



UPPSALA
UNIVERSITET

UPTEC W23028

Examensarbete 30 hp

augusti 2023

Extrahering av mikroplaster ur avloppsslam

En jämförande studie

Karolin Weman



UPPSALA
UNIVERSITET

Extraction of microplastics from sewage sludge, a comparative study

Karolin Weman

Abstract

Today's intensive use of plastic generates microplastics that are spread in various ways in our environment and induce risks to natural systems worldwide. Microplastic mainly originates from households, industries and landfills, and often travels with wastewater or, to some extent, stormwater to waste water treatment plants. During the treatment, a large part of the microplastics leaves the water body and accumulates in the formed sludge. Sludge consists of organic material and nutrients, and is often considered a resource rather than waste. About 50 % of the sludge produced in European waste water treatment plants is used as fertilizer in agriculture. This means that sludge is potentially spreading large amounts of microplastics to the environment.

Today, the knowledge about microplastics in sludge is limited and a standardized method for extracting microplastics from sludge is missing, which limits the possibility of seeing the magnitude of the problem. This project aims to contribute to designing such a method, and investigate the presence of microplastics in sludge from the Ekeby treatment plant in Eskilstuna and the Käppalaverket on Lidingö outside of Stockholm by using two different methods. Both methods combine oxidative degradation using Fenton's reagent with density separation to separate microplastics from organic and inorganic material. The difference between the methods is that one contains an extra oxidizing moment that the other one is missing. The report examines whether the extra oxidizing element made any difference to the extraction of microplastics from sludge and whether the presence of microplastics differentiates between sludge from the two different treatment plants.

The results show that there is a difference between the results of the two extraction methods, and also some difference between the presence of microplastics in the different sludges. The report discusses whether the difference between the results from the two different methods is due to the extra oxidizing moment, or other additional effects. Regarding the presence of microplastics in sludge from the various treatment plants, there is a quantitative difference, and to some extent also a qualitative difference.

Keywords: microplastic, MP, sewage sludge, sludge, extraction methods

Department of Earth Sciences, Uppsala University

Villavägen 16, SE-752 36 Uppsala.

ISSN 1401–5765

Teknisk-naturvetenskapliga fakulteten

Uppsala universitet, Utgivningsort Uppsala

Handledare: Gabriella Rullander Ämnesgranskare: Sahar Dahlameh

Examinator: Johan Arnqvist

Referat

Extrahering av mikroplaster ur avloppsslam, en jämförande studie

Karolin Weman

Dagens intensiva användning av plast genererar mikroplaster som på olika sätt sprids ut i vår omgivning och medför risker för naturliga system världen över. Dessa mikroplaster härrör från bland annat hushåll, industrier och deponier, och färdas ofta med avloppsvatten och i viss utsträckning dagvatten till reningsverk. Där renas vattnet och en stor del av mikroplasterna ansamlas i det slam som bildas i samband med vattenreningen. Slammet består till stora delar av organiskt material och näring, och betraktas ofta som en resurs snarare än avfall. Cirka 50 % av det slam som bildas i europeiska reningsverk används som gödningsmedel inom jordbruk. Det innebär att slamgivor potentiellt är källor för spridning av stora mängder mikroplast.

Idag är kunskapen om mikroplaster i slam relativt liten och en standardiserad metod för extrahering av mikroplaster ur slam saknas, vilket begränsar möjligheten att se problemets magnitud. Detta examensarbete strävar efter att bidra till utformandet av en sådan metod, och undersöker förekomsten av mikroplaster i slam från Ekeby reningsverk i Eskilstuna och Käppalaverket på Lidingö utanför Stockholm med hjälp av två olika metoder. De båda metoderna kombinerar oxidativ nedbrytning med hjälp av fenton-reagens med densitetsseparering för att skilja mikroplaster från organiskt och inorganiskt material. Skillnaden mellan de olika metoderna är att den ena innehåller ett oxiderande moment och den andra två. Rapporten behandlar huruvida det extra oxiderande momentet har någon betydande skillnad för utvinningen av mikroplaster ur slam samt om förekomsten av mikroplaster skiljer sig åt mellan slam från de två olika reningsverken.

Resultaten visar på att det finns en skillnad mellan resultaten av de två extraheringsmetoderna samt viss skillnad mellan förekomsten av mikroplaster i de olika slammen. I rapporten diskuteras huruvida skillnaden mellan utfallen från de två olika metoderna beror på det extra oxiderande momentet, eller andra tillkommande effekter. Vad gäller mikroplasters förekomst i slam från de olika reningsverken fastslås att de skiljer sig åt kvantitativt, och i viss mån även kvalitativt.

Nyckelord: *mikroplast, MP, avloppsslam, slam, extraheringsmetoder*

Institutionen för Geovetenskaper, Uppsala Universitet
Villavägen 16, SE-752 36 Uppsala. ISSN 1401–5765

Förord

Detta examensarbete omfattar 30 hp inom Civilingenjörsprogrammet i miljö- och vattentechnik vid Uppsala Universitet och Sveriges Lantbruksuniversitet. Arbetet har utförts på Institutionen för Geovetenskaper vid Uppsala Universitet.

Jag vill tacka min handledare Gabriella Rullander, doktorand vid Institutionen för Geovetenskaper, Uppsala Universitet, för att hon under hela projektet kommit med kloka tankar, idéer och uppmuntrande ord som varit mycket betydelsefulla för projektets utveckling. Jag vill också tacka min ämnesgranskare Sahar Dalahmeh, forskare vid Institutionen för Geovetenskaper, Uppsala Universitet, för engagemanget hon visat för projektet, speciellt under dess inledande fas. Teknikerna Fredrik och Fredrik från Intendenturen Lagerträdet har spelat en avgörande roll för projektets genomförande och ska också ha stort tack. Slutligen vill jag nämna min pappa Bertil Weman som inspirerat och motiverat mig under min studietid som nu avslutas med denna uppsats.

Copyright © Karolin Weman och Institutionen för geovetenskaper, Uppsala Universitet.
UPTEC W 23028, ISSN 1401–5765.

Digitalt publicerad i DiVA, genom Institutionen för geovetenskaper, Uppsala Universitet.
(<http://www.diva-portal.org/>) Uppsala, 2023.

Populärvetenskaplig sammanfattning

Plast är ett mycket användbart material som återfinns i många av de otaliga produkter och prylar vi använder dagligen. Att plast blivit så populärt beror på det stora antal egenskaper som olika plastsorter besitter och att plast är billigt och enkelt att tillverka och forma. Framförallt är plast ett långlivat och ofta tåligt material. Dessvärre är det inte alltid fördelaktigt. Eftersom plast inte är biologiskt nedbrytbart, leder vår intensiva plastanvändning och den nedskräpning som onekligen följer till att plast sprids i naturen, ofta i form av mycket små plastpartiklar som kallas mikroplaster.

Samhällets restprodukter hamnar i avloppet. Tyvärr är det inte bara avföring och urin som samlas där, utan också andra restprodukter som kemikalier från rengöringsmedel och skönhetsprodukter, underkläder, snus och fimpar, batterier... listan är lång. Även mikroplaster hamnar förstas här. De kommer från hushåll, industrier och deponier, och färdas tillsammans med avloppsvattnet till reningsverken. Där renas vattnet och en stor del av mikroplasterna ansamlas i det slam som bildas i samband med vattenreningen. Eftersom slammet innehåller mycket av den näring som finns i vår avföring och vårt urin används ungefär 50 % av det slam som bildas i europeiska reningsverk som gödningsmedel inom jordbruket. Återbruket av näringen är positivt, men spridningen av mikroplasterna som slammet innehåller gör att det också är problematiskt.

Kunskapen om mikroplasters förekomst i avloppsslam är idag relativt begränsad och det finns ännu ingen standardiserad metod för att mäta hur mycket mikroplast som finns i slam. Syftet med det här examensarbetet är att bidra till utformandet av en sådan metod genom att undersöka förekomsten av mikroplaster i slam från Ekeby reningsverk i Eskilstuna och Käppalaverket på Lidingö utanför Stockholm med två olika metoder. I båda metoderna bryts organiskt material ned med hjälp av oxidering och inorganiskt material avlägsnas med hjälp av densitetsseparering. Skillnaden mellan de olika metoderna är att den ena innehåller ett oxiderande moment och den andra två. Genom att jämföra resultaten avgörs vilken av metoderna som fungerat bäst. Resultaten användes också för att undersöka om förekomsten av mikroplaster skiljer sig åt mellan slam från de två olika reningsverken.

Efter att projektet avslutats konstaterades att resultaten av de två metoderna skiljde sig och att det också fanns en viss skillnad i mikroplasters förekomst i de två olika slammen. I rapporten diskuteras huruvida skillnaden mellan utfallen från de två olika metoderna beror på det extra oxiderande momentet, eller andra tillkommande effekter. Vad gäller mikroplasters förekomst i slam från de olika reningsverken fastslås att de skiljer sig åt kvantitativt, och i viss mån även kvalitativt.

Innehåll

1	Inledning	5
1.1	Syfte	6
1.2	Avgränsningar	6
2	Bakgrund	6
2.1	Risker med mikroplaster i naturmiljön	7
2.2	Identifiering av mikroplaster i slam	8
2.2.1	Provtagning av slam	8
2.2.2	Extrahering av mikroplaster från slam	9
2.2.3	Metoder för identifiering och kvantifiering av MP	10
3	Metod	13
3.1	Översikt	13
3.2	Tillredning av prover	14
3.2.1	Ekeby Reningsverk, Eskilstuna	14
3.2.2	Käppalaverket, Lidingö	15
3.3	Oxidering	16
3.4	Densitetsseparering	16
3.4.1	Metod 1	16
3.4.2	Metod 2	17
3.5	Filtrering	17
3.5.1	Metod 1	17
3.6	Förberedelse inför FTIR-analys	17
3.6.1	Metod 2	18
3.7	FTIR-analys	19
3.8	Databehandling med hjälp av <i>siMPl</i> e	19
4	Resultat och diskussion	22
4.1	Översikt	22
4.2	Identifierade mikroplaster: kvalitet, kvantitet och egenskaper	22
4.2.1	Observerade skillnader mellan slam från Ekeby reningsverk och Käppalaverket	28
4.2.2	Observerade skillnader mellan resultat från metod 1 och 2	30
4.3	Osäkerheter och referensprov	30
4.4	Slutsats	35
5	Bilagor	41
A		41
B		42

1 Inledning

Dagens intensiva användning av plast genererar mikroplaster (MP) som på olika sätt sprids ut i vår omgivning (Zhiqi and Yinguang, 2020). Skräp, bildäck och färg från vägar och cykelbanor, bevattningssystem, planteringskärl och växthus som används inom jordbruk, (Zhiqi and Yinguang, 2020; Browne, 2015; Amobonye et al., 2021), utsläpp och avrinning från industriella processer, läckage från återvinningsanläggningar och soptippar (Rochman et al., 2019) samt plastrester från fiskeindustrin och sjöfart (Browne, 2015) är bara några exempel på alla källor som leder till spridning av MP. MP finns också i våra hem, bland annat i smink, hudvårdsprodukter och tandkräm. Ungefär en tredjedel av de MP som når marina miljöer släpps ut i samband med tvätt av syntetiska textilier - våra kläder står alltså för en betydande del av den MP som finns i naturmiljön (Habib et al., 2020).

Reningsverk tar emot vatten som härrör från hushåll, industri, deponier och dagvattnen, och MP från alla dessa källor ansamlas därför där (Mahon et al., 2017). Moderna reningsverk kan med hjälp av sedimenteringsprocesser avlägsna upp till 99 % av den MP som finns i inkommande avloppsvatten (Koyuncuofülu and Erden, 2021), vilket innebär att MP ackumuleras i det slam som produceras vid vattenrening (Dilara Hatino and Dilek Sanin, 2021; Koyuncuofülu and Erden, 2021). Ju mer effektivt sedimenteringsprocessen avlägsnar MP från avloppsvatten, desto mer MP ansamlas i slammet, vilket ökar dess föroreningspotential. Slam från reningsverk innehåller stora mängder organiskt material och näring, och betraktas ofta som en resurs snarare än avfall. Cika 50 % av det slam som produceras i Europa och Nordamerika används som jordförbättrare och gödselmedel inom jordbruk (Nizzetto et al., 2016; Dilara Hatino and Dilek Sanin, 2021; Hurley and Nizzetto, 2018). Denna typ av slamanvändning har många fördelar men kan ha negativa konsekvenser om slammet inte håller tillräckligt hög kvalitet vad gäller föroreningar som tungmetaller, patogener och MP. Eftersom en stor andel av den MP som inkommer till reningsverk ansamlas i slam, utgör slamgivor på jordbruksmark potentiella källor för spridning av stora mängder mikroplaster (Dilara Hatino and Dilek Sanin, 2021; Hurley and Nizzetto, 2018).

I dagsläget har enbart ett fåtal studier kring identifiering och kvantifiering av MP i slam genomförts, och mer kunskap inom området behövs för att få en representativ bild av vilka typer och former av MP som associeras med slamtillförseln (Dilara Hatino and Dilek Sanin, 2021). Det finns idag inte någon standardiserad metod för hur extrahering av MP från övrigt slammaterial bör utföras, utan olika typer av behandlingar kombineras ofta på olika sätt i olika studier. Några exempel på metoder för att avlägsna organiskt material utan att också förlora MP är oxidativ behandling med väteperoxid (H_2O_2) eller Fenton-reagens ($FeSO_4$), densitetsseparation med högdensitetslösningar som zinkklorid ($ZnCl_2$) eller natriumklorid ($NaCl$), alkalisk nedbrytning med exempelvis kaliumhydroxid (KOH) eller natriumhydroxid ($NaOH$) och enzymatisk nedbrytning (Hurley and Nizzetto, 2018; Rolsky et al., 2020). För att skapa en tydligare bild kring hur MP sprids från avloppsslam till vår omvärld behövs fler studier samt en standardiserad metod för hur sådana studier genomförs, vilket detta projekt strävar efter att bidra till.

1.1 Syfte

Projektet syftar till att bidra till utformandet av en standardiserad metod för extrahering av MP ur avloppsslam. Det görs genom att jämföra och utvärdera om, och isåfall hur, extrahering av MP med hjälp av två olika oxidativa behandlingar skiljer sig åt. Projektet genomförs med hjälp av slam från reningsverk i Enköping och på Lidingö, och undersöker samtidigt huruvida MP i de respektive slammen skiljer sig åt.

1.2 Avgränsningar

Rapporten redogör inte för MP-halter i avloppsvatten som inkommer till eller utkommer från avloppsreningsverk. Det hade i sammanhanget varit intressant att undersöka om och hur halten, formen och typen av MP som förekommer i det inkommande vattnet skiljer sig från de i slammet, men dessvärre räcker inte projektiden för dessa frågeställningar. Rapporten har även begränsats till att enbart undersöka förekomsten av MP som är mellan 10 och 300 µm stora.

2 Bakgrund

Termen mikroplast omfattar ett brett spektrum av olika plastpartiklar, och definieras som alla partikelsegment som är mindre än 5 mm (Rochman et al., 2019). MP delas ofta upp i två olika grupper: primära och sekundära. Primär MP har tillverkats avsiktligt och används som exempelvis skrubbmateriel eller som tillsats i skönhetsprodukter. Sekundär MP är fragment som lossat från större föremål i plast, exempelvis till följd av slitage, och har således inte tillverkats avsiktligt (Naturvårdsverket, uåb). Man kan även kategorisera MP med hjälp av deras kemiska sammansättning, storlek, färg och form. Plast består av polymerer, vilket är kemiska föreningar vars molekyler utgörs av långa kedjor av molekyler. Molekylernas längd och strukturer ger plasten dess egenskaper (Rodriguez, 2023). I många plastprodukter är polymererna dock bara en av flera beståndsdelar. Tillsatser som mjukgörare, färgämnen, förstärkning- och stabiliseringsmedel finns i nästan alla plastprodukter (Rodriguez, 2023). Flamskyddsmedel är också en vanlig tillsats (Naturvårdsverket, uåa).

