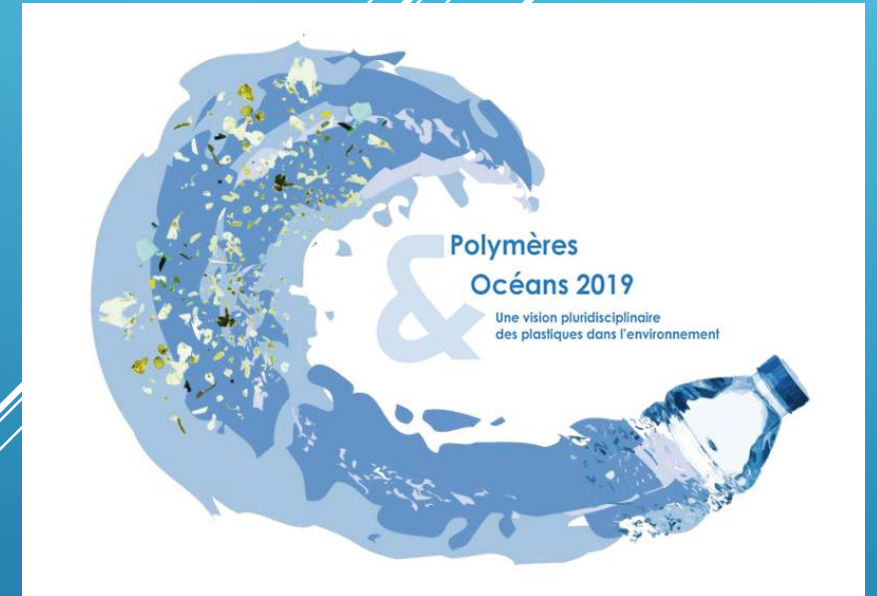


Impact des protocoles de digestion sur les fibres synthétiques, artificielles et naturelles

Robin TREILLES, Aurélie CAYLA, Bénédicte STRICH, Patrick AUSSET, Johnny GASPERI, Bruno TASSIN*

**robin.treilles@enpc.fr*

Conférence Polymères et Océans, 25 juin 2019



Introduction

1. **Les fibres** correspondent généralement à la **fraction majeure des microplastiques** présents dans les échantillons d'eau (quelques exemples).

	Eau de pluie	Eau de machine à laver	Eau de Seine
Fibres (objets/litre)	20 - 40	9,000 - 35,000	0.03 - 0.05
Fragments (objets/litre)	Not observed	< 2	0.001 - 0.003

Tableau de la présentation de l'ASTEE, Tassin et al., 2018

2. Les tests qualités (QA/QC) des protocoles de digestion, pour digérer la matière organique, **sont de plus en plus développés pour les fragments mais pas pour les fibres.**
3. **Quel est l'impact des protocoles de digestion sur les fibres ? Nous recherchons un protocole optimale pour l'analyse des fibres.**

Les fibres les plus produites à travers le monde

Fibres naturelles (32 %)

Végétales



Coton



Lin

Animales

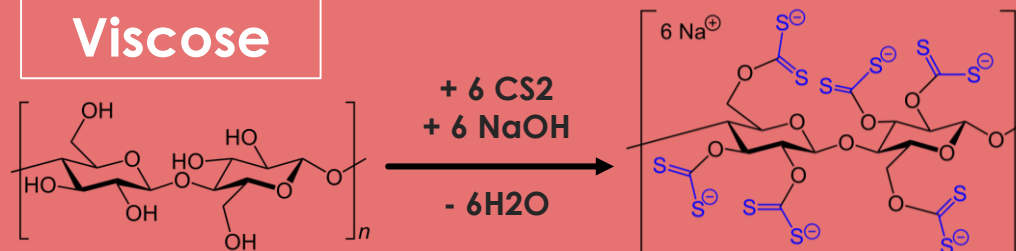


Laine

Fibres chimiques (68 %)

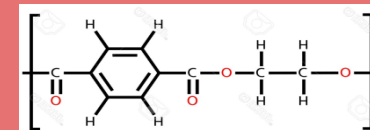
Artificielles

Viscose

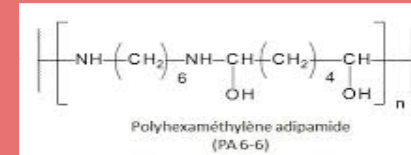


Synthétiques

PET



PA 6.6



Acrylique

Quelles fibres ?

Utilisation de fibres **neuves**, utilisées dans l'industrie (présence d'additifs).

Végétales



Coton



Lin

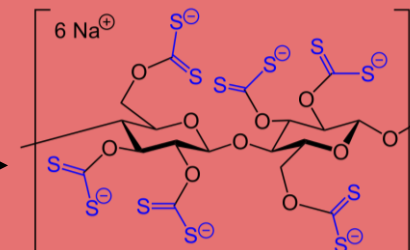
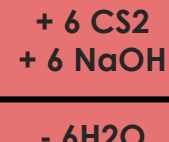
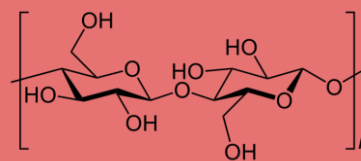
Animales



Laine

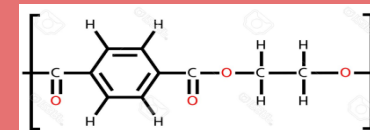
Artificielles

Viscose

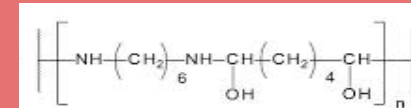


Synthétiques

PET



PA 6.6



Polyhexaméthylène adipamide (PA 6-6)

Acrylique

Quels protocoles ?

Cinq protocoles de digestion ont été choisis:

- ▶ **KOH 10%, 40°C, 24h** (Karami et al., 2016)
- ▶ **KOH 10%, 60°C, 24h** (Dehaut et al., 2017)
- ▶ **H₂O₂ 30%, 40°C, 48h** (Dris et al., 2018)
- ▶ **NaClO 9%, température ambiante, 15h** (Collard et al., 2015)
- ▶ **Fenton** avec une solution de H₂O₂ 30 %, **temp. Amb., 2 h** (Tagg et al., 2018)



Après digestion



Et filtration



Quels protocoles ?

Cinq protocoles de digestion ont été choisis:

- ▶ KOH 10%, 40°C, 2h
- ▶ KOH 10%, 60°C, 2h
- ▶ H₂O₂ 30%, 40°C, 2h
- ▶ NaClO 9%, température ambiante, 2h
- ▶ Fenton avec un dosage de H₂O₂ et de Fe²⁺ à déterminer

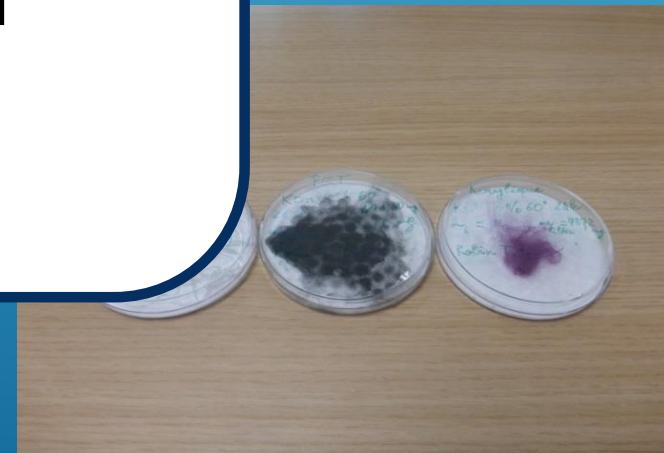
Les données pour le protocole **Fenton** sont **en cours d'acquisition**

(Tagg et al., 2015)

(Tagg et al., 2018)



