

# Méthode d'analyse

MA. 400 – MPs biosolides  
2026-01-27

Détermination des microplastiques dans les  
différents types de biosolides : méthode par  
microscopie couplée à la spectrométrie  
infrarouge

**Coordination et rédaction**

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

**Renseignements**

Téléphone : 418 521-3830  
1 800 561-1616 (sans frais)

Formulaire : [www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp](http://www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp)

Internet : [Quebec.ca](http://Quebec.ca)

Dépôt légal – 2026  
Bibliothèque et Archives nationales du Québec  
ISBN 978-2-555-04630-6 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.  
© Gouvernement du Québec – 2026

## TABLE DES MATIÈRES

|                                                          |    |
|----------------------------------------------------------|----|
| Introduction                                             | 1  |
| 1. Domaine d'application                                 | 2  |
| 2. Principe et théorie                                   | 2  |
| 3. Interférence                                          | 2  |
| 4. Conservation                                          | 2  |
| 5. Matériel et appareillage                              | 3  |
| 6. Réactifs et étalons                                   | 3  |
| 7. Protocole d'analyse                                   | 5  |
| 7.1 Préparation du matériel                              | 5  |
| 7.2 Contrôle de la contamination                         | 6  |
| 7.3 Minéralisation                                       | 6  |
| 7.4 Extraction                                           | 7  |
| 7.5 Analyse                                              | 8  |
| 8. Calcul et expression des résultats                    | 8  |
| 9. Bibliographie                                         | 8  |
| Annexe 1 : Caractérisation de la solution de microbilles | 10 |

## Introduction

Les microplastiques sont considérés comme des contaminants émergents dont les impacts potentiels sur l'environnement et la santé sont encore méconnus. Il y a un intérêt grandissant envers les microplastiques dans les sols agricoles en raison de leurs impacts potentiels sur la chaîne et la sécurité alimentaire. En agriculture, il est courant d'appliquer des fertilisants à relargage contrôlé ou des matières résiduelles fertilisantes (MRF), telles que les composts et les biosolides, dans les champs agricoles pour enrichir les sols de matière organique. Les microplastiques issus de l'enrobage des engrais ou présents dans les MRF peuvent contribuer à la présence et à l'accumulation des microplastiques dans les sols. En raison de leur persistance, les microplastiques pourraient s'introduire dans la chaîne alimentaire et avoir des effets écotoxicologiques sur les écosystèmes. Il est donc primordial de pouvoir détecter, quantifier et caractériser les microplastiques dans ces matrices.

## 1. Domaine d'application

La méthode par microscopie couplée à la spectrométrie infrarouge permet de détecter et de caractériser les microplastiques dans différents types de biosolides produits par des systèmes de traitement variés. Elle permet de mesurer des microplastiques jusqu'à une taille de 5 µm.

## 2. Principe et théorie

Les microplastiques sont définis comme des particules plastiques dont la taille est comprise entre 1 µm et 5 mm et sont omniprésents dans l'environnement. Il existe deux grands types de microplastiques : les microplastiques primaires, fabriqués intentionnellement sous forme de particules fines, et les microplastiques secondaires, issus de la fragmentation et de la dégradation d'objets en plastique. Dans l'environnement, les vagues, les rayons UV, le gel et le dégel ainsi que l'activité microbienne peuvent accélérer la dégradation des plastiques primaires et secondaires et produire des particules de plus en plus petites.

Les biosolides, qui peuvent contenir jusqu'à 85 % de matière organique, requièrent l'élimination préalable de la matière organique afin d'éviter toute interférence lors de l'extraction et de l'analyse des microplastiques. La méthode utilisée pour la digestion de la matière organique combine une digestion alcaline et une digestion oxydante, en tandem, en utilisant des solutions d'hypochlorite de sodium et d'hydroxyde de potassium subséquentement. L'extraction des microplastiques est ensuite effectuée par séparation densimétrique en utilisant des solutions de chlorure de sodium et de chlorure de zinc. La séparation est accélérée par la centrifugation des solutions. Les particules sont par la suite récupérées sur un filtre pour la caractérisation physique et l'identification des types de polymère à l'aide d'un microscope couplé à un spectromètre infrarouge à transformation de Fourier (µ-FTIR).

## 3. Interférence

Les particules organiques (fibres végétales, fragments de cellulose, humus) et inorganiques (sable, argile) présentes dans les biosolides peuvent se confondre avec les microplastiques lors de l'extraction, en raison de densités similaires, et gêner leur détection par µ-FTIR. Les matières organiques résiduelles peuvent également interférer avec l'identification des particules plastiques lors de l'analyse par µ-FTIR.

## 4. Conservation

Les échantillons sont prélevés dans des contenants en verre préalablement lavés. Un échantillon représentatif d'environ 20 g est suffisant pour l'analyse.

Aucun agent de conservation n'est employé. Les échantillons peuvent être congelés ou lyophilisés et conservés à 4 °C à l'abri de la lumière jusqu'à leur analyse.

## 5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce qui apparaissent ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement. Un modèle équivalent d'un autre fabricant peut également être utilisé.

- 5.1 Microscope FTIR, modèle Cary 620, d'Agilent Technologies, muni d'un détecteur FPA 128 x 128 et d'un détecteur MCT
- 5.2 FTIR, modèle Cary 670, d'Agilent Technologies
- 5.3 Logiciel KnowItAll et ses bases de données de la compagnie Wiley
- 5.4 Hotte à flux laminaire
- 5.5 Centrifugeuse Eppendorf, modèle 5810
- 5.6 Tubes à centrifugation de 50 ml
- 5.7 Bécher de 250 ml
- 5.8 Cylindre gradué de 1 L
- 5.9 Balance
- 5.10 Papier d'aluminium
- 5.11 Pince de laboratoire en acier
- 5.12 Plaque chauffante
- 5.13 Agitateur magnétique en verre
- 5.14 Filtres en argent de 47 mm, porosité de 5 µm, de Sterlitech
- 5.15 Filtres MCE (*Mixed Cellulose Esther*) de 47 mm, porosité de 5 µm
- 5.16 Filtres en polyéthersulfone (PES) de 47 mm, porosité de 0,2 µm
- 5.17 Filtre en fibre de verre (type GF/C) de 47 mm, porosité de 1,2 µm
- 5.18 Système de filtration en verre ou en acier
- 5.19 Support à filtres en verre ou boîte de Petri
- 5.20 Sarrau en coton bleu

## 6. Réactifs et étalons

Lorsque l'utilisation de réactifs commerciaux de qualité particulière est nécessaire, une mention à cet effet est ajoutée après le nom du produit.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et la préparation des solutions est de l'eau ultrapure filtrée. Les volumes des réactifs préparés peuvent être ajustés selon les besoins, à condition que les proportions indiquées soient respectées.

À moins d'indication contraire, les solutions se conservent à la température de la pièce jusqu'à épuisement.

- 6.1 Solution d'hypochlorite de sodium 10-15 %, NaOCl (n° CAS 7681-52-9)
- 6.2 Hydroxyde de potassium 85 %, KOH (n° CAS 1310-58-3)

- 6.3 Chlorure de sodium, NaCl (n° CAS 7647-14-5)
- 6.4 Chlorure de zinc, ZnCl<sub>2</sub> (n° CAS 7646-85-7)
- 6.5 Polysorbate 20, C<sub>58</sub>H<sub>114</sub>O<sub>26</sub> (n° CAS 9005-64-5)
- 6.6 Extran® 300 (détergent sans phosphate) ou produit similaire
- 6.7 Microsphères rouges en polyéthylène de 38 à 45 µm de diamètre
- 6.8 Azote liquide 99,997 % (n° CAS 7727-37-9)
- 6.9 Eau filtrée

À l'aide d'un système de filtration utilisant des filtres de 47 mm, filtrer de l'eau ultrapure à travers un filtre en PES d'une porosité de 0,2 µm. Filtrer la quantité nécessaire et la conserver dans un contenant en verre préalablement rincé. Cette eau se conserve jusqu'à épuisement, à l'abri de la lumière et de la poussière.

- 6.10 Solution d'Extran® 300 à 0,25 % (v/v)

Dans un bécher de 1000 ml, verser 200 ml d'eau ultrapure. Ajouter 2,5 ml de solution d'Extran® et mélanger soigneusement. Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'à 1000 ml et mélanger.

- 6.11 Solution d'hydroxyde de potassium 30 % (m/v)

Dans une fiole jaugée de 200 ml contenant 100 ml d'eau, dissoudre 60 g d'hydroxyde de potassium. Mélanger jusqu'à dissolution complète et compléter avec de l'eau jusqu'au trait de jauge. Filtrer la solution sur un filtre en PES d'une porosité de 0,2 µm et conserver dans un contenant en verre préalablement rincé.