Vad gäller form talas generellt om 7 olika typer: fiber, fiberknippe, sfär, pellet, film, fragment och skum (Rochman et al., 2019; Bråte et al., 2017) (tabell 1). Formen hos en MP kan ge en hänvisning om varifrån det kommer. Fibrer och fiberknippen tenderar att lossa från textilier medan sfärer ofta kommer från exempelvis hygienprodukter eller industriella poleringsprodukter. Vidare kommer MP i form av skum ofta från bland annat isolering eller livsmedelsförpackningar. Även typen av plast, alltså vilken eller vilka sorters syntetiska polymerer MP utgörs av kan ge en ledtråd om varifrån de kommer (Rochman et al., 2019). Några av de vanligaste plasterna är *polypropen* (PP), *lågdensitetspolyeten* (LDPE), *högdensitetspolyeten* (HDPE), *polyvinylklorid* (PVC), *polyetentereftalat* (PET), *akryl* (PMMA) och *polystyren* (PS) (Rochman et al., 2019; PlasticOceans, 2021; Li et al., 2018) (tabell 2). Utöver dessa sorter finns otaliga fler, alla med egna egenskaper som gör dem fördelaktiga i olika typer av produkter (Rochman et al., 2019).

Vad gäller MP i slam förekommer ofta PE, PP och PA, följt av PET, PVC och PS (El Hayany et al., 2022). Vilka plasttyper som är vanligast varierar mellan olika renings-

Tabell 1: Tabellen definierar de olika former som mikroplaster förekommer i (Rochman et al., 2019).

Mikroplasters former	
Typ av form	Definition
Fiber	Fibrer är flexibla och hela partikeln har genomgående samma tjocklek. Dess ändrar kan vara renskurna, spetsiga eller fransiga. Vanligtvis är de hållfasta och går inte sönder särskilt lätt.
Fiberknippe	Fiberknippen består av 20 eller fler individuella fibrer som är tätt ihoptrasslade. Klassificeringen fiberknippe bör endast användas i de fall då det är mycket utmanande att kvantifiera enskilda fibrer. De fibrer som utgör fiberknippet bör vara konsekventa i utseende (färg, tjocklek och ytstruktur).
Sfär	Sfärer är runda och har släta ytor. De kan förekomma som halvklot, till följd av slitning eller vittring. De har vanligtvis en storlek på mellan 100 µm och 2 mm.
Pellet	Pellets liknar sfärer men tenderar att vara större, vanligtvis mellan 3 och 5 mm. De är ofta rundade eller cylindriska till formen.
Film	Mikroplaster i form av film är platta, tunna och formbara. De kan vikas eller skrynklas men går inte sönder särskilt lätt och är ofta helt eller delvis genomskinliga.
Fragment	Fragment har stel struktur och ofta oregelbunden form. De kan vara runda, ovala eller kantiga. Tjockleken hos ett fragment kan variera, och de kan därmed verka vridna eller krullade.
Skum	Skumplaster är mjuka och molnliknande. De är vanligtvis vita och/eller ogenomskinliga.

verk beroende på bland annat population, lokala regleringar gällande plastanvändning, sanitetssystem och industriella aktiviteter. Det påverkar också antalet MP och vilken form de har (El Hayany et al., 2022). I den vetenskapliga granskningsrapporten *Occurrence, analysis of microplastics in sewage sludge and their fate during composting: A literature review* sammanfattas MP-förekomster i slam från 75 olika reningsverk på olika platser i världen. 26 % av dessa studier uppmätte koncentrationer som var lägre än 10^4 MP per kg slam, 22 % högre än 10^5 MP per kg slam och 52 % mellan 10^4 och 10^5 MP per kg slam. Fibrer angavs som den vanligast förekommande formen i 60 % av studierna, och utgör ofta mellan 30,5 och 78,5 % av det totala antalet MP i slam. Fragment angavs som de vanligast förekommande formerna i 20 % av studierna medan sfärer tillsammans med film var vanligast i 14 % av studierna. Att fibrer förekommer i så pass hög utsträckning beror på en stor mängd MP kommer från textiltvätt. Vad gäller storlek var majoriteten av de extraverade partiklarna mellan 20 och 300 µm stora (El Hayany et al., 2022).

2.1 Risker med mikroplaster i naturmiljön

Den globala förekomsten av plast i naturliga miljöer och kulturmiljöer medför ett antal betydande risker (Gonzalez-Pleiter et al., 2020; Horton and Barnes, 2020; Kvale, 2022), och kan generera ekologiska och biologiska implikationer (Amobonye et al., 2021). Studier har visat att MP kan vara skadliga för sin omgivning både på grund av sin egen kemi, men också för att de kan öka andra toxiska ämnens mobilitet och biotillgänglighet. MP

kan nämligen både adsorbera och desorbera andra potentiellt giftiga ämnen, och på så sätt påverka och förstärka deras toxicitet genom olika typer av kombinationseffekter. Dessa kombinationseffekter är komplexa och till stor del outforskade (Kaur et al., 2022). Det har fastställts att MP påverkar sötvatten-, marina- och avloppsvattensystem negativt (Enfrin et al., 2021), och att de har negativa miljö- och hälsoeffekter på levande organismer, särskilt vattenlevande sådana (Ahrendt et al., 2020; Choi et al., 2020; Yu et al., 2020). Djur som är icke-selektiva när det kommer till föda är speciellt utsatta då de lätt förväxlar MP med mikroalger och plankton (Pinheiro et al., 2020). MP kan vid förtäring utlösa immunsvär, orsaka inflammation och/eller minska organismens energireserver, och orsaka ackumulering av gifter i biomassa (Kaur et al., 2022; Kvale, 2022). MP finns även i atmosfären, dit de sprids genom bland annat vattenstänk från havet. Där både sprider och absorberar de strålning, men ännu är kunskapen om dessa fenomen så begränsad att man inte vet om nettoeffekten på planeten är uppvärmande eller nedkylande (Kvale, 2022). Skadliga effekter från MP på landlevande organismer har också rapporterats, även om området inte studerats lika ingående som för vattenlevande (Kaur et al., 2022).

2.2 Identifiering av mikroplaster i slam

Egenskaper som densitet, storlek och form påverkar hur MP interagerar med sin omgivning och hur de sprids i miljön. Det är viktigt att ta hänsyn till sådana skillnader när man övervakar spridningen av MP och välja de mätmetoder som passar bäst. Plastsorter med högre densitet, som PET eller PVC, sjunker exempelvis ner till botten i akvatiska miljöer medan lättare plaster som LDPE eller PP istället flyter (Rochman et al., 2019) (tabell 2). För att kunna bevaka spridningen av MP i miljön måste man därför veta vilka sorters plaster man är intresserad av. Det är därmed viktigt att använda sig av provtagnings-, extraktions- och identifieringsmetoder som kan fånga upp och identifiera diverse plaster (Koyuncuofülu and Erden, 2021). Nedan följer information kring vilka metoder som används idag.

2.2.1 Provtagning av slam

Till att börja med måste representativa slamprover tas på reningsverket (Rolsky et al., 2020). Reningsverk designas utifrån ett stort antal parametrar som populationsstorlek, det inkommande avloppsvattnets volym och sammansättning samt regleringar gällande vattenrening, och ser därmed olika ut. Det innebär att slam från olika reningsverk skiljer sig åt (Koyuncuofülu and Erden, 2021). Vilken typ av slambehandling som tillämpas vid reningsverken påverkar i vilken utsträckning mikroplaster förekommer, deras storlek och form (Mahon et al., 2017). Vid provtagning av slam är det vanligt att slamprover tas direkt från slambehandlingsenheten. Eftersom slammets kvalitet beror på ovan nämnda parametrar varierar dess egenskaper med tiden, och det kan därför vara fördelaktigt att samla in slamprover vid flera olika tidpunkter (Koyuncuofülu and Erden, 2021). Efter att slamprover samlats in är det vanligt och fördelaktigt att de kyls ned och förvaras mörkt för att bättre bevaras under transport till labb och analys. Eftersom det inte finns någon standardiserad metod för analys av mikroplaster i avloppsslam varierar provtagningsmetodiken (Sun et al., 2019; Koyuncuofülu and Erden, 2021).

Tabell 2: I tabellen finns information om några vanliga plasttyper, några av deras användningsområden och deras densiteter (Rochman et al., 2019; PlasticOceans, 2021; Omnexus, uåb; ThePlasticBottleCompany, uå; Omnexus, uåa; A/S, uå; Mechanisms, 2016).

Information om några vanliga plastsorter			
Plasttyp	Förkortning	Exempel på användningsområden	Densitet [g/cm ³]
Akryl	PMMA	Linser, färg, säkerhetsbarriärer och LCD-skärmar	1,10 - 1,25
Akrylnitril-butadienstyren	ABS	Elektroniska höljen, bildelar och legoleksaker	1,00 - 1,25
Högdenistetspolyeten	HDPE	Leksaker, plastflaskor, förpackningar och stela rör	0,94 - 0,97
Lågdenistetspolyeten	LDPE	Engångspåsar, plastfilm och livsmedelsförpackningar	0,915 - 0,95
Polyamid	PA	Kuggar och liknande maskindelar, kopplingar och trådrullar	1,01 - 1,190
Polypropen	PP	Sugrör, kapsyler, förpackningstejp och matlådor	0,9 - 1,25
Polyvinylklorid	PVC	Leksaker, kreditkort och VVS-rör	1,15 - 1,70
Polyetentereftalat	PET	Plastflaskor och syntetiska textilier	1,3 - 1,6
Polystyren	PS	Isolering, engångsbestick, frakt- och produktförpackningar samt matlådor	1,04 - 1,25
Styren-akrylonitril	SAN	Tandborstar, bestick, och matlådor	1,06 - 1,40

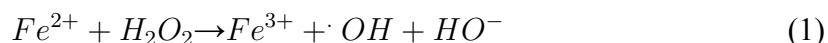
2.2.2 Extrahering av mikroplaster från slam

Slam består i huvudsak av organiskt material (50-70 %) men också av mineral (30–50 %) och näringsämnen som bland annat kväve och fosfor (Sun et al., 2019; Koyuncuoğlu and Erden, 2021; Maw et al., 2022). Mikroplaster fäster vid organiskt material och för att kvantifiera och identifiera dem är det nödvändigt att de separeras från denna slammatris (Koyuncuoğlu and Erden, 2021). Den optimala metoden för att separera mikroplaster från slam beaktar hur effektivt nedbrytningen av organiskt material är samt hur lång tid processen tar, huruvida och i så fall till vilken grad mikroplaster tar skada av metodiken, kostnad samt hur stor andel av mikroplast i det analyserade provet som går förlorad under separeringsprocessen (Cunsolo et al., 2021a). Vanliga tekniker för att separera mikroplast från slam är fysisk separering som filtrering och densitetsavskiljning, samt biologisk och/eller kemisk nedbrytning av organiskt material, exempelvis enzymatisk nedbrytning och kemisk behandling med hjälp av baser och syror eller oxidering med Fenton-reagens. Ofta kombineras flera tekniker för att uppnå så hög avskiljningsgrad som möjligt. Oxidativ nedbrytning följt av densitetsseparering är till exempel en vanligt förekommande metod (Rolsky et al., 2020; Hurley and Nizzetto, 2018; Cunsolo et al., 2021a). Separationsprocesser kan förändra egenskaper som bland annat storlek, massa och morfologi, exempelvis om proverna utsätts för höga temperaturer (Li et al., 2020a; Munno et al., 2018). En stor nackdel med kemisk nedbrytning av organiskt material är risken för att mikroplaster skadas eller förstörs (Yli-Rantala et al., 2022). Förbehandling med syror eller alkaliska reagenser har i tidigare studier visats skada mikroplaster i större utsträckning än oxidativa

sådana (Li et al., 2020b). Nedan följer en mer detaljerad genomgång av några metoder som kan kombineras.

Oxidativ nedbrytning

Att låta slamprover genomgå oxidativ behandling före densitetsseparation ökar extraktionseffektiviteten av mikroplaster och gör därmed metoden mer tillförlitlig (Li et al., 2020b). Oxidativa behandlingar av slamprover med antingen enbart väteperoxid (H_2O_2) eller Fenton-reagens har i flera studier ansetts vara två av de mest optimala behandlingarna, sett till hur mycket organiskt material som avlägsnas relativt hur stor skada mikroplaster tar (Yli-Rantala et al., 2022). Reagenserna är dessutom relativt billiga (Hurley et al., 2018). Fenton-reagens består av löst järnsalt och H_2O_2 . Järnsaltet fungerar som en katalysator, och ökar den oxidativa förmågan hos H_2O_2 enligt reaktion 1 (Tagg et al., 2017).



Oxidation med Fenton verkar bäst då pH är mellan 2 och 5, framför allt eftersom järnfällning kan utvecklas när pH ligger utanför dessa gränser (Aleksandrova Velichkova et al., 2017; Hurley et al., 2018). Utfällningen försämrar möjligheterna att visuellt analysera och kemiskt identifiera eventuella mikroplaster eftersom dessa kan döljas under fällningen (Hurley et al., 2018). Oxidering med fenton är en exoterm reaktion, som kan åstadkomma temperaturer upp till cirka 89 °C (Hurley et al., 2018). 60 °C är en temperatur som enligt flera inte bör överskridas (Bretas Alvim et al., 2020; Munno et al., 2018). Vid högre temperaturer riskerar mikroplaster att delvis eller helt smälta, vilket påverkar resultatets korrekthet och representativitet (Li et al., 2020a; Munno et al., 2018). För att inte överstiga temperaturer som kan skada mikroplaster kan reaktionen genomföras i isbad.

Densitetseparation

En av de vanligaste metoderna för att separera mikroplaster från övrigt material är densitetsseparation (Rodrigues et al., 2020). Tekniken nyttjar det faktum att material som har en lägre densitet än den vätska som det befinner sig i flyter, medan material med högre densitet sjunker. Därmed kan metoden användas för att separera plaster från tyngre material (Serranti and Bonifazi, 2019). Vilken separationsvätska som används varierar beroende på vilken typ av mikroplast som ska extraheras. Vanliga sådana är akvatiska lösningar med Natriumklorid (NaCl), Zinkklorid ($ZnCl_2$), Natriumpolyvolframat (SPT), Kaliumformiat ($KHCO_2$) och Natriumjodid (NaI), som kan uppnå mättnadsdensiteter på mellan 1,6-1,9 g/cm³ (Lares et al., 2019; Hurley et al., 2018; Enders et al., 2020; Li et al., 2020b). I de fall då ett brett spektrum av mikroplaster ska extraheras bör separationsvätskor av så hög densitet som möjligt användas. En nackdel med densitetsbaserad separation av mikroplaster är att partiklar i form av fibrer är svårare att extrahera än partiklar med sfärisk form (Yli-Rantala et al., 2022). Det beror på att dessa enklare fastnar i den nätliknande struktur som det tyngre materialet kan utgöra (Li et al., 2020a).

2.2.3 Metoder för identifiering och kvantifiering av MP

Efter att mikroplaster separerats från den övriga slammatrisen identifieras och kvantifieras de. Det görs vanligtvis med Fourier Transform Infrared (FTIR)-spektroskopi eller Raman-

spektroskopi (Jiang et al., 2022). FTIR-analys används för att identifiera organiska, polymera eller, i något mindre utsträckning, icke-organiska material och fungerar speciellt bra för identifiering av partiklar i storleksordningen 10-50 μm . FTIR är en absorptions-spektroskopiteknik, i vilken prover belyses med infrarött ljus med vågnummer mellan 10 000 och 100 cm^{-1} (RTILaboratories, uå). Specifika molekyllära bindningar absorberar en särskild mängd energi. Dessa energiförluster noteras och motsvarar toppar som returneras i ett analysvar eller ämnesspecifikt fingeravtryck, och som används för att observera materialets kemiska egenskaper (Deena et al., 2019; ThermoFisherScientific, 2018; RTILaboratories, uå). Det innebär att spektroskopets detektor kan kartlägga materialets kemiska sammansättning. Utifrån denna information kan sedan olika molekyler och ämnen identifieras (Deena et al., 2019; RTILaboratories, uå), exempelvis mikroplaster (Chen et al., 2020), genom att jämföra analysvaret med ett referensbibliotek (ThermoFisherScientific, 2018).

Raman-spektroskopi ger precis som FTIR-spektroskopi ett ämnesspecifikt spektralt fingeravtryck som identifieras med hjälp av referensspektra. Även Raman-tekniken producerar analysvar genom att mäta hur energi och molekyllbindingar interagerar med varandra, men analyserar istället energin som sprids efter att molekyllbindingar exciterats av en laser med ljus av enbart en våglängd (ThermoFisherScientific, 2018).

