

PARTNERS

PARTNERS

Promoter **Promotore**



I.D.E.R.E. Stocaggio Lda
 Servicos Ambientais (PT)
 Av. Miguel Bombarda, 227
 1ª esq. 2745 - 177
 Queluz - Sintra (Lisboa)
 +35 1910713041
 P.iva 509543553 NPC

www.iderestocaggio.it

iderestocaggio@libero.it

The LIFE Programme
<http://ec.europa.eu/environment/life>

LIFE: the Financial Instrument for the Environment, introduced in 1992, is one of the spearheads of the European Union environmental policy. It co-finances projects in three areas:

- Life - Environment** Actions which aim to implement the Community policy and legislation on the environment in the European Union and candidate countries. This approach enables demonstration and development of new methods for the protection and the enhancement of the environment.
- Life - Nature** Actions aimed at conservation of natural habitats and the wild fauna and flora of European Union interest.
- Life - Third Countries** Actions concerning technical assistance activities for promoting sustainable development in third countries.



Il Programma LIFE
<http://ec.europa.eu/environment/life>

LIFE: lo strumento finanziario per l' Ambiente, introdotto nel 1992, è una delle punte avanzate della politica dell'Unione Europea in campo ambientale. LIFE co-finanzia progetti nelle seguenti tre aree:

- Life - Ambiente:** Azioni che mirano a implementare le politiche e la legislazione comunitaria in campo ambientale nell' Unione Europea e in paesi candidati. Questo approccio permette la dimostrazione e lo sviluppo di nuovi metodi per la protezione e il miglioramento dell' ambiente.
- Life - Nature:** Azioni che mirano alla conservazione degli habitats naturali e della fauna e flora selvatica di interesse per l' Unione Europea.
- Life - Third Countries:** Azioni che comportano attività di assistenza per promuovere uno sviluppo sostenibile nei Paesi terzi.



LIFE Project number
 LIFE03 ENV/IT/323 -FALL

FALL PROJECT

Filtering of Asbestos fibres in Leachate from hazardous waste Landfills

www.filteringofasbestosfibres.com

REMOVAL OF ASBESTOS AND OTHER HAZARDOUS PARTICLES FROM LEACHATES AND OTHER WASTEWATERS

A microwave-assisted filtering prototype

PROGETTO FALL
 Filtrazione di fibre di amianto in percolati di discarica per rifiuti pericolosi

