

Février
2023

Projet MICROSOF

Recherche de microplastiques
dans 33 sols français

1. Contexte et objectifs du projet

Les plastiques sont présents partout dans notre quotidien. Selon leurs usages, leur collecte peut être faible et beaucoup finissent dans l'environnement. Il a ainsi été estimé que 60 % de tous les plastiques produits entre 1950 et 2015, soit 4 900 Mt, ont été jetés et s'accumulent dans les décharges ou dans l'environnement naturel (Geyer et al., 2017). Une fois dans l'environnement, ces plastiques sont exposés à divers facteurs de dégradations (p. ex. rayonnement solaire, température, humidité, interactions diverses avec le vivant...) qui peuvent mener à leur fragmentation en mésoplastiques (20 à 5 mm), microplastiques (MP) (< 5 mm), et nanoplastiques (< 1 µm) (Min et al., 2020). Bien que relativement récente, l'étude de la contamination des sols par les plastiques et microplastiques a révélé la présence de particules dans divers écosystèmes terrestres, des zones les plus urbanisées et industrialisées aux zones les plus reculées (Bläsing & Amelung, 2018; Nizzetto et al., 2016; Rillig, 2012). Les estimations de leurs quantités sont cependant limitées (Zhu et al., 2019). Les zones soumises à une forte influence anthropique telles que les zones agricoles ou urbaines sont particulièrement touchées par cette contamination. La présence de décharges, l'utilisation de paillage plastique et d'engrais enrobés, l'épandage de boues d'épuration et de déchets organiques urbains (p. ex. composts, déchets de méthanisation), l'utilisation d'eaux usées pour l'irrigation, mais aussi le dépôt atmosphérique et le ruissellement de surface pouvant transporter diverses particules font de ces milieux des réceptacles de micro- et nanoplastiques (Bläsing & Amelung, 2018; Ng et al., 2018; Zhu et al., 2019). En France, seuls quelques travaux ont abordé la question de la pollution des sols par les microplastiques (Wahl et al., 2021; Watteau et al., 2018).

Dans ce contexte, le projet MICROSOF vise à établir les premières références nationales sur la contamination des sols français par les microplastiques. Pour ce faire, 33 échantillons de sols issus du Réseau de Mesure de la Qualité des Sols (RMQS) (INRAe) ont été envoyés à l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme (IRDLD) à Lorient pour être analysés. Parmi ces 33 échantillons, 21 provenaient de sols de grandes cultures, 4 de vignes et vergers, 4 de prairies et 4 de forêts. Les principaux objectifs de l'étude étaient de (i) développer un protocole d'extraction et de caractérisation des microplastiques piégés dans différents échantillons de sol, et (ii) quantifier (nombre) et caractériser (nature chimique, taille) les microplastiques extraits.

2. Matériels et méthodes

2.1. Le Réseau de mesures de la qualité des sols

Le Groupement d'intérêt scientifique Sol (GIS Sol) a été créé en 2001 afin de constituer et gérer un système d'information sur les sols de France et répondre à des demandes des pouvoirs publics et de la société au niveau local et national. Dans le cadre de sa mission de collecte des données sur les sols, le GIS Sol a ainsi mis en place le Réseau de mesures de la qualité des sols (RMQS) qui constitue un cadre national pour la collecte des données sur les sols et leur évolution. Les objectifs de ce programme sont de faire un état des lieux de la qualité des sols français et d'observer leur évolution (Arrouays et al., 2002, 2003). La mise en place du réseau, sa coordination et son suivi ont été confiés à l'unité Infosol du centre INRAe Val de Loire (Orléans).

Le RMQS repose sur le suivi de 2240 sites répartis uniformément sur le territoire français (2170 sites en métropole et 70 sites en Outre-mer), selon une maille de 16 km. Les sites prélevés sont situés au centre de chaque maille et sont représentatifs des occupations des sols à l'échelle nationale. Les échantillonnages de sols et les mesures effectuées pour chaque site sont renouvelés tous les 15 ans. La première campagne du RMQS s'est déroulée sur la période de 2000 à 2015 (2009 en métropole), la deuxième campagne du RMQS a été démarrée en 2016 et est prévue jusqu'en 2030 (2027 en métropole). Environ 8% des 2170 sites de métropole (approximativement 180 sites) sont sélectionnés pour être prélevés chaque année. La collecte des données et des échantillons doit être effectuée en suivant les protocoles décrits dans le manuel RMQS produit par l'Unité Infosol (Jolivet et al., 2018).

2.2. Sélection des sites et échantillonnage

La sélection des sites a été faite dans le cadre d'un autre projet financé par l'Anses : le projet Phytosol. Pour ce projet traitant de la surveillance des pesticides dans les sols, une cinquantaine de sites ont été sélectionnés parmi les 360 sites prévus pour les années 2019 et 2020. Compte-tenu de la demande de l'Anses de se focaliser principalement sur des sites agricoles, la majorité des sites étaient en grandes cultures, vignes et vergers et quelques sites en forêts, prairies et friches. Pour le projet MICROSOFF qui a commencé après Phytosol, 42 échantillons prélevés en 2020 ont été envoyés directement depuis le terrain jusqu'au laboratoire de Lorient, et 33 d'entre eux ont pu être analysés.

Le protocole d'échantillonnage appliqué est celui défini par le RMQS et détaillé dans le manuel RMQS, disponible en libre accès sur le site du GIS Sol (<https://www.gissol.fr/le-gis/programmes/rmqs-34>). Le prélèvement est effectué dans des conditions climatiques et d'humidité du sol favorables, ce qui exclut les échantillonnages sur des sols très secs ou gorgés d'eau.

La surface d'échantillonnage correspond à un carré de 20 m x 20 m, divisé en 100 placettes élémentaires de 2 m x 2 m chacune (Figure 1). À chaque campagne RMQS (4 sont prévues pour l'instant), 25 placettes sont échantillonnées correspondant au numéro de la campagne. Pour la campagne RMQS 2 de 2016 à 2027, ce sont donc les placettes portant le numéro 2 qui sont prélevées.