För att erhålla information om exempelvis polymertyper, partikelstorlekar och olika partiklars koordinater på provlinsen måste resultaten från den spektrala analysen behandlas. Det kan göras med siMPle Software, som har utvecklats av Aalborg Universitet i Danmark tillsammans med Alfred Wegener Institute i Tyskland och är en kombination av programvaran MPhunter och en automatiserad analys som utvecklats av Primpke et al. 2017 (Primpke et al., 2017; Cunsolo et al., 2021b). siMPle är gratis och kan laddas ner via internet. En databas med spektra för referenspartiklar är också tillgänglig för nedladdning. För att detektera MP används en automatiserad algoritm där alla referensspektra i databasen jämförs med spektra för alla partiklar som finns på provlinsen. Referensdatabasen innehåller både plastpolymerer och naturmaterial. De olika materialen i spektradbaseren är sorterade i olika kategorier som PP, PE, PET, och så vidare (Cunsolo et al., 2021b). I denna studie användes bildanalysen *AAU-pipeline*, som anger hur väl spektra för segment i ett prov matchar med spektra för referenspartiklar med värden inom spannet 0,01 och 1,00. 1,00 innebär fullständig matchning och 0,01 att likheter mellan två spektra är i princip helt frånvarande (Cunsolo et al., 2021b). Analysen tillämpar 3 stycken sådana matchnings- eller tröskelvärden (t_1 , t_2 och t_3). t_1 anger hur väl material inom en pixel måste matcha med referensspektra för att identifieras som denna typ av material. Sedan analyseras material inom pixlar som är närliggande till den första. Eftersom material i dessa pixlar sannolikt tillhör samma partikel som syntes i den förstnämnda pixeln, kan tröskelvärdet för en tillräckligt god matchning mellan provspektra och referensspektra i dessa närliggande pixlar sänkas. t_2 tillämpas då istället för t_1 . Om material inom närliggande pixlar matchar med referensspektra så att t_2 överstigs, sätts dessa ihop med den förstnämnda. Om matchningen däremot är lägre än t_2 , byggs partikeln inte på. På så sätt kartläggs partikelförekomsten i provet på linsen. siMPle analyserar sedan de identifierade partiklarnas form, och tar fasta på partikelns längd. Det blir partikelns huvuddimension. Partikelns andra dimension tas fram genom att anta att dess form är elliptisk. Genom att sedan anta att partikelns tredje dimension, dess tjocklek, är 0,67 gånger den andra dimensionen kan partikelns volym uppskattas (formad som en ellipsoid). Partikelns massa kan sedan uppskattas utifrån denna

volym samt densiteten hos det identifierade materialet (kategorierna som nämndes tidigare) (siMPle, uå).

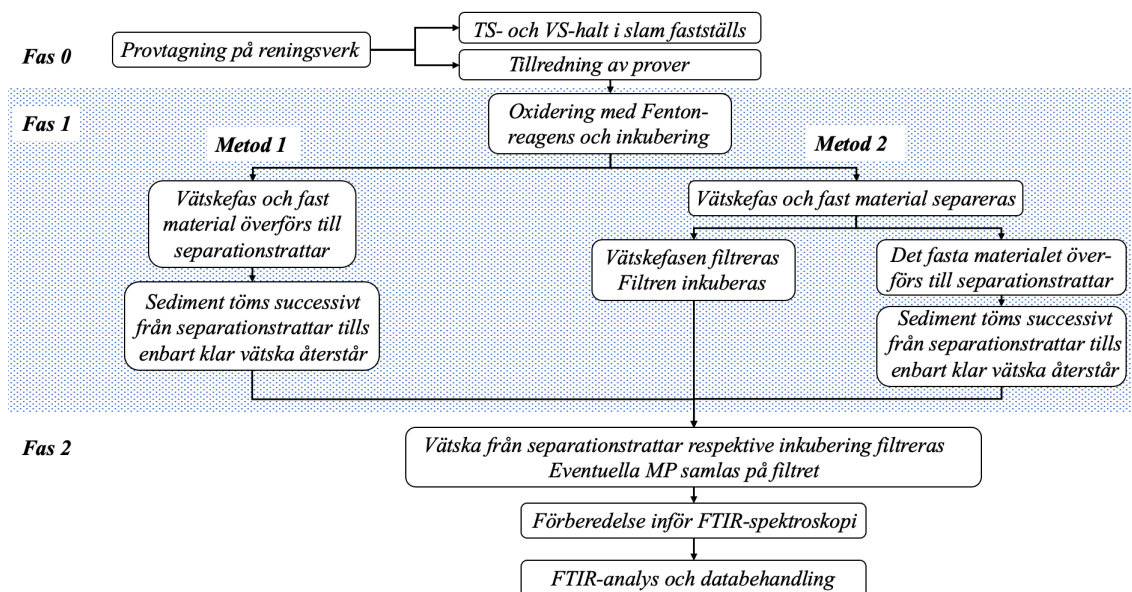
Matchningsvärdena som anger hur väl partikelspektra i provet stämmer med referensspektra genereras med hjälp av en algoritm där råspektra samt råspektrats första och andra derivata för prov- och referenspartiklar korreleras med en Pearson-korrelation. Det genererar tre stycken Pearson-korrelationskoefficienter (k_1 , k_2 och k_3). Dessa koefficienter tilldelas viktningsvärden (siMPle's standardinställningar för dessa viktningsvärden är $k_1 = 0$, $k_2 = 1$ och $k_3 = 1$), innan det slutgiltiga tre matchningsvärdena (0,01 - 1,00) beräknas med hjälp av ytterligare en ekvation som finns angiven i en tidigare utförd studie, *Microplastics in urban and highway stormwater retention ponds* (Liu et al., 2019). Det finns för närvarande inte någon etablerad praxis för vilka tröskelvärden som matchningsvärdena bör överstiga för att en partikel ska anses vara av samma sort som en referenspartikel (Cunsolo et al., 2021b). I studien av Liu et. al 2019 identifierades partiklar genom att till en början sätta t_1 till ett relativt lågt värde och sedan manuellt gå igenom ett begränsat antal partiklar tillhörande olika plasttyper. Om man sedan fann att den automatiska detekteringen gav ett betydande antal orättmätiga matchningar höjdes t_1 tills antalet falskt positiva och falskt negativa matchningar minimerades (Liu et al., 2019). I en annan studie utförd av Johnson et al 2020, händan efter Johnsons metod, användes $t_1=0,65$ för att identifiera mikroplaster i avloppsslam. Ett matchningsvärde på 0,65 är relativt lågt, men valdes för att inte missa mikroplaster som skadats på sin resa genom avloppssystemet till labbet och därmed genomgått spektrala förändringar samtidigt som ett visst förtroende för att partikeln i fråga faktiskt är av samma sort som referenspartikeln kvarstår. t_2 och t_3 (dvs. de tröskelvärden som används för att granska material inom angränsande pixlar) sattes till 0,4 och 0,3 (Johnson et al., 2020).

3 Metod

Metoden för den laborativa delen av föreliggande projekt bygger på tidigare studier som utförts på Uppsala Universitet. Dessa studier syftade till att optimera en metod som separerar MP från övrigt slam, och undersökte till vilken grad organiskt material kan avlägsnas och MP återfinnas genom oxidering med H_2O_2 eller Fenton-reagens samt nedbrytning med olika typer av enzym, vid olika temperaturer och med olika reaktionstider. Resultaten ligger till grund för hur förbehandlingen av slamprover i detta projekt utformats.

Slammet som undersöktes i projektet kommer från Ekeby Reningsverk i Eskilstuna och Käppalaverket på Lidingö utanför Stockholm. För att undersöka förekomsten av MP i de olika slammen genomgick de en laboration som kan sammanfattas i 2 faser, där fas 1 syftar till att separera MP från övrigt material och fas 2 syftar till att kvantitativt och kvalitativt bestämma förekomsten av MP med hjälp av FTIR-spektroskopi (figur 1).

Slamproverna genomgick två olika typer av extraktionsmetoder som sedan jämfördes och utvärderades. För att underlätta förståelsen för metoderna och hur de skiljer sig åt följer en kort sammanfattning i flytande text före en mer detaljerad redogörelse i punktform.



Figur 1: Den fullständiga laborationens alla steg, indelade i tre faser (0-2).

3.1 Översikt

I den första metoden (metod 1) oxideras proverna med fenton (25 ml 0,05 FeSO_4 och 100 ml 30 % H_2O_2) och inkuberas i ugn i cirka 24 timmar innan de hålls i separationstrattar tillsammans med 50 eller 75 ml ZnCl_2 ($\rho = 1,5 \text{ g/cm}^3$). Sedimenten töms successivt tills enbart klar vätska och partiklar med lägre densitet än sedimenteringsvätskan återstår. I den andra metoden (metod 2) oxideras proverna med hjälp av fenton på samma sätt som i den första metoden. Efter att de inkuberats i ugn separeras dock vätskefasen i proverna från det fasta materialet som samlas på botten i provkärnen. Vätskefasen filtreras genom 10 μm -filter, medan det fasta materialet späds ut med ZnCl_2 och hålls i sedimentationstrattar.

Sedimenteringen sker på samma sätt som i metod 1. Filtrena som den klara vätskan filtreras igenom stoppas i bägare som fylls med cirka 20 ml H_2O_2 och som sedan åter inkuberas i 24 timmar. När inkuberingen och sedimentationen är färdig filtreras vätskan som filtret legat i och den klara vätskan från respektive sedimentationstratt genom ett filter med storlek 300 μm samt samma, tidigare nämnda 10 μm -filter. Efter denna slutgiltiga filtrering ser metoderna åter likadana ut. De respektive 10 μm -filterna stoppas i bägare som fylls med etanol så att filtren täcks och placeras sedan i ultraljudsbad för att få eventuella partiklar att släppa från filtren. Provvätskan torkas sedan ner innan en bestämd etanolvolym åter tillförs proven. Detta för att kunna avgöra i vilka koncentrationer eventuella MP förekommer. En bestämd volym provvätska appliceras sedan på linser som analyseras med hjälp av FTIR-spektroskopi.

För att kunna garantera en viss säkerhet i resultatet genomgick tre slamprover (replikat) per reningsverk respektive extraheringsmetod. Utöver dessa genomgick även ett antal referens- och blankprov extraheringsmetoden, för att ytterligare kunna utvärdera de respektive metoderna. Referensproven utgjordes av ett slamprov med känd plasttillsats och ett prov med glaskulor och känd plasttillsats. Plasten tillsattes för att kunna påvisa hur stor andel av den kända mängden plast som gått förlorad under extraheringen. Att både ett prov med slam och ett prov med glaskulor användes ger möjlighet att dra slutsatser kring hur mycket plast som fastnar i det organiska slammaterialet, då plast inte fäster (i samma utsträckning) till glas. Nedan följer en mer detaljerad redogörelse för stegen i den laborativa metoden.

3.2 Tillredning av prover

Slam samlades in av personal från Ekeby reningsverk och Käppalaverket. På båda reningsverken togs stickprov från rötslam strax efter att det avvattnats. Slammet kylades sedan ned och skickades nedkyllt till labbet i Uppsala. Där fastställdes slammets torrsubstanshalt (TS) och glödningsrest (VS) enligt standardmetoden SS 028113-1. Sex olika typer av prov per reningsverk och förbehandlingsmetod tillreddes inför laborationen. Dessa utgjordes av tre prover med enbart slam (förkortning: *SP* för *Slamprov*), ett prov med slam och en tillsatt, känd mängd finkorning plast (*ÅS*, *Återfinnandegrad Slam*), ett prov med glaskulor och en tillsatt, känd mängd finkorning plast (*ÅG*, *Återfinnandegrad Glas*) och ett blankprov utan slam, tillsatt plast eller glaskulor (*BP*, *Blankprov*). Utöver dessa undersöktes den eventuella atmosfäriska depositionen av mikroplaster under förbehandlingen genom att låta en tom E-kolv stå bredvid de övriga proven (*TBP*, *Torrblankprov*). En mer detaljerad beskrivning av provtyperna och deras syfte finns i tabell 3. En fullständig beteckning över varje enskilt prov finns under Bilagor.

3.2.1 Ekeby Reningsverk, Eskilstuna

Ekeby reningsverk har ett genomsnittligt inflöde på cirka 45 000 m^3 per dygn och tar emot avloppsvatten från runt 100 000 personekvivalenter (förkortas pe. 1 pe motsvarar den mängd nedbrytbart organiskt material som har en biokemisk syreförbrukning på 70 gram syre per dygn under sammanlagt sju dygn (Naturvårdsverket, 2020)). Denna volym innefattar avloppsvatten från bland annat industrierna Volvo lastvagnar och Outokumpu samt ett kraftvärmeverk och ett större sjukhus. Reningsverket har en slamålder på 4 till 6 dygn och använder skruvpressar för slamavvattning. I samband med avvattningen tillsätts

Tabell 3: Beteckningar och beskrivningar av de olika provtyper som användes för att undersöka den kvantitativa och kvalitativa förekomsten av mikroplaster i avloppslam. Tabellen anger också antalet prover av varje typ som användes per reningsverk och förbehandlingsprov.

Lista över provtyper		
Provtyp	Antal	Provbeskrivning
SP	3 st	Dessa prover utgjordes av cirka 0,5 gram TS och undersöktes för att se hur mycket och vilka typer av mikroplaster som fanns i slam från respektive reningsverk.
ÅS	1 st	Dessa prover utgjordes av cirka 0,5 gram TS och en tillsatt, känd mängd finkorning plast. De användes för att undersöka hur mycket av den tillsatta plasten som återfanns när provet analyserats och visade på hur mycket plast som gick förlorad under förbehandlingen (exempelvis genom att fastna i det organiska materialet eller på labbmateriäl).
ÅG	1 st	Dessa prover utgjordes av cirka 1,5 gram glaskulor och en tillsatt, känd mängd finkorning plast. Eftersom plast inte fäster till glas i samma utsträckning som till organiskt material kunde dessa prover användas för att undersöka hur mycket plast som gick förlorad genom att fästa till organiskt material relativt genom att fästa till labbmateriäl.
BP	1 st	Dessa prover innehöll varken slam, tillsatt plast eller glaskulor. Proven genomgick samma förbehandling som övriga prover och användes för att undersöka om och i så fall hur mycket plast som tillkom proven under förbehandlingen.
TBP	1 st	Dessa prover genomgick inte förbehandlingen utan placerades bredvid övriga prover när förbehandlingen genomfördes för att undersöka hur mycket plast som deponerades från luften. Övriga prover täcktes med aluminiumfolie under hela laborationen för att minimera risken för kontaminering från luften. TBP-proven täcktes inte för.

polymeren Zetag 7563 (BTC/BASF). Det rejektivatten som bildas vid avvattnings renas med biofilmbärare i plast innan det återförs till den huvudsakliga vattenreningslinjen.¹

3.2.2 Käppalaverket, Lidingö

Käppalaverket har ett genomsnittligt inflöde på cirka 150 000 m³ per dygn och tar emot avloppsvatten från cirka 619 000 pe. Totalt är runt 2300 verksamheter och 550 000 personer anslutna till reningsverket. Polymer tillsätts både i den huvudsakliga reningslinjen och i samband med slamavvattnings, som sker med hjälp av centrifuger. Slamåldern på reningsverket är mellan 7 och 8,5 dygn. I dagsläget används inte biofilmbärare men man planerar att implementera tekniken i framtiden.²

¹ Anna Bogren, Arbetsledare på Eskilstuna Strängnäs Energi och Miljö AB, mailkontakt 15 februari 2023

² Angelica Andreasson, Utredningsingenjör på Käppalaförbundet, mailkontakt 15 mars 2023

3.3 Oxidering

Alla prover förutom TBP-proverna behandlades enligt följande instruktion. Ingenting tillsattes TBP-proverna, som istället placerades bredvid övriga prover. Behandlingen utfördes enligt följande.

1. 25 ml 0,05 FeSO_4 tillsattes samtliga prov med hjälp av mätglas. De homogeniserades sedan genom att bearbeta dem med spatel i cirka 30 sekunder.
2. Provens pH kontrollerades med hjälp av indikatorpapper. Om pH låg utanför spannet 3- 5 justerades det genom att tillsätta TRIS HCl och sedan kontrollera pH igen.
3. 25 ml 30 % H_2O_2 tillsattes sedan samtliga prov med hjälp av mätglas. Proven placerades sedan i ett isbad under 15 minuter.
4. Provens temperaturer kontrollerades sedan för att säkerställa att de inte översteg 70 °C, innan de förflyttades till en skakinkubator med temperatur 60 °C och en rotationshastighet på 120 rpm. Proven inkuberades under 30 minuter. När de togs ut kontrollerades temperaturen igen.
Steg 3 och 4 upprepades 3 gånger (tills dess att 100 ml H_2O_2 tillsatts proven).
5. Provens pH kontrollerades och justerades eventuellt innan de åter placerades i skakinkubatorn med temperatur 40 °C och rotationshastighet 120 rpm. Proven inkuberades under 24 timmar, varefter pH och temperatur kontrollerades.

