



WORLD WIDE WEAVE

## **Un creuset filtrant microlitrique breveté permet une analyse des microplastiques de manière rapide et économique**

Filtration et détection avec un élément unique

**Des scientifiques du monde entier étudient les répercussions des apports de microplastiques dans l'environnement. L'aspect essentiel est l'évaluation de risques potentiels pour l'Homme et l'environnement. En l'absence de méthodes de prélèvement et d'analyse plus uniformes, plus rapides et adaptées à la pratique, les résultats obtenus actuellement n'autorisent que très peu les comparaisons. En outre, rares sont les études évaluées par l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) dans son rapport actuel *Microplastics in drinking water* comme étant vraiment fiables. L'office fédéral allemand de recherche et d'essai des matériaux (BAM), le ministère fédéral allemand de l'environnement (UBA) et l'entreprise de tissage technique leader sur le marché international GKD – Gebr. Kufferath AG (GKD) ont travaillé ensemble le sujet. Ce trio sérieux alliant recherche (BAM), autorité responsable de la régulation (UBA) et industrie (GKD) a réussi à franchir une étape décisive vers un procédé standard à la fois rapide et sûr pour l'analyse des microplastiques. Leur développement en commun est un creuset microlitrique en toile tissée-reps optimisée (OT) de GKD pour la détermination de la teneur massique des microplastiques dans l'environnement : il permet des analyses de routine à la fois rapides et fiables, même dans le cas d'échantillons complexes.**

Depuis plus de trois ans, BAM, UBA et GKD effectuent des recherches conjointes dans le cadre de différents projets promus par le ministère fédéral allemand de l'éducation et de la recherche (BMBF), portant sur la



WORLD WIDE WEAVE

détermination des microplastiques dans différents types d'eaux, sur des stratégies de collecte d'échantillons et sur des procédés d'analyse. Pour cela, selon le type de fluides environnementaux à échantillonner, les théoriciens et les praticiens suivent deux approches différentes : procédés spectroscopique ou thermoanalytique.

L'approche spectroscopique prévalente, comme la microspectroscopie Raman ou infrarouge, détermine la taille, le nombre, la forme et le type de particules. Un inconvénient majeur de ce procédé est la préparation d'échantillons réels, qui nécessite beaucoup de temps et de travail. Cette approche empêche de travailler sur un grand nombre d'échantillons, alors que c'est requis pour des procédures de routine, telles que la surveillance. De plus, cette approche limite les analyses spectroscopiques à des particules de dix micromètres, à cause des impératifs techniques. Elle se traduit, par exemple lors de l'analyse en microplastiques d'eau minérale, par une pertinence limitée des résultats de l'analyse. C'est pourquoi BAM et UBA misent sur le procédé thermoanalytique, notamment le procédé d'analyse TED-GC/MS (**T**hermal **E**xtraction and **D**esorption - **G**as**C**hromatography **M**ass**S**pectrometry) spécialement mis au point dans cet objectif. Le TED-GC/MS détermine, contrairement au procédé spectroscopique, rapidement et fiablement les teneurs en masse dans des échantillons environnementaux solides, en général sans traitement préalable des échantillons. Avec le creuset filtrant microlitrique mis en point en collaboration avec GKD pour ce procédé, il devrait être possible dans un avenir proche de recueillir des particules de l'ordre du micromètre. Cela ouvrirait une série d'options dans le domaine de la réglementation. Des initiatives de législation européennes laissent supposer que, pour de futures réglementations, des teneurs totales en milligrammes par litre ou par kilogramme seront dans un premier temps essentielles.



WORLD WIDE WEAVE

### **Creuset en inox d'une précision de séparation < 10 µm pour des échantillons complexes**

La solution brevetée du TED-GC/MS s'articule autour de trois composantes combinant intelligemment deux techniques d'analyse rapides existantes : il s'agit ici de l'analyse thermogravimétrique (TGA), un procédé d'analyse standard pour les polymères, et d'une analyse classique, utilisant la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS). La GC et la MS sont couplées par un processus d'extraction en phase solide, si bien qu'une quantité importante d'échantillons environnementaux peut être produite. Les échantillons sont décomposés dans des conditions inertes et les produits de décomposition des particules de microplastiques sont collectés sur l'absorbeur de phase solide. Ce dernier est transféré automatiquement au procédé GC/MS. Ces produits de décomposition y sont désorbés, séparés par chromatographie en phase gazeuse et enregistrés dans le spectromètre de masse. Sur la base de leur structure chimique caractéristique, ils peuvent être attribués à différents polymères, et donc à des types de microplastiques, et quantifiés. La démarche reste cependant complexe : il faut dans un premier temps collecter des échantillons contenant une proportion représentative de particules de microplastiques. Pour les échantillons d'eau ou d'air, cela s'effectue en règle générale par filtration des fluides. Les microplastiques issus d'échantillons de sol ou de sédiment doivent en plus être concentrés lors d'une étape de séparation de densité, les surplus obtenus doivent être filtrés de la solution. Ensuite, les échantillons doivent être séchés et transférés dans les creusets d'échantillonnage servant à l'analyse TED-GC/MS. Toutes ces étapes comportent le risque de contamination et celui d'une perte de particules. De plus, elles doivent être effectuées avec des équipements et dans des conditions environnementales exempts de plastiques.



WORLD WIDE WEAVE

BAM, UBA et GKD ont eu l'idée de remplacer le creuset microlitrique en alumine équipant l'installation par un creuset innovant, pour l'ensemble des échantillons environnementaux à analyser. Le nouveau creuset filtrant peut être directement utilisé pour la filtration des échantillons prélevés ou résidus de flottation, permettant de supprimer des étapes de travail supplémentaires et de minimiser les risques de perte de particules et de contamination. La base en était la toile tissée-reps optimisée d'une taille géométrique de pores de six micromètres (OT 6) mise au point par GKD à l'occasion du projet OEMP (Matériaux et procédés optimisés pour éliminer les microplastiques du cycle de l'eau) subventionné par le BMBF. Cette toile tissée en inox présente une construction monocouche comportant un nombre particulièrement important de fils de trame et de chaîne très fins. Les ouvertures des pores en forme de fentes sont plus fines sur la surface lisse qu'à l'intérieur de la toile tissée. Ce type de toile tissée garantit ainsi une retenue des particules et un débit particulièrement élevés. La construction inox robuste, à la différence de la toile tissée en matière synthétique généralement utilisée dans la gestion des eaux usées, est également adaptée à de gros flux volumiques. De plus, elle ne provoque pas de contamination due à l'auto-abrasion du synthétique. Simultanément, les toiles tissées OT 6 garantissent par un procédé mis au point par GKD, permettant de calculer le point de bulle à l'aide de simulations CFD, que toutes les particules supérieures à la limite de séparation de six micromètres soient retenues fiablement. Dans sa fonction de chef du projet OEMP, GKD a travaillé pour la première fois avec Ulrike Braun, responsable de groupe dans la Division Physique et analyse chimique des polymères du BAM, et Claus Gerhard Bannick, responsable du département Recherche concernant la gestion des eaux usées de l'UBA. C'est également dans ce contexte que les deux chercheurs ont découvert et appris à apprécier la toile tissée OT 6 mise au point par GKD.



WORLD WIDE WEAVE

Le projet suivant du trio, un creuset filtrant microlitrique également, a été subventionné par le BMBF, et baptisé RUSEKU (Stratégies d'analyse représentatives pour une compréhension intégrée de rejets spécifiques de matières plastiques dans l'environnement). Il présente un diamètre de huit millimètres pour une hauteur de dix millimètres. Son fond est constitué par une toile tissée reps-optimisée présentant une ouverture de pores géométrique de cinq micromètres (OT 5), soudé sur le corps récepteur. Le creuset en est encore au stade de prototype, mais GKD a déjà défini les prochaines étapes en vue d'une production en grande série. L'étanchéité requise de la construction de GKD doit être contrôlée pour chaque creuset individuel par un test du point de bulle, requérant une pulvérisation de liquide. Un code QR individuel gravé au laser sur le creuset dirige ensuite l'utilisateur vers un site Internet, où chaque protocole d'essai sera visible. Ce marquage spécifique sur chaque creuset évite de plus toute confusion en cas d'analyse d'un grand nombre d'échantillons. Pour Ulrike Braun, cette solution de code QR, mise au point proactivement par GKD, témoigne une fois de plus de l'identification de l'entreprise de tissage technique avec le produit, ainsi que de la confiance de GKD dans sa compétence et celle de Claus Gerhard Bannick. Au fil des années de coopération à des projets, une relation constructive de confiance s'est établie entre les partenaires. La scientifique apprécie chez GKD « la volonté de tenter l'innovation sans avoir 100 objections ». Un éloge que partage également Claus Gerhard Bannick : « GKD possède une grande volonté d'innovation et ne recule pas devant les risques que cela comporte. » Grâce à la fonction de filtration fine du creuset filtrant microlitrique, le transvasage risqué ainsi que les étapes de lyophilisation, prenant beaucoup de temps, peuvent être supprimés. Avec un degré de séparation de cinq micromètres, le creuset filtrant microlitrique se charge de la dernière étape de la filtration et est ensuite utilisé automatiquement, avec le gâteau de filtre, lors de l'analyse thermogravimétrique du procédé TED-GC/MS.



### **Des preuves pratiques, depuis un an**

Ulrike Braun et Claus Gerhard Bannick ont tous deux depuis un an, avec leurs équipes, déjà acquis une bonne expérience pratique du creuset filtrant microlitrique dans l'analyse des microplastiques. L'équipe du BAM l'a pour la première fois testé avec de l'eau minérale en bouteilles en PET, dans le cadre de l'enregistrement de l'invention pour l'office des brevets. « La matrice de l'eau en bouteille est très simple. L'analyse a très bien fonctionné avec le creuset comme corps de prélèvement d'échantillon », se souvient Ulrike Braun. Elle complète : « En seulement quelques heures, les résultats requis étaient générés. » Claus Gerhard Bannick confirme lui aussi des expériences similaires : lors d'un contrôle de qualité de différentes boissons à base d'eau – eau, coca, limonade – les résultats de six échantillons et de deux échantillons témoins étaient disponibles un jour plus tard. « La méthode spectroscopique aurait demandé beaucoup plus de temps », estime Bannick. Celui-ci apprécie aussi le creuset filtrant microlitrique, car il a permis de trouver une solution d'analyses de routine attendue depuis longtemps : rapide et rentable. « De la collecte de l'échantillon au résultat final, tout ce qui prend plus de 120 heures n'a aucune utilité réelle dans la pratique », affirme l'expert. Il voit donc un potentiel d'utilisations diversifiées du creuset, chacune présentant des avantages différents selon la tâche d'analyse considérée : d'excellents exemples en sont pour lui les analyses d'eaux usées ou d'eaux de surface traitées pour le contrôle qualité de différents procédés d'assainissement. Un autre domaine d'application majeur est, dans l'optique spécifique de Bannick, l'utilisation du creuset après la séparation de densité, par exemple pour l'analyse d'engrais organiques, sols ou sédiments. Si des exigences plus sévères sont définies dans des directives et réglementations, le creuset filtrant pourrait sûrement, selon Claus Gerhard Bannick, être fort utile pour fournir efficacement des résultats dans des procédés de routine rapides. Également, dans le cas de contrôles d'homogénéité de matières de référence, un creuset filtrant microlitrique



WORLD WIDE WEAVE

équipé de toile tissée-reps optimisé OT 5 a déjà prouvé avec succès ses performances : dans le cadre d'un « grand essai circulaire » du JRC (European Commission's science and knowledge service, the Joint Research Centre, JRC), à dimension européenne, l'équipe d'Ulrike Braun a procédé en laboratoire avec le creuset filtrant microlitrique, au contrôle d'homogénéité des matières issues d'eau en bouteille simulée. « Cela a parfaitement fonctionné », déclare la chercheuse. Elle voit pour cette raison un champ d'application futur important du creuset filtrant microlitrique pour de tels contrôles. Ce creuset a également, d'après elle, un potentiel élevé pour les prélèvements d'air : pour l'analyse des débris d'usure pneumatique, les procédés spectroscopiques ne sont pas utilisables, contrairement au procédé TED-GC/MS. Avec le procédé TED-GC/MS, les collaborateurs d'Ulrike Braun ont déjà détecté et quantifié simultanément des particules de microplastiques et des débris d'usure pneumatique dans les échantillons réels, sans toutefois avoir utilisé jusqu'à présent le creuset filtrant microlitrique. En raison de la précision de mesure améliorée et de la vitesse du procédé, le creuset innovant mis au point va à son avis apporter une plus-value indéniable pour d'autres projets de recherche effectués dans le cadre de la réglementation sur les particules fines, en vue de définir dans quelle proportion la suie et les débris d'usure pneumatique sont dans un volume de particules fines.

Actuellement, le creuset est adapté pour l'analyse TGA d'un prestataire spécifique de TED-GC/MS. Ulrike Braun, Claus Gerhard Bannick et GKD envisagent toutefois dès maintenant une fabrication reprenant ce type de creuset pour des géométries de thermobalances, avec des fabricants tiers. L'objectif est d'utiliser le creuset filtrant microlitrique dans un nombre maximal d'applications, afin d'obtenir des données comparables par une analyse de routine normalisée. Le nouveau creuset filtrant microlitrique qui



WORLD WIDE WEAVE

apporte une simplification notable du travail en laboratoire et donc des économies de coûts et de temps devrait permettre d'atteindre l'objectif.

*14.237 caractères inclus espaces*

### **GKD – WORLD WIDE WEAVE**

GKD - Gebr. Kufferath AG est une entreprise familiale de tissage technique, leader mondial sur le marché pour les solutions requérant des toiles tissées métalliques ou plastiques et des toiles spiralées. Quatre départements autonomes regroupent leurs compétences sous une appellation commune : toiles tissées pour l'industrie (toiles tissées techniques et solutions de filtration), bandes de process (bandes tissées et bandes spiralées), mailles pour l'architecture (façades, aménagement intérieur et systèmes de sécurité en maille métallique) et Mediamesh® (façades média transparentes). Avec le siège en Allemagne et cinq autres sites aux États-Unis, en Afrique du Sud, en Chine, en Inde et au Chili ainsi que des agences et des représentants entre autres en France et en Espagne GKD est présent dans le monde à proximité des marchés.

**Pour plus d'informations:**

GKD TEAM FRANCE SARL  
Office Croisilles (near Paris)  
Sophie Gautier  
28210 Croisilles  
France  
T +33 (0) 672 18 40 75  
F +33 (0) 237 43 59 54  
sophie.gautier@gkd.de  
www.gkd.de

**Lors de parution, merci de nous envoyer un exemplaire gratuit (.pdf ou papier) à:**

impetus.PR  
Ursula Herrling-Tusch  
Charlottenburger Allee 27-29  
D-52068 Aachen  
Téléphone : +49 (0) 241/189 25-10  
Télécopie : +49 (0) 241/189 25-29  
E-mail : herrling-tusch@impetus-pr.de