Et filtration



Caractérisation des fibres

7

Caractérisation des fibres avant et après digestion

① Aspects morphologiques

- Variation de masse
- Observations au microscope:
 - Optique
 - MEB

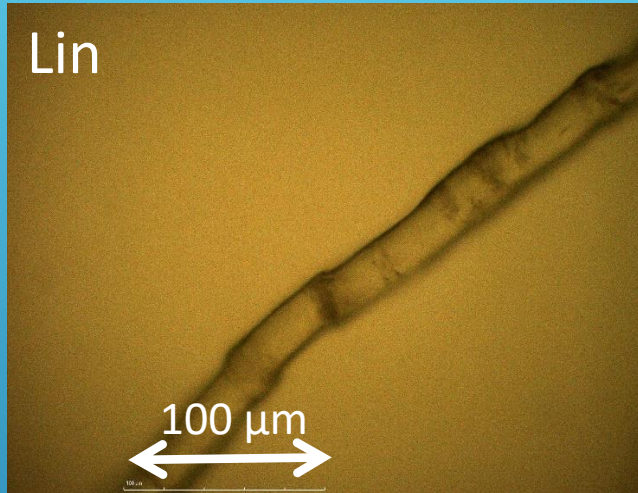
② Propriétés mécaniques

- Masse linéique
- Ténacité = contrainte maximale
- Elongation à la rupture

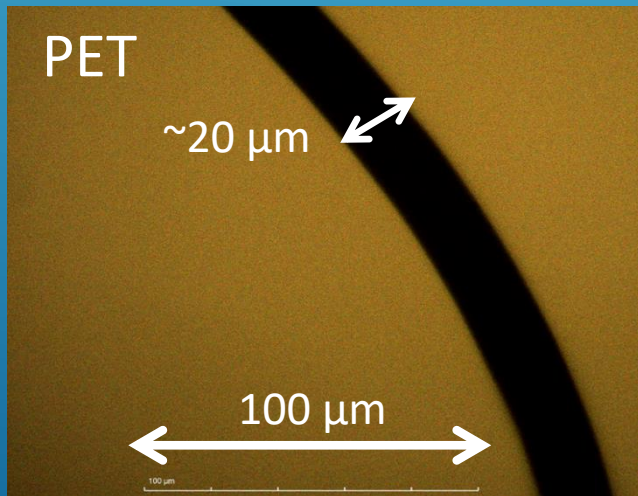
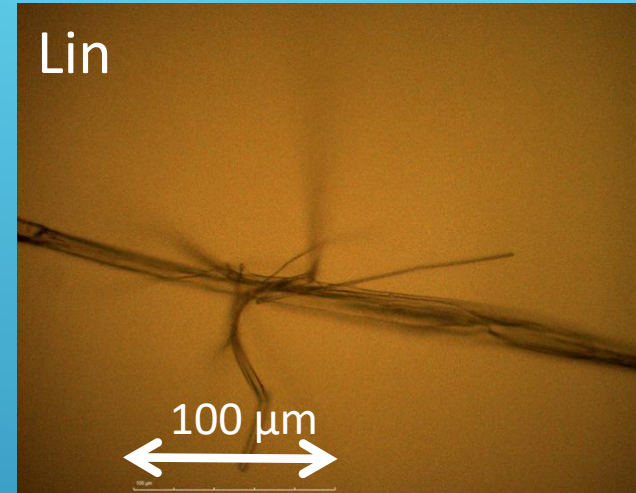
③ Propriétés chimiques

- Differential Scanning Calorimetry (DSC)
- Spectroscopie Infrarouge (IRTF)