3.4 Densitetsseparering

3.4.1 Metod 1

1. Samtliga prov tömdes sedan i separata separationstrattar.
2. De ekolvar som proven tidigare befunnit sig i sköljdes sedan ur med ZnCl_2 som tömdes i respektive separationstratt. Slamproven från Ekeby reningsverk och tillhörande blank- och referensprov sköljdes ur med 50 ml ZnCl_2 och slamproven från Käppalaverket och tillhörande med 75 ml ZnCl_2 . E-kolvarna placerades under respektive separationstratt för att förhindra eventuellt läckage.
3. Materialet i proven lämnades att sedimentera i 24 timmar.
4. Det sedimenterade materialet tömdes sedan försiktigt ned i respektive E-kolv.
5. Sedimenteringsprocessen och tömningen fortsatte tills inga fler partiklar sedimenterades. Om processen verkat stanna av rördes provet om. Det gjordes genom att blåsa ner luft i provet med hjälp av sugrör i stål och kompressor.

3.4.2 Metod 2

1. Efter att proven tagits ur ugnen ställdes de att sedimentera i respektive ekolv under cirka 15 minuter. Proven separerades då så att tyngre material samlades på botten medan den övriga fenton-lösningen blev relativt klar.
2. Utan att röra upp sedimenten hölls vätskan ur ekolven genom 2 stycken stålfiler av olika storlek (300 μm samt 10 μm) (figur 2).
3. Respektive filter placerades i varsin bägare som fylldes med H_2O_2 så att filtret täcktes. Bägarna placerades sedan i inkubator med temperaturen 40 °C och rotationshastigheten 120 rpm under 24 timmar.
4. Sedimenten i respektive ekolv späddes ut med 75 ml ZnCl_2 som tömdes i respektive separationsträtt. E-kolvarna placerades under respektive separationsträtt.
5. Materialet i proven lämnades att sedimentera i 24 timmar.
6. Det sedimenterade materialet tömdes sedan försiktigt ned i respektive E-kolv.
7. Sedimenteringsprocessen och tömningen fortsatte tills inga fler partiklar sedimenterades. Om processen verkade stanna av rördes provet om. Det gjordes genom att blåsa ner luft i provet med hjälp av sugrör i stål och kompressor.

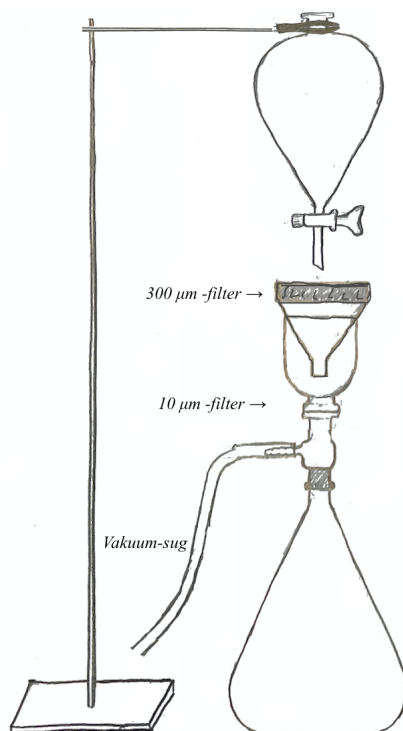
3.5 Filtrering

3.5.1 Metod 1

1. Den återstående vätskan i sedimenttrattarna filtrerades genom 2 stycken stålfiler av olika storlek (300 μm samt 10 μm). En vakuumpump användes för att effektivisera filtreringen. Trattarnas insidor spolades med MQ-vatten (MQ-vatten har genomgått avjonisering samt UV-behandling (Vattenrenare, 2023)) för att för att minimera MP-förluster (figur 2).

3.6 Förberedelse inför FTIR-analys

1. 10 μm -filtren placerades sedan i varsin glasflaska. Glasflaskorna fylldes sedan med metanol så att filtren täcktes helt. Glasflaskorna placerades sedan i ultraljudsbad i 15 minuter för att få det material som samlats på filtret att lossna.
2. Flaskornas innehåll hölls sedan i en ny uppsättning flaskor. De första flaskorna som fortfarande innehöll 10 μm -filtren fylldes åter med metanol så att filtren täcktes helt, och placerades sedan i ultraljudsbad i 15 minuter en gång till.
3. Efter ultraljudsbadet hölls innehållet i flaskorna med filtren åter i den andra uppsättningen flaskor, som nu alltså fyllts med metanol två gånger. De ställdes sedan att lufttorka i dragskåp (med hjälp av kvävgas).



Figur 2: Uppsättningen för filtreringsannordningen.

3.6.1 Metod 2

1. De inkuberade filtrena plockades ut ur ugnen. De placerades sedan i filtreringsenheten.
2. Vätskan i respektive bägare filtrerades genom tillhörande filter och sköljdes ur med MQ-vatten.
3. Separationstratten med tillhörande sediment placerades ovan filtreringsenheten och vätskan i tratten filtrerades på samma sätt som vätskan från bägaren. Sedimentationstratten och övriga ytor som eventuella mikropaster kan ha fästs till sköljdes med MQ-vatten. När all vätska filtrerats plockades de eventuella segment som ansamlats i 300 µm filtren ned i glasflaskor med hjälp av pincett.
4. 10 µm-filtren placerades sedan i varsin glasflaska. Glasflaskorna fylldes sedan med metanol så att filtren täcktes helt. Glasflaskorna placerades sedan i ultraljudsbad i 15 minuter för att få det material som samlats på filtret att lossna.
5. Flaskornas innehåll hälldes sedan i en ny uppsättning flaskor. De första flaskorna som fortfarande innehöll 10 µm-filtren fylldes åter med metanol så att filtren täcks helt, och placerades sedan i ultraljudsbad i 15 minuter en gång till.
6. Efter ultraljudsbadet hälldes innehållet i flaskorna med filtren åter i den andra uppsättningen flaskor, som nu alltså fyllts med metanol två gånger. De ställdes sedan att lufttorka i dragskåp (med hjälp av kvävgas).
7. När innehållet i flaskorna torkat tillsattes 2 eller 4 ml etanol i respektive flaska.

8. Flaskornas innehåll skakades sedan med hjälp av en Vortex-blandare i 30 sekunder tills dess att det torkade provet släppt från botten.
9. Innan partiklarna hunnit sedimentera pipetterades 100 μL , 200 μL eller 400 μL (5 - 20 %) av provet i respektive flaska ut på varsin zink selenid-lins. Linserna hade en diameter på 13 mm och en tjocklek på 2 mm. För att det pipetterade provet skulle vara så representativt som möjligt och fånga så många olika partiklar som möjligt fördes pipetten upp och ned i provvätskan. Respektive lins placerades på en värmeplatta med temperatur 40 °C. Provet på glaslinsen lämnades sedan att torka under skydd av en upp- och nedvänd glasbägare.
10. När vätskan på linsen torkat förflyttades linsen till en FTIR-spektrometer för analys.

3.7 FTIR-analys

Spektroskopisk analys av proverna genomfördes med hjälp av Cary 620 FTIR Microscopes från Agilent Technologies, med en kvävekyld detektor (FPA) i transmissionsläge. Analysen utfördes inom IR-spektrat 3950 - 600 cm^{-1} med spektralupplösningen 8 cm^{-1} , pixelupplösningen 5,500 μm och 25 scannningar per pixel. Bakgrundsspektrat samlades in genom att scanna en ren lins av samma typ som de proven torkats ned på. Bakgrunden undersöktes med samma inställningar som provanalyserna, med skillnaden att antalet scannningar per pixel höjdes till 120 stycken. Innan analysen av proven påbörjades togs en optisk bild av linsen (1200x1200 μm), varpå området för analysen markerades (mellan 143x143 μm och 154x154 μm) (tabell 4). Analysen av ett prov tog cirka 8 timmar och flytande kväve fylldes på med jämna mellanrum om 2-3 timmar.

Tabell 4: Parametervärden som användes vid FTIR-spektroskopisk analys av proverna.

Lista över parameterinställningar	
Parameter	Parametervärde
Skala, synligt objekt	15:1
Skala, IR-objekt	15:1
Pixelstorlek	5,500 μm
Antal bakgrundsscannningar per pixel	120 st
Antal scannningar per pixel	25 st
Upplösning	8 cm^{-1}
Skanningstyp	Transmittans [%]
Skanningsspektra	3950 - 600 cm^{-1}

3.8 Databehandling med hjälp av *siMPle*

Efter att den spektroskopiska analysen slutförts analyserades resultaten med programvaran *siMPle*, som med hjälp av referensspektra kvantifierade och identifierade mikroplaster som förekommit på linsen. Bildanalysen AAU användes för detta. *siMPle*'s standardinställningar för Pearson-koefficienterna användes vid beräkningen av matchningsvärdena. I enlighet med Johnsons metod antogs MP med en matchning på över 0,65 initialt vara

av samma slag som referenspartikeln. För att minimera risken för falska positiva respektive negativa matchningar undersöktes sedan likheterna och skillnaderna mellan referens- och partikelspektra för ett flertal partiklar med olika matchningsgrad av samtliga MP-typer manuellt. I de fall då uppenbara skillnader mellan referens- och partikelspektra förekom vid $t_1 = 0,65$ höjdes t_1 för just den typen av MP. En tabell över resonemanget presenteras nedan (tabell 5). Enbart MP med en matchningsgrad högre än det nya tröskelvärdet bedömdes sedan vara av samma sort som referenspartikeln. Kvantifieringen gjordes i Microsoft Excel. Vilka tröskelvärden som användes för olika typer av plast anges i tabell 6.

Tabell 5: Andelen av det totala antal matchningar siMPle gjort som bedöms vara rättmätiga även manuellt. Antal felaktigt bedömda partiklar som sorteras bort efter manuell bedömning anges.

Beslutande om tröskelvärden för PE, PS och SAN, metodik			
Tröskelvärden	PE	PS	SAN
$t_1 = 0,65$	36 % rättmätiga matchningar.	31 % rättmätiga matchningar.	60 % rättmätiga matchningar.
$t_1 = 0,663$	-	-	100 % rättmätiga matchningar. 0 st rättmätiga matchningar med matchningsvärde $> 0,65$ sorterades bort.
$t_1 = 0,67$	-	71 % rättmätiga matchningar. 0 st rättmätiga matchningar med matchningsvärde $> 0,65$ sorterades bort.	-
$t_1 = 0,78$	56 % rättmätiga matchningar. 3 st rättmätiga matchningar med matchningsvärde $> 0,65$ sorterades bort.	-	-

Tabell 6: Tröskelvärden som användes för att minimera antalet partiklar som orättmätigt identifierats som MP.

Lista över parameterinställningar	
Plasttyp	Tröskelvärden (t_1 ; t_2 ; t_3)
ABS	0,65; 0,40; 0,30
Akryl	0,65; 0,40; 0,30
PA	0,65; 0,40; 0,30
PE	0,78; 0,40; 0,30
Polyester	0,65; 0,40; 0,30
PP	0,65; 0,40; 0,30
PS	0,67; 0,40; 0,30
PVC	0,65; 0,40; 0,30
SAN	0,663; 0,40; 0,30

4 Resultat och diskussion

I följande avsnitt presenteras och diskuteras de resultat som projektet generat. Resultaten som presenteras har tagits fram med hjälp av de tröskelvärden som anges i tabell 6.

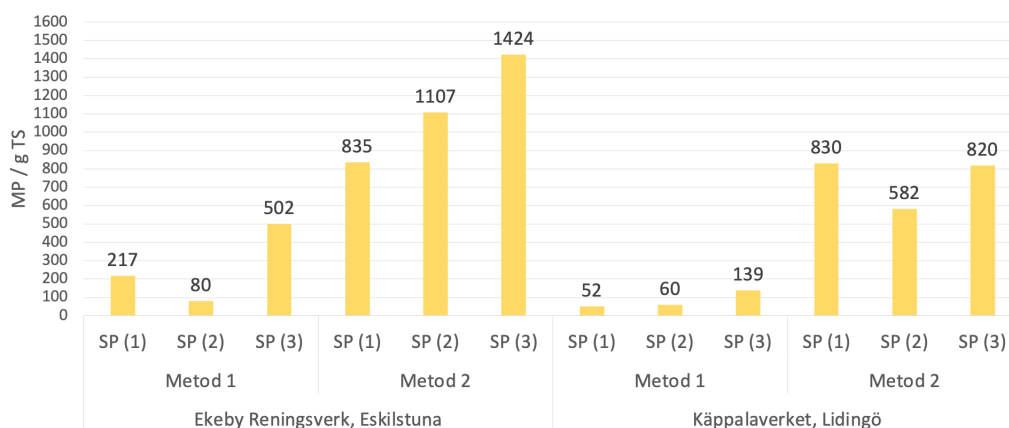
4.1 Översikt

Inledningsvis visualiseras hur många MP som sammanlagt identifierats i slamproverna som genomgått de två olika metoderna (figur 3), samt deras totala massa (figur 4). Utifrån dessa resultat diskuteras huruvida det finns betydande skillnader i resultaten från de olika metoderna och/eller slamprover från de olika reningsverken. Sedan presenteras hur många MP av olika sort som identifieras i de olika proven (figur 5). Dessa resultat utgör, tillsammans med figur 6, som visar vilka MP-typer som var vanligast förekommande, grunden för en diskussion angående vilka MP-typer som förekommer i flest slamprover, huruvida det finns någon skillnad i vilka MP-typer som förekommer beroende på vilken metod som använts och huruvida MP-typerna som finns i slammen från de olika reningsverkerna är av olika sort. Efter detta presenteras resultat angående storleksfördelningen hos de partiklar som identifierats (figur 7 och 8). Näst efter detta presenteras hur stor andel av de MP som identifierats utgörs av fibrer (figur 9).

Efter dessa resultat gällande identifierade MP och deras egenskaper diskuteras diverse resultat gällande osäkerheter: blankprover, återfinnandegrad och hur stor andel av provets totala volym som analyserats med hjälp av FTIR och siMPle samt skillnader mellan metoderna och reningsverken som kan ha orskat de eventuella skillnader som syns i resultaten. Även data gällande uppmätta temperaturer som överstigit 60 °C presenteras och deras betydelse diskuteras.

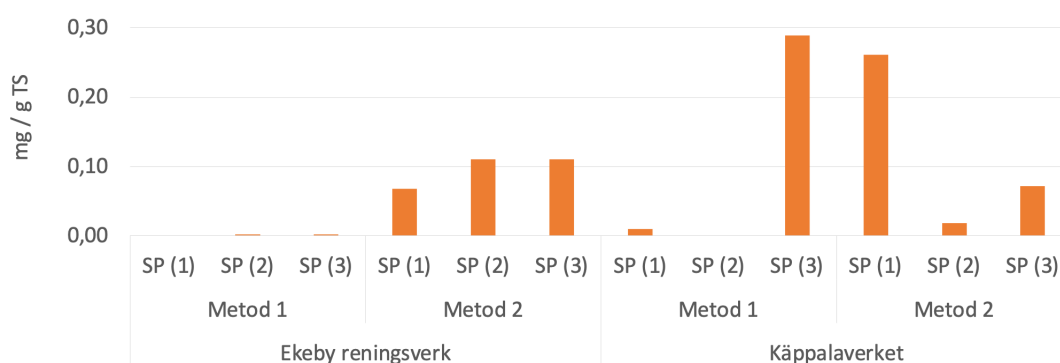
4.2 Identifierade mikroplaster: kvalitet, kvantitet och egenskaper

I figur 3 presenteras det totala antalet partiklar som identifierats i respektive slamprov, i enheten *MP per gram TS*. Totalt identifierades 80, 217 respektive 502 stycken partiklar per gram TS i slam från Ekeby Reningsverk med hjälp av metod 1 jämfört med 835, 1107 och 1424 stycken partiklar per gram TS med metod 2. Antalet MP är alltså högre i det slam



Figur 3: Totalt antal MP som uppskattas förekomma i slammet per gram TS.

som genomgått metod 2. Trenden ser likadan ut för MP per gram TS i slam från Käppalaverket: 52, 60 respektive 139 stycken MP per gram TS har extraherats och identifierats med metod 1 jämfört med 830, 582 och 820 stycken MP per gram TS med metod 2. Detta resultat pekar också på att, oberoende av metod, slam från Käppalaverket innehåller färre MP än slam från Ekeby reningsverk. I den vetenskapliga granskningsrapporten av El Hayany et al. från 2022 som nämndes i Bakgrundsavsnittet och som har sammanställt data från 75 olika reningsverk anges att 52 % av de studier som sammanfattats rapporterar en mikroplastförekomst på mellan 10^4 - 10^5 stycken MP per kg slam. Antalet MP som extraherats i detta projekt ligger i samma storleksordning.



