



HAL
open science

Optimisation et validation d'une méthode d'identification des microplastiques par Pyrolyse-GC/MS

Ludovic Hermabessiere, Béatrice Boricaud, Charlotte Himber, Guillaume
Duflos, Alexandre Dehaut

► **To cite this version:**

Ludovic Hermabessiere, Béatrice Boricaud, Charlotte Himber, Guillaume Duflos, Alexandre Dehaut.
Optimisation et validation d'une méthode d'identification des microplastiques par Pyrolyse-GC/MS.
3ème Colloque international francophone Environnement & Santé, Oct 2017, Dunkerque, France.
anses-03889450

HAL Id: anses-03889450

<https://anses.hal.science/anses-03889450>

Submitted on 8 Dec 2022

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Introduction

Les débris plastiques sont retrouvés dans tous les compartiments du milieu marin. L'ingestion de particules de microplastiques (<5mm - MPs) a été démontré chez de nombreuses espèces marines et les plastiques majoritairement ingérés sont de petites tailles : entre 50 et 100 µm. Par conséquent, les MPs peuvent représenter un risque émergent lors de la consommation de produit de la pêche. L'identification du type de polymère est indispensable pour caractériser le risque. Cependant, peu d'études se sont intéressées à l'identification des polymères plastiques par spectroscopie (IR-TF ou Raman) ou par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

Le but de ces travaux a été d'optimiser et de valider une méthode de Pyrolyse-GC/MS permettant d'identifier les MPs.

Principe de la Pyrolyse-GC/MS

- Insertion de la cupule contenant l'échantillon dans le système de passeur automatique d'échantillons.
- Pyrolyse de l'échantillon à 600°C pendant 1 minute. Transfert des produits de pyrolyse dans l'appareil de GC/MS.
- Obtention d'un pyrogramme (chromatogramme après pyrolyse) et d'un spectre de masse moyen.

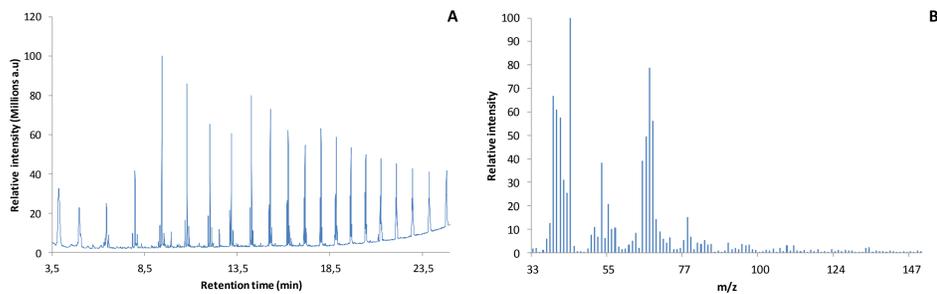


Figure 1 : Pyrogramme typique du polyéthylène (A) et son spectre de masse moyen associé (B).

- Identification de l'échantillon à l'aide de bases de données commerciales et personnalisées.

Matériel et méthodes

1. Optimisation

Une optimisation de la méthode a été réalisée :

- En utilisant des particules de Polyéthylène (PE) et de Polypropylène (PP) (100-400 µm)
- Sur deux paramètres différents (Tableau 1)

Tableau 1 : Paramètres optimisés sur l'appareil de GC et niveaux appliqués.

| Essai | Ratio de split et température d'injecteur |
|-------|---|
| 1 | 20 et 300°C |
| 2 | 20 et 280°C |
| 3 | 5 et 300°C |
| 4 | 5 et 280°C |

2. Validation

Une validation de la méthode optimisée a été réalisée :

- En utilisant des fibres de PE et de PP
- En calculant la limite de détection (LOD) pour plusieurs polymères
- En réalisant un test de répétabilité

3. Identification de particules inconnues

Des particules ressemblant à des MPs isolées d'échantillons de sédiments, collectés sur une plage locale (Pas-de-Calais), sont analysées en utilisant la méthode optimisée de Py-GC/MS.

Résultats et discussion

1. Optimisation

La figure 2 montre que les intensités moyennes des pics caractéristiques du PE et du PP augmentent lorsque le ratio de split diminue.

De plus, des différences significatives entre les essais 1 et 2 vs les essais 3 et 4 sont observées pour les intensités moyennes du PE (Figure 2A). Ceci indique que la diminution du ratio de split augmente significativement l'intensité des pics caractéristiques du PE. Pour le PP, une différence significative est observée entre l'essai 1 et 4 indiquant que la diminution de la température d'injecteur et du ratio de split augmente significativement l'intensité du pic caractéristique du PP (Figure 2B).

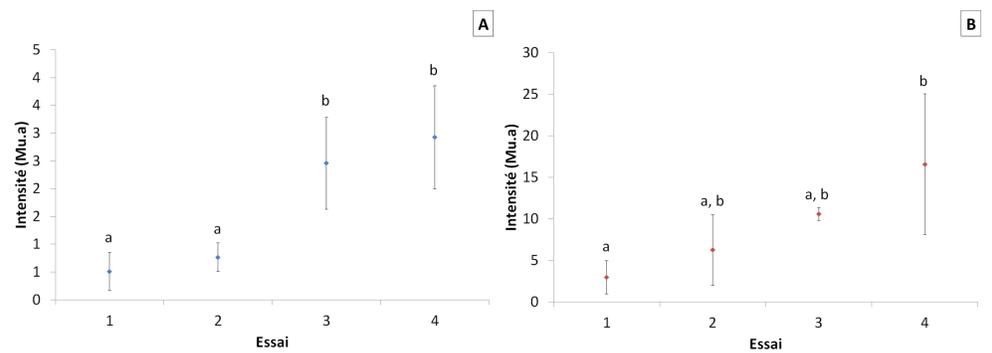


Figure 2 : Intensité moyennes des pics caractéristiques du PE (A) et du PP (B) en fonction des essais. Les barres d'erreurs représentent l'intervalle de confiance à 95% et les lettres représentent les différences après des tests post-hoc (p-value<0,05)

2. Validation

Les LOD pour le PP, le PE, le Polycarbonate (PC), le Polystyrène (PS), le Poly(téréphtalate d'éthylène) (PET) et le Poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA) ont été calculées. Les résultats sont exprimés en µm (longueur du plus grand côté des particules).

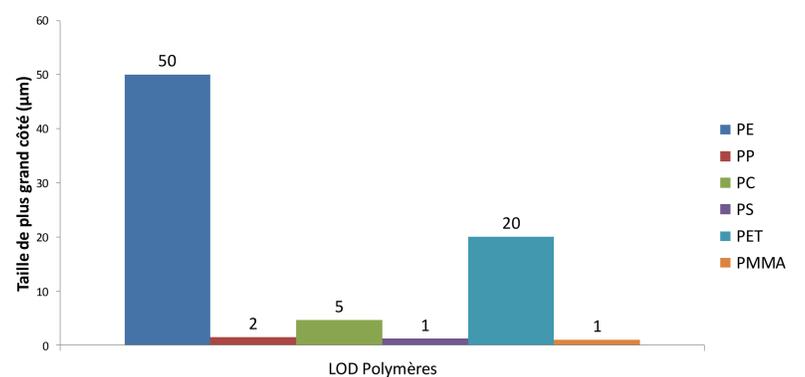


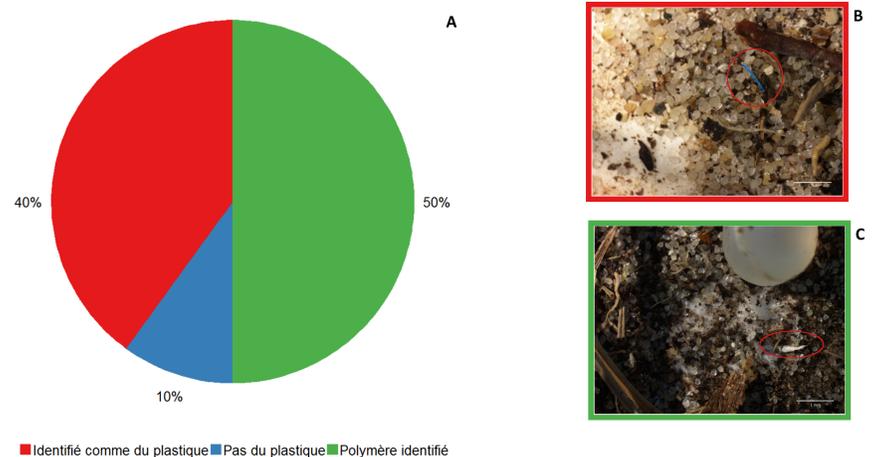
Figure 3 : Limites de détection (LOD) des différents polymères en µm.

Le test de répétabilité réalisé sur les fibres de PE et de PP montre que la méthode optimisée est répétable avec une précision de 10%.

3. Identification de particules inconnues

Seulement 10 particules (<1 mm) ressemblant à des MPs ont été retrouvées, après séparation en utilisant des solutions salées saturées, dans les sédiments (≈200 g) collectés sur une plage locale (Figure 4).

Cinq particules sur 10 ont été identifiées comme du plastique avec une identification jusqu'au type de polymère (PS, PE et Nylon-6). Quatre particules sur 10 sont identifiées comme du plastique mais sans identification du polymère. Cependant, la présence de pics caractéristiques de plastique indique bien qu'il s'agit de particules plastiques. Une seule particule n'est pas identifiée comme étant du plastique.



■ Identifié comme du plastique ■ Pas du plastique ■ Polymère identifié

Figure 4 : Proportion de l'identification de particules inconnues retrouvées sur une plage locale (A) et exemple de particules identifiées comme du plastique (B) et avec une attribution de type de polymère (C).

Conclusion

La nouvelle méthode optimisée de Pyrolyse-GC/MS permet d'identifier des particules de plastiques jusqu'à une taille de **50 ± 5 µm**. Cette nouvelle méthode a été appliquée avec succès sur des échantillons provenant de l'environnement.

Remerciements

Ludovic Hermabessiere est co-financé par une bourse doctorale Anses et Région Hauts de France