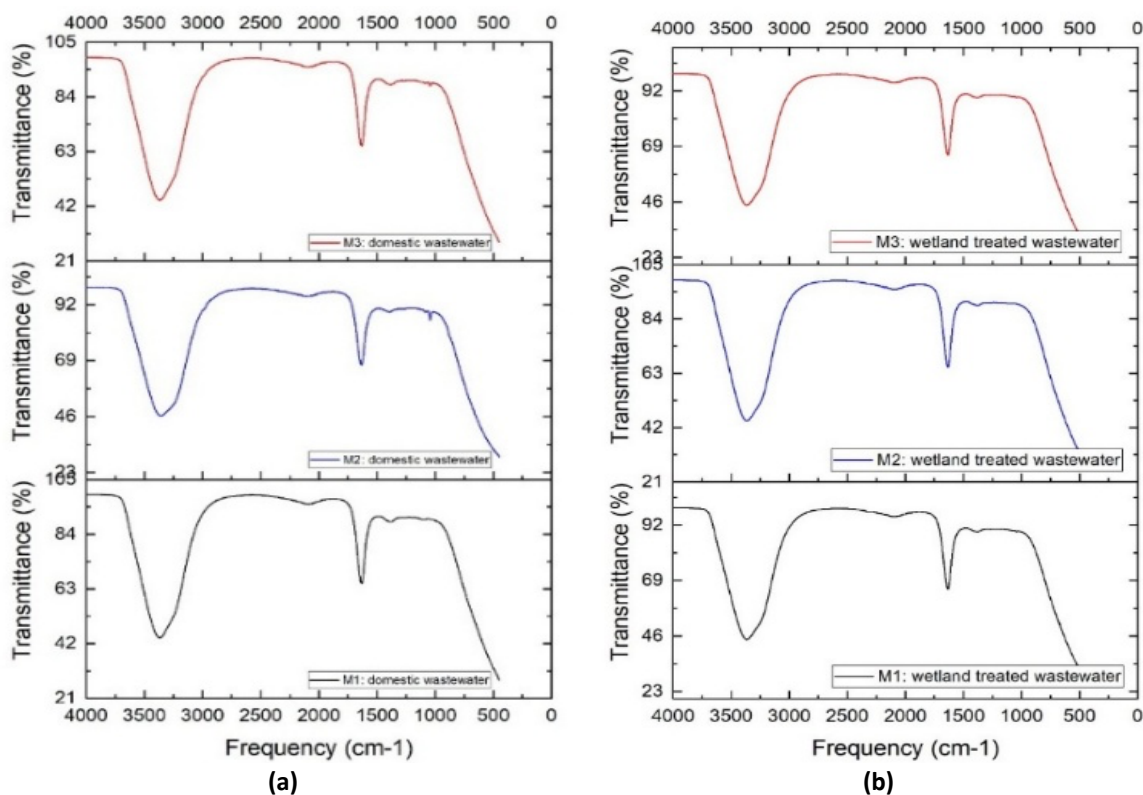


Figura 1. Análisis espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FIR)

La tabla 2 describe los picos prominentes en los rangos de polímeros reportados. En el análisis de las tres muestras de agua residual doméstica y tres muestras de agua residual tratada por HC (a: M1, M2 y M3; b: M1, M2 y M3), los resultados del FTIR permitió la identificación de polímeros en las seis muestras.

Tabla 2. Rangos del análisis FTIR

(a) Aguas residuales domésticas		
Muestra N°	Rango	Polímero
M1	1633	PU, EVA, PA, PET y PMMA
	1400–1480	PP, PS, PET y PA
M2	1634	PU, EVA, PA, PET y PMMA
	1044	PTFE
M3	1634	PU, EVA, PA, PET y PMMA

Tabla 2 (Continuación). Rangos del análisis FTIR

(b) Aguas residuales domésticas tratadas en humedales construidos		
Muestra N°	Rango	Polímero
M1	1633	PU, EVA, PA, PET y PMMA
M2	1633	PU, EVA, PA, PET y PMMA
M3	1633	PU, EVA, PA, PET y PMMA

Caracterización visual

Según la clasificación de Crawford *et al.* 2017 y de acuerdo con la metodología para la caracterización visual de Peralta-Peláez, 2023, clasificamos nuestros hallazgos como se describe en la Tabla 3. Los MP se clasificaron por color y forma. El total de partículas microplásticas en forma de fibra alcanzó una concentración de 11 partículas por medio litro de agua (500 ml) y la de partículas microplásticas en forma de fragmentos fue de 6 por medio litro de agua.