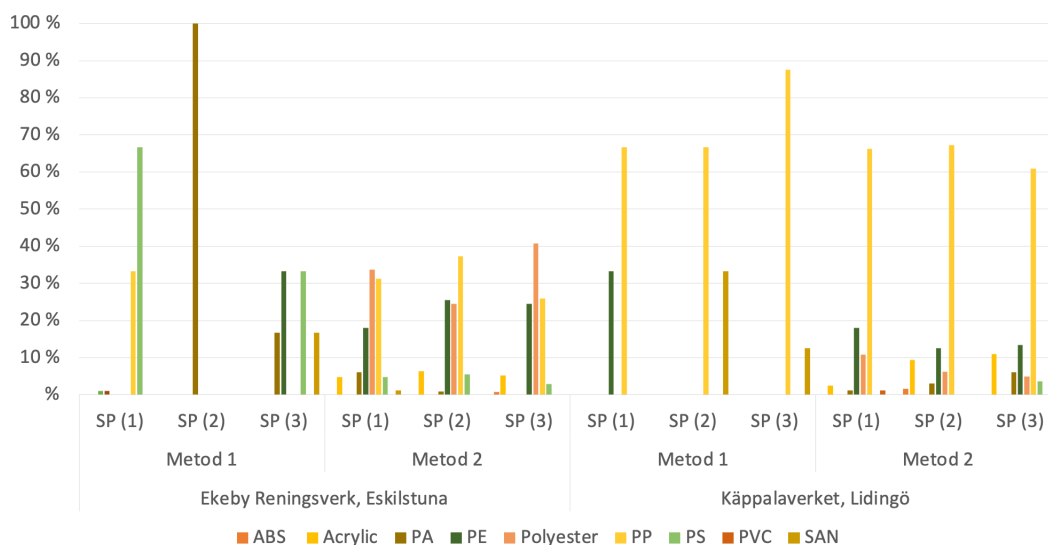
Figur 4: Massan MP (mg) som uppskattats finnas per gram TS slam.

I figur 4 presenteras den totala massa MP som extraherats ur de olika slamproverna, i enheten *mg per g TS*. Den MP-massa som extraherats ur slam från Ekeby reningsverk med hjälp av metod 1 ligger i snitt på $1,4 \cdot 10^{-3}$ mg/g TS, vilket är betydligt lägre än snittmassan som extraherats ur samma slam med metod 2: $9,6 \cdot 10^{-2}$ mg/g TS. Vad gäller slam från Käppalaverket är resultaten som presenteras i bilden inte lika enhetliga som för slammet från Ekeby. Från två av de tre slamprover från Käppalaverket som genomgått metod 1 har $9,8 \cdot 10^{-3}$ respektive $1,2 \cdot 10^{-4}$ mg/g TS extraherats. Från det tredje provet har däremot $2,9 \cdot 10^{-1}$ mg/g TS extraherats. Denna relativt stora totala massa i det tredje provet beror på att en (1 st) PP-partikel med relativt stor massa (16552 ng) identifierats. Samma sak syns i slammet från Käppala som genomgått metod 2: från det första av de tre slamproven har en total MP-massa på $2,6 \cdot 10^{-1}$ mg/g TS extraherats, medan massan från det andra och tredje slamprovet är $1,9 \cdot 10^{-2}$ respektive $7,2 \cdot 10^{-2}$ mg/g TS. Den relativt stora massan beror på att 3 stycken relativt stora PE-partiklar (5198, 1613 och 2249 ng) och 4 stycken relativt stora PP-partiklar (6837, 1291, 4638 och 1875 ng) extraherats ur det första provet, medan samtliga partiklar som hittats i det andra provet hade en massa som var mindre än 1000 ng och endast 2 partiklar i det tredje provet hade en massa som var större än 1000 ng (1 st PP och 1 st PMMA). Samtliga av dessa, i sammanhanget, stora partiklar har minst en dimension som är mindre än 300 μm , och det är således möjligt för dem att ta sig genom det första filtret. Dessa variationer beror därmed sannolikt inte på felaktig detektion, utan på att partiklarnas spatiala spridning i slammet varit oregelbunden.

Sett till sin helhet bekräftar resultatet i figur 4 resultatet i figur 3. Metod 1 har extraherat en mindre massa MP än metod 2 och det har förekommit en större massa MP i slammet från Ekeby reningsverk än i slammet från Käppalaverket. I en studie från Svenskt Vatten har MP-massan i slam från Ryaverket i Göteborg, Sjölundaverket i Malmö och Käppala-

verket undersökts. Man fann då en MP-massa om $2,3 \cdot 10^{-1}$, $4,2 \cdot 10^{-1}$ respektive $5,1 \cdot 10^{-1}$ mg/g TS (Tumlin and Bertholds, 2020). Det är i samma storleksordning som massan som extraherats ur de prover där relativt stora partiklar påträffats. I det projektet undersöktes dock förekomsten av MP som var av storlekarna 10-500 μm , medan föreliggande projekt enbart analyserat MP mellan 10-300 μm . Det kan förklara skillnaderna i magnitud, speciellt vad gäller Käppalaverket.

Figur 5 visar vilka MP-typer och hur många av respektive sort som identifierats i de olika proven. Figuren visar på att metod 2 lyckats extrahera ett större antal olika MP-typer än metod 1.

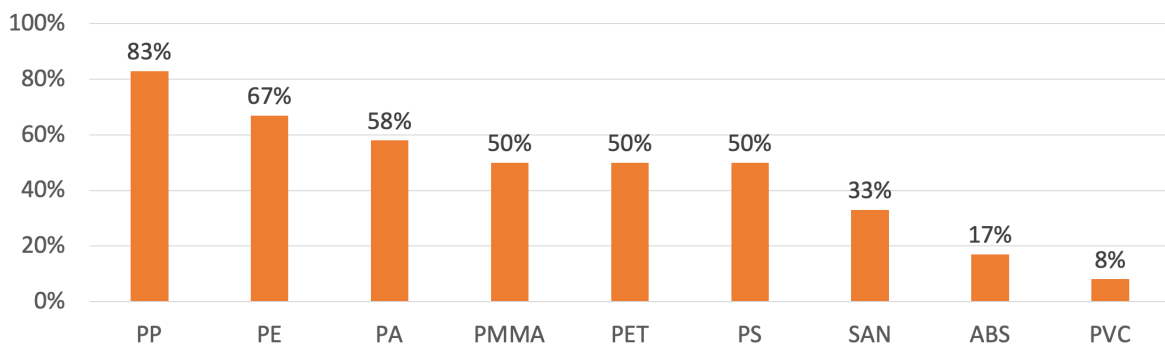


Figur 5: MP-typer som hittats i respektive prov samt hur stor andel av det totala antalet MP i ett prov som utgörs av en viss typ.

I figur 6 framgår att PP är den plasttyp som identifierats i flest slamprover, 67 % av proverna från Ekeby reningsverk och 100 % av proverna från Käppalaverket. PE förekommer i näst flest slamprover, 67 % av proverna från både Ekeby och Käppala. Den tredje främst förekommande plasttypen är PA, som identifierats i 67 % av proverna från Ekeby och 50 % av proverna från Käppala. PP, PE och PA är enligt litteraturen några av de vanligaste förekommande plastsorterna i slam från reningsverk (se användningsområden i tabell 2), och resultatet här är föga förvånande.

Gemensamt för PP, PE och PA är att partiklar av dessa material kan ha densiteter på från 0,9 till 1,25; 0,915 till 0,97 respektive 1,01 g/cm^3 , vilket är bland de lägsta bland de plasttyper som identifierats i detta projekt. Eftersom ett av stegen i extraheringsmetoden utgörs av densitetsseparering, och separationsvätskan har en uppmätt densitet på cirka 1,5 g/cm^3 är detta intressant. Teoretiskt kan ZnCl_2 nå en densitet på 1,9 g/cm^3 , men detta uppnåddes inte. En viss utspädning av densitetsvätskan skedde också, vilket kommer att diskuteras senare. Att några av plasterna med lägst densitet förekommer i högst utsträckning kan bero på just detta.

Vad gäller PE tilldelades ämnet ett första tröskelvärde, t_1 , som var betydligt högre än övriga (0,78). Detta gjordes eftersom ett stort antal falska matchningar gjordes av siMPle när t_1 initieellt sattes till 0,65. I utredningen kring vilket tröskelvärde som skulle tillämpas



Figur 6: Figuren visar hur stor procentandel av det totala antalet slamprover som mikroplaster av olika sort förekommer. PP förekommer i 83 % (10 st) av slamproverna och PVC i 8 % (1 st) av slamproverna.

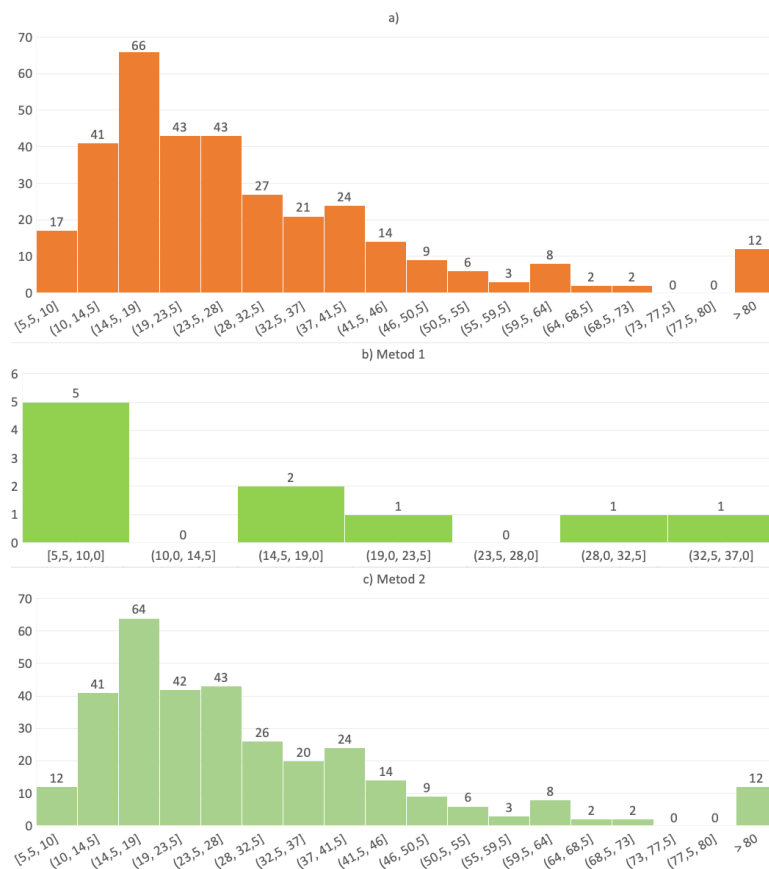
gjordes avväganden kring hur många falska matchningar som skulle tillåtas, eftersom ett högre tröskelvärde också innebar att rättmätiga positiva matchningar föll bort. Detta eftersom de, trots att partikeln i fråga sannolikt var av PE, inte stämde tillräckligt väl överens med referensspektrat för att erhålla en högre matchningsgrad än t_1 . Vid $t_1 = 0,78$ identifierades 3 stycken rättmätiga matchningar som föll bort, samt 4 stycken falska matchningar som orättmätigt bedömdes av siMPle som riktiga. Beslutet kring tröskelvärdet t_1 togs med hjälp av ett representativt urval av matchningar, i enlighet med Liu et al., 2019. Att de falska matchningarna inte plockades bort berodde på att metodiken bör hållas konsekvent för samtliga PE-matchningar och bedömningen riskerar att bli partisk om allt sådant arbete sker manuellt. För PP och PA användes $t_1 = 0,65$, i enlighet med metoden som användes av Johnson et al. 2020.

Vidare visar figur 6 på att PMMA och PET förekom i 50 % av proverna från både Ekeby och Käppala, och att PS förekom i 83 % av proverna från Ekeby och 17 % av proverna från Käppala. Dessa plasttyper är precis som PP, PE och PA vanligt förekommande i slam från reningsverk, och har densiteter på 1,10- 1,25 g/cm³, 1,3 - 1,6 g/cm³ respektive 1,04- 1,25 g/cm³ (tabell 2), vilket är överlappande och/eller högre än densiteten för PP, PE och PA. Det är möjligt att PET hade förekommit i högre utsträckning om separationsvätskan haft en högre densitet, då syntetiska fibrer utgörs av PET och dessa är mycket vanligt förekommande i slam. t_1 för PMMA och PET sattes till 0,65 medan det för PS höjdes till 0,67 för att undvika falska matchningar. Utredningen kring vilket tröskelvärde t_1 som ansågs vara lämpligt gjordes på samma sätt som för PE, och ett visst antal falska matchningar kan därför antas finnas med i det slutgiltiga resultatet.

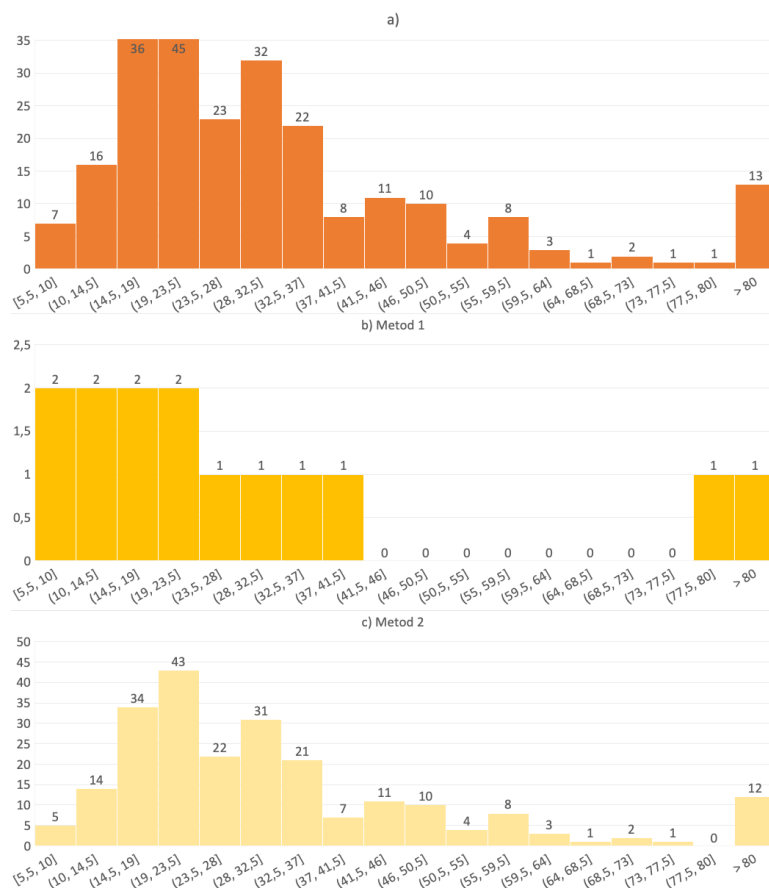
Slutligen visar figur 6 att SAN identifierades i 33 % av proverna från både Ekeby och Käppala, ABS i 17 % av proverna från både Ekeby och Käppala och PVC i enbart 17 % av proverna från Käppalaverket. Densiteten för dessa är 1,06- 1,40 g/cm³, 1,00- 1,25 g/cm³ respektive 1,15-1,70 g/cm³. Det är därmed möjligt att PVC hade förekommit i högre utsträckning om separationsvätskan haft högre densitet. t_1 för SAN sattes till 0,663 av samma anledning som tröskelvärdet för PE och PS, medan de första tröskelvärdena för ABS och PVC sattes till 0,65.

De plastsorter som var vanligast i proverna från Ryaverket, Sjölundaverket och Käppalaverket som undersöktes av Tumlin och Betholds 2020 var PE, PET och PP, vilket

stämmer överens med resonemanget ovan.