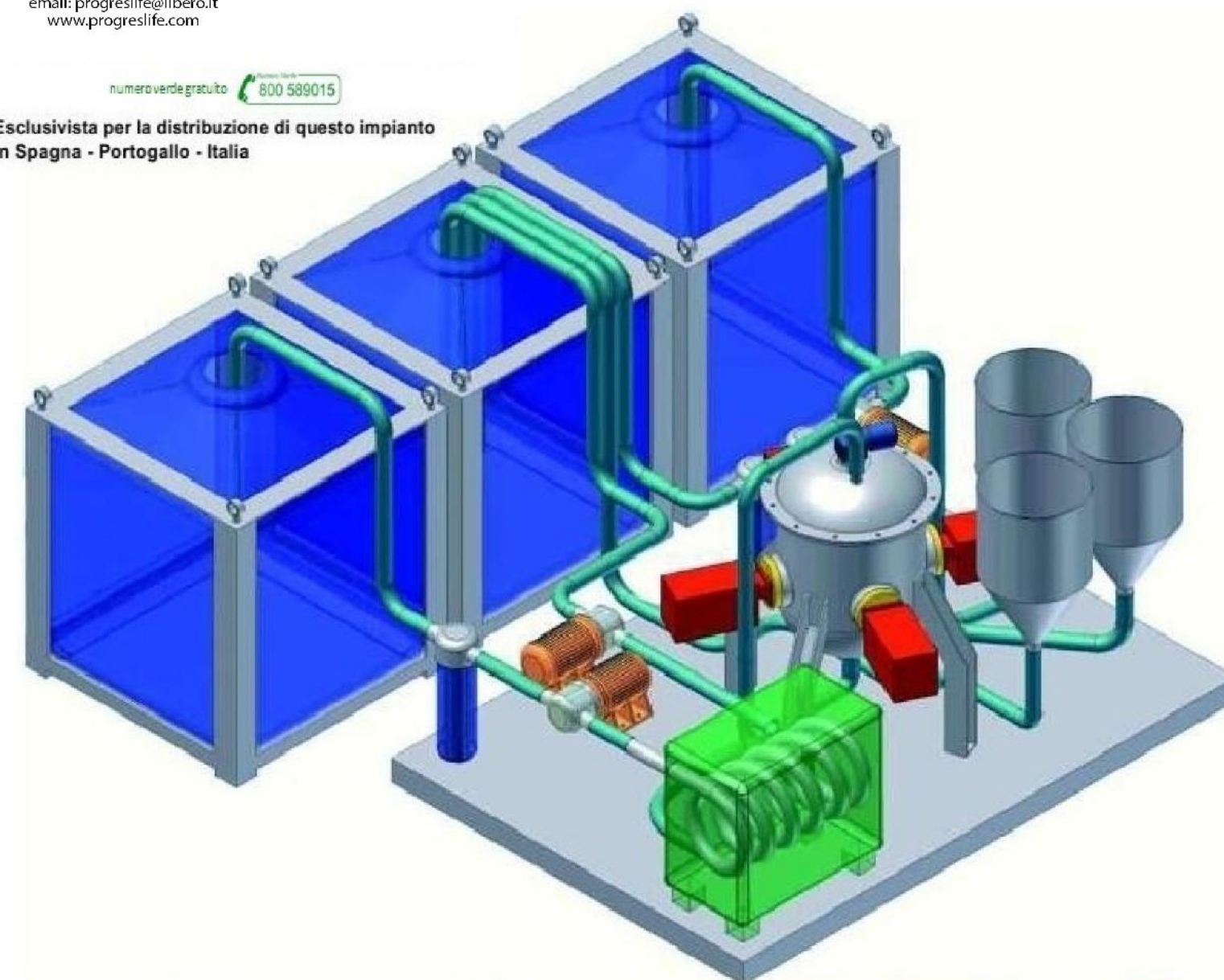


Società cooperativa sociale
 P.iva 3471230361
 Communication's Agency Italy
 via Berna, 30 - 41049 Sassuolo (MO) Italy
 tel: 0536 - 403346 Fax: 0536 - 413127
 email: progreslife@libero.it
 www.progreslife.com

ELIMINAZIONE DI AMIANTO E ALTRE PARTICELLE PERICOLOSE DA PERCOLATI E REFLUI LIQUIDI
 Un prototipo di filtrazione assistita da microonde

numero verde gratuito 800 589015

Esclusivista per la distribuzione di questo impianto in Spagna - Portogallo - Italia



I.D.E.R.E. Stocaggio Lda
 Servicos Ambientais (PT)
 Av. Miguel Bombarda, 227
 1ª esq. 2745 - 177
 Queluz - Sintra (Lisboa)
 +35 1910713041
 P.iva 509543553 NPC

Inizio progetto / Project start: 1/10/2003
 Fine progetto / Project end: 1/1/2007
 Durata / Period: 39 mesi / months



Dipartimento di Chimica Fisica
 Via Torino 155/b
 30172 Venezia-Mestre



Dipartimento Installazioni di
 Produzione ed Insiadamenti
 Antropici
 Via Urbana, 167
 00184 Roma



BARRICALLA
 Barricalla S.p.A.
 Strada della Viassa, 35
 10040 Collegno (TO)

Collaborations
 Hanno collaborato



Communication's Agency Italy
 via Berna, 30 - 41049 Sassuolo (MO) Italy
 tel: 0536 - 403346 Fax: 0536 - 413127
 email: progreslife@libero.it
 www.progreslife.com

numero verde gratuito 800 589015

Esclusivista per la distribuzione di questo impianto in Spagna - Portogallo - Italia



LIFE Project number
LIFE03 ENV/IT/323 - FALL
www.unive.it/fall

The FALL Project

The tackled problem: Getting rid of asbestos fibres from landfill leachate. Why?

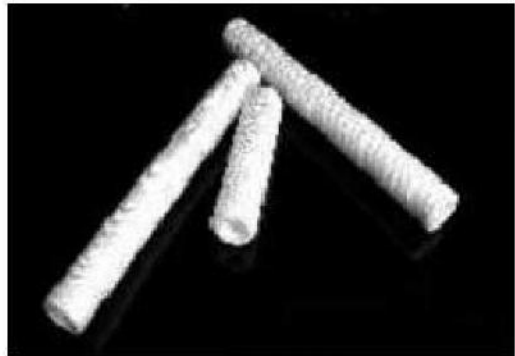
- The acknowledgment of the European directive 1999/31/CE have driven to the construction of landfill sections exclusively dedicated to asbestos, leading to a large increase in carcinogenic fibres in the landfill leachates
- European regulations do not provide for the use of appropriate methods for the elimination of asbestos from such leachates
- Dispersion of such leachates in the environment represents a serious health and environmental risk for air, water and soils.

The environmental problem

The project has first raised the issue of the possible contamination of leachates by asbestos fibres in landfills where large amounts of asbestos containing materials (ACM) are conveyed. This issue had then received scant attention, both by the scientific community, and by the legislation.

Il problema ambientale

Il Progetto ha posto per la prima volta il problema della possibile contaminazione con fibre di amianto dei percolati prodotti dalle discariche presso le quali vengono conferite grandi quantità di rifiuti contenenti amianto (RCA), problema che aveva finora trovato scarsa attenzione, sia da parte della comunità scientifica, che da parte del legislatore.



The Barricalla S.p.A is the only landfill for hazardous waste active on the Italian territory which uses the EMAS certified environmental management system.

La Barricalla S.p.A di Torino è l'unica discarica per rifiuti pericolosi attiva nel territorio italiano con sistema di gestione ambientale certificato EMAS.



Cos'è il percolato?

Il percolato di una discarica è il liquido che viene raccolto sul fondo impermeabilizzato della fossa in cui vengono depositati i rifiuti. Dal momento che esso si origina prevalentemente a seguito delle precipitazioni meteoriche, nel suo cammino verso il fondo della vasca esso può portare con sé frazioni dei materiali depositati.



What is a leachate?

The landfill leachate is the liquid which is collected on the water-tight bottom of the pit where waste is conveyed. Since it is mainly generated by meteoric precipitations, in its way to the basin bottom the leachate may carry a fraction of the conveyed materials with it.