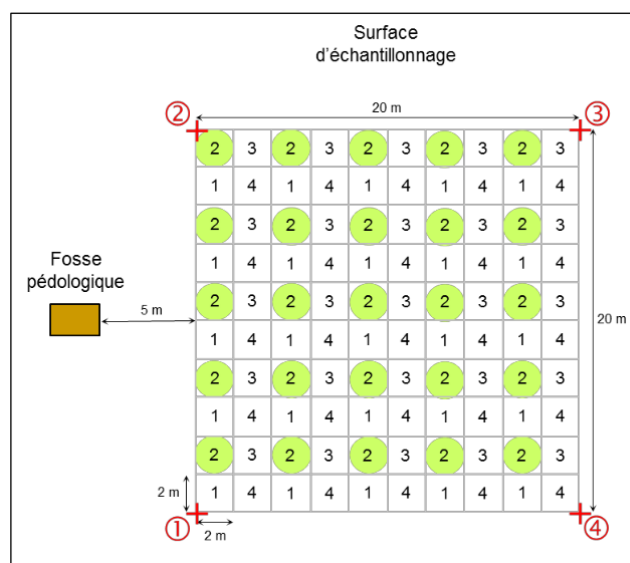


Figure 1 : Dispositif d'échantillonnage RMQS (Jolivet et al., 2018). Les cercles verts correspondent aux placettes échantillonnées lors de la seconde campagne (2016 – 2027)

Un échantillon composite consiste à mélanger à parts égales les 25 échantillons effectués sur chaque placette élémentaire. Les échantillons sont prélevés à l'aide d'une tarière de diamètre 7 cm. Une fois les 25 échantillons prélevés, ils sont mélangés dans un bac en plastique et plusieurs aliquotes sont constituées afin d'être envoyées aux différents laboratoires, dont l'IRDL. La profondeur d'échantillonnage choisie pour le projet Phytosol était de 0 – 20 cm. La quantité de sol envoyée à l'IRDL était d'environ 1 kg par échantillon.

Chaque échantillonnage fait l'objet d'un rapport d'intervention. Ce dernier permet de renseigner toutes les informations pertinentes sur l'état du site au moment de l'intervention. Y sont inscrits notamment les changements d'occupation ou les observations sur les conditions de prélèvements, y compris la présence de déchets et débris plastiques. Une enquête est également réalisée auprès des exploitants de la parcelle afin de collecter des informations sur les pratiques agricoles (travail du sol, fertilisation, traitements phytosanitaires...). Des questions sur les pollutions plastiques éventuelles ont été rajoutées dans les enquêtes, ainsi que sur l'utilisation de bâches plastiques. Cependant, relativement peu d'exploitants répondent en détail à ces questions liées aux plastiques.

2.3. Préparation des échantillons

Après réception au laboratoire, les échantillons de sol étaient séchés à 40 ± 2 °C dans une étuve jusqu'à stabilisation de la masse (environ une semaine). Après séchage, les échantillons étaient tamisés sur des tamis inox de maille 5 et 2 mm. Lors de cette étape, les éléments les plus grossiers (cailloux, branches, racines) étaient éliminés. Les agrégats étaient également écrasés. Les échantillons étaient ensuite séparés en trois sous-échantillons de 50 g (masse sèche), en suivant le protocole proposé par les normes NF ISO 11464 et NF EN ISO 5667-13.

2.4. Extraction des microplastiques

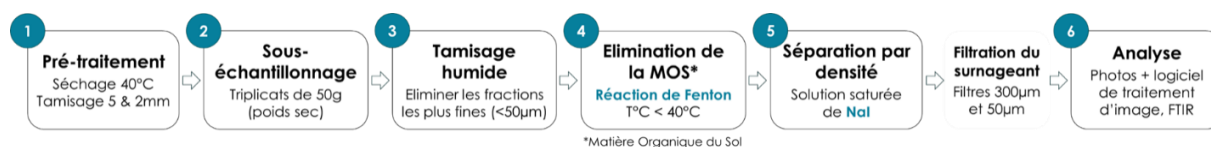


Figure 2 : Principales étapes du protocole d'extraction de microplastiques appliqué sur les échantillons de sol du projet MICROSOFT. Tailles des particules étudiées : [315 µm ; 5 mm].

Les sous-échantillons étaient ensuite tamisés avec de l'eau sur des tamis inox de maille 50 µm. Cette étape permettait d'éliminer les fractions les plus fines (i.e. argiles, limons fins et limons grossiers) pouvant gêner les filtrations ultérieures (p. ex. colmatage des filtres). Pour chacun des sous-échantillons, le contenu du tamis était ensuite transféré dans un bécher et mis à sécher à 40 ± 2 °C dans une étuve.

Une grande quantité de matière organique peut entraver le processus d'extraction et d'identification des microplastiques. C'est pourquoi les échantillons étaient ensuite soumis à une étape de digestion utilisant la réaction de Fenton, selon le protocole de Hurley et al. (2018). Cette réaction implique l'utilisation d'une solution de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) à 30% et d'une solution de catalyseur d'heptahydrate de fer (II) à 5%. La réaction étant exothermique, la température était maintenue à moins de 40°C en plaçant par intermittence les échantillons dans un bain de glace afin de ne pas risquer d'abîmer les particules de plastique. Il est important de souligner que la digestion n'est jamais parfaite et que de la matière organique résiduelle pouvait persister malgré ces traitements. Après digestion, le surnageant était filtré sous vide sur des filtres métalliques en acier inoxydable de maille 50 μm . Chaque échantillon était ensuite transféré dans un Falcon de 50 ml (1 Falcon par réplicat).