Figur 7: Storleksfördelning hos de partiklar som identifierats i slam från Ekeby reningsverk. Den översta figuren visar fördelningen hos de partiklar som identifierats i slam från Ekeby reningsverk (resultatet från metod 1 och metod 2 har slagits ihop). Följande figurer visar storleksfördelningen hos partiklar som identifierats i slam från Kåppalaverket som genomgått metod 1 respektive 2. Diagrammen har tagits fram med data som anger det minsta avstånd som siMple uppskattat hos partikeln (partikelns andra dimension, som avståndet kallas i bakgrundsavsnittet).



Figur 8: Storleksfördelning hos de partiklar som identifierats i slam från Käppalaverket. Den översta figuren visar fördelningen hos de partiklar som identifierats i slam från Käppalaverket (resultatet från metod 1 och metod 2 har slagits ihop). Följande figurer visar storleksfördelningen hos partiklar som identifierats i slam från Käppalaverket som genomgått metod 1 respektive 2. Diagrammen har tagits fram med data som anger det minsta avstånd som siMPle uppskattat hos partikeln (partikelns andra dimension, som avståndet kallas i bakgrundsavsnittet).

För att kunna tolka resultatet i figur 7 och 8 riktigt bör man åter påminna sig om att filter med filterstorlek 10 respektive 300 µm användes under laborationen.

Eftersom partiklarna som identifierats i slam som behandlats med metod 1 är relativt få, är dessa fördelningar inte helt tydliga. Det går dock att se att 50 % av partiklarna i slam från Ekeby reningsverk, metod 1 (figur 7b), ligger inom intervallet 10 - 37 µm, och att resterande 50 % är mindre än 10 µm. Vad gäller partiklar i slam som genomgått metod 2 (figur 7c) finns ett betydligt högre antal, vilket i sin tur gör storleksförordningen tydligare. Även här kan konstateras att majoriteten av partiklarna är av det mindre slaget. 72 % av partiklarna ligger här inom intervallet 10 - 37 µm. 20 % av partiklarna är mellan 37 och 80 µm, 4 % är större än 80 µm och 4 % är mindre än 10 µm.

Vad gäller slam från Käppalaverket, är antalet partiklar som identifierats med hjälp av metod 1 också relativt få. Storleksförordningen är därför mindre tydlig i figur 8b. Det kan dock konstateras att 64 % av partiklarna har en storlek på mellan 10 och 37 µm. 14 % av partiklarna är mindre än 10 µm och 21 % större än 77,5 µm. Figur 8c visar storleks-

fördelningen för de partiklar som identifierats i slam från Käppalaverket som behandlats med metod 2. 72 % av partiklarna har en storlek på mellan 10 och 37 μm , 20, 5 % har en storlek på mellan 37 och 80 μm och 5 % en storlek över 80 μm .

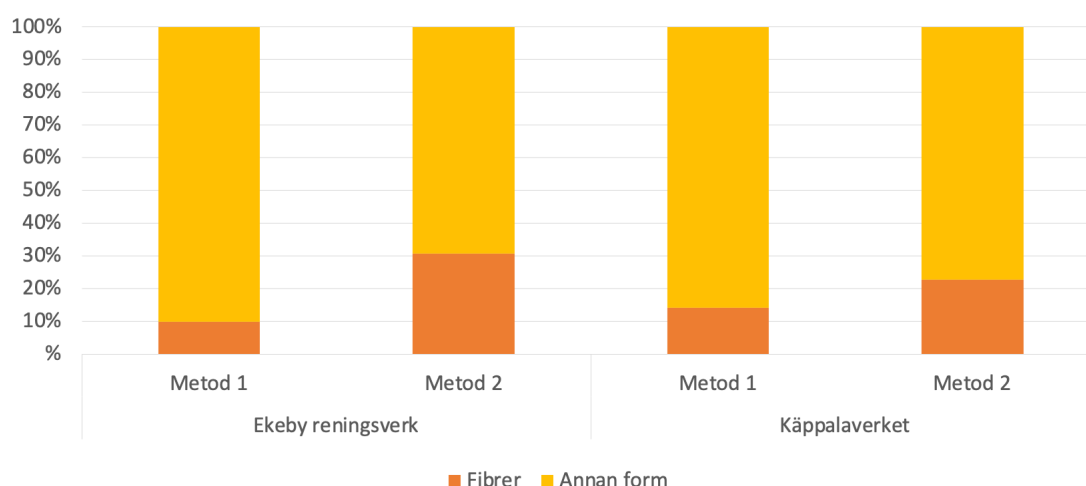
Det är intressant att det förekommer partiklar som är mindre än 10 μm eftersom de är tillräckligt små för att gå igenom båda filtren. Det är självklart möjligt att de fäst till eller fastnat på större partiklar och på så sätt undvikit att gå genom 10 μm -filtren. 5,5 μm är den minsta storlek som kan noteras av detektorn, och det kan således handla om ännu mindre partiklar. Dessa minsta partiklar skulle eventuellt också kunna tolkas som ”brus”, eftersom det förekommer partiklar av denna storlek även i blankproverna (figur 10).

Majoriteten av partiklarna i slam från Ekeby reningsverk, metod 1, och Käppalaverket, metod 1 och 2 samt hälften av partiklarna från Ekeby reningsverk, metod 2, har storlekar på mellan 10 och 37 μm . Eftersom partiklar med en storlek på upp till 300 μm tilläts förekomma, pekar resultaten på att metoderna som använts främst extraherar mindre partiklar. Det är svårt att jämföra storleksfördelningen mellan slammen som genomgått metod 1 eftersom dessa har så få datapunkter. För slammen som genomgått metod 2 har 72 % av partiklarna både från Käppalaverket och Ekebyverket en storlek på mellan 10 - 37 μm . Det går inte att säga något om huruvida MP i de olika slammen verkligen har samma storleksfördelning, då dessa resultat indikerar på att metod 2 främst extraherar partiklar av mindre storlek.

Figur 9 visar hur stor andel av de identifierade partiklarna som är i form av fibrer. Figuren visar på en viss skillnad mellan metoderna. I slam som genomgått metod 1 har 10 respektive 14 % av alla MP som identifierats fiberform, jämfört med 30 respektive 22 % i slam som behandlats med metod 2. Andelen specifika MP-former varierar mellan länder och till och med städer. Det är vanligt att fibrer utgör mellan 30,5 och 78 % av det totala antalet mikroplast (El Hayany et al., 2022). Eftersom samtliga resultat i detta projekt är lägre än dessa siffror finns anledning att tro att metoderna som tillämpats inte fungerar särskilt väl vad gäller extraktion av fibrer. Under laborationen sköljdes 300 μm -filtret med rikliga mängder vatten efter att all provvätska passerat det, men det finns ändå risk att fibrösa partiklar fastnat där. Åtminstone är risken att fibrösa fibrer fastnat där större än för exempelvis sfäriska. Fibrösa segment har också lättare att fastna i slammatrisen än exempelvis sfärer och kan därmed vara svårare att separera från den. En möjlig förklaring till varför en större andel av de partiklar som identifierats med metod 2 var fibrer är att detta slam genomgått en ytterligare oxidering. En förklaring till varför fibrer inte återfunnits i den grad man kunnat vänta sig är att det kan vara svårare att identifiera fibrer än andra typer av partiklar med FTIR-spektroskopi. Detta eftersom fibrer kan vara ”krulliga” och därför inte nödvändigtvis har full kontakt med linsen som de ligger på. Det kan innebära att alla fibrer som finns på linsen inte identifieras.

4.2.1 Observerade skillnader mellan slam från Ekeby reningsverk och Käppalaverket

Resultatet i figur 3 visar att ett större antal MP identifierats i slam från Ekeby reningsverk än i slam från Käppalaverket, oberoende på vilken metod som använts. Resultatet i figur 5 visar på att samma plasttyper har förekommit i slam från båda reningsverken, med undantag för PVC. PVC hittades i en kvantitet om 10 partiklar per gram TS i ett av slamproven från Käppalaverket (metod 2) men inte i något av slamproven från Ekeby reningsverk.



Figur 9: Figuren anger hur många % av partiklarna som extraherats med respektive metod från slam från respektive reningsverk som har fiberform.

Figur 7 och 8 visar på att storleksfördelningen hos MP i de båda slammen är mycket lika. Enligt resultaten i figur 9 har fibrer inte identifierats i den utsträckning som kunde förväntas, utifrån litteraturen. Det finns heller inte någon genomgående trend (alltså resultat från både metod 1 och 2) gällande vilket slam som innehåller flest fibrer, så en slutsats kring det är svårt att dra.

Enligt litteraturen varierar antalet MP och vilka typer av plast som förekommer i slam beroende på bland annat populationsstorlek, regleringar gällande plastanvändning, sanitetssystem och industriella aktiviteter. Käppalaverket tar emot en drygt 3 gånger större volym avloppsvatten än Ekeby Reningsverk, från drygt 6 gånger så många pe. Dessa skillnader verkar inte påverka vilka typer av plaster som samlas i slammet. Det kan tyckas rimligt, då reningsverken ligger i samma land och renar vatten från hushåll, industrier och verksamheter som i stort följer samma normer vad gäller hygien och regleringar. Vad som däremot skiljer sig åt är antalet MP per gram TS. Slamåldern på Käppalaverket är i snitt 2,75 dagar längre än slamåldern på Ekeby Reningsverk, vilket möjligen skulle kunna påverka slammets MP-halt. Om detta var den enda bakomliggande faktorn borde dock koncentrationen vara högre i slammet från Käppalaverket. En annan intressant skillnad mellan verken är att man tillsätter olika typer av polymer, vilket skulle kunna orsaka skillnader i sedimenteringsprocessen på de olika verken. Dessvärre är variationer i avloppsvattnet och därmed också slammet stora över tid, och det är minst lika troligt att skillnader i sedimenteringsprocessen också eller snarare beror på skillnader i dessa parametrar. Även metoden för avvattnings skiljer sig åt: på Käppalaverket använder man sig av centrifuger medan man på Ekebyverket använder skruvpressar. Det är möjligt att olika avvattningsmetoder kan påverka egenskaper hos det avvattnade slammet. Eftersom slammen har olika ursprung är det naturligt att de har olika egenskaper, och det skulle kunna påverka hur väl de olika metoderna för extrahering av MP som använts i detta projekt uppfyller sitt syfte.

4.2.2 Observerade skillnader mellan resultat från metod 1 och 2

Metoderna som användes för att extrahera MP är i grunden lika varandra, då samma kemikalier och reagenter används. Till en början ser metoderna även likadana ut i utförandet. Ungefär lika stor massa slam tillsätts E-kolvarna (ca 2 gram) och slammens TS-halt är relativt lika varandra (Bilaga B). Det är först efter att proven inkuberats i 24 timmar som metoderna skiljer sig åt. Proven som genomgår metod 1 hålls direkt i separationstrattar tillsammans med 50 (slamproven från Ekeby Reningsverk) respektive 75 ml ZnCl_2 (Käppalaverket). Att dessa volymer är olika stora berodde på att metoden modifierades. För proven som behandlas med metod 2 ställdes E-kolvarna med proven att sedimentera efter att de tagits ur inkuberingsugnen. Detta ledde till att fast material samlades på botten. Vätskan och de partiklar som inte sedimenterat filtrerades sedan genom ett 10 μm -filter genom att helt enkelt hålla vätska ur E-kolven tills dess att även sedimenten började följa med. Filtringen avslutades då och filtren inkuberades i ytterligare 24 timmar i H_2O_2 och genomgick således en ytterligare oxidering, ett extra reningssteg. Sedimenten blandades ut med 75 ml ZnCl_2 och hällades sedan i separationstrattarna. Efter att inkuberingen avslutats och separationstrattarna tömts på sediment filtrerades åter vätskan från både det kärl som respektive filter legat i och från tillhörande separationstratt genom filtren.

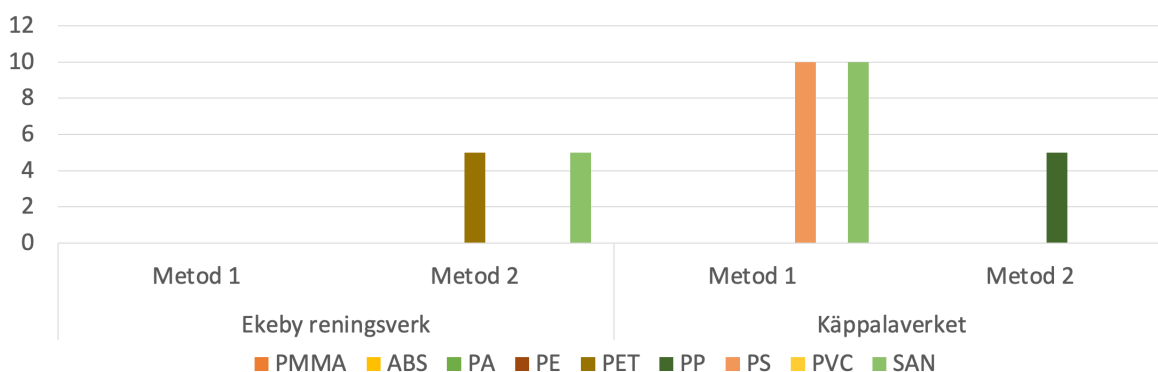
Skillnaden mellan metoderna är således att det i metod 2 sker ett extra reningssteg där organiskt material som finns i vätskefasen fastnar på filtret oxideras igen. Det ger med stor sannolikhet ett renare prov med mindre organiskt material, vilket i sin tur minskar risken att MP täcks av organiskt material och därför inte kan identifieras under FTIR-analysen. En annan viktig skillnad är att sedimentationsvätskan i separationsflaskan späds ut mindre i metod 2. Teoretiskt späds separationsvätskan i metod 1 som används för slamproven från Ekeby Reningsverk ut från 1,5 till 1,22-1,26 g/cm^3 när proven överförs till separationstrattarna, medan sedimentationsvätskan i metod 2 späds ut betydligt mindre. Detta påverkar sannolikt i vilken utsträckning plaster med högre densitet än sedimentationsvätskans kan extraheras ur provet. Figur 5 visar de plasttyper som identifierats i de respektive slamproven. I slamproven som genomgått metod 1 har i snitt 2,17 stycken plasttyper identifierats per prov. I slamproven som genomgått metod 2 är snittantalet istället 6,17 stycken plasttyper. Det finns alltså en märkbar skillnad. De plasttyper som sammanlagt extraherats och identifierats med hjälp av metod 1 är PA, PP, PS, SAN och PE (5 stycken) medan de som extraherats och identifierats med metod 2 är ABS, PMMA, PA, PE, PET, PP, PS, PVC och SAN (9 stycken). Eftersom samtliga plasttyper har ett spann med möjliga densiteter (tabell 2) är det svårt att med säkerhet säga att de MP som extraherats med metod 1 definitivt har en lägre densitet än de som enbart extraherats med metod 2. Det kan dock konstateras att den lägre gränsen för densitetsspannet för de plaster som hittats med metod 1 ligger på 1,01 ; 0,9 ; 1,04 ; 1,06 respektive 0,915 (LDPE) och 0,94 (HDPE) g/cm^3 medan den lägre gränsen för de typer som enbart identifierades med metod 2 ligger på: 1,00 ; 1,10; 1,3 och 1,15 g/cm^3 . Dessa värden indikerar på att de typer som extraherats med metod 2 har högre densitet, och att det är på grund av separationsvätskans högre densitet som metod 2 gett större utfall.

4.3 Osäkerheter och referensprov

I följande avsnitt presenteras resultat från blankprov, prov som visar på återfinnandegrad av den kända mängden plast som tillsattes prov med slam och glaskulor samt uppmätta

temperaturer som överstiger 60 °C. En diskussion kring vilken plasttyp som gett högst återfinnandegrad och huruvida dessa resultat beror på metodval snarare än plast, samt en diskussion kring huruvida resultaten för återfinnandegrad alls är representabla förs, liksom huruvida det finns något samband mellan andelen provvolym som analyserats och antalet identifierade partiklar.

Figur 10 presenterar data som erhållits från de blankprover som följde slamproverna genom de respektive behandlingarna. I många studier tas hänsyn till resultatet av blankprover genom att den eventuella kontaminering som skett helt enkelt dras bort från de faktiska slamproverna. I detta projekt har detta inte gjorts, utan blankproverna används istället som underlag för diskussion angående trovärdigheten hos resultaten från de faktiska slamproverna. Det kan konstateras att det förekommit viss kontaminering i tre av dessa fyra blankprov. I blankprovet som följt slamproven från Ekeby Reningsverk, metod 2, uppskattas 5 PET och 5 SAN-partiklar ha förekommit utifrån resultatet från FTIR-analysen. Relativt förekomsten av PET i motsvarande slamprover (140, 135 och 275 stycken) är detta antal litet. Vad gäller SAN är förekomsten i motsvarande slamprover mindre, enbart 5 SAN-partiklar har uppskattats i bara ett av de tre slamproven. Det innebär att SAN-förekomsten i slammet från Ekebyverket kan ifrågasättas.

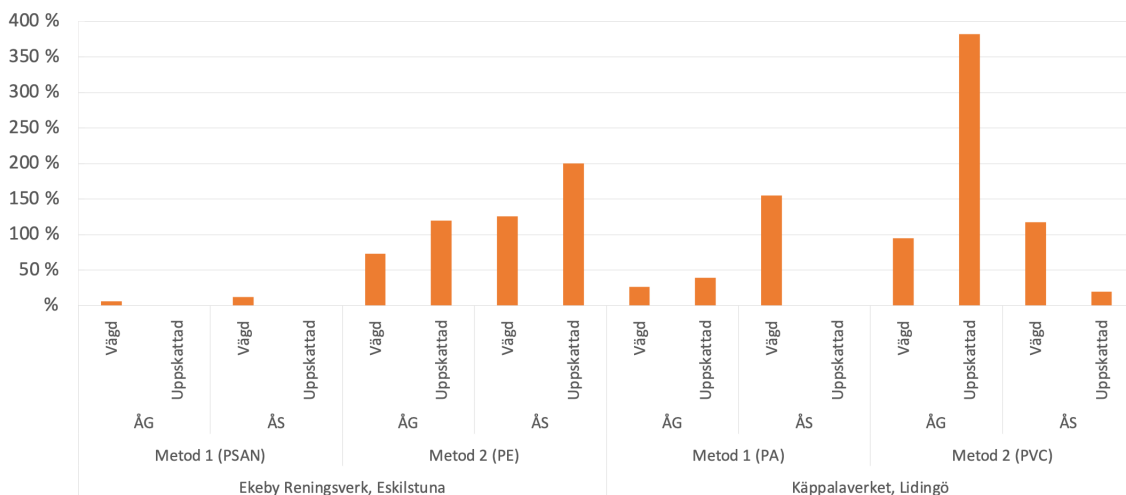


Figur 10: Antalet MP som uppskattats finnas i den totala Blankprov-volymen. Beräkningen har utgått från antalet MP som identifierats i volymen som analyserats med FTIR som modifierats att representera hela provvolymen.

I blankprovet som följt slamproverna från Käppalaverket, metod 1, uppskattas 10 PS-partiklar och 10 SAN-partiklar ha förekommit i det fullständiga provet. Dessa partiklar är mycket små till storleken, 5,5 µm (den minsta möjliga storleken), och man kan därför undra huruvida det rör sig om störningar som uppfattats av detektorn under FTIR-analysen. PS förekommer inte i något av de respektive slamproven, men 10 SAN-partiklar uppskattas ha funnits i två av dem. Därmed kan SAN-förekomsten i dessa två prover också ifrågasättas.

Blankprovet som följt slam från Käppalaverket, metod 2, har uppskattats innehålla 5 stycken PP-partiklar. Eftersom PP förekommer i mycket högre halter i de respektive slamproven (275, 215 samt 250) antas en lika stor kontaminering av slamproven ha mycket liten påverkan på resultatets trovärdighet. Det totala antalet partiklar i samtliga prov har beräknats utifrån hur många partiklar som identifierats på linsen som analyserades med FTIR-spektroskopi. Vad gäller PP i detta blankprov identifierades 1 stycken PP-partikel under analysen. Eftersom samma labbmateriell användes för samtliga prover,

är det möjligt att denna partikel helt enkelt inte försvann när utrustningen diskades efter att ha använts för de faktiska slamproven, exempelvis filtreringsutrustningen. De tre faktiska slamproven filtrerades alltid först, och de respektive referensproven följde alltid efter dessa.



Figur 11: Figuren visar i vilken grad plasten som tillsattes RR- och GB-proverna återfunns efter att laborationen genomförts, i enheten [vikt%]. Återfinnandegraden har undersökts på två sätt: genom att väga hur stor massa som tillkommit 10 µm-filtren efter att proven filtrerats genom dem (efter att de torkats), samt genom att utifrån den spektroskopiska analysen uppskatta hur stor massa som återfunns.

Mängden plast som tillsattes de respektive proven anges i Bilaga A. Återfinnandegraden som presenteras i figur 11 har uppskattats på två olika sätt, dels genom att väga 10 µm-filtret efter att all provvätska filtrerats genom det och det torkats så att ingen vätska finns kvar i det, samt genom att med hjälp av siMPle uppskatta massan hos de partiklar av samma typ som den tillsatta plasten och utifrån den massan uppskatta återfinnandegraden för hela provet.

Återfinnandegraden av den mikroplast som tillsattes ÅS- och ÅG-proven ger en uppfattning om hur väl de olika metoderna fungerar för extrahering av olika typer av plast. Eftersom olika typer av plast användes är det svårt att jämföra metoderna enbart med hjälp av dessa resultat. Resultaten kan snarare användas för att ge en uppfattning kring vilken plasttyp som bäst passerat laborationen och tillsammans med andra resultat indikera på vilken metod som fungerat bäst. Den plastsort som återfunns i högst utsträckning är PVC, följt av PE. Dessa tillsattes i ÅS- och ÅG-proven som genomgick metod 2, och resultaten kan tolkas både som att metod 2 var fungerade bättre än metod 1 för extrahering av plast och att dessa två plasttyper är enklare att extrahera ur en slammatris. PA gav näst lägst återfinnandegrad, följt av PSAN. PSAN finns inte i det referensbibliotek som användes och borde därför inte ha använts som referensplast eftersom identifieringen då behövde göras manuellt.

Vad gäller slam från Ekeby Reningsverk, metod 1, ligger återfinnandegraden på för glasprovet på 6 vikt% (vägd) och 0,1 vikt% (uppskattad). Båda är låga, och att den vägda återfinnandegraden är något högre än den uppskattade skulle kunna bero på att exempelvis

järnfällning från fenton-lösningen fastnat på filtret och att det är den massan som ger utslag, inte den tillsatta plastsorten. Samma trend ses i resultaten för slamprovet med tillsatt plast (Ekeby Reningsverk) - den uppmätta återfinnandegraden ligger på 13 vikt% medan den uppskattade ligger så lågt som på 0,0 vikt%. Det är sannolikt rester från organiskt material som inte brutits ner och som fastnat i filtret som orsakar skillnaden.

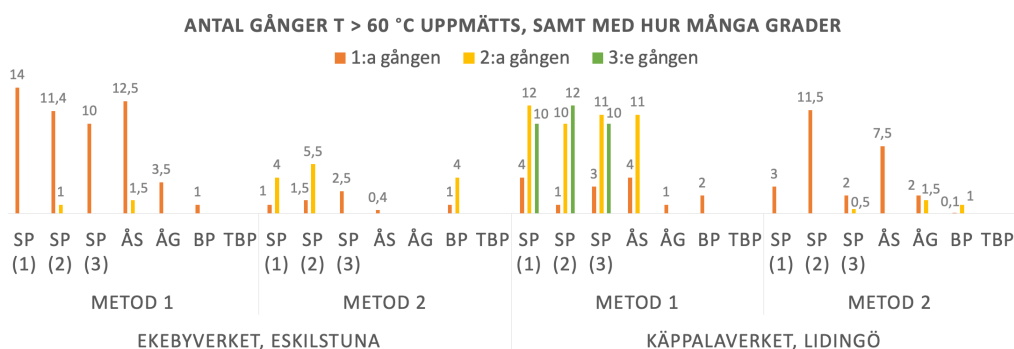
Vad gäller återfinnandegraden för slam från Ekeby Reningsverk som genomgått metod 2 är återfinnandegraden högre. För provet med glaskulor är den uppmätta återfinnandegraden 73 vikt% och den uppskattade 120 vikt%. Förlusten som påvisas i den uppmätta beror sannolikt på att partiklar fastnat på labbmateriell eller skadats under de behandlingar som provet genomgått (exempelvis av förhöjda temperaturer, figur 12). Att den uppskattade återfinnandegraden övergår 100 vikt% beror sannolikt på att siMPles uppskattning av partiklarnas volym och/eller att densiteten som används för att beräkna massan är felaktig. Det är också möjligt att siMPle i sin analys "sätter ihop" partikelkluster till en enda stor partikel och att mellanrum mellan de fysiska partiklarna också anses vara partikelmassa. Detta sistnämnda skulle kunna åtgärdas genom att sänka t_2 , som i dessa analyser haft ett värde på 0,4. En annan sannolik anledning till att värdet överstiger 100 vikt% är att den del av provvätskan som pipetterades ned på linsen som sedan analyserades med FTIR och siMPle inte var representativ för resterande vätska, utan innehöll en högre koncentration av den tillsatta plasten än övriga provet. Samma resonemang följer för återfinnandegraden hos slamprovet med tillsatt plast för slam från Ekebyverket, metod 2.

Angående återfinnandegraden i slam från Käppalaverket som genomgått metod 1 är den uppmätta för plast som tillsatts provet med glaskulor 26 vikt%, jämfört med uppskattad återfinnandegrad på 39 vikt%. Dessa två siffror ligger inte särskilt långt ifrån varandra och den skillnad som finns mellan dem kan sannolikt förklaras med samma faktorer som tidigare - en överskattning av siMPle och ett icke-homogent prov. Återfinnandegraden för plast som tillsatts slamprovet från Käppala som genomgått metod 1 har uppmätts till 155 vikt% medan den med hjälp av siMPle uppskattats vara 0,1 vikt%. Detta är en betydande skillnad, som återigen skulle kunna förklaras med att mycket organiskt material fastnat på filtret som vägts. Att den uppskattade återfinnandegraden för slamprovet är lägre än för provet med glaskulor beror sannolikt på att plasten "fastnat" i slammatrisen. Denna tes bekräftas av resultatet för slammet från Ekeby Reningsverk som också genomgått metod 1.

Vad gäller slam från Käppalaverket som genomgått metod 2 har den vägda återfinnandegraden av plast i provet med glaskulor uppmätts till 95 vikt%, och den uppskattade till 382 vikt%. Detta höga tal beror sannolikt på överskattning av siMPle och att ett icke-representativt pipetterats på linsen som analyserades. För plasten som tillsattes slamprovet är den vägda återfinnandehalten 117 vikt%, vilket sannolikt beror på att annat material (exempelvis organiskt material eller partikel av metall) också fastnat på filtret. Den uppskattade återfinnandehalten är betydligt lägre, 20 vikt% - mycket lägre än både den vägda och uppskattade graden hos provet med glaskulor, vilket återigen pekar på att plast fäster till slammatrisen och därmed går förlorad. Det låga resultatet skulle självklart också kunna bero på att en icke-representativ delvolym pipetterats ner på linsen som analyserades med siMPle, eftersom den vägda halten är så pass mycket högre för provet. Det är dock svårt att säkert konstatera då det inte går att säga hur mycket organiskt material som står för vikten i den uppmätta återvinnandegraden.

En viktig diskussion är huruvida storleken på den provvolym som pipetterades ner

på lins relativt den totala kan ha haft en påverkan på resultatet. Andelen av provet som pipetterades på linsen varierade beroende på bland annat hur mycket partiklar som fanns i provet - om det fanns mycket partiklar togs en mindre andel för att undvika att dessa låg på varandra. I beräkningarna som gjorts för att uppskatta det totala antalet partiklar i proven har antaganden kring helt homogena prov gjorts, och att den pipetterade volymen är representativ för det resterande provet. I verkligheten är det svårt att åstadkomma detta, vilket resultaten i föregående stycke bekräftar. En större andel pipetterad volym innebär därmed bättre representativitet och en mindre andel sämre. Bilaga 7 anger bland annat hur stor andel den analyserade volymen utgör av totalen. För proverna från Ekeby reningsverk, metod 1, har 2,5 % analyserats. I dessa prover har färre partiklar uppskattats finnas än i de prover från Ekeby som genomgått metod 2. 20 % av proverna från Ekeby, metod 2, har analyserats, vilket är intressant och skulle kunna vara en bidragande faktor till den stora skillnad som setts i resultaten. 10 % av proverna från Käppala, metod 1, har analyserats, jämfört med 20 % för metod 2. Även här finns en tydlig skillnad mellan antalet partiklar som identifierats. Denna trend stämmer dock inte om man jämför antalet partiklar som återfunnits i slam från Ekeby, metod 1, med slam från Käppala, metod 1. Det har identifierats fler partiklar i de prov där 2,5 % av provvolymen analyserats än i de där 10 % analyserats. Det kan dock också bero på att slammet från Ekeby innehållit fler partiklar än slammet från Käppala, och att detta lyst igenom trots skillnader i analyserad andel av provvolymen. Slutligen bör uppmärksammas att de slamprov som genomgick de respektive metoderna utgjordes av cirka 0,5 g torrslam. Den ringa massan innebär en osäkerhet.



Figur 12: Figuren visualiserar hur många gånger provens temperatur uppmätts vara högre än 60 °C samt hur många grader högre.

Temperaturer över 60 °C uppges i Bakgrunds-avsnittet kunna skada MP. Under laborationen mättes temperaturen hos proven efter att de plockats ut ur inkubatorn, sammanlagt 4 gånger. Figur 12 anger hur många gånger temperaturen översteg 60 °C samt med hur många grader. Diagrammet visar tydligt på att höga temperaturer uppmätts framför allt i de prov som genomgått metod 1. Slamproven från Käppalaverket som genomgått metod 1 har uppmätts haft temperaturer över 60 °C tre gånger, medan slamproven från Ekebyverket som genomgått metod 1 har uppmätts hålla höga temperaturer mellan 1 och 2 gånger. Eftersom provernas temperatur mätts manuellt strax efter att proven tagits ut ur inkuberingsugnen går det inte att säga hur höga temperaturer proven haft under själva inkuberingen. Baserat på den data som presenteras i figur 12 är det troligt att provtemperaturerna kan ha överstigit 60 °C även under inkuberingen, men det är oklart med hur

många grader. Eftersom temperaturen mättes manuellt är en möjlig förklaring att varför de uppmätta temperaturernas magnitud skiljer sig åt mellan metoderna och reningsverken att den inte mättes lika tätt in på att proven tagits ur ugnen i alla fall. Eftersom temperaturen i ugnen var 60 °C respektive 40 °C under inkuberingen av samtliga prover beror den uppmätta temperaturskillnaden annars på skillnader i egenskaper hos proven. Det finns risk att MP i proven skadats av dessa upphöjda temperaturer vilket kan ha påverkat det antalet identifierade och kvantifierade MP, och vid tolkning av resultaten måste hänsyn tas till detta.

4.4 Slutsats

Sammanfattningsvis kan sägas att förekomsten av MP i slam från de olika reningsverken skiljer sig åt kvantitativt. Ett större antal MP har identifierats i slam från Ekeby reningsverk än i slam från Käppalaverket. MP-förekomsten i slammen skiljer sig dock inte från varandra kvalitativt, med undantaget PVC som enbart hittades (i mycket låg koncentration) i slam från Käppalaverket. De vanligast förekommande MP-typerna i slammen är PP, PE och PA. Storleksfördelningen hos MP som identifierats i de olika slammen är mycket lika varandra, och majoriteten är av storlekar inom intervallet 10-37 µm. Det kan innebära att dessa storlekar faktiskt är vanligast i slammen, eller att metoderna som används fungerar bäst för extrahering av just dem. Vidare visar resultaten på att fibrer utgör en mindre andel av de MP som identifierats än vad som var väntat. Detta kan bero på att fibrer faktiskt inte förekommer i hög grad i slammen, eller att metoderna som använts inte extraherar fibrer på ett effektivt sätt. Resultatet visar även att de två metoderna är olika effektiva vad gäller extrahering av MP, och att metod 2 fungerat bättre än metod 1. Detta beror sannolikt på att slammet genomgår ett ytterligare reningssteg i metod 2 samt att separationsvätskan inte späds ut i samma utsträckning som i metod 1, vilket gör att separeringen fungerar bättre.

Referenser

Ahrendt, C., Perez-Venegas, D., Urbina, M., Gonzalez, C., Echeveste, P., Aldana, M., Pulgar, J., and Galban-Malagon, C. (2020). Microplastic ingestion cause intestinal lesions in the intertidal fish *Girella laevis*. *Marine Pollution Bulletin*, 151:110795.