The project objectives

The project is intended to verify the possible presence of such a potentially hazardous situation for health care and environment with field measurements and to offer a feasible solution. Since no recognized procedure for the determination of asbestos fibre in liquids with the peculiar features of leachates currently exists, the project also intended to define suitable analytical protocols. Then, the three objectives were:

- To engineer a prototype plant for filtering asbestos fibres (as a possible solution to the environmental problem)
- To develop a methodology for monitoring asbestos fibres in leachates (there is presently no standardized method)
- To monitor the leachates produced by the Barricalla landfill (to confirm the preliminary data, which suggested the presence of a large number of asbestos fibres)

Gli obiettivi del progetto

Il progetto si è prefisso di verificare in concreto, con misure sul campo, l'effettivo manifestarsi di una situazione potenzialmente pericolosa per la salute umana e per l'ambiente e di proporre una possibile soluzione al problema. Dal momento che non esisteva una procedura riconosciuta per la determinazione della quantità di amianto contenuta in liquidi con le caratteristiche dei percolati, il progetto si è prefisso anche di definire protocolli di misura adeguati. I tre obiettivi erano quindi:

- Progettare e costruire un prototipo per la filtrazione delle fibre (come possibile soluzione al problema ambientale)
- Mettere a punto una metodologia analitica per l'individuazione delle fibre di amianto nei percolati (non esiste attualmente una metodologia standardizzata)
- Monitorare i percolati della discarica di Barricalla (Torino) (per confermare i dati preliminari, che suggerivano la presenza di un alto numero di fibre di amianto)

Il Progetto FALL

Il problema affrontato: Eliminazione delle fibre di amianto dai percolati di discarica. Perché?

- Il recepimento della direttiva comunitaria 1999/31/CE ha portato a costruire sezioni delle discariche dedicate esclusivamente all'amianto, con un notevole aumento della concentrazione di fibre cancerogene nei percolati di discarica
- La normativa europea non prevede sistemi adeguati per l'eliminazione specifica delle fibre di amianto in tali percolati
- La dispersione nell'ambiente di tali percolati costituisce un serio rischio ambientale e sanitario per le matrici aria, acqua e suolo



LIFE Project number
LIFE03 ENV/IT/323 - FALL
www.unive.it/fall

Reproducibility and transferability

The devised filtering system may be used in any situation where hazardous particles needs to be removed from liquids containing high loads of organic matter which would rapidly clog the filters. The digestion process proposed could find useful application in urban waste-waters, where the accumulation of organic matter limits the efficiency of the filtering systems.

Riproducibilità e trasferibilità

L'impianto di filtrazione costruito è impiegabile in tutte le situazioni in cui si vogliono eliminare particelle pericolose da liquidi contenente quantità di materiale organico che porterebbero ad un rapido intasamento dei filtri. Il processo di digestione proposto potrebbe trovare un'utile applicazione nella gestione delle acque urbane di scarico, dove l'accumulo di sostanza organica limita l'efficienza dei sistemi di filtrazione.

Dissemination of results

- Designing of the web site with pages in English and Italian
- Participating in six international conferences with two oral presentations and five posters
- Participating in two fairs, one with a poster and one with a stand

Divulgazione dei risultati

- Realizzazione del sito web in italiano ed inglese
- Partecipazione a sei congressi internazionali con due presentazioni orali e cinque Poster
- Partecipazione a due fiere, una con un poster e una con uno stand.

The Venice Conference

The European conference "Asbestos Monitoring and Analytical Methods" (AMAM 2005) has been organized in Venice in April, 5-7, 2005. About 125 experts from 8 different countries participated in the Conference. The 39 oral contributions and 15 posters provided an open forum for comparing methodologies and regulations in use in different European countries. The participation of one delegate from the USA allowed also a comparison with the situation in the States. The project has been given visibility in the opening speech and in three oral presentations. Besides, during intervals between speakers a page with the logo of the conference and of the LIFE programme was projected on the screen.



La Conferenza di Venezia

Dal 5 al 7 dicembre 2005 è stata organizzata la conferenza europea "Asbestos Monitoring and Analytical Methods" (AMAM 2005). Hanno partecipato alla Conferenza 156 addetti ai lavori da otto paesi europei. I 39 contributi orali e i 15 poster hanno rappresentato un forum di discussione per confrontare metodologie e normative in uso in differenti paesi Europei. La partecipazione di un delegato statunitense ha permesso il confronto anche con la situazione negli USA. Al Progetto è stata data visibilità, oltre che nel discorso di apertura, in tre presentazioni orali. Inoltre, durante tutte le pause dei relatori veniva proiettato sullo schermo il logo della Conferenza con il simbolo del Programma LIFE.



The Rome Conference

The European conference "Asbestos Risk and Management" (ARAM 2006) has been organized in Rome in April, 5-7, 2006. About 156 experts (30% non-Italians) from 17 different countries (Scotland, Germany, Switzerland, the Netherlands, Canada, Lithuania, USA, Austria, Ireland, Slovenia, Poland, Spain, England, Russia, Israel, South Africa, Hungary) participated in the Conference. The project has been given visibility in the opening speech and in three oral presentations. Besides, several panels describing the project were displayed in the registration and coffee-break halls.