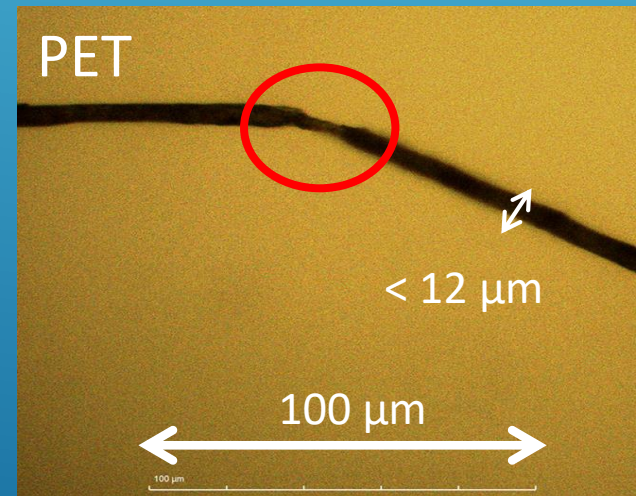
Résultats : Aspects Morphologiques



Après digestion
→
**NaClO 9%, temp.
amb., 15h**

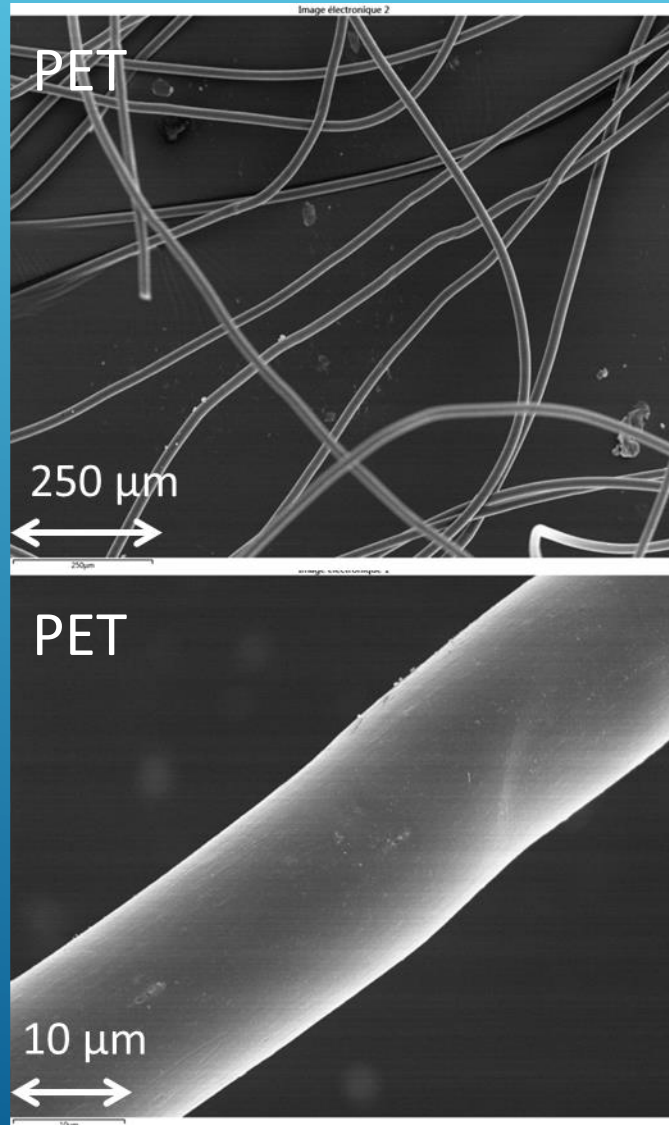


Après digestion
→
**KOH 10% 60°C
24 h**

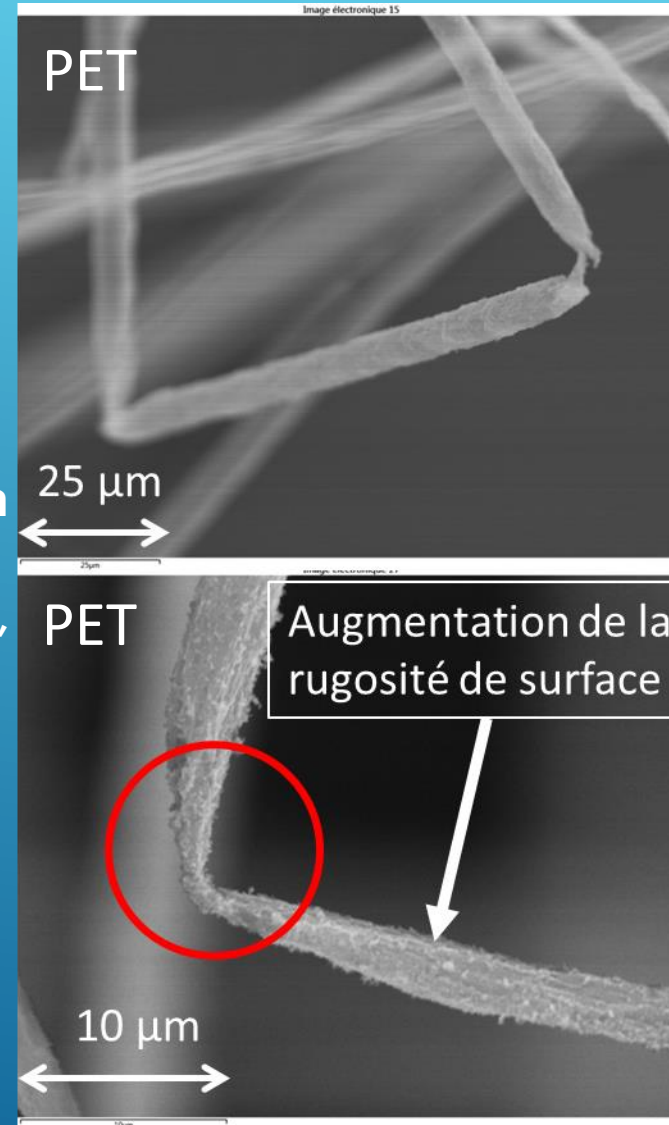


PET et lin observés au microscope x 40, avant et après digestions KOH 60°C ou NaClO

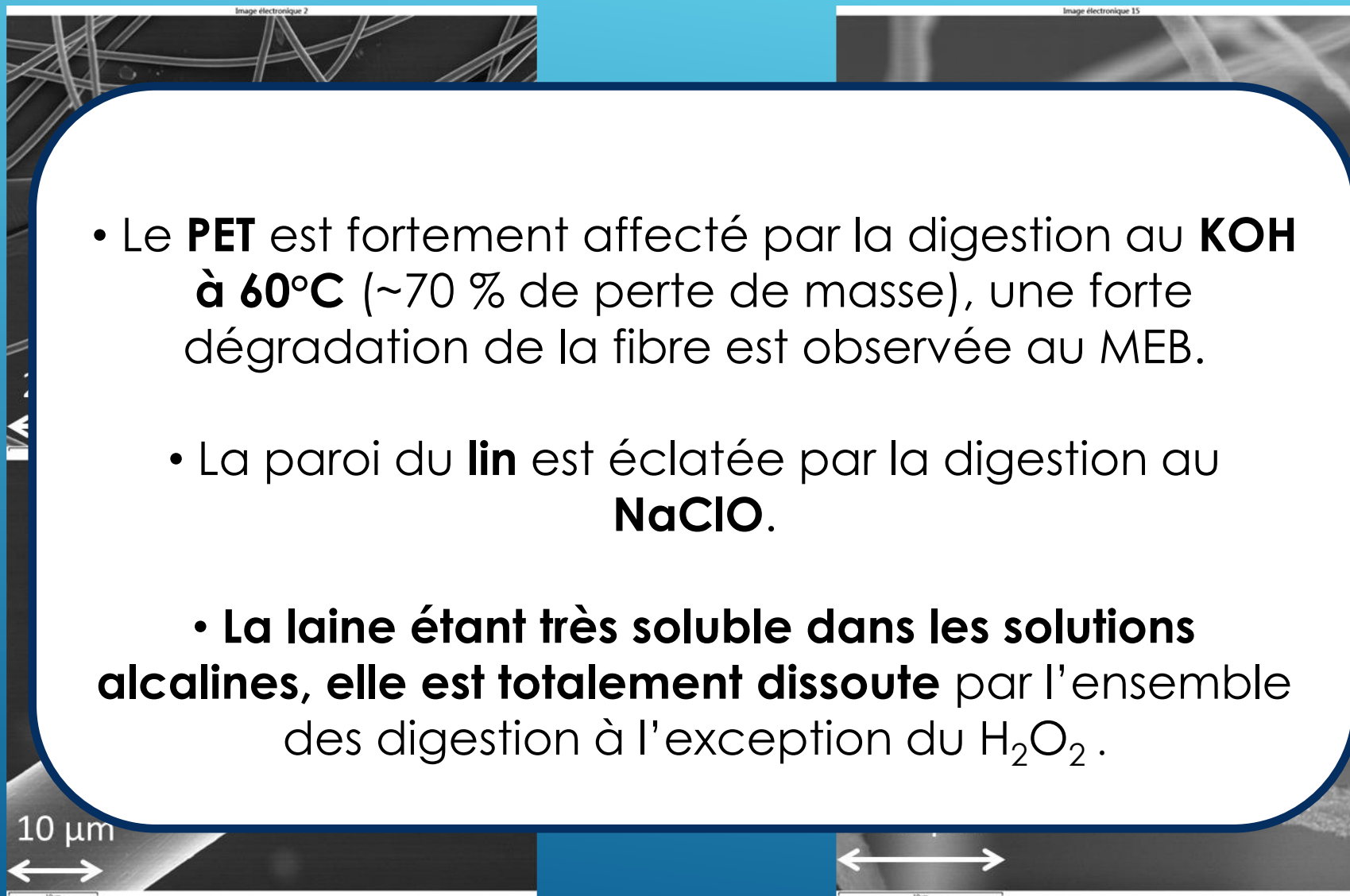
Résultats : Aspects morphologiques (MEB)