Aleksandrova Velichkova, F., Delmas, H., Julcour-Lebigue, C., and Koumanova, B. (2017). Heterogeneous fenton and photo-fenton oxidation for paracetamol removal using iron containing zsm-5 zeolite as catalyst. *AIChE Journal*, 63 (2):pp.669–679.

Amobonye, A., Bhagwat, P., Raveendran, S., Singh, S., and Pillai, S. (2021). Environmental impacts of microplastics and nanoplastics: A current overview. *Frontiers in Microbiology*, 12.

A/S, A. (u.å.). Pa – also known as nylon, <https://acoplastic.com/high-tech-and-construction-plastic/pa-en/>: :text=the%20benefits%20of%20pa%20include,and%20mechanical%20attrib[25.05.2023].

- Bretas Alvim, C., Bes-Pia, M., and Mendoza-Roca, J. (2020). Separation and identification of microplastics from primary and secondary effluents and activated sludge from wastewater treatment plants. *Chemical Engineering Journal*, 402:126293.
- Browne, M. A. (2015). *Sources and Pathways of Microplastics to Habitats*, pages 229–244. Springer International Publishing, Cham.
- Bråte, I. L., Huwer, B., Thomas, K., Pettersen Eidsvoll, D., Halsband, C., Carney Almroth, B., and Lusher, A. (2017). Micro-and macro-plastics in marine species from nordic waters.
- Chen, Y., Wen, D., Pei, J., Fei, Y., Ouyang, D., Zhang, H., and Luo, Y. (2020). Identification and quantification of microplastics using fourier-transform infrared spectroscopy: Current status and future prospects. *Current Opinion in Environmental Science Health*, 18:14–19. Environmental Chemistry: Innovative Approaches and Instrumentation in Environmental Chemistry.
- Choi, J. S., Hong, S. H., and Park, J.-W. (2020). Evaluation of microplastic toxicity in accordance with different sizes and exposure times in the marine copepod *tigriopus japonicus*. *Marine Environmental Research*, 153:104838.
- Cunsolo, S., Williams, J., Hale, M., Read, D., and Couceiro, F. (2021a). Optimising sample preparation for ftir-based microplastic analysis in wastewater and sludge samples: multiple digestions. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 413:1–11.
- Cunsolo, S., Williams, J., Hale, M., Read, D. S., and Couceiro, F. (2021b). Optimising sample preparation for ftir-based microplastic analysis in wastewater and sludge samples: multiple digestions. *Anal Bioanal Chem*, 413:3789–3799.
- Deena, T., James, J. S., and Selvaraj, M. R. (2019). Chapter 12 - nanoparticle characterization techniques. In Shukla, A. K. and Iravani, S., editors, *Green Synthesis, Characterization and Applications of Nanoparticles*, Micro and Nano Technologies, pages 303–319. Elsevier.
- Dilara Hatino, M. and Dilek Sanin, F. (2021). Sewage sludge as a source of microplastics in the environment: A review of occurrence and fate during sludge treatment. *Journal of Environmental Management*, 295:113028.
- El Hayany, B., Rumpel, C., Hafidi, M., and El Fels, L. (2022). Occurrence, analysis of microplastics in sewage sludge and their fate during composting: A literature review. *Journal of Environmental Management*, 317:115–364.
- Enders, K., Lenz, R., do Sul, J. A. I., 1, A. S. T., and Labrenz, M. (2020). When every particle matters: A quechers approach to extract microplastics from environmental samples. *Methods X*, 7.
- Enfrin, M., Hachemi, C., Hodgson, P. D., Jegatheesan, V., Vrouwenvelder, J., Callahan, D. L., Lee, J., and Dumeé, L. F. (2021). Nano/micro plastics - challenges on quantification and remediation: A review. *Journal of Water Process Engineering*, 42:102128.

- Gonzalez-Pleiter, M., Velazquez, D., Edo, C., Carretero, O., Gago, J., Baron-Sola, A., Hernandez, L. E., Yousef, I., Quesada, A., Leganes, F., Rosal, R., and Fernandez-Pinas, F. (2020). Fibers spreading worldwide: Microplastics and other anthropogenic litter in an arctic freshwater lake. *Science of The Total Environment*, 722:137904.
- Habib, R., Thiemann, T., and Al Kendi, R. (2020). Microplastics and wastewater treatment plants—a review. *Journal of Water Resource and Protection*, 12.
- Horton, A. A. and Barnes, D. K. (2020). Microplastic pollution in a rapidly changing world: Implications for remote and vulnerable marine ecosystems. *Science of The Total Environment*, 738:140349.
- Hurley, R. and Nizzetto, L. (2018). Fate and occurrence of micro(nano)plastics in soils: Knowledge gaps and possible risks. *Current Opinion in Environmental Science Health*, 1:6–11. Micro and Nanoplastics Edited by Dr. Teresa A.P. Rocha-Santos.
- Hurley, R. R., Lusher, A. L., Olsen, M., and Nizzetto, L. (2018). Validation of a method for extracting microplastics from complex, organic-rich, environmental matrices. *Environmental Science & Technology*, 52(13):7409–7417. PMID: 29886731.
- Jiang, C., Chen, Z., Lu, B., Li, Z., Zhang, S., Liu, Y., and Luo, G. (2022). Hydrothermal pretreatment reduced microplastics in sewage sludge as revealed by the combined micro-fourier transform infrared (ftir) and raman imaging analysis. *Chemical Engineering Journal*, 450:138163.
- Johnson, A. C., Ball, H., Cross, R., Horton, A. A., Jurgens, M. D., Read, D. S., Vollertsen, J., and Svendsen, C. (2020). Identification and quantification of microplastics in potable water and their sources within water treatment works in england and wales. *Environmental Science & Technology*, 54(19):12326–12334. PMID: 32852201.
- Kaur, H., Rawat, D., Poria, P., Sharma, U., Gibert, Y., Ethayathulla, A. S., Dumeé, L. F., Sharma, R. S., and Mishra, V. (2022). Ecotoxic effects of microplastics and contaminated microplastics - emerging evidence and perspective. *Science of The Total Environment*, 841:156593.
- Koyuncuofülu, P. and Erden, G. (2021). Sampling, pre-treatment, and identification methods of microplastics in sewage sludge and their effects in agricultural soils: a review. *Environmental Monitoring and Assessment*, Volume 193(175).
- Kvale, K. (2022). Mikroplaster. In *Klimatboken*. Bokförlaget Polaris.
- Lares, M., Ncibi, M. C., Sillanpää, M., and Sillanpää, M. (2019). Intercomparison study on commonly used methods to determine microplastics in wastewater and sludge samples. *Environ Sci Pollut Res Int.*, 26:12109–12122.
- Li, X., Chen, L., Ji, Y., Li, M., Dong, B., Qian, G., Zhou, J., and Dai, X. (2020a). Effects of chemical pretreatments on microplastic extraction in sewage sludge and their physicochemical characteristics. *Water Research*, 171:115379.

- Li, X., Chen, L., Ji, Y., Li, M., Dong, B., Qian, G., Zhou, J., and Dai, X. (2020b). Effects of chemical pretreatments on microplastic extraction in sewage sludge and their physicochemical characteristics. *Water Research*, 171:115379.
- Li, X., Chen, L., Mei, Q., Dong, B., Dai, X., Ding, G., and Zeng, E. Y. (2018). Microplastics in sewage sludge from the wastewater treatment plants in china. *Water Research*, 142:75–85.
- Liu, F., Olesen, K. B., Borregaard, A. R., and Vollertsen, J. (2019). Microplastics in urban and highway stormwater retention ponds. *The Science of the total environment*, 671:992–1000.
- Mahon, A. M., O’Connell, B., Healy, M. G., O’Connor, I., Officer, R., Nash, R., and Morrison, L. (2017). Microplastics in sewage sludge: Effects of treatment. *Environmental Science & Technology*, 51(2):810–818. PMID: 27936648.
- Maw, M. M., Boontanon, N., Fujii, S., and Boontanon, S. K. (2022). Rapid and efficient removal of organic matter from sewage sludge for extraction of microplastics. *Science of The Total Environment*, 853:158642.
- Mechanisms, C. (2016). Everything you need to know about acrylic (pmma), <https://www.creativemechanisms.com/blog/injection-mold-3d-print-cnc-acrylic-plastic-pmma>: :text=common%20uses%20include%20lenses%2c%20acrylic,tanks%2c%20and%20encl [25.05.2023].
- Munno, K., Helm, P. A., Jackson, D. A., Rochman, C., and Sims, A. (2018). Impacts of temperature and selected chemical digestion methods on microplastic particles. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 37(1):91–98.
- Naturvårdsverket (2020). Rening av avloppsvatten i sverige 2020.
- Naturvårdsverket (u.å.a). Flamskyddsmedel i miljön, <https://www.naturvardsverket.se/amnesomraden/miljofororeningar/organiska-miljogifter/flamskyddsmedel-i-miljon/>, [23.05.2023].
- Naturvårdsverket (u.å.b). Mikroplaster, <https://www.naturvardsverket.se/amnesomraden/plast/om-plast/mikroplast/>, [23.05.2023].
- Nizzetto, L., Futter, M., and Langaas, S. (2016). Are agricultural soils dumps for microplastics of urban origin? *Environmental Science & Technology*, 50(20):10777–10779. PMID: 27682621.
- Omnexus (u.å.a). Comprehensive guide on acrylonitrile butadiene styrene (abs), <https://omnexus.specialchem.com/selection-guide/acrylonitrile-butadiene-styrene-abs-plastic>: :text=acrylonitrile%20butadiene%20styrene%20(abs)%20is,due%20to%20its%20physical%20p [25.05.2023].
- Omnexus (u.å.b). Density of plastics: Technical properties, <https://omnexus.specialchem.com/polymer-properties/properties/densityps-x>, [23.05.2023].

Pinheiro, L. M., Ivar do Sul, J. A., and Costa, M. F. (2020). Uptake and ingestion are the main pathways for microplastics to enter marine benthos: A review. *Food Webs*, 24:e00150.

PlasticOceans (2021). The basics on 7 common types of plastic.

Primpke, S., Lorenz, C., Rascher-Friesenhausen, R., and Gerdt, G. (2017). An automated approach for microplastics analysis using focal plane array (fpa) ftir microscopy and image analysis. *Anal. Methods*, 9:1499–1511.

Rochman, C. M., Brookson, C., Bikker, J., Djuric, N., Earn, A., Bucci, K., Athey, S., Huntington, A., McIlwraith, H., Munno, K., De Frond, H., Kolomijeca, A., Erdle, L., Grbic, J., Bayoumi, M., Borrelle, S. B., Wu, T., Santoro, S., Werbowski, L. M., Zhu, X., Giles, R. K., Hamilton, B. M., Thaysen, C., Kaura, A., Klasios, N., Ead, L., Kim, J., Sherlock, C., Ho, A., and Hung, C. (2019). Rethinking microplastics as a diverse contaminant suite. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 38(4):703–711.

Rodrigues, M., Goncalves, A., Goncalves, F., and Abrantes, N. (2020). Improving cost-efficiency for mps density separation by zinc chloride reuse. *MethodsX*, 7:100785.

Rodriguez, F. (2023). Plastic, <https://www.britannica.com/science/plastic>, [23.05.2023].

Rolsky, C., Kelkar, V., Driver, E., and Halden, R. U. (2020). Municipal sewage sludge as a source of microplastics in the environment. *Current Opinion in Environmental Science Health*, 14:16–22. Environmental Pollution: Biosolids.

RTILaboratories (u.å.). Ftir analysis, <https://rtilab.com/techniques/ftir-analysis/>, [25.05.2023].

Serranti, S. and Bonifazi, G. (2019). 2 - techniques for separation of plastic wastes. In Pacheco-Torgal, F., Khatib, J., Colangelo, F., and Tuladhar, R., editors, *Use of Recycled Plastics in Eco-efficient Concrete*, Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering, pages 9–37. Woodhead Publishing.

siMPle (u.å.). About the software, <https://simple-plastics.eu/about.html>, [25.05.2023].

Sun, J., Dai, X., Wang, Q., van Loosdrecht, M. C., and Ni, B.-J. (2019). Microplastics in wastewater treatment plants: Detection, occurrence and removal. *Water Research*, 152:21–37.

Tagg, A. S., Harrison, J. P., Ju-Nam, Y., Sapp, M., Bradley, E. L., Sinclair, C. J., and Ojeda, J. J. (2017). Fenton's reagent for the rapid and efficient isolation of microplastics from wastewater. *Chem. Commun.*, 53:372–375.

ThePlasticBottleCompany (u.å.). What is san plastic?, <https://www.theplasticbottlescompany.com/plastic-types/san-plastic/: :text=what%20is%20san%20plastic%20used,and%20storage%20containers%20for%20food.>, [25.05.2023].

- ThermoFisherScientific (2018). Raman and ftir spectroscopy, complementary technologies for chemical and explosives identification [broschyr], <https://assets.thermofisher.com/tfs-assets/cad/application-notes/raman-ftir-technote-final.pdf>, [25.05.2023)].
- Tumlin, S. and Bertholds, C. (2020). Kartläggning av mikroplaster – till, inom och från avloppsreningsverk.
- Vattenrenare, ultrarent vatten, M.-Q. R. (2023). Vattenrenare, ultrarent vatten, milli-q® reference.
- Yli-Rantala, E., Lessa Belone, M. C., Sarlin, E., and Kokko, M. (2022). Optimised reduction of total solids and organic matter of sewage sludge matrix for an improved extraction of microplastics. *Science of The Total Environment*, 830:154777.
- Yu, Y., Chen, H., Hua, X., Dang, Y., Han, Y., Yu, Z., Chen, X., Ding, P., and Li, H. (2020). Polystyrene microplastics (ps-mps) toxicity induced oxidative stress and intestinal injury in nematode *caenorhabditis elegans*. *Science of The Total Environment*, 726:138679.
- Zhiqi, Z. and Yinguang, C. (2020). Effects of microplastics on wastewater and sewage sludge treatment and their removal: A review. *Chemical Engineering Journal*, Volume 382(122955).

5 Bilagor

A

Fullständig betäckning över samtliga labbprover						
Reningsverk	Metod	Provtyp	Tillsatt massa avvattnat slam [g]	Tillsatt massa TS [g]	Plasttillsats [g]; plasttyp	Andel analy- serad volym [%]
Ekeby	1	SP (1)	2,1	0,6	-	2,5
Ekeby	1	SP (2)	1,9	0,5	-	2,5
Ekeby	1	SP (3)	2,0	0,5	-	2,5
Ekeby	1	ÅS	2,1	0,6	0,049; PSAN	2,5
Ekeby	1	ÅG	-		0,022 ; PSAN	2,5
Ekeby	1	BP	-	-	-	2,5
Ekeby	1	TBP	-	-	-	2,5
Ekeby	2	SP (1)	2,2	0,5	-	20
Ekeby	2	SP (2)	2,2	0,5	-	20
Ekeby	2	SP (3)	2,1	0,5	-	20
Ekeby	2	ÅS	2,1	0,5	0,052; PE	10
Ekeby	2	ÅG	-	-	0,064; PE	5
Ekeby	2	BP	-	-	-	20
Ekeby	2	TBP	-	-	-	-
Käppala	1	SP (1)	2,3	0,575	-	10
Käppala	1	SP (2)	2,0	0,5	-	10
Käppala	1	SP (3)	2,3	0,6	-	10
Käppala	1	ÅS	2,0	0,5	0,027; PA	10
Käppala	1	ÅG	-	-	0,0203; PA	10
Käppala	1	BP	-	-	-	10
Käppala	1	TBP	-	-	-	10
Käppala	2	SP (1)	2,0	0,5	-	20
Käppala	2	SP (2)	2,2	0,6	-	20
Käppala	2	SP (3)	2,0	0,5	-	20
Käppala	2	ÅS	2,1	0,5	0,058; PVC	10
Käppala	2	ÅG	-	-	0,052; PVC	5
Käppala	2	BP	-	-	-	20
Käppala	2	TBP	-	-	-	20

B

Torrsubstanshalt (TS) och glödningsrest (VS) för slam i respektive experiment			
Reningsverk	Metod	TS [vikt%]	VS [vikt% TS]
Ekeby	Metod 1 (SP (1), SP (2), ÅS, ÅG)	26,3	30,0
Ekeby	Metod 1 (SP (3), BP, TBP)	23,9	36,4
Ekeby	Metod 2	22,6	28,6
Käppala	Metod 1	25,0	27,3
Käppala	Metod 2	25,0	30,8