La Conferenza di Roma

Dal 4 al 6 dicembre 2006 è stata organizzata la conferenza europea "Asbestos Risk and Management" (ARAM 2006). Hanno partecipato alla Conferenza 156 addetti ai lavori (30% stranieri) da 17 paesi (Scozia, Germania, Svizzera, Olanda, Canada, Lituania, Stati Uniti, Austria, Irlanda, Slovenia, Polonia, Spagna, Inghilterra, Russia, Israele, Sud Africa, Ungheria). Al Progetto è stata data visibilità, oltre che nel discorso di apertura, in tre presentazioni orali. Inoltre, negli spazi per registrazione e coffee-break erano esposti diversi pannelli illustrativi del progetto.



LIFE Project number
LIFE03 ENV/IT/323 - FALL
www.unive.it/fall

Monitoring leachates at the Barricalla landfill

Leachates have been monitored over a period of two years by sampling the leachates from six different areas (cells) at two different lots with different composition and age. More than 250 samples have been analysed by three different techniques (PCOM, SEM and TEM), with the aim of quantifying the actual content of asbestos fibres together with their sizes. During these analysis fibrils (microfibrils with sizes lower than the standard one) and nanoparticles have also been evaluated.

Monitoraggio percolati alla discarica di Barricalla

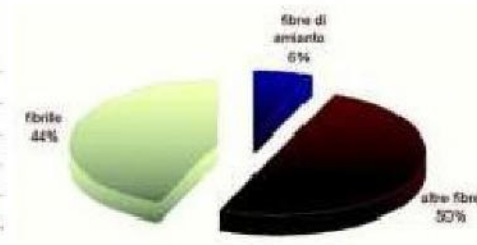
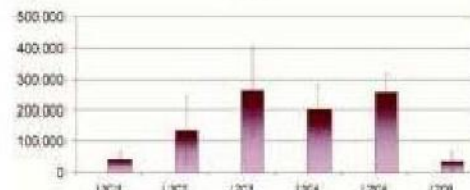
I percolati provenienti da sei celle di due diversi lotti con differente composizione ed età sono stati monitorati per un periodo di due anni. Più di 250 campioni sono stati analizzati con tre tecniche diverse (MOCF, SEM e TEM), al fine di quantificare il reale contenuto in fibre di amianto, unitamente alle loro dimensioni. Queste indagini hanno consentito di valutare anche il contenuto di fibrille (microfibre con dimensioni inferiori a quelle standard) e nanoparticelle presenti nei percolati.

Asbestos fibres concentrations

As shown by the figure, the average concentrations of asbestos fibres with standard sizes (length >5 µm, diameter <3 µm, aspect ratio 3:1) measured by SEM varies between 40.000 ff/L and 250.000 ff/L. Even if the error bars are taken into account, such values are much lower than those encountered in the preliminary study carried out in 2002 (around one million ff/L). The gathered data does not seem to indicate a correlation with the amount of conferred asbestos, but rather with the stage of maturation of the cells: in 2002 the analysed cells were still in the cultivation phase.

As shown by the pie chart, only 6% of the observed fibres (n=2656) have been classified as "asbestos fibres" (chrysotile 78%, 22% amphiboles). Among the "other fibres" (n=1319), 82% is made of inorganic mineral fibres of various nature (mainly aluminosilicates, sodium and calcium sulphate, silicates and iron oxide), while the remaining 18% (n=243) is made by titanium oxide. Fibrils represent more than 40% of the total number of fibres observed by SEM.

Concentrazioni medie di Fibre di Amianto per Lotto/cella (%)



Concentrazioni di fibre di amianto

Come si vede in figura, le concentrazioni medie di fibre di amianto standard (lunghezza >5 µm, diametro <3 µm, rapporto dimensionale 3:1) osservate al SEM variano tra 40.000 ff/L e 250.000 ff/L. Anche considerando le barre di errore si tratta di valori parecchio inferiori ai valori trovati nello studio preliminare del 2002 (attorno al milione di ff/L). I dati raccolti non sembrano indicare una correlazione con la quantità di amianto conferito, bensì con lo stadio di maturazione delle celle: nel 2002 le celle analizzate erano ancora nella fase iniziale di coltivazione.

Come si vede nel diagramma a torta, solo il 6% di tutte le fibre osservate (n=2656) è stato classificato come fibre di amianto (crisotilo 78%, anfiboli 22%). Tra le "altre fibre" (n=1319), l'82% è composto da fibre minerali inorganiche di varia natura (prevalentemente silico-alluminati, solfati di sodio e calcio, silicati e ossidi di ferro) e il restante 18% (n=243) è rappresentato da fibre di ossido di titanio. Le fibrille rappresentano più del 40% del totale delle fibre osservate mediante SEM.

Sizes

The large majority of the asbestos fibres have dimensions close to the minimum to be classified as standard fibres (see figure), and only 13% of the fibres have lengths larger than 10 µm. In particular, 48% of the asbestos fibres have a length between 5 and 6 µm, whereas 41% have diameters between 1,5 and 2 µm.

Dimensioni

La maggior parte delle fibre di amianto hanno dimensioni vicine a quelle minime per essere classificate come fibre standard (vedi figura) e solo il 13% delle fibre possiede lunghezze superiori ai 10 µm. In particolare, il 48% delle fibre di amianto possiede lunghezze comprese tra 5 e 6 µm, mentre il 41% ha diametri compresi tra 1,5 e 2 µm.