Tabla 3. Clasificación de Microplásticos

Muestra	Cantidad	Color	Forma
Aguas residuales domésticas	1	Púrpura	Fibra
Aguas residuales domésticas	2	Rojo	Fibra
Aguas residuales domésticas	5	Azul cielo	Fragmento
Aguas residuales domésticas	11	Azul marino	Fibra
Aguas residuales domésticas	6	Transparente	Fragmento
Aguas residuales domésticas	2	Blanco	Fragmento
Celda 8	1	Azul cielo	Fragmento
Celda 8	2	Rojo	Fragmento
Celda 7	2	Azul marino	Fragmento
Celda 6	0	NE	NE
Celda 5	0	NE	NE
Celda 4	0	NE	NE
Celda 3	1	Azul marino	Fibra
Celda 2	0	NE	NE
Celda 1	1	Azul marino	Fibra

Las imágenes de la Figura 2 son de los filtros agua tratada de cada una de las celdas de los Humedales Construidos, tanto de las aguas residuales domésticas sin tratar.

Conclusiones

Las muestras analizadas por espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) mostraron que este tipo de tratamiento de aguas residuales domésticas puede eliminar o retener los siguientes tipos de polímeros: polipropileno (PP), Poliestireno (PS), Politetrafluoroetileno (PTFE). Sin embargo, estas muestras de agua tratada todavía contenían polímeros de Poliuretano (PU), Etileno Acetato de Vinilo (EVA), poliamida (PA), polietileno (PE), y Polimetilmetacrilato (PMMA), lo que sugiere que estos polímeros se mueven a través del flujo de aguas residuales entre el sustrato y las raíces de las plantas ornamentales. Es probable que este transporte esté influenciado por el tamaño de las partículas, y el tipo de flujo subsuperficial horizontal en el sistema de humedales.

En este estudio se identificó que el sistema de humedales construidos de flujo subsuperficial retiene partículas microplásticas, de acuerdo con la caracterización visual, en cuatro de ellas no se visualizaron microplásticos (2, 4, 5 y 6), sin embargo, las celdas 1 y 3 (*Hippeastrum hybridum hort*, *Heliconia bihai marginata* respectivamente) encontraron

microplásticos en forma de fibras azules. En las celda 7 y 8 (sin plantas) se observaron fibras microplásticas rojas y azules.