Pour finir, les particules organiques (comprenant les MP) étaient séparées des particules inorganiques à l'aide d'une solution saturée d'iodure de sodium (60 % w/w) (densité 1,80 g/ml) (Hurley et al., 2018; Kedzierski et al., 2017). Les Falcons contenant les échantillons étaient remplis avec cette solution, agités pendant 2 minutes et laissés à décanter pendant 12h. Le surnageant était ensuite filtré à travers un tamis 315 μm et un filtre métallique en acier inoxydable de maille 50 μm . Le contenu du tamis 315 μm était mis dans une boîte de Pétri. Les particules présentes sur le filtre métallique 50 μm étaient transférées sur un filtre en verre, lequel était ensuite placé dans une seconde boîte de Pétri. Le tout était ensuite mis à sécher dans une étuve à 40°C. Les étapes d'agitation, de décantation et de filtration étaient réalisées à deux reprises. Pour réduire les quantités utilisées, le NaI était recyclé (Kedzierski et al., 2017). En effet, les sels de NaI sont coûteux et peuvent présenter un risque pour l'environnement s'ils ne sont pas éliminés correctement (toxicité aiguë pour le milieu aquatique).

2.5. Caractérisation et quantification des microplastiques

N. B. : Seules les particules appartenant à la fraction [315 μm ; 5 mm] ont été analysées. En effet, la grande quantité de matière organique résiduelle dans les fractions inférieures à 315 μm rendait impossible l'analyse des particules avec les techniques à disposition au laboratoire. Les fibres ont également été extraites de l'analyse : leur faible diamètre (< 100 μm) rendait leur identification impossible avec l'ATR-IRTF. De plus, les blancs de laboratoire contenaient en moyenne 57 ± 28 fibres provenant de contaminations extérieures.

Après extraction, chaque boîte de Pétri était prise en photographie (Nikon D850, objectif AF-S VR Micro-Nikkor 105mm f/2.8G IF-ED) et analysée sous loupe binoculaire afin de détecter et isoler les potentiels microplastiques. Les particules sélectionnées étaient ensuite identifiées par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ATR-IRTF Vertex70v, Bruker). Les photographies étaient ensuite analysées à l'aide du logiciel de traitement d'image Fiji (Schindelin et al., 2012) afin de compter et obtenir les dimensions (diamètre de Féret, surface) des particules appartenant bien aux catégories chimiques des plastiques.

La limite de détection de la méthode est de 0,3 MP/50g de sol sec, soit 6,7 MP/kg de sol sec.

2.6. Précautions

Toutes les étapes du protocole, en fonction des matériaux et des outils utilisés, peuvent contaminer les échantillons de sols en microplastiques. Par conséquent, différentes mesures ont été prises : travail sous hotte, échantillons maintenus couverts, emploi de matériaux en verre ou en acier inoxydable (autant que possible), matériel nettoyé et rincé à l'éthanol et à l'eau distillée avant usage, nettoyage régulier des espaces, utilisation de blouses de laboratoire en coton et de vêtements en fibres naturelles, blancs intra-laboratoire (eau distillée).

3. Résultats

3.1. Fréquence de contamination des échantillons

Des microplastiques ont été retrouvés dans 76 % des échantillons (25/33 échantillons). Parmi eux, 64 % contenaient des MP dans au moins 2 réplicats (16/25 échantillons). La présence de MP variait selon l'occupation des sols. Des MP ont ainsi été retrouvés dans tous les échantillons de prairies (4/4 échantillons), dans plus des trois quarts des échantillons de grandes cultures (17/21 échantillons), dans 3 des 4 échantillons de vignes et vergers et dans 1 seul des 4 échantillon de forêts (voir Tableau 1).

3.2. Quantités de microplastiques retrouvés

Un total de 79 MP compris entre 315 μm et 5 mm ont été retrouvés dans l'ensemble des échantillons. Les quantités variaient entre < 0,3 et 4,0 MP/50g, avec une médiane globale de 0,4 MP/50g et une moyenne globale de $0,8 \pm 0,9$ MP/50g (Tableau 1, Figure 3). Les échantillons de prairies étaient globalement plus contaminés avec un nombre médian de 1,5 MP/50g, devant les échantillons de grandes cultures (0,7 MP/50g), de vignes et vergers (0,3 MP/50g) et de forêts (< 0,3 MP/50g). Ces résultats sont cependant à nuancer au regard des nombres d'échantillons différents entre les occupations.

Afin de pouvoir comparer nos données avec la littérature, les quantités de microplastiques pour 50 g de sol ont été extrapolées pour obtenir des résultats par kg de sol sec (Tableau 1).

Tableau 1 : Quantités de microplastiques de taille [315 μm ; 5 mm] détectés par occupation de sol. Les résultats obtenus pour 50 g de sol sec (moyenne, médiane) ont été extrapolés pour obtenir les valeurs pour 1 kg de sol sec. Nb : nombre, MP : microplastiques.

Occupation	Nombre d'échantillons	Nombre d'échantillons contenant des MP	Nombre de MP	Nb MP/50g Moyenne $\pm$ écart-type	Nb MP/50g Médiane (min-max)	Nb MP/kg Moyenne $\pm$ écart-type	Nb MP/kg Médiane (min-max)
Grandes cultures	21	17	45	$0,7 \pm 0,9$	0,7 (0,0 – 1,7)	13 ± 17	13 (0,0 – 33)
Forêts	4	1	1	$0,1 \pm 0,3$	0,0 (0,0 – 0,3)	$1,7 \pm 5,8$	0,0 (0,0 – 6,7)
Prairies	4	4	19	$1,6 \pm 1,4$	1,5 (0,3 – 3,0)	32 ± 29	30 (6,7 – 60)
Vignes et vergers	4	3	14	$1,2 \pm 1,9$	0,3 (0,0 – 4,0)	23 ± 39	6,7 (0,0 – 80)
Total	33	25	79	$0,8 \pm 0,9$	0,4 (0,0 – 4,0)	15 ± 23	8,4 (0,0 – 80)