- 6.12 Solution de chlorure de sodium 36 % (m/v)

Dans une fiole jaugée de 200 ml contenant 100 ml d'eau, dissoudre 72 g de chlorure de sodium. Mélanger jusqu'à dissolution complète et compléter avec de l'eau jusqu'au trait de jauge. Filtrer la solution sur un filtre en PES d'une porosité de 0,2 µm et conserver dans un contenant en verre préalablement rincé.

- 6.13 Solution de chlorure de zinc 76 % (m/v)

Dans une fiole jaugée de 200 ml contenant 100 ml d'eau, dissoudre 152 g de chlorure de zinc. Mélanger jusqu'à dissolution complète et compléter avec de l'eau jusqu'au trait de jauge. Filtrer la solution sur un filtre en fibre de verre (GF/C) d'une porosité de 1,2 µm et conserver dans un contenant en verre préalablement rincé.

- 6.14 Solution de polysorbate 2 % (V/V)

Dans un bécher résistant à la chaleur, verser 98 ml d'eau ultrapure filtrée et chauffer jusqu'à 60 °C environ. Ajouter 2 ml de polysorbate 20 filtré et bien mélanger avec une tige en verre.

- 6.15 Solution de microbilles (polysorbate à 0,2 %)

Peser environ 1 mg de microsphères de 38 à 45 µm de diamètre dans une nacelle en aluminium, puis les transférer dans un tube gradué de 50 ml. Ajouter 40 ml d'eau filtrée et 5 ml de la solution de polysorbate à 2 % à 50 ml avec de l'eau filtrée. Agiter doucement

pour éviter la formation de mousse. Le délai de conservation de la solution de microbilles est d'un mois.

Cette solution doit être caractérisée avant son utilisation. La concentration en microbilles de cette solution est d'environ 550 microbilles par ml. Voir l'annexe 1.

## 7. Protocole d'analyse

Pour chaque série d'échantillons, un témoin est préparé par l'ajout, à l'aide d'une micropipette, d'un volume précis de la solution de microbilles en suspension préalablement caractérisée et de concentration connue. Ce témoin sert à la fois de blanc de laboratoire et de témoin de récupération. Le blanc est soumis aux mêmes étapes de traitement que les échantillons. En plus d'analyser le témoin pour détecter la présence d'un polymère et le type de polymère, il faut effectuer un dénombrement des microbilles afin de déterminer le pourcentage de récupération.

### 7.1 Préparation du matériel

Le matériel utilisé dans cette méthode doit être réservé à cet usage. L'utilisation de matériel en verre doit être privilégiée, et tout équipement en plastique ou contenant des composants en plastique doit être évité dans la mesure du possible. Lorsque l'utilisation de plastique est inévitable, un plastique résistant doit être sélectionné et toute manipulation abrasive doit être évitée. La nature de chaque plastique employé lors du traitement des échantillons doit être consignée. Dans la mesure du possible, l'utilisation d'un plastique d'une couleur caractéristique est recommandée afin de faciliter l'identification rapide de toute contamination potentielle provenant du matériel.

Tout contenant de verre doit être décontaminé en utilisant une brosse en fibres naturelles et une solution savonneuse (Extran® 300 à 0,25 %). Le contenant est ensuite rincé abondamment pour enlever toute trace de savon, au moins trois fois avec de l'eau ultrapure, puis trois fois avec de l'eau ultrapure filtrée, sous la hotte à flux laminaire. Le volume de chaque portion est déterminé en fonction du volume du contenant à décontaminer. Un ratio minimum de 10 % du volume du contenant est recommandé.

Les cylindres gradués qui sont employés dans cette méthode doivent être préalablement conditionnés avant leur utilisation, en suivant les étapes suivantes :

- Rincer les cylindres à l'eau afin de mouiller toutes les parois, et répéter cette opération deux fois.
- Répéter les manipulations précédentes avec de l'eau filtrée sous la hotte à flux laminaire.

Il est recommandé de réserver un système de filtration de 47 mm exclusivement pour la filtration des réactifs, distinct de celui utilisé pour les échantillons. Avant sa première utilisation, ce système doit être conditionné en suivant les étapes suivantes :

1. Remplir un cylindre ou un bécher de 1 L avec de l'eau.
2. Installer le filtre requis sur le système de filtration.
3. Filtrer environ 100 ml d'eau.
4. Débrancher le vide, retirer le support à filtre, rincer les parois de la fiole en laissant s'écouler l'eau sur toute la surface, puis jeter l'eau.
5. Répéter les étapes 3 et 4 deux fois.