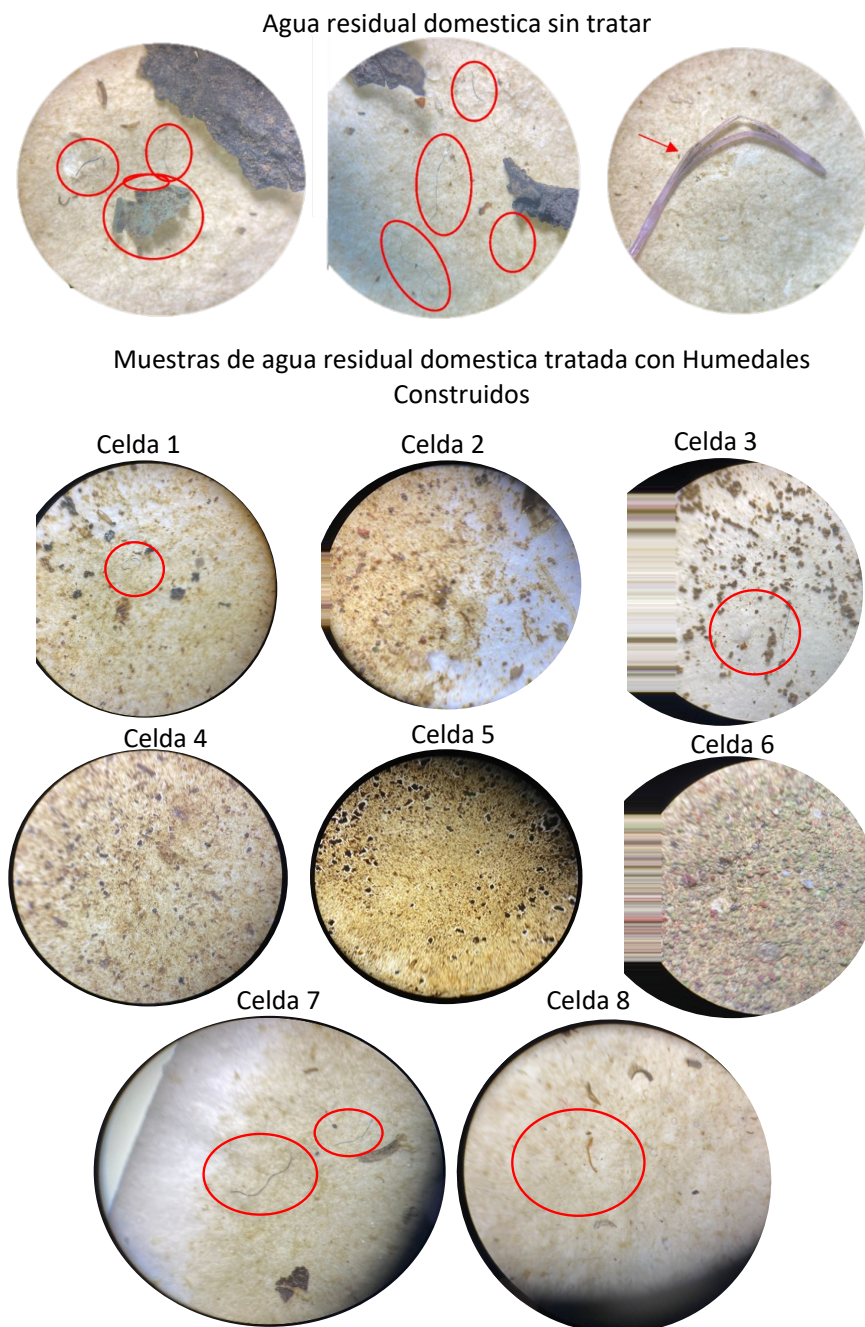


Figura 2. Identificación visual de Microplásticos

En las muestras de agua tratada, se detectaron 11 fibras y 6 fragmentos de microplásticos por cada 500 ml de agua. Si bien no se cuantificó la eficiencia de eliminación, estos hallazgos sugieren que los Humedales Construidos de flujo subsuperficial horizontal con plantas ornamentales tienen el potencial de retener microplásticos en sistemas descentralizados de tratamiento de aguas residuales.

Al identificar los MPs en las aguas residuales domésticas, las aguas residuales domésticas tratadas con humedales construidos utilizando FTIR y la caracterización visual a través de los filtros analizados, este estudio contribuye a la investigación que posiciona a los humedales construidos como ecotecnologías eficientes para la remoción y/o eliminación de MP.

Agradecimientos y financiamiento: Agradecemos a la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI).