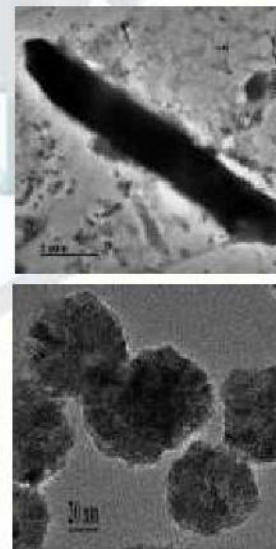


Remarks

The analysis made by using the optical microscope PCOM are in line with the SEM results, but it was shown that discerning between asbestos fibres and other fibres may become problematic for PCOM when many different kind of interferents are present. Furthermore, the number of fibrils observed by PCOM is always largely under-estimated. By TEM analysis a large number of potentially dangerous nanoparticles have been observed, which are not visible by SEM (see the image of a titanium oxide fibre surrounded by titanium oxide nanoparticles and their magnification).

Considerazioni

Le analisi con il microscopio ottico MOCF sono in linea con i dati SEM, ma si è dimostrato che nei percolati la distinzione tra fibre di amianto e altre fibre può diventare problematica per il MOCF quando sono presenti molti tipi diversi di interferenti. Inoltre il numero di fibrille osservate con il MOCF è sempre ampiamente sottostimato. Dalle analisi al TEM invece si è osservata la presenza di un gran numero di nanoparticelle potenzialmente pericolose, che sfuggono alla analisi al SEM (vedi immagine di una fibra di ossido di titanio circondata da nanoparticelle di ossido di stagno e l'ingrandimento di queste ultime).



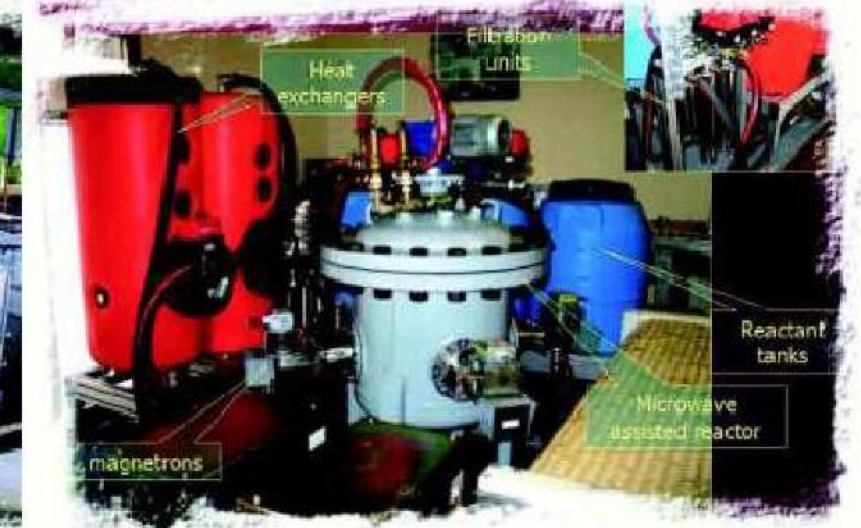
LIFE Project number
LIFE03 ENV/IT/323 - FALL
www.unive.it/fall

Removing asbestos fibres from leachates: Why a MW-assisted digester?

Filtering of the very small asbestos fibres calls for filters with very small porosity, which on the other hand will be easily clogged by the presence of organic matter and other leachate components. This makes the use of a digestion (=mineralization) pre-treatment unavoidable. Early lab tests indicate the project could micro-wave assisted digestion under acid/oxidative environment.

Eliminazione delle fibre di amianto dai percolati: perché è un digestore a microonde?

Filtrare le piccolissime fibre di amianto richiede filtri con porosità micrometrica, i quali proprio per questa caratteristica tenderanno a ostruirsi rapidamente a causa del notevole carico organico che può essere presente nei percolati. Ci rende inevitabile l'uso di un pre-trattamento di digestione (= mineralizzazione). Il progetto, sulla base di test di laboratorio, ha scelto la digestione in ambiente acido/ossidante assistita da microonde.



The prototype

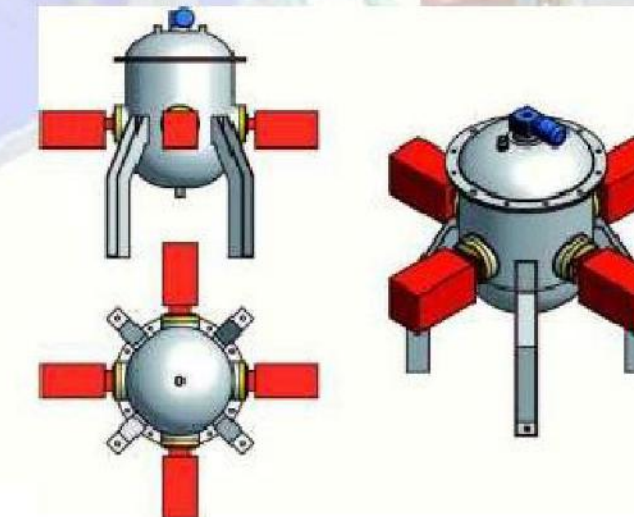
The prototype is an automatic batch pilot plant, where up to 100 litres per batch can be treated. The system uses a sequence of filters with decreasing porosity and a pressure reactor (digester) where the leachate undergoes an acid/oxidative digestion under microwave radiation. A 220 µm filter is placed before the reactor chamber in order to block the larger agglomerates, whereas the micro-filtration part (5 µm and 0.5 µm) is placed after the reactor. The reaction for a leachate with medium organic load is carried out for about 15 min at 100 °C in solution with H2SO4 and H2O2. The temperature is reached in about 1 hr for the first batch and only 20 min from the third batch on, thanks to a heat exchanger, where the treated liquid cools down by heating the incoming leachate for the next batch.