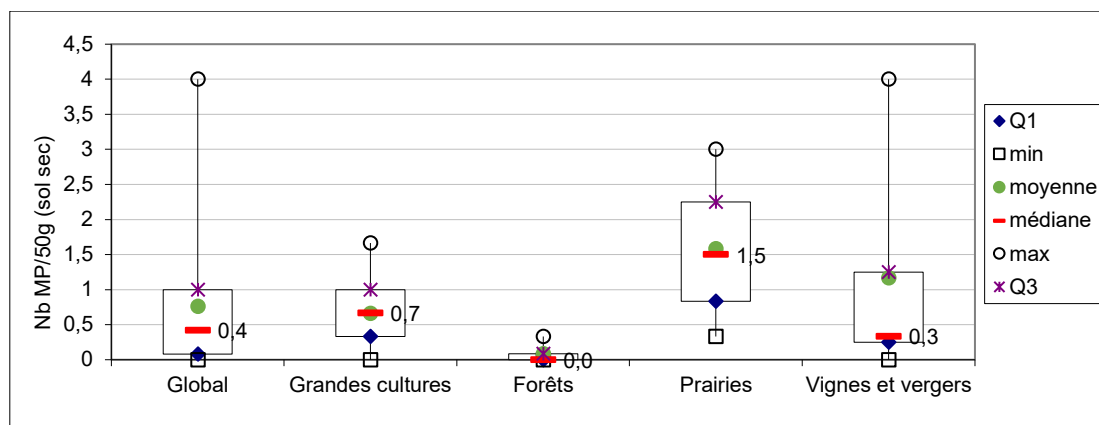


Figure 3 : Abondance en nombre de microplastiques de taille $[315 \mu\text{m} ; 5 \text{ mm}]$ en fonction de l'utilisation des sols, pour 50 g de sol sec. La médiane, la moyenne, l'écart interquartile, le minimum et le maximum sont représentés.

Les quantités de MP retrouvés variaient entre les échantillons, même entre des sols soumis à un même type d'occupation (Figure 4). Par exemple, parmi les 4 échantillons de vignes et vergers, le n° 2124 était le plus contaminé avec $4,0 \pm 2,0$ MP/50g (moyenne des 3 réplicats), contre $0,3 \pm 0,6$ MP/50g pour les n° 1982 et 2232 et $< 0,3 \pm 0,0$ MP/50g pour le n° 1961. Parmi les 4 échantillons de forêts, 1 seul MP a été retrouvé, dans 1 réplicat de l'échantillon n° 1643 (soit $0,3 \pm 0,6$ MP/50g en moyenne).

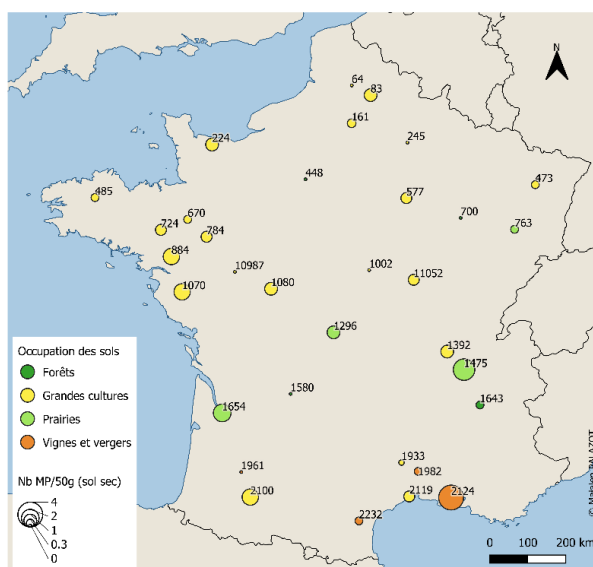


Figure 4 : Abondance en nombre de microplastiques de taille $[315 \mu\text{m} ; 5 \text{ mm}]$ pour les différents sites d'échantillonnage du projet MICROSOOF. La taille des cercles est proportionnelle au nombre de MP retrouvés pour 50 g de sol sec (moyenne des 3 réplicats). Les nombres associés aux points correspondent aux numéros des sites du RMQS.

3.3. Natures chimiques des microplastiques extraits

Le polyéthylène (PE) était le polymère prédominant dans les échantillons. Il représentait 56 % de la totalité des MP extraits, 44 % des MP des échantillons de grandes cultures, 68 % de ceux de prairies et 79 % de ceux de vignes et vergers. Le deuxième type de polymère le plus fréquent était le polypropylène (PP). Il représentait 30 % de la totalité des MP extraits, 38 % des MP des échantillons de grandes cultures, 26 % de ceux de prairies et 7 % de ceux de vignes et vergers. D'autres polymères ont également été retrouvés en moindre quantité : mélange PE/PP (5 % de la totalité des MP), polystyrène (PS) (3 %), polychlorure de vinyle (PVC) (3 %), polyéthylène téréphtalate (PET) (1 %), polyuréthane (PU) (1 %), époxy (1 %) (Figure 5).

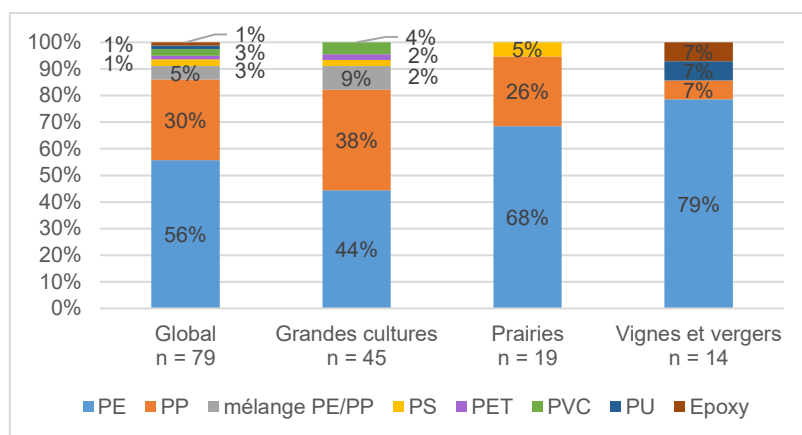


Figure 5 : Proportions des natures chimiques des microplastiques de taille $[315 \mu\text{m} ; 5 \text{ mm}]$ retrouvés à l'échelle globale, dans les échantillons de grandes cultures, de prairies et de vignes et vergers. Les échantillons de forêts ne sont pas représentés en raison du faible nombre de MP retrouvés (1 seul MP). n : nombre de MP, PE : polyéthylène, PP : polypropylène, PS : polystyrène, PET : polyéthylène téréphtalate, PVC : polychlorure de vinyle, PU : polyuréthane