Bibliografía

- Al-Azzawi, M. S. M., Kefer, S., Weißer, J., Reichel, J., Schwaller, C., Glas, K., Knoop, O., & Drewes, J. E. (2020). Validation of sampling-preparation methods for microplastics analysis in wastewater matrices: Reproducibility and standardization. *Water*, *12*, 2445. <https://doi.org/10.3390/w12092445>
- Andrady, A. L. (2017). Plastic in microplastics: A review. *Marine Pollution Bulletin*, *119*, 12–22. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.01.082>
- Dick Vethaak, A., & Legler, J. (2021). Microplastics and human health: A need to bridge the gap for risk assessment. *Science*, *371*, 672–674. <https://doi.org/10.1126/science.abe5041>
- Castañeta, G., Gutiérrez, A. F., Nacaratte, F., & Manzano, C. A. (2020). Microplásticos: Un contaminante creciente en todos los entornos ambientales, sus características y posibles riesgos para la salud pública por exposición. *Revista Boliviana de Química*, *37*, 160–175. <https://www.redalyc.org/journal/4263/426365043004/426365043004.pdf>
- Arshad, N., Alam, M. M., Su'ud, M. B. M., Imran, S., Siddiqui, T., Saleem, K., Bashir, A., & Batool, A. (2023). Microplastics contamination in surface waters and commercially valuable fish along the coast of Karachi, Pakistan. *Regional Studies in Marine Science*, *62*, 102955. <https://doi.org/10.1016/j.rsma.2023.102955>
- Bläsing, M., & Amelung, W. (2018). Plastics in soil: Analytical methods and possible sources. *Science of the Total Environment*, *612*, 422–435. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.08.086>
- Zhang, Y., Kang, S., Allen, S., Allen, D., Gao, T., & Sillanpää, M. (2020). Atmospheric microplastics: A review on current status and perspectives. *Journal of Earth Science Reviews*, *203*, 103118. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2020.103118>
- Mendoza-Retana, S. S., Cervantes-Vázquez, M. G., Valenzuela-García, A. A., Guzmán-Silos, T. L., Orona-Castillo, I., & Cervantes-Vázquez, T. J. Á. (2021). Potential use of wastewater in agriculture. *Revista Mexicana de Ciencias Agropecuarias*, *12*(1), 115–126. <https://doi.org/10.29312/remexca.v12i1.2789>
- Chen, Y., Li, T., Hu, H., Ao, H., Xiong, X., Shi, H., & Wu, C. (2021). Transport and fate of microplastics in constructed wetlands: A microscopic study. *Journal of Hazardous Materials*, *415*, 125615. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.125615>
- García-Ávila, F., Avilés-Añazco, A., Cabello-Torres, R., Guanuchi-Quito, A., Cadmé-Galabay, M., Gutiérrez-Ortega, H., Álvarez-Ochoa, R., & Zhindón-Arévalo, C. (2023). Application of ornamental plants in constructed wetlands for wastewater treatment: A scientometric analysis. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, *7*, 100307. <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2023.100307>
- Komorowska-Kaufman, M., & Marciniak, W. (2024). Removal of microplastic particles during municipal wastewater treatment: A current review. *Desalination and Water Treatment*, *317*, 100006. <https://doi.org/10.1016/j.dwt.2024.100006>
- Nani, G., Sandoval-Herazo, M., Martínez-Reséndiz, G., Marín-Peña, O., Zurita, F., & Sandoval-Herazo, L. C. (2024). Influence of bed depth on the growth of tropical ornamental plants in subsurface flow constructed wetlands for municipal wastewater treatment: A pilot case. *Plants*, *13*, 1958. <https://doi.org/10.3390/plants13141958>
- Käppler, A., Fischer, D., Oberbeckmann, S., Schernewski, G., Labrenz, M., Eichhorn, K.-J., & Voit, B. (2016). Environmental microplastics analysis by vibrational microspectroscopy: FTIR, Raman, or both? *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, *408*, 8377–8391. <https://doi.org/10.1007/s00216-016-9956-3>
- Sandoval-Herazo, L., Alvarado-Lassman, A., Marín-Muñiz, J., Méndez-Contreras, J., & Zamora-Castro, S. A. (2018). Effects of the use of ornamental plants and different substrates in the removal of wastewater pollutants through microcosms of constructed wetlands. *Sustainability*, *10*, 1594. <https://doi.org/10.3390/su10051594>
- Crawford, C. B., & Quinn, B. (2017). *Microplastic Pollutants*. Elsevier Science: Amsterdam, Países Bajos. <https://doi.org/10.1016/C2015-0-04315-5>