Il prototipo

Si tratta di un impianto pilota per il trattamento a cicli in successione automatizzata. Ogni ciclo può trattare fino a 100 litri di percolato. L'impianto prevede una filtrazione con filtri a porosità decrescente fino a 0,5 µm, preceduta dal passaggio del percolato all'interno di un reattore a pressione (digestore), dove avviene una digestione acida in ambiente ossidante sotto irraggiamento di microonde. La reazione per un percolato con carico organico medio viene fatta avvenire per circa 15 min a 100 °C. Questa temperatura viene raggiunta in circa un'ora nel primo ciclo e solo 20 min dal terzo ciclo in poi, grazie ad uno scambiatore di calore, dove il liquido trattato si raffredda cedendo calore nel contempo al liquido in entrata al ciclo successivo.

Attained efficiency

The prototype has demonstrated to stop in average 97% of the fibres and keep their concentration well below the 100.000 ff/L limit. Filters were not clogged after one month of daily operation over several batches.

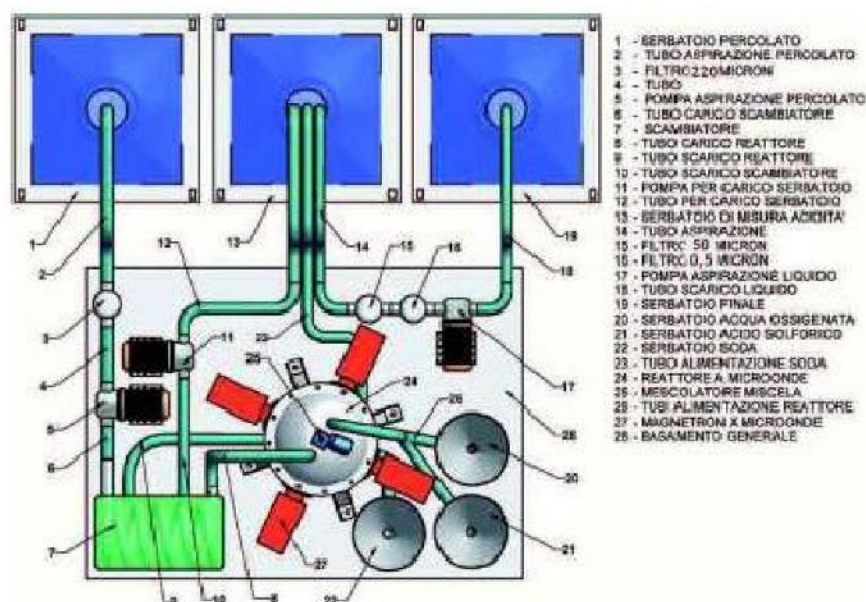


Efficienza raggiunta

Il prototipo ha dimostrato di bloccare in media il 97% di fibre e di mantenere la loro concentrazione bene al di sotto del limite di 100.000 ff/L. I filtri non si sono ostruiti dopo un mese di lavoro giornaliero su più cicli.



LIFE Project number
LIFE03 ENV/IT/323 - FALL
www.unive.it/fall



Construction details

The core of the plant is the 100 litres reactor with four magnetrons for generating the microwaves. Inside the reactor a motorized stirrer is fitted to keep the leachate homogeneous. The chamber is thermally insulated to reduce the energy loss. The leachate to be treated is stored in a 1 m³ tank, where it is mixed and then pumped into the reactor. The two other tanks are used for the acidity neutralization of the reacted leachate before it moves to the final filters, and for storing the outflow, respectively. Three 100 litre vessels contain the reagents needed for the reaction and for the neutralization. Two heat exchangers (one in the figure) are used to recover energy and to cut the time needed to heat the next batch. The filtering system comprises a 220 µm pre-filter and two final filters (50 µm and 0.5 µm). Polyester cartridge filters with an inox core have been chosen for better structural resistance, thus contributing to lower the need for maintenance. This material allows one to operate up to 140 °C. All valves, pumps and sensors are governed by a PLC system, which allows a complete automated control of the whole process. The operator interface is a touch-screen monitor.