3.4. Tailles des microplastiques extraits (diamètre de Féret, surface)

Le diamètre de Féret médian des particules (entre $315 \mu\text{m}$ et 5 mm) était de $1\,035 \mu\text{m}$. Le minimum était de $386 \mu\text{m}$ et le maximum de $4\,525 \mu\text{m}$. La Figure 6 (A) montre la distribution des diamètres de Féret de tous les MP analysés ($> 5 \text{ mm}$ compris). La majorité des MP (34 %) avaient un diamètre de Féret compris entre $500 \mu\text{m}$ et 1 mm .

La surface médiane des particules (dont le diamètre de Féret était compris entre $315 \mu\text{m}$ et 5 mm) était de $0,278 \text{ mm}^2$. Le minimum était de $0,048 \text{ mm}^2$ et le maximum de $6,538 \text{ mm}^2$. La Figure 6 (B) montre la distribution des surfaces de tous les MP analysés (Féret $> 5 \text{ mm}$ compris). La majorité des MP (55 %) avaient un diamètre de Féret inférieur ou égal à $0,500 \text{ mm}^2$.

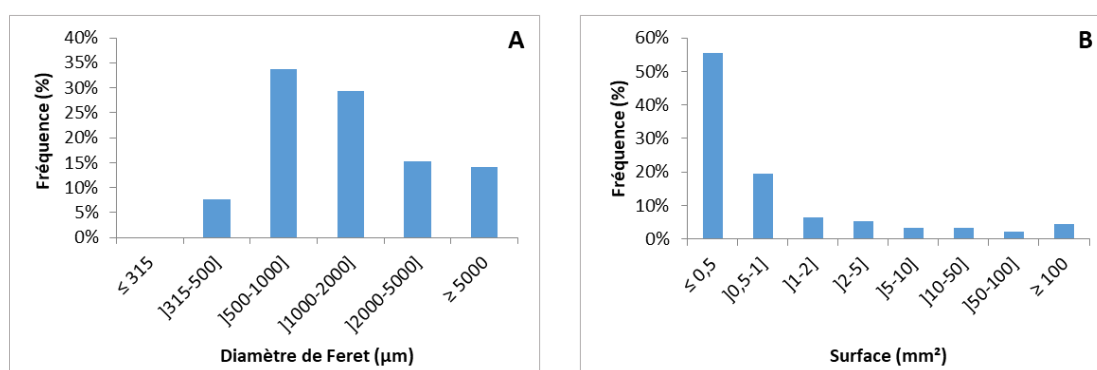


Figure 6 : Histogramme de distribution de fréquence des diamètres de Féret (A) et des surfaces (B) de tous les microplastiques extraits, tous échantillons confondus.

4. Discussion

Le projet MICROSOFF visait à établir les premières références nationales sur la contamination des sols français par les microplastiques. Il s'agit de la première étude caractérisant l'ampleur de cette contamination à l'échelle de la métropole française, sur des sols soumis à différents usages agricoles et n'ayant pas reçu d'apport directs de plastiques par le biais d'applications de boues ou de paillage.

4.1. Caractéristiques de la contamination des sols du projet MICROSOFF

La majorité (76 %) des 33 sols analysés contenaient des microplastiques. Ce résultat semble indiquer une contamination ubiquiste des sols. Contrairement aux forêts, la majorité des sols de prairies, grandes cultures et vignes et vergers étaient contaminés, suggérant que le risque de pollution par les microplastiques est plus élevé dans les terres soumises aux interventions humaines que dans les espaces naturels. Ces observations rejoignent celles faites par Corradini et al. (2021) au Chili. Leur étude est une des rares à présenter des données à l'échelle régionale

sur la présence de microplastiques dans les sols soumis à différentes utilisations. Ils ont ainsi trouvé des preuves de pollution par les microplastiques dans des sols agricoles et des prairies gérées par l'Homme, mais pas dans les prairies naturelles. Les auteurs ne sont cependant pas parvenus à identifier de source claire de pollution (Corradini et al., 2021). Dans le cas du projet MICROSOFF, les enquêtes du RMQS n'ont pas non plus permis d'identifier de source claire de contamination, à part pour le site n°2119 pour lequel le questionnaire fait mention de nombreux macrodéchets sur le lieu de prélèvement. Sur 10 des 20 autres sites contaminés, les enquêtes signalent la présence de route(s), zone(s) industrielle(s), agglomération(s), ou déchetterie, dans un rayon de 100 m à 1 km selon les sites. Cependant, des routes ont également été signalées à proximité de sites où aucun MP n'a été retrouvé (échantillons n°245 et 1961).