Une fois le système conditionné, il peut servir à filtrer les différents réactifs. Les filtres à utiliser pour chaque réactif sont décrits dans le tableau 1.

Tableau 1 – Type de filtre à utiliser pour différentes solutions

| Réactif/solution                            | Filtre à utiliser        |
|---------------------------------------------|--------------------------|
| Eau filtrée                                 | PES, porosité de 0,2 µm  |
| Solution d'hypochlorite de sodium           | PES, porosité de 0,2 µm  |
| Solution de KOH à 30 % (m/v)                | PES, porosité de 0,2 µm  |
| Solution de chlorure de sodium à 36 % (m/v) | PES, porosité de 0,2 µm  |
| Solution de chlorure de zinc à 76 % (m/v)   | GF/C, porosité de 1,2 µm |

Lors du changement de réactif, il n'est pas nécessaire de reconditionner le système. Il suffit de changer le filtre et de rincer la fiole Büchner avec trois portions d'environ 100 ml d'eau filtrée.

## 7.2 Contrôle de la contamination

Il est recommandé d'effectuer la filtration sous une hotte à flux laminaire, de bien rincer tout le matériel avec de l'eau ultrapure filtrée et de le recouvrir afin de prévenir toute contamination atmosphérique.

Le port d'un sarrau de laboratoire en coton, de préférence de couleur foncée, est recommandé afin de faciliter la discrimination des fibres susceptibles de provenir du traitement des échantillons.

## 7.3 Minéralisation

- Peser environ 1 g de biosolides dans un bécher de 250 ml.
- Ajouter 30 ml de la solution d'hypochlorite de sodium 10-15 %.
- Ajouter un agitateur magnétique et recouvrir le bécher avec un verre de montre pour limiter les pertes de vapeur et la contamination de l'échantillon.
- Placer le bécher sur une plaque agitatrice chauffante à 60 °C et 120 tours par minute (tr/min) pour 24 heures.
- Après 24 heures, ajouter 30 ml de la solution de KOH sur les parois du bécher pour enlever les microplastiques pouvant être présents sur les parois.
- Remplacer le verre de montre et placer le bécher sur une plaque agitatrice chauffante à 60 °C et 120 tr/min pour 24 heures.

**Note : Pour les échantillons à forte teneur en matières organiques ou contenant des matières organiques réfractaires, le temps de digestion peut être prolongé jusqu'à 72 heures et le volume des solutions de digestion doublé. La masse de l'échantillon peut également être réduite à 0,5 g pour les échantillons à teneur excessive en matières organiques.**

## 7.4 Extraction

- Enlever le verre de montre et transférer 40 ml de la solution de digestion dans un tube à centrifugation de 50 ml préalablement rincé.
- Centrifuger le tube à 3 000 tr/min durant 2 minutes.
- Filtrer le surnageant sur un filtre en argent.
- Transférer le restant de digestat dans le tube de 50 ml, puis rincer le bécher avec 10 ml d'eau filtrée et transférer la solution dans le même tube de centrifugation. Répéter l'étape de rinçage.
- Fermer le tube et agiter.
- Centrifuger le tube à 3 000 tr/min durant 2 minutes.
- Filtrer le surnageant sur le même filtre d'argent.
- Ajouter 40 ml de la solution de NaCl au tube à centrifugation.
- Agiter et centrifuger à 3 000 tr/min durant 2 minutes.
- Filtrer le surnageant sur le même filtre d'argent.
- Ajouter 40 ml de la solution de  $\text{ZnCl}_2$  au tube de centrifugation.
- Agiter et centrifuger à 3 000 tr/min durant 2 minutes.
- Filtrer le surnageant sur le même filtre d'argent<sup>1</sup>.
- Rincer les parois de l'entonnoir avec de l'eau ultrapure filtrée.
- Enlever l'entonnoir à filtration et laver doucement la base en récupérant l'eau sur le filtre d'argent pour récupérer les microplastiques qui y auraient adhéré.
- Bien assécher le filtre et le transférer dans une boîte de Petri identifiée avec le numéro de séquence, le nom de l'échantillon, la date de préparation et les initiales de l'analyste.
- Faire sécher le filtre (dans la boîte de Petri) à 60 °C pendant au moins 1 heure, puis conserver le filtre dans un dessiccateur à l'abri de la lumière.

---

<sup>1</sup> Utiliser un deuxième filtre si le premier présente une accumulation importante de matière organique ou inorganique pouvant masquer la présence de microplastiques à cette étape.

## 7.5 Analyse

L'analyse des échantillons est effectuée à l'aide d'un microscope couplé à un spectromètre infrarouge. Pour le rendement, le comptage des microbilles est effectué sur le blanc avec l'objectif visuel seulement.

Pour les échantillons et les blancs, le filtre est analysé en mode réflexion avec le détecteur FPA.

La surface totale du filtre est analysée à l'aide de l'objectif 4X. Les zones où des particules sont observées avec l'objectif 4X sont analysées avec l'objectif 15X pour effectuer les balayages.

Dans la mesure du possible, il est recommandé de maximiser le nombre de particules incluses dans un même balayage. Un spectre infrarouge est effectué pour chaque particule détectée. La forme, la taille et la couleur de chaque particule observée sont notées dans le formulaire de résultats.

L'identification des types de plastique est effectuée à l'aide du logiciel KnowItAll en comparant les spectres obtenus à une bibliothèque de polymères de référence. Un spectre présentant un indice de qualité de correspondance (Hit Quality Index – HQI) supérieur ou égal à 80 % est considéré comme une identification fiable du polymère.

## 8. Calcul et expression des résultats

Les résultats sont présentés dans un tableau de compilation incluant les éléments suivants : la surface observée, la masse d'échantillons analysés ainsi que la taille, la forme, la couleur et l'identification du type de plastique pour chaque microplastique observé.

Le pourcentage de récupération des microbilles doit être supérieur à 70 %. En fonction des résultats obtenus par l'analyse des blancs, certains types de plastique pourraient être ignorés ou soustraits des échantillons, selon la décision du chimiste. Une note sera ajoutée au certificat d'analyse.

Les chimistes peuvent valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

## 9. Bibliographie

**Note : Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique.**

Gouda, M.Z. et al. *Novel integrated workflow for microplastics extraction, quantification, and characterization in organic fertilizing residuals using micro-Fourier transform infrared spectroscopy ( $\mu$ -FTIR)*, Chemosphere 377, 144357, 2025

Rachel R. Hurley, Amy L. Lusher, Marianne Olsen, and Luca Nizzetto. *Validation of a Method for Extracting Microplastics from Complex, Organic-Rich, Environmental Matrices*. Environmental Science & Technology, 2018

Nuelle, M. T., Dekiff, J. H., Remy, D., & Fries, E. *A new analytical approach for monitoring microplastics in marine sediments*. Environmental pollution, 2014

H.K. Imhof, J. Schmid, R. Niessner, N.P. Ivleva, C. Laforsch. *A novel highly efficient method for the separation and quantification of plastic particles in sediments of aquatic environments*. Limnol. Oceanogr. Methods, 2012

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante.  
[\[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01\\_lignes\\_dir\\_chimie.pdf\]](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf).

## Annexe 1 : Caractérisation de la solution de microbilles

La solution de microbilles est caractérisée avant son utilisation en déterminant le nombre moyen de microbilles dans un volume connu en suivant les étapes ci-dessous.

1. Mélanger la solution de microbilles par inversion trois fois.
2. Placer le tube contenant la solution dans le bain à ultrasons pendant 1 minute.
3. Agiter doucement la solution par inversion (afin d'éviter la formation excessive de mousse) pendant 30 secondes.
4. Laisser reposer la solution pendant 30 secondes.
5. Conditionner l'embout de la pipette en pipettant 100 µl de la solution de microbilles et en la rejetant doucement dans un bécher de rejet.
6. Prélever 100 µl de la solution dans les premiers 5 ml de la solution et transférer sur un filtre en fibre de verre (type GF/C).
7. Préparer 20 filtres en suivant les étapes 2 à 6.
8. Compter le nombre de microbilles sur chaque filtre à l'aide d'un microscope optique.

Le critère d'acceptabilité de la variance doit être inférieur ou égal à 15 %. En cas de non-respect du critère, une nouvelle préparation doit être produite et la caractérisation doit être refaite.



**Environnement,  
Lutte contre  
les changements  
climatiques,  
Faune et Parcs**

**Québec**