Après digestion
KOH 10%, 60°C,
24h

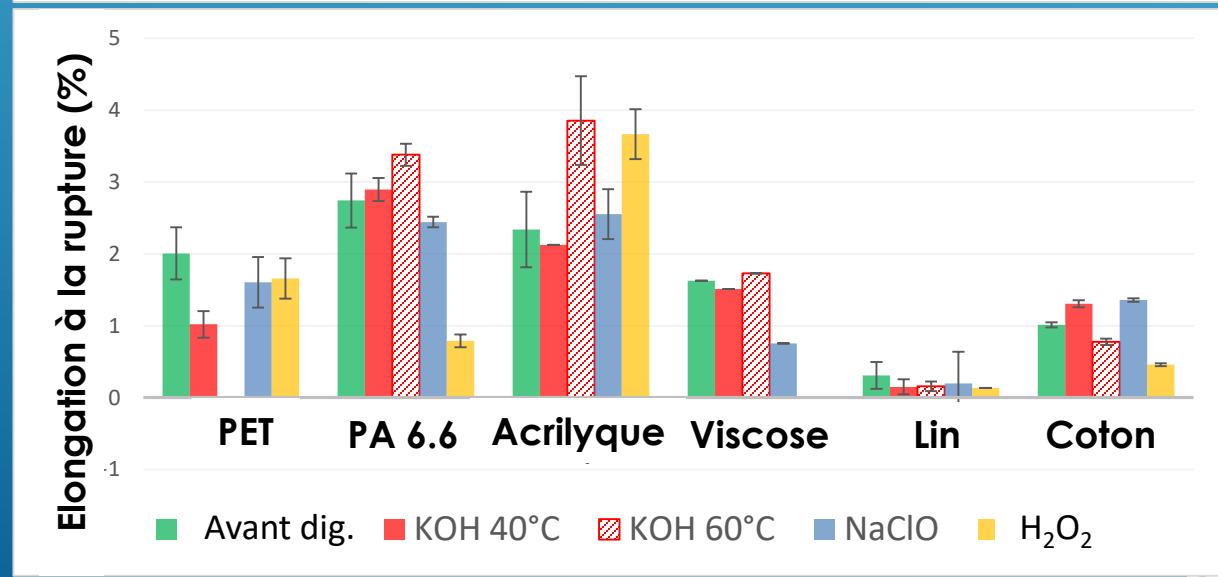
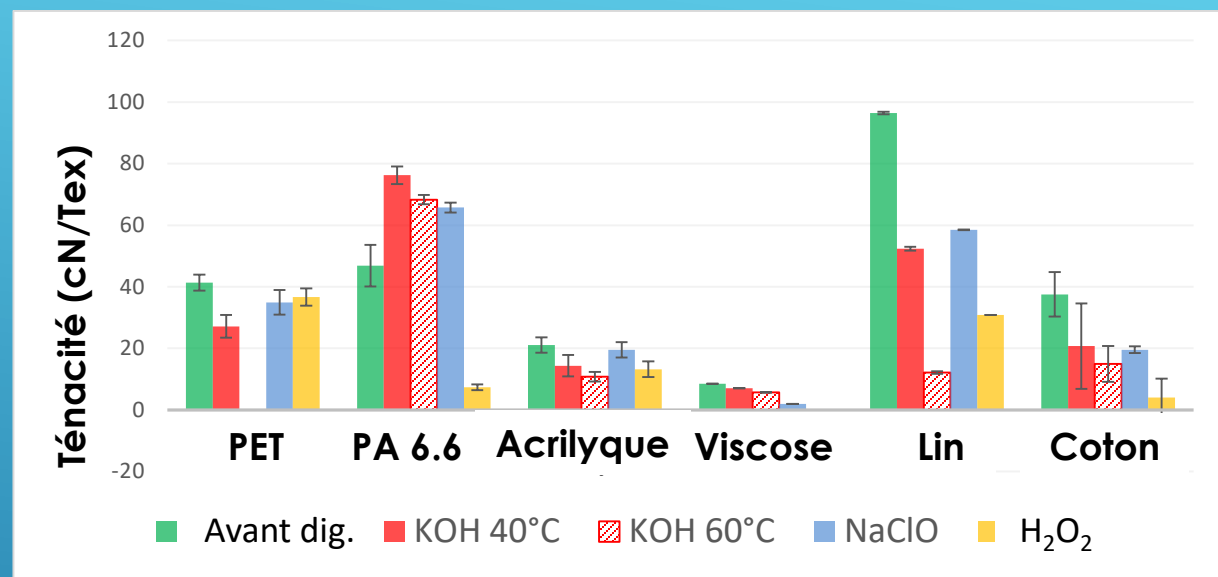


Résultats : Aspects morphologiques (MEB)