Des microplastiques ont été détectés dans tous les compartiments environnementaux (rivières et lacs, mers et océans, sols et sédiments, air) des zones les plus urbanisées et industrialisées aux zones les plus reculées (Akdogan & Guven, 2019). En ce qui concerne la contamination des sols, l'essentiel des données publiées proviennent de sites chinois. Seules quelques études ont été menées en Europe et en Amérique. De plus, la plupart des travaux existants se sont concentrés sur des sols agricoles et horticoles ayant reçu des apports de boues d'épuration et/ou de paillage plastique (Büks & Kaupenjohann, 2020). Ceci peut en partie expliquer pourquoi les quantités retrouvées dans notre étude étaient généralement inférieures aux données rapportées dans d'autres travaux menés sur des sols européens. Par exemple, dans des sols de grandes cultures de la province de Valence (Espagne) recevant un épandage annuel de boues d'épuration, Van den Berg et al. (2020) ont trouvé des quantités de microplastiques 100 à 500 fois supérieures aux nôtres (moyenne de 13 ± 17 MP/kg pour les grandes cultures dans notre étude) (van den Berg et al., 2020). Au Danemark, les quantités mesurées par Vollertsen & Hansen (2017) dans un sol agricole ayant reçu des épandages de boues d'épuration atteignaient 71 000 éléments/kg en moyenne (Vollertsen & Hansen, 2017), soit plus de 5 000 fois la valeur moyenne des sols de grandes cultures analysés dans le cadre de MICROSOFF.

Cependant, les différences entre nos résultats et ceux de la littérature ne s'expliquent pas seulement par la présence ou non de sources connues de MP. Les tailles considérées jouent également un rôle majeur dans les quantités de MP retrouvés. Par exemple, Piehl et al. (2018) ont étudié un site d'agriculture conventionnelle dans le sud-est de l'Allemagne, sans paillage plastique ni application de boues d'épuration ou d'engrais organiques (Piehl et al., 2018). Les auteurs ont trouvé des quantités inférieures à nos données, de $0,34 \pm 0,36$ MP/kg en moyenne. Toutefois, seules les particules comprises entre 1 et 5 mm ont été analysées. Les plus petits MP ont été ignorés, alors qu'ils seraient prédominants, comme le montrent nos résultats et ceux de plusieurs études (Büks & Kaupenjohann, 2020; Ding et al., 2020; Huerta Lwanga et al., 2017; Wang et al., 2020; G. S. Zhang & Liu, 2018). A l'inverse, les quantités mesurées par Corradini et al. (2021) dans les échantillons de terres agricoles (306 ± 360 MP/kg) et de prairies gérées par l'homme (184 ± 266 MP/kg) sont 10 fois supérieures à celles retrouvées dans les échantillons de grandes cultures (13 ± 17 MP/kg) et de prairies (32 ± 29 MP/kg) du projet MICROSOFF. Les sols considérés dans leur étude n'avaient pourtant pas non plus reçu d'apport direct de plastique (Corradini et al., 2021). Cependant, la taille minimale des MP analysés par les auteurs était de $0,005 \text{ mm}^2$, contre $0,048 \text{ mm}^2$ pour MICROSOFF.

Enfin, étudier ou non les fibres affecte directement les quantités de MP mesurées. Dans la présente étude, les microfibrilles n'ont pas été considérées pour des raisons techniques : contaminations extérieures (57 ± 28 fibres en moyenne dans les blancs de laboratoire) et caractérisation impossible avec le matériel à disposition. Or, les fibres étaient présentes en grandes quantités, voire majoritaires dans plusieurs études, notamment dans les travaux de Corradini et al. (2021) (Büks & Kaupenjohann, 2020; Corradini et al., 2021). Les quantités de microplastiques ont de ce fait probablement été sous estimées dans le projet MICROSOFF.

En ce qui concerne les natures chimiques, la majorité des études rapportent que le polyéthylène et le polypropylène sont les matériaux les plus couramment retrouvés (Büks & Kaupenjohann, 2020). Notre étude suit également cette tendance. Par ailleurs, de nombreuses études font mention de la présence de polyamide (PA) (ou nylon) et de polyester (Büks & Kaupenjohann, 2020), des polymères largement utilisés dans l'industrie textile (Sait et al., 2021). L'absence d'analyse des fibres expliquerait l'absence de ces familles de plastiques dans les analyses.

4.2. Limites de l'étude et perspectives d'amélioration

Bien que le nombre d'études sur la contamination des sols par les microplastiques augmente chaque année, différents facteurs rendent la comparaison avec ces travaux difficile.

- **Types de sols et sources étudiés**

Les travaux existants se sont largement concentrés sur des sites agricoles et horticoles ayant reçu des apports de boues d'épuration et/ou de paillage plastique. A l'inverse, les zones industrielles et naturelles, ainsi que les sols sans apport connu de plastique sont peu ou pas étudiés. Les recherches sur les sols soumis à d'autres sources de

contamination telles que les composts et digestats, les décharges, ou les dépôts issues de routes (p. ex. usure des pneus) restent également fortement sous-représentées ou font globalement défaut (Büks & Kaupenjohann, 2020). Des études supplémentaires sont donc nécessaires pour affiner nos connaissances sur l'ampleur du problème et ses conséquences environnementales.

- **Méthodes d'extraction des MP**

Un autre aspect rendant difficile la comparaison entre les études est le manque de standardisation des méthodes d'extraction et d'analyse des MP. Les méthodes existantes sont diverses et présentent toutes des avantages et inconvénients. Les méthodes utilisées dans la présente étude ne font pas exception.

Par exemple, le choix a été fait d'analyser des sous-échantillons de 50 g, ce qui représente une quantité relativement élevée par rapport à ce que l'on peut trouver dans la littérature. En effet, beaucoup d'études font le choix de n'analyser que 1 à 10 g d'échantillon (Corradini et al., 2021; Hurley et al., 2018; van den Berg et al., 2020). La durée des différentes étapes d'extraction, notamment la digestion, s'en trouvaient allongées, limitant ainsi le nombre d'échantillons pouvant être analysés dans le temps de l'étude. Cependant, cela a permis d'avoir un seuil de détection plus bas. En analysant des quantités plus faibles, certains échantillons auraient pu être classés à tort comme des faux négatifs.

La matière organique du sol pouvant interférer avec l'analyse des MP, il est recommandé de l'éliminer (Thomas et al., 2020). La réaction de Fenton a été utilisée en contrôlant la température, comme préconisé par plusieurs études (Hurley et al., 2018; Prata et al., 2019; Thomas et al., 2020). Cependant, la digestion n'étant jamais parfaite, de la matière organique résiduelle pouvait persister et gêner l'examen des MP. De plus, en raison des quantités relativement élevées d'échantillon, cette étape du protocole s'est révélée parfois très chronophage.