Dettagli costruttivi

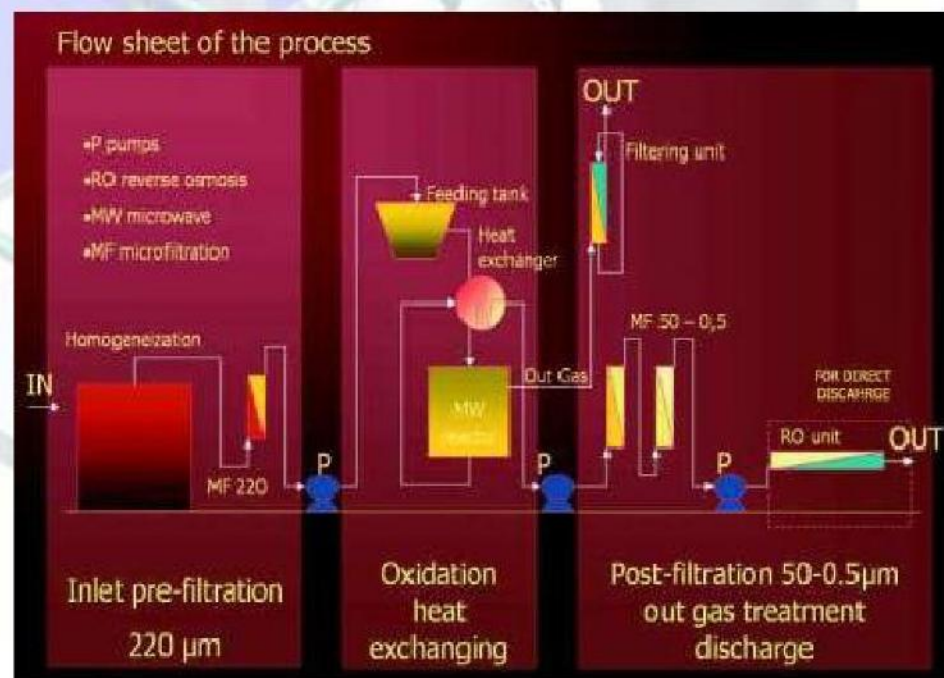
Al cuore dell'impianto c'è il reattore da 100 litri con i quattro magnetron per la produzione delle microonde. All'interno è installata una palette motorizzata per il rimescolamento del percolato. Il reattore è coibentato per ridurre le perdite di calore verso l'esterno. Il percolato da trattare viene stoccato in una vasca da 1 m³, in cui viene omogeneizzato e prelevato mediante pompe e immesso nel reattore. Le altre due vasche servono rispettivamente per il controllo della neutralizzazione dell'acidità del liquido, prima del passaggio attraverso i due filtri finali, e per lo stoccaggio dei liquidi in uscita. Tre serbatoi da 100 litri servono per i reagenti necessari alla reazione e alla neutralizzazione. Due scambiatori di calore (uno in figura) servono per recuperare energia termica e abbattere i tempi di esecuzione dei cicli successivi. Il sistema di filtri è composto da un filtro in ingresso (220 µm) e dai due filtri in uscita (50 µm e 0.5 µm). Sono stati scelti filtri a rochetto in poliestere con un'anima di rinforzo in acciaio inossidabile per aumentare la resistenza strutturale e quindi concorrere a limitare la richiesta di manutenzione. Questo materiale consente di lavorare fino a 140 °C. Tutte le valvole, le pompe e i sensori sono interfacciate ad un sistema PLC, che permette un controllo completamente automatizzato del processo. L'interfaccia con l'operatore è rappresentata da un monitor touch-screen.

The process

The leachate is pumped from the landfill cell into the homogenization and storage tank, where the leachate is taken from for the single batches. The liquid passes through the first filter unit and is then pumped into the reactor, after pausing for sometime in the heat exchanger. The reagents are let into the reactor and the four magnetron are switched on, heating the solution by irradiating with microwaves and activating the reaction. After a certain time, which depends on the characteristics of the leachate, the magnetron are switched off and the reactor is depressurized by letting the filtered gas gurgles in the neutralization tank. The treated liquid is pumped into the heat exchanger, where it pre-heats the leachate of the next batch. When the liquid has given up most of its heat, it is pumped into the neutralization tank. After the completion of some batches, the liquid in the tank is neutralized and pumped in the final filters.

Il processo

Il percolato viene pompato dalla cella della discarica in una vasca di omogeneizzazione e stoccaggio, da dove vengono effettuati i prelievi per le cariche del reattore. La carica prelevata passa attraverso la prima unità filtrante e viene pompata all'interno del reattore, passando attraverso un serbatoio scambiatore di calore. Vengono introdotti i reagenti nel reattore e vengono accesi i quattro magnetron che, irraggiando la soluzione con microonde, la riscaldano e attivano la reazione di digestione. Dopo un tempo prefissato, dipendente dal tipo di percolato, i magnetron vengono disattivati, il reattore viene fatto sfiatare e il gas uscente viene fatto gorgogliare, previa filtrazione, nella vasca di neutralizzazione. Il liquido caldo trattato viene pompato nello scambiatore di calore dove può pre-riscaldare il percolato della carica successiva in ingresso. Quando il liquido ha ceduto buona parte del suo calore viene pompato nella vasca di neutralizzazione. Dopo un certo numero di cariche il liquido nella vasca viene neutralizzato e pompato attraverso i due filtri finali.



LIFE Project number
LIFE03 ENV/IT/323 - FALL
www.unive.it/fall

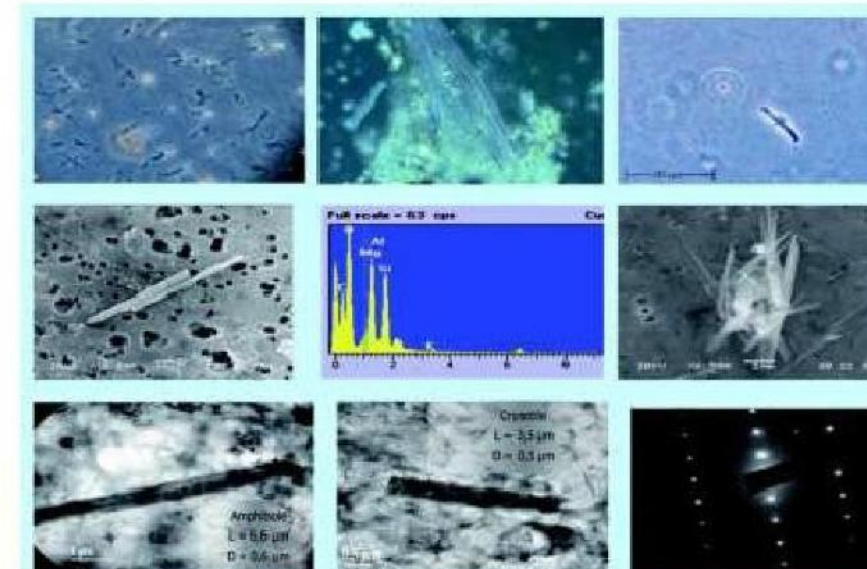
The analytical protocols

In the frame of the project analytical methods were developed, which have been specifically studied for leachates. Analytical protocols for phase-contrast optical microscopy (PCOM), scanning (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) have been settled out and can be downloaded from the project web site.

Why specific protocols? Leachates may contain high amounts of organic material, which may encapsulate the fibres and makes it difficult to observe them using microscopic techniques. For this reason, an analytical protocol suitable for leachates must have a pre-step for the elimination of this interfering organic matter. The project has developed a method which makes use of a microwave-assisted digester.

ANALYTICAL METHODS USED

- PCOM
Phase Contrast
Optical
Microscopy
- SEM
Scanning
Electron
Microscopy
- TEM
Transmission
Electron
Microscopy



- MOCF
Microscopia
Optica in
Contrasto di Fase
- SEM
Microscopia
Elettronica
a Scansione
- TEM
Microscopia
Elettronica in
Trasmissione

METODOLOGIE ANALITICHE UTILIZZATE

I protocolli analitici

Il progetto ha sviluppato una serie di metodiche analitiche studiate specificamente per i percolati. Sono stati prodotti protocolli analitici per microscopia ottica in contrasto di fase (MOCF), microscopia elettronica a scansione (SEM) e in trasmissione (TEM). Questi documenti possono essere scaricati dal sito web del progetto.

Perché protocolli specifici? I percolati possono contenere grandi quantità di materiale organico che può inglobare le fibre e renderne difficile la individuazione con le usuali tecniche microscopiche. Un metodo analitico appropriato per queste tecniche deve quindi prevedere una fase di eliminazione del materiale organico interferente. Il progetto ha sviluppato un metodo che utilizza la digestione assistita da microonde.

The digestion pre-treatment

The removal of the organic load is carried out in an acid solution under microwave irradiation. A MARS5 CEM microwave system with 14 vessels was used. The following standard protocol have been developed for leachate samples with a COD lower than a specified threshold (2000 mg/L of O₂):

Leachate per vessel (ml)	25
H ₂ SO ₄ conc. /vessel (ml)	0.5
H ₂ O 35% /vessel (ml)	4
Leachate/run (Max ml)	350
Temp. scan I (C°)	90
Temp. scan II (C°)	160
Pressure max scan I (psi)	80
Pressure max scan II (psi)	250
Power scan I (W-%)	300-100%
Power scan II (W-%)	600-60%
Hold at 90° (min)	1
Hold at 160° (min)	1
Total irradiation time (min)	22
Cooling time (min)	15

Other possible alternative procedures for samples with larger CODs have been tested. Moreover, an alternative treatment for MOCF sample have been suggested when the deposited membranes tend to be damaged by the acid solution.

Il pre-trattamento di digestione

L'eliminazione della componente organica avviene in soluzione acida sotto irraggiamento di microonde. È stata utilizzata una stazione di lavoro a microonde MARS5 CEM, dotata di 14 contenitori (vessel). È stata stabilita la seguente procedura standard per il pre-trattamento di campioni di percolato con COD inferiore ad una certa soglia (2000 mg/L di O₂):

Percolato per vessel (ml)	25
H ₂ SO ₄ conc. /vessel (ml)	0.5
H ₂ O 35% /vessel (ml)	4
Percolato/turno (Max ml)	350
Temp. rampa I (C°)	90
Temp. rampa II (C°)	160
Pressione max rampa I (psi)	80
Pressione max rampa II (psi)	250
Potenza rampa I (W-%)	300-100%
Potenza rampa II (W-%)	600-60%
Mantenimento a 90° (min)	1
Mantenimento a 160° (min)	1
Tot irraggiamento (min)	22
Raffreddamento (min)	15

Sono state anche identificate possibili procedure alternative per campioni con COD maggiore. Inoltre, per i campioni MOCF è stato suggerito un trattamento alternativo nel caso le membrane risultassero danneggiate dalla soluzione acida.