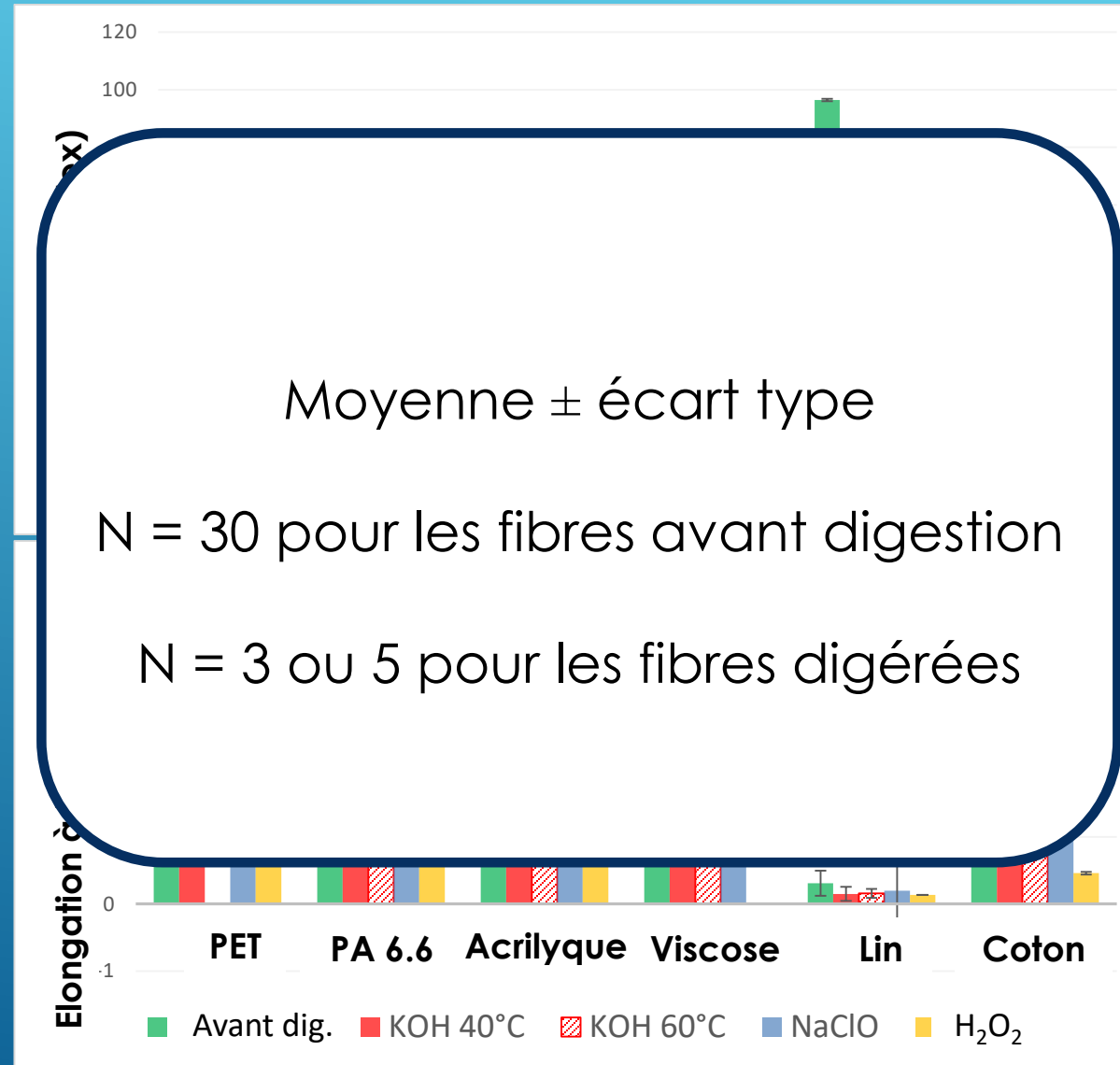


Résultats : Propriétés mécaniques

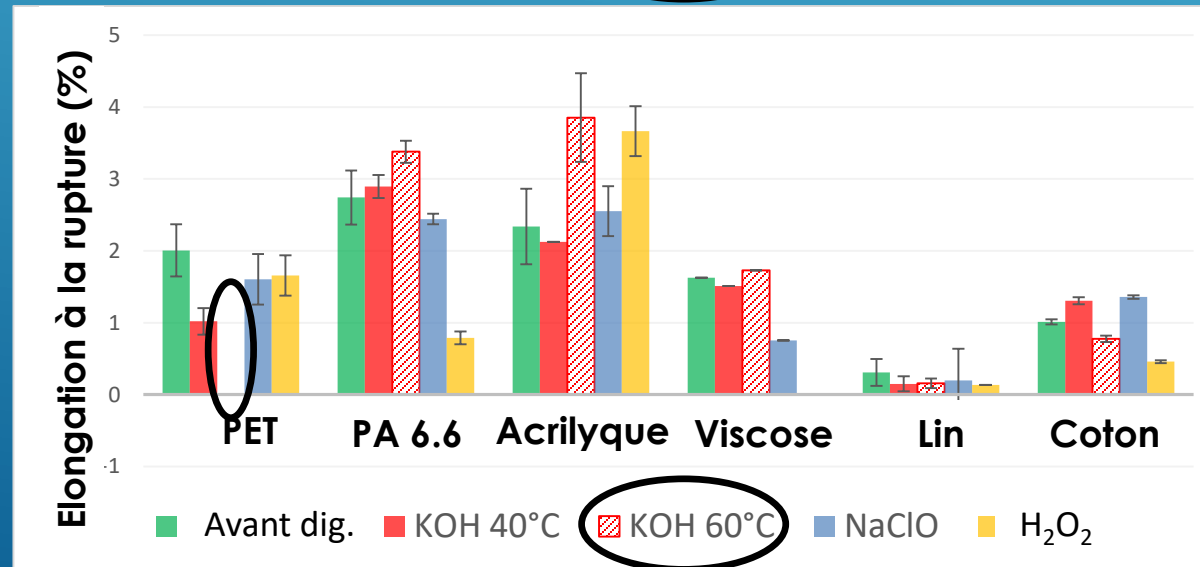
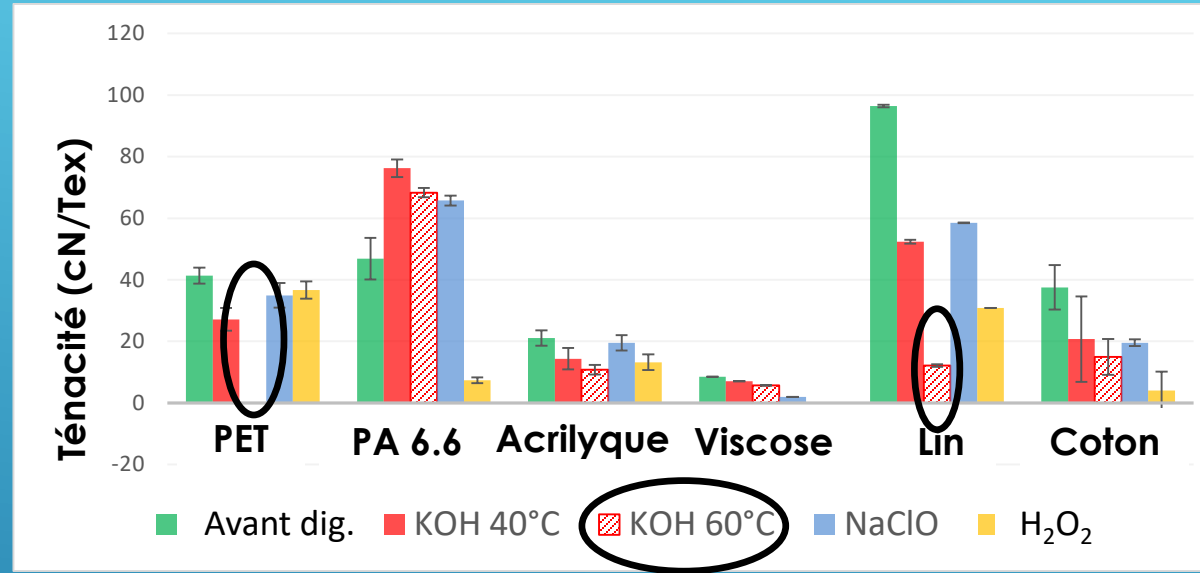
Ténacité =
contrainte
maximale (essai
de traction)



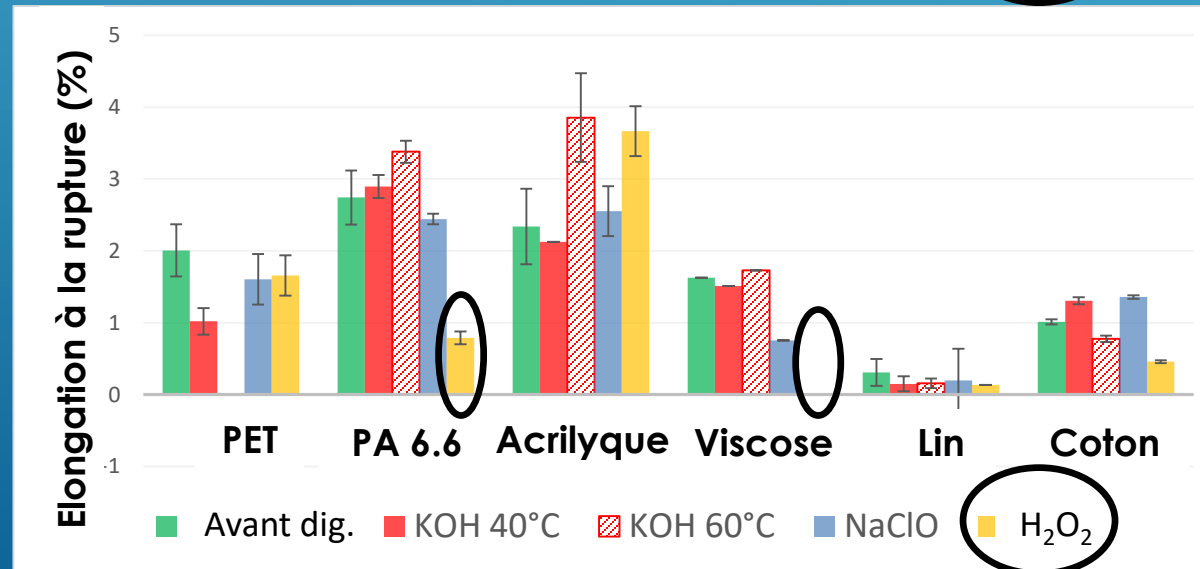
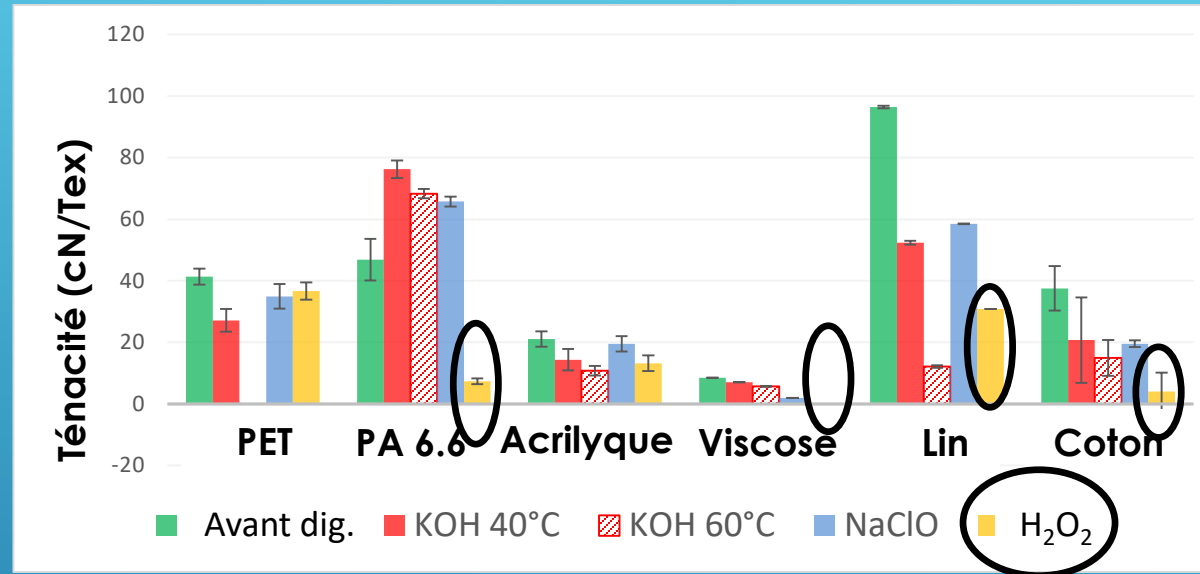
Résultats : Propriétés mécaniques



Résultats : Propriétés mécaniques



Résultats : Propriétés mécaniques



Résultats : Propriétés mécaniques

120

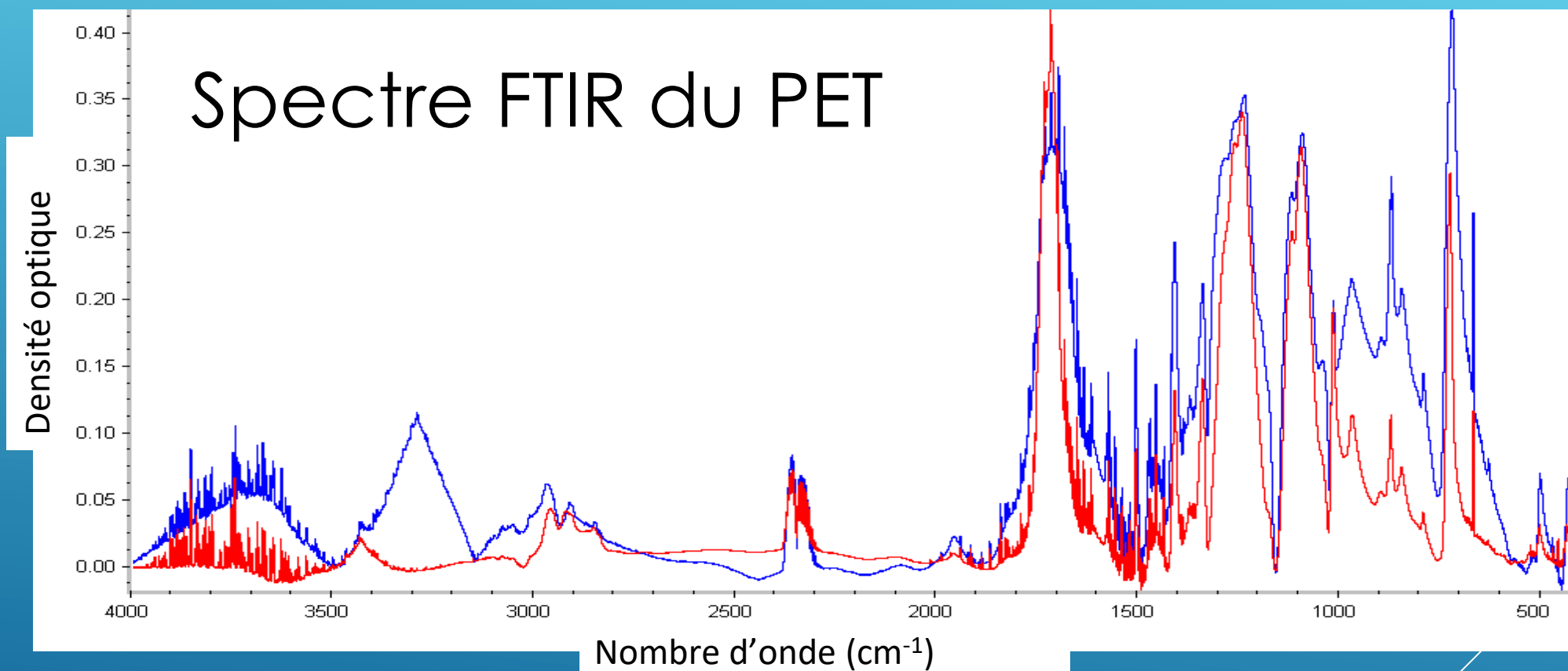
100

- Le **PET** s'est révélé trop fragile pour être testé mécaniquement après la digestion au **KOH à 60°C**. Ce protocole affecte également les propriétés mécaniques du **lin**.
- Les propriétés mécaniques de la **viscose**, le **PA 6.6**, le **lin**, le **coton** sont affectés par la digestion au **H₂O₂ 30%**.

Etc

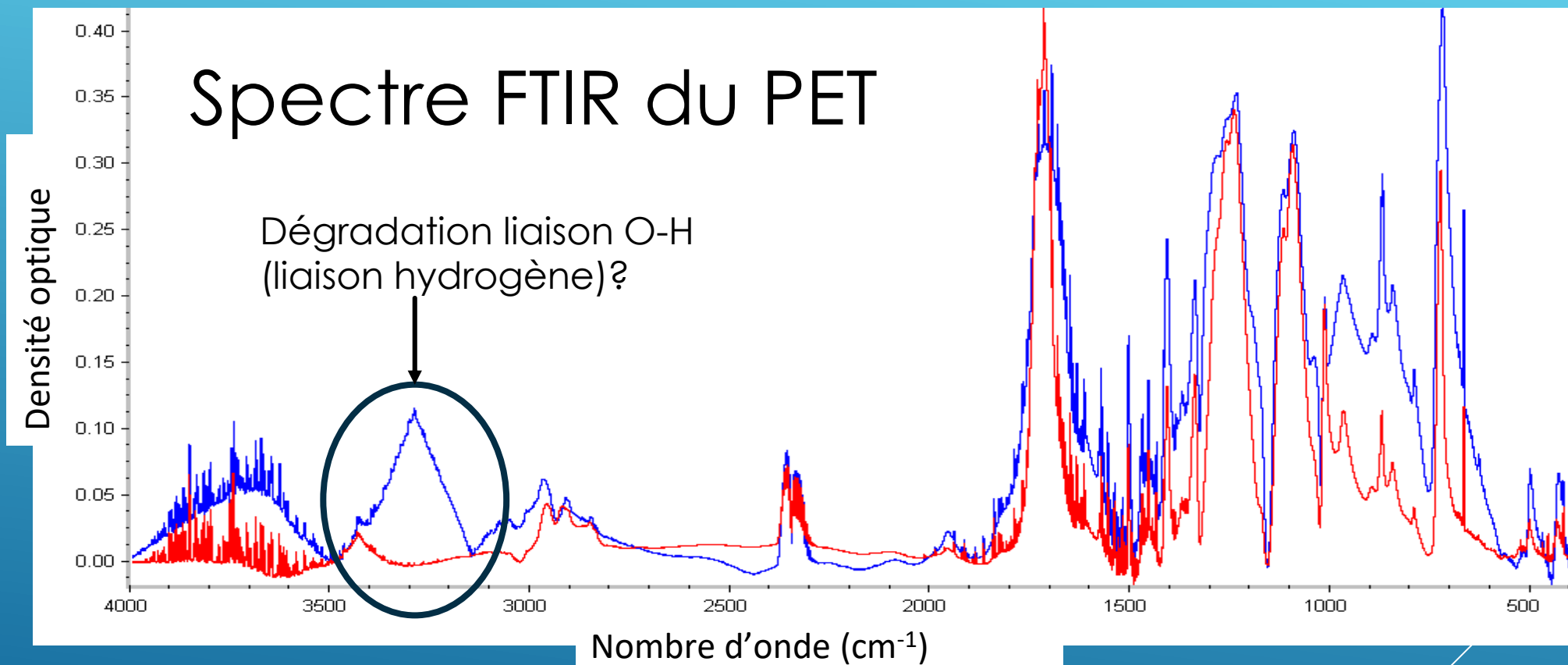
■ Avant dig. ■ KOH 40°C ■ KOH 60°C ■ NaClO ■ H₂O₂

Résultats : Propriétés chimiques



Courbe bleu : avant KOH 10 % 60°C
Courbe rouge : après KOH 10% 60°C

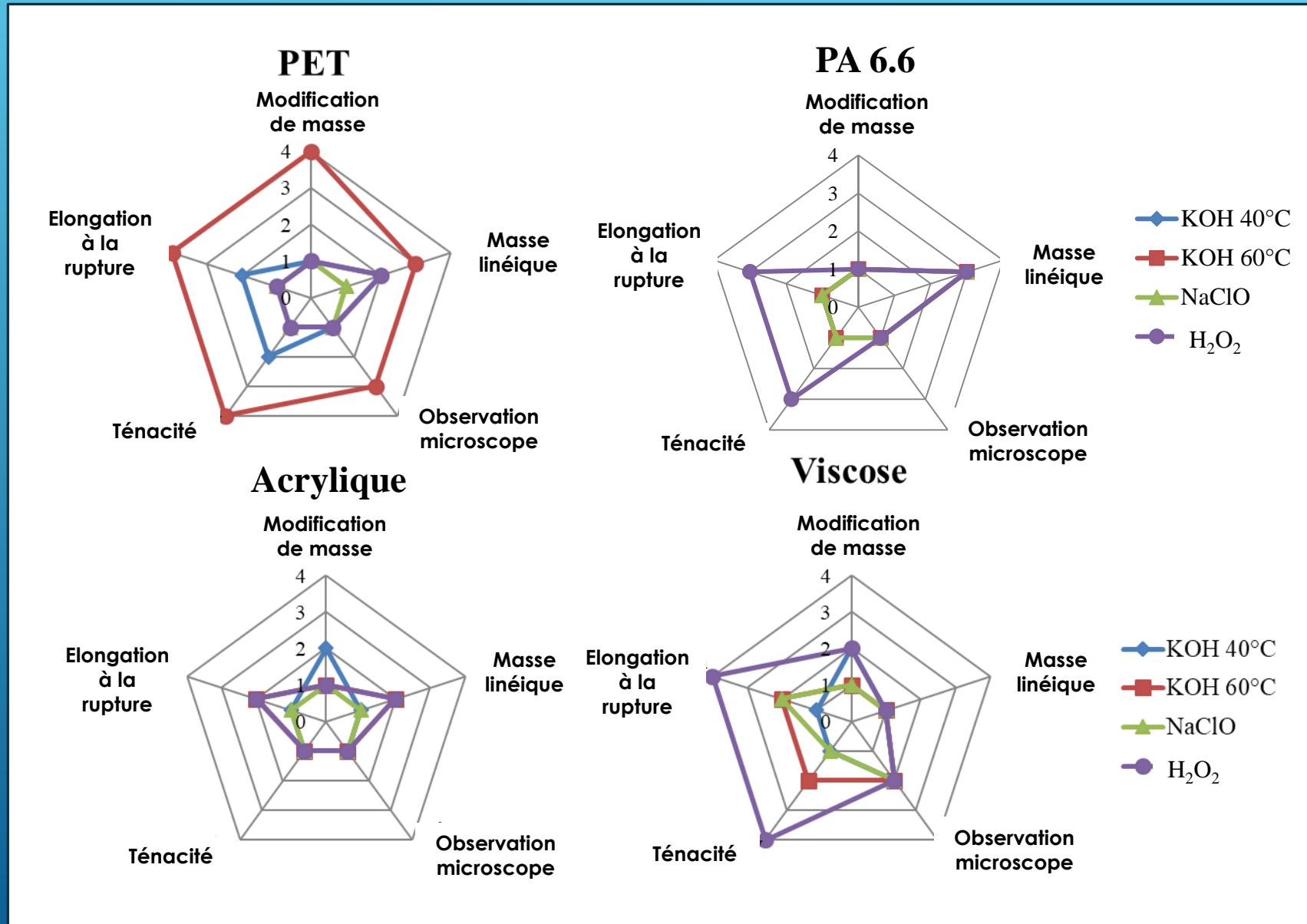
Résultats : Propriétés chimiques



Courbe bleu : avant KOH 10 % 60°C

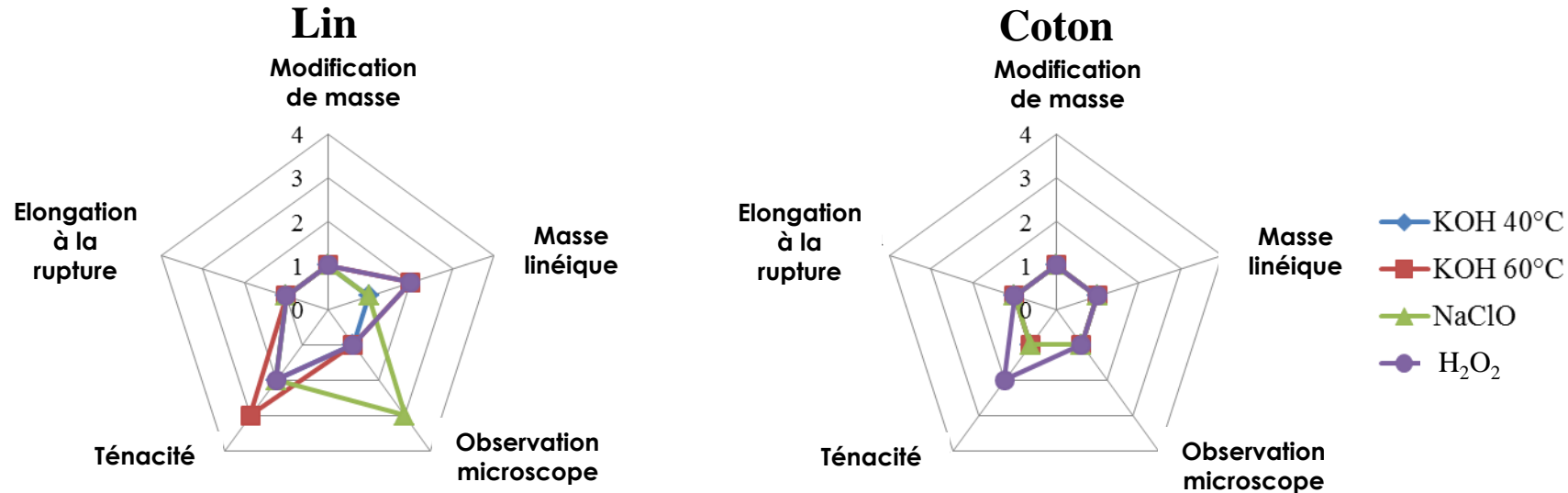
Courbe rouge : après KOH 10% 60°C

Principaux résultats pour les fibres chimiques



1 = Pas affecté
 2 = Légèrement affecté
 3 = Affecté
 4 = Très affecté

Principaux résultats pour les fibres naturelles



1 = Pas affecté
 2 = Légèrement affecté
 3 = Affecté
 4 = Très affecté

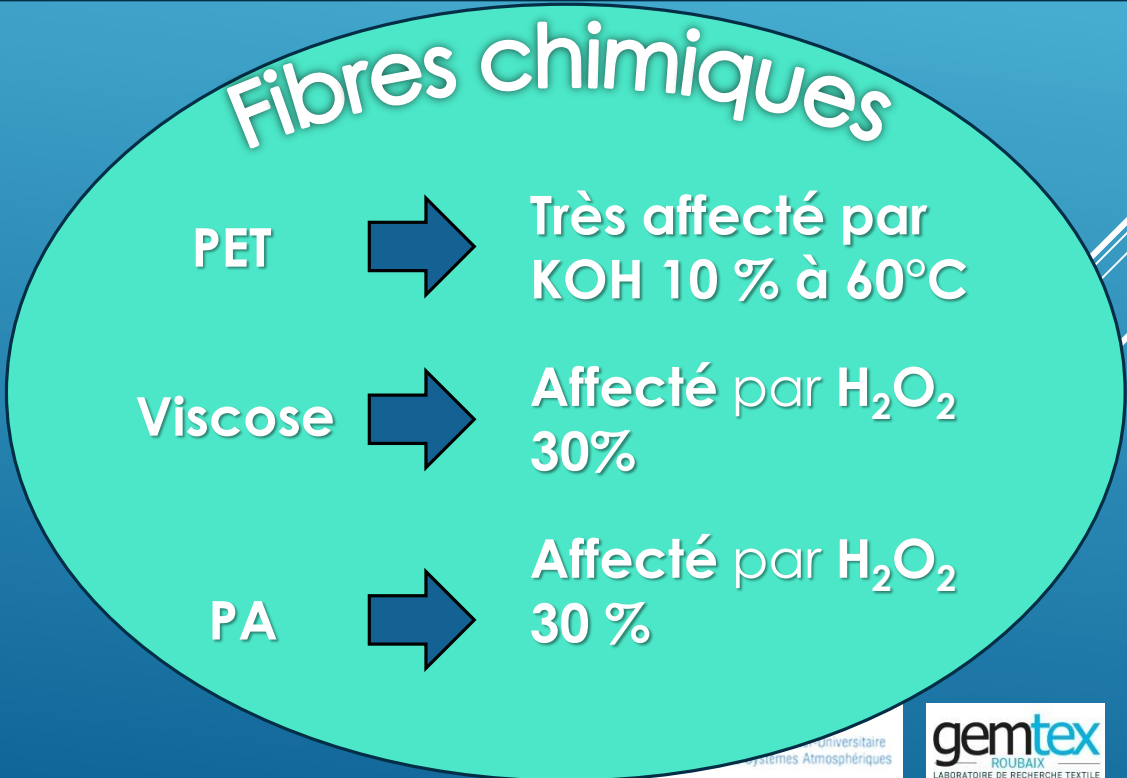
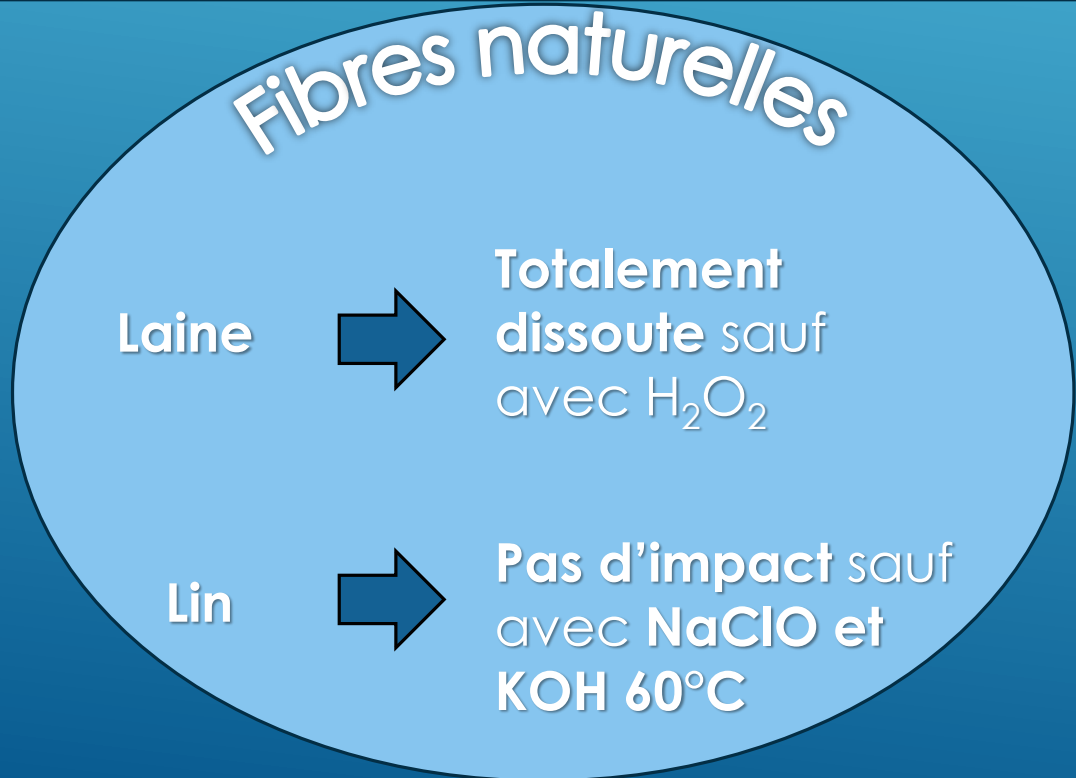
Nombre de critères > 3

	PET	PA 6.6	Acrylique	Viscose	Laine	Lin	Coton
KOH 40°C	0	1	0	0	5	0	0
KOH 60°C	5	1	0	0	5	1	0
NaClO	0	1	0	0	5	1	0
H2O2	0	3	0	2	5	0	0



	Nombre de critères > 3						
	PET	PA 6.6	Acrylique	Viscose	Laine	Lin	Coton
KOH 40°C	0	1	0	0	5	0	0
KOH 60°C	5	1	0	0	5	1	0
NaClO	0	1	0	0	5	1	0
H2O2	0	3	0	2	5	0	0

- 0 critère
- 1 critère
- 2 critères
- 3 critères
- 4 critères
- 5 critères



Conclusion

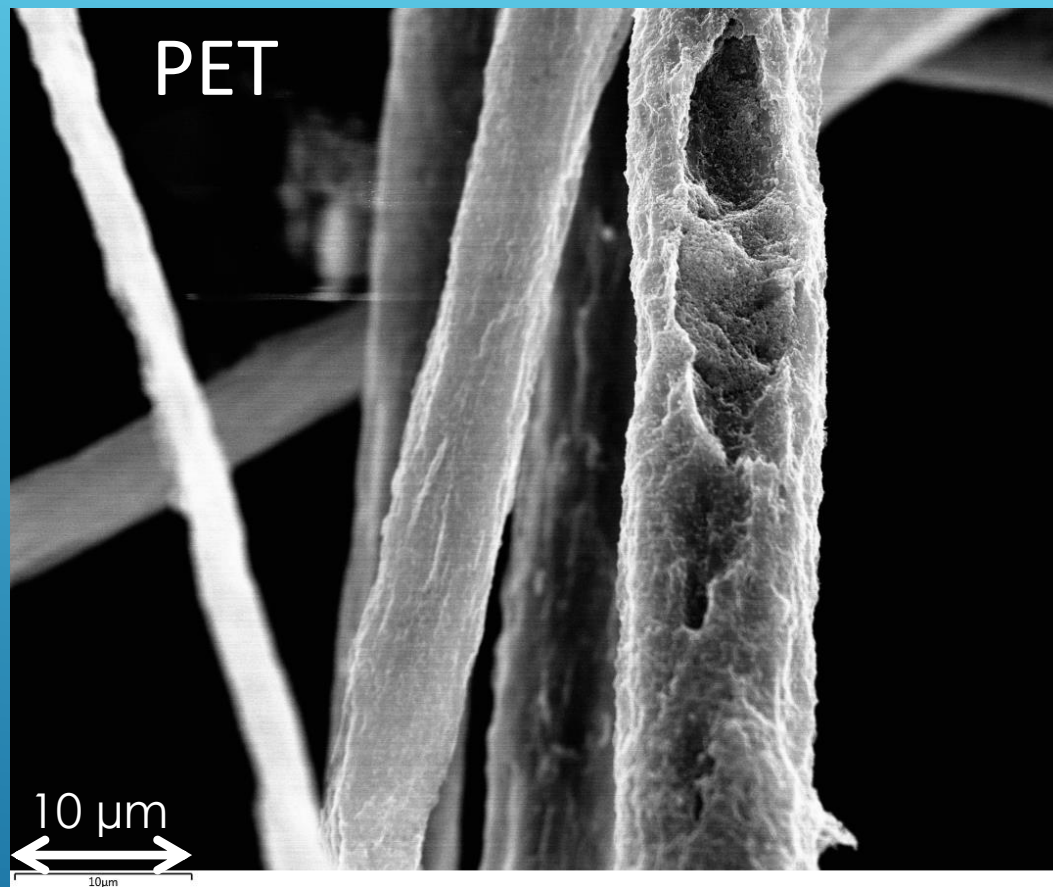
- Importance de la température ($T \geq 60^{\circ}\text{C} \rightarrow$ **Dégradation fibres PET**)
- **KOH 10%, 40°C, 24h** \rightarrow **protocole altérant le moins les différentes fibres** (discuter de l'efficacité de digestion de la MO)
- Premiers résultats sur la réaction de **Fenton** : **pas de modifications au niveau morphologique.**

Fib

Laine

Lin

Merci de votre attention !



Des questions ?