Les solutions utilisées pour séparer les MP de la fraction minérale du sol varient grandement entre les études. Le nombre de MP extrait peut être différent selon la densité de la solution (Thomas et al., 2020). Afin d'extraire même les MP les plus denses, une solution saturée d'iodure de sodium (NaI) a été utilisée.

- **Méthodes de caractérisation et de quantification**

La détection visuelle des MP sous microscope employée dans la présente étude est critiquable. Les risques d'erreur peuvent être importants, c'est pourquoi cette méthode doit toujours être complétée par une étape d'identification chimique des particules (Primpke et al., 2020; Thomas et al., 2020). Dans l'étude, cette méthode demeurerait néanmoins la plus simple et la plus rapide à mettre en œuvre. Afin de mieux distinguer les MP des impuretés, certaines publications ont recours à une étape de chauffe des particules. Après la séparation par densité, le résidu dans le surnageant est analysé en comparant des images prises avant et après le chauffage de l'échantillon. Les particules fondues sont alors identifiées comme des polymères thermoplastiques (van den Berg et al., 2020; S. Zhang et al., 2018). Cette piste d'amélioration a commencé à être étudiée dans le cadre du projet MICROSOFF, mais nécessite des essais supplémentaires.

Dans le cadre de ce projet, les fibres et les MP inférieurs à 315 μm n'ont pas été analysés suite à des difficultés techniques (voir **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). Or, dans plusieurs études, une grande partie des microplastiques mesuraient entre 50 et 250 μm (Thomas et al., 2020). La question se pose alors de savoir comment analyser les petits MP dans des matrices si complexes. Thomas et al. (2020) et Primpke et al. (2020) suggèrent différentes méthodes selon les gammes de tailles étudiées : détection visuelle au microscope optique pour les particules > 500 μm , (micro)spectroscopie IRTF ou Raman pour les particules plus petites, ou encore méthodes thermoanalytiques basées sur la masse (p. ex. pyrolyse GC/MS) et spectroscopie RMN quantitative par exemple (Primpke et al., 2020; Thomas et al., 2020). L'automatisation des analyses est également une piste prometteuse qui permettrait une détection plus rapide et plus fiable des MP, notamment de petite taille (Cowger et al., 2020; Primpke et al., 2020).

Enfin, le comptage des particules par classe de taille est la technique la plus couramment utilisée pour quantifier les microplastiques. Cependant, seule, elle n'est pas adaptée à tous les objectifs de recherche. De nombreux chercheurs soutiennent que les résultats massiques sont plus robustes et mieux adaptés aux comparaisons inter-études et à la modélisation que les comptages de particules (Cowger et al., 2020; Thomas et al., 2020). L'idéal serait donc de fournir des résultats à la fois en nombre et en masse de MP. Dans le cadre du projet MICROSOFF, le nombre de MP était cependant trop faible pour parvenir à les peser. D'un point de vue méthodologique, Thomas et al. (2020) conseillent d'employer les méthodes spectroscopiques si le nombre, la taille et la morphologie des particules présentent un intérêt particulier pour la question de recherche. Les méthodes thermoanalytiques et la spectroscopie RMN peuvent être utilisées en parallèle pour quantifier la pollution plastique en termes de masse (Thomas et al., 2020).

En conclusion, il n'existe actuellement pas de méthode efficace à 100% pour extraire et identifier les microplastiques. Chaque étape amène en outre un risque de perte et/ou de fragmentation des particules, ce qui peut contribuer à une sous ou sur estimation du nombre de MP (Leitão et al., 2023). Par ailleurs, les points soulevés plus haut dépendent des objectifs et contraintes de l'étude. En pratique, il peut être nécessaire de trouver un compromis entre la durée du projet, le nombre d'échantillons, leur niveau de contamination présumé, les gammes de tailles que l'on veut étudier et le niveau de précision souhaité. Il est néanmoins nécessaire d'harmoniser les méthodologies, au moins à l'échelle française, avant que les études ne se multiplient.

5. Conclusion et perspectives

Bien que le nombre d'études sur la contamination des sols par les microplastiques augmente chaque année, peu d'études ont été menées sur le sujet en France. Le projet MICROSOF avait pour but d'établir les premières références nationales sur la contamination des sols français par les microplastiques. À notre connaissance, il s'agit de la première étude cherchant à caractériser l'ampleur de cette contamination à l'échelle de la métropole française, sur des sols soumis à différentes utilisations (notamment agricoles) et n'ayant pas reçu d'apport directs de plastiques par le biais d'applications de boues ou de paillage.

Sur les 33 sols analysés, 25 contenaient des microplastiques. Contrairement aux forêts, la majorité des sols de prairies, grandes cultures et vignes et vergers étaient contaminés, suggérant un risque accru de pollution par les MP des sols soumis aux interventions humaines par rapport aux espaces naturels. Cependant, les résultats et les enquêtes de terrain n'ont pas permis d'identifier clairement les sources de pollution. Par ailleurs, les quantités retrouvées étaient globalement inférieures aux données rapportées dans d'autres travaux. Ces résultats sont à nuancer car les fibres et les MP inférieurs à 315 µm ont été écartés de l'analyse. Le fait que la majorité des études existantes se soient concentrées sur des sols agricoles et horticoles ayant reçu des apports de boues d'épuration et/ou de paillis en plastique peut également expliquer ces différences. De nouvelles études ciblant des sols sans apport connu de plastique ou soumis à d'autres sources de contamination sont donc nécessaires pour compléter ces premiers travaux. De plus, les méthodes d'extraction et d'analyse des MP utilisées dans la littérature sont diverses et présentent toutes des limitations. Les méthodes utilisées dans la présente étude ne font pas exception. Pour toutes ces raisons, la comparaison entre les travaux existants demeure difficile. Trouver des solutions à ces limitations et harmoniser les méthodologies reste un défi de recherche à relever.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Akdogan, Z., & Guven, B. (2019). Microplastics in the environment: A critical review of current understanding and identification of future research needs. *Environmental Pollution*, 254, 113011. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.113011>
- Arrouays, D., Jolivet, C., Boulonne, L., Bodineau, G., Ratié, C., Saby, N., & Grolleau, E. (2003). Réseau de Mesures de la Qualité des Sols (RMQS). *Etude et Gestion des Sols, Association Française pour l'Etude des Sols*, 10(4), 241-250.
- Arrouays, D., Jolivet, C., Boulonne, L., Bodineau, G., Saby, N. P. A., & Grolleau, E. (2002). A New Initiative in France: A Multi-Institutional Soil Quality Monitoring Network. *Comptes Rendus de l'Académie d'Agriculture de France*, 88(2), 93-103.
- Bläsing, M., & Amelung, W. (2018). Plastics in soil: Analytical methods and possible sources. *Science of The Total Environment*, 612, 422-435. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.08.086>
- Büks, F., & Kaupenjohann, M. (2020). Global concentrations of microplastics in soils – a review. *SOIL*, 6(2), 649-662. <https://doi.org/10.5194/soil-6-649-2020>
- Corradini, F., Casado, F., Leiva, V., Huerta-Lwanga, E., & Geissen, V. (2021). Microplastics occurrence and frequency in soils under different land uses on a regional scale. *Science of The Total Environment*, 752, 141917. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.141917>
- Cowger, W., Gray, A., Christiansen, S. H., DeFrond, H., Deshpande, A. D., Hemabessiere, L., Lee, E., Mill, L., Munno, K., Ossmann, B. E., Pittroff, M., Rochman, C., Sarau, G., Tarby, S., & Primpke, S. (2020). Critical Review of Processing and Classification Techniques for Images and Spectra in Microplastic Research. *Applied Spectroscopy*, 74(9), 989-1010. <https://doi.org/10.1177/0003702820929064>
- Ding, L., Zhang, S., Wang, X., Yang, X., Zhang, C., Qi, Y., & Guo, X. (2020). The occurrence and distribution characteristics of microplastics in the agricultural soils of Shaanxi Province, in north-western China. *Science of The Total Environment*, 720, 137525. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.137525>
- Geyer, R., Jambeck, J. R., & Law, K. L. (2017). Production, use, and fate of all plastics ever made. *Science Advances*, 3(7), e1700782. <https://doi.org/10.1126/sciadv.1700782>
- Huerta Lwanga, E., Vega, J. M., Quej, V. K., Chi, J. de los A., Cid, L. S. del, Chi, C., Segura, G. E., Gertsen, H., Salánki, T., Ploeg, M. van der, Koelmans, A. A., & Geissen, V. (2017). Field evidence for transfer of plastic debris along a terrestrial food chain. *Scientific Reports*, 7(1), Art. 1. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-14588-2>

- Hurley, R. R., Lusher, A. L., Olsen, M., & Nizzetto, L. (2018). Validation of a Method for Extracting Microplastics from Complex, Organic-Rich, Environmental Matrices. *Environmental Science & Technology*, 52(13), 7409-7417. <https://doi.org/10.1021/acs.est.8b01517>
- Jolivet, C., Almeida-Falcon, J.-L., Berché, P., Boulonne, L., Fontaine, M., Gouny, L., Lehmann, S., Maître, B., Ratié, C., Schellenberger, É., & Soler-Dominguez, N. (2018). *Manuel du Réseau de mesures de la qualité des sols. RMQS2: Deuxième campagne métropolitaine, 2016 – 2027, Version 3, INRA, US 1106 InfoSol, Orléans, France.*
- Kedzierski, M., Le Tilly, V., César, G., Sire, O., & Bruzard, S. (2017). Efficient microplastics extraction from sand. A cost effective methodology based on sodium iodide recycling. *Marine Pollution Bulletin*, 115(1), 120-129. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.12.002>
- Leitão, I. A., van Schaik, L., Ferreira, A. J. D., Alexandre, N., & Geissen, V. (2023). The spatial distribution of microplastics in topsoils of an urban environment—Coimbra city case-study. *Environmental Research*, 218, 114961. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.114961>
- Min, K., Cuiffi, J. D., & Mathers, R. T. (2020). Ranking environmental degradation trends of plastic marine debris based on physical properties and molecular structure. *Nature Communications*, 11(1), Art. 1. <https://doi.org/10.1038/s41467-020-14538-z>
- Ng, E.-L., Huerta Lwanga, E., Eldridge, S. M., Johnston, P., Hu, H.-W., Geissen, V., & Chen, D. (2018). An overview of microplastic and nanoplastic pollution in agroecosystems. *Science of The Total Environment*, 627, 1377-1388. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.01.341>
- Nizzetto, L., Futter, M., & Langaas, S. (2016). Are Agricultural Soils Dumps for Microplastics of Urban Origin? *Environmental Science & Technology*, 50(20), 10777-10779. <https://doi.org/10.1021/acs.est.6b04140>
- Piehl, S., Leibner, A., Löder, M. G. J., Dris, R., Bogner, C., & Laforsch, C. (2018). Identification and quantification of macro- and microplastics on an agricultural farmland. *Scientific Reports*, 8(1), Art. 1. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-36172-y>
- Prata, J. C., da Costa, J. P., Girão, A. V., Lopes, I., Duarte, A. C., & Rocha-Santos, T. (2019). Identifying a quick and efficient method of removing organic matter without damaging microplastic samples. *Science of The Total Environment*, 686, 131-139. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.05.456>
- Primpke, S., Christiansen, S. H., Cowger, W., De Frond, H., Deshpande, A., Fischer, M., Holland, E. B., Meyns, M., O'Donnell, B. A., Ossmann, B. E., Pittroff, M., Sarau, G., Scholz-Böttