



## Impact des protocoles de digestion sur les fibres synthétiques et naturelles

Robin Treilles\*, A. Cayla<sup>†‡</sup>, J. Gasperi\*, B. Strich<sup>†</sup>, and B. Tassin\*

### Introduction

Les microplastiques constituent un enjeu environnemental majeur reconnu. Alors que les premiers travaux étaient focalisés sur des microplastiques sous forme de fragments, de plus en plus d'études soulignent l'importance des microplastiques sous forme de fibres. Elles sont ubiquistes et sont retrouvées dans l'air (Dris *et al.*, 2016), dans les rivières (Rillig, 2012) et les océans (Jamieson A. J. *et al.*, 2019), dans les sédiments (Di et Wang, 2018), dans les contenus stomacaux de poissons (Collard *et al.*, 2015) et même dans différents produits alimentaires tels que le miel, la bière (Liebezeit et Liebezeit, 2013) et l'eau en bouteille (Welle et Franz, 2018). La quantification des microplastiques dans les échantillons environnementaux nécessite la mise en place de méthodes d'élimination de la matière organique. Ce travail présente différents protocoles de digestion de la matière organique sur des fibres naturelles ou artificielles et analyse l'impact de ces protocoles sur leur intégrité. Cinq protocoles de digestion sur sept différents types de fibres naturelles ou chimiques ont été testés.

### Matériel et méthode

Les protocoles testés sont ceux fréquemment retrouvés dans la littérature : KOH 10% à 40°C pendant 24 heures (Karami *et al.*, 2017) ; KOH 10% à 60°C pendant 24 heures (Dehaut *et al.*, 2016) ; NaClO 9% à température ambiante pendant une nuit (Collard *et al.*, 2015) ; H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% à 40°C pendant 48 heures (Dris *et al.*, 2018) ; la réaction de Fenton avec H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% et une solution catalytique d'ions Fe<sup>2+</sup> de concentration 6,67 mg/ml pendant 2h à température ambiante (Tagg *et al.*, 2017). Les fibres sur lesquelles ces protocoles seront testés sont neuves et correspondent aux fibres les plus utilisées dans l'industrie textile. Trois sont des fibres synthétiques (le polyamide 6.6 (PA 6.6), le polyéthylène téréphtalate (PET) et l'acrylique), une est artificielle (la viscose), deux sont végétales (le coton et le lin) et la dernière est d'origine animale (la laine).

Ces fibres sont caractérisées avant et après digestion en évaluant différents paramètres physico-chimiques et mécaniques : leur masse linéique, l'élongation à la rupture, la ténacité, ainsi que leur potentiel zêta. Leurs sections transversale et longitudinale sont caractérisées par le biais d'observation au microscope optique. Pour les fibres synthétiques, la cristallinité est évaluée par calorimétrie différentielle à balayage. Enfin, les fibres sont caractérisées chimiquement par spectroscopie infrarouge et leur aspect observé par microscopie électronique à balayage.

### Résultats

A l'exception du protocole de Fenton dont les résultats sont en cours d'acquisition et seront disponibles lors de la conférence, nous observons différents impacts en fonction du protocole testé. La température semble être un facteur déterminant quant à la conservation de l'intégrité des fibres de PET. En effet, pour la digestion au KOH 10%, nous observons des modifications importantes de tous les paramètres mécaniques et physico-chimiques ainsi qu'une augmentation de la rugosité des fibres de PET quand cette digestion est effectuée à 60°C mais peu de dégradation à 40°C. La figure 1 illustre la dégradation importante des fibres de PET, observée par le biais d'un microscope électronique à balayage.

---

\* Laboratoire Eau Environnement et Systèmes Urbains (LEESU), Paris, France

† Université de Lille, Lille, France

‡ Génie des Matériaux Textiles (GEMTEX), Roubaix, France

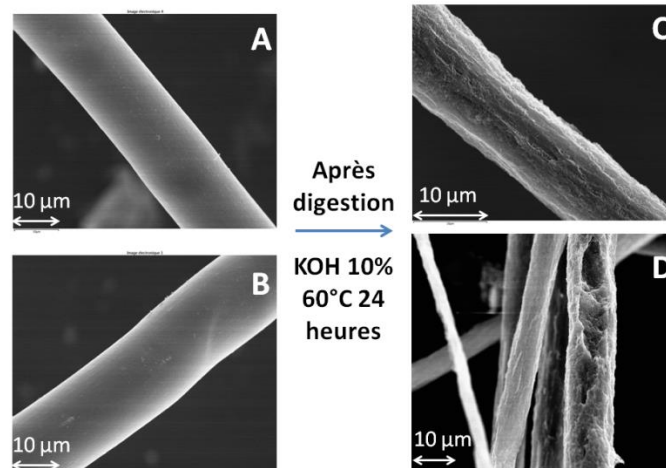


Figure 1 : Images obtenues à l'aide d'un microscope électronique à balayage de fibres PET avant (A et B) et après (C et D) digestion KOH 10% 60°C 24 heures

La digestion au H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% à 40°C affecte les propriétés mécaniques de différentes fibres (la viscose, le PA 6.6, le lin et le coton) en augmentant leur fragilité. Ce protocole n'affecte cependant pas la rugosité de ces fibres et les dégradations ne sont pas visibles au microscope optique ou au microscope électronique à balayage. En ce qui concerne la digestion au NaClO, celle-ci n'affecte que l'intégrité physique des fibres de lin en dissolvant leur cortex. Le protocole le plus respectueux de l'intégrité des fibres semble être la digestion au KOH 10 % à 40°C pour lequel aucune dégradation n'est observée. Ces études pourraient participer à la mise en place d'un protocole standard pour l'analyse des fibres dans l'environnement.

#### Références

Collard, F., Gilbert, B., Eppe, G., Parmentier, E., Das, K., 2015. Detection of Anthropogenic Particles in Fish Stomachs: An Isolation Method Adapted to Identification by Raman Spectroscopy. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology* 69, 331–339.

Dehaut, A., Cassone, A.-L., Frère, L., Hermabessiere, L., Himber, C., Rinnert, E., Rivière, G., Lambert, C., Soudant, P., Huvet, A., Duflos, G., Paul-Pont, I., 2016. Microplastics in seafood: Benchmark protocol for their extraction and characterization. *Environmental Pollution* 215, 223–233.

Di, M., Wang, J., 2018. Microplastics in surface waters and sediments of the Three Gorges Reservoir, China. *Science of The Total Environment* 616–617, 1620–1627.

Dris, R., Gasperi, J., Saad, M., Mirande, C., Tassin, B., 2016. Synthetic fibers in atmospheric fallout: A source of microplastics in the environment? *Marine Pollution Bulletin* 104, 290–293.

Dris, R., Gasperi, J., Tassin, B., 2018. Sources and Fate of Microplastics in Urban Areas: A Focus on Paris Megacity. *Freshwater Microplastics* 69–83.

Jamieson A. J., Brooks L. S. R., Reid W. D. K., Piertney S. B., Narayanaswamy B. E., Linley T. D., 2019. Microplastics and synthetic particles ingested by deep-sea amphipods in six of the deepest marine ecosystems on Earth. *Royal Society Open Science* 6, 180667.

Karami, A., Golieskardi, A., Choo, C.K., Romano, N., Ho, Y.B., Salamatinia, B., 2017. A high-performance protocol for extraction of microplastics in fish. *Science of The Total Environment* 578, 485–494.



Premières rencontres nationales du GDR Polymères et Océans  
Université Paris-Est Créteil, 24 – 26 juin 2019

Liebezeit, G., Liebezeit, E., 2013. Non-pollen particulates in honey and sugar. *Food Additives and Contaminants - Part A Chemistry, Analysis, Control, Exposure and Risk Assessment* 30, 2136–2140.

Rillig, M.C., 2012. Microplastic in Terrestrial Ecosystems and the Soil? *Environ. Sci. Technol.* 46, 6453–6454.

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

Welle, F., Franz, R., 2018. Microplastic in bottled natural mineral water – literature review and considerations on exposure and risk assessment. *Food Additives & Contaminants: Part A* 35, 2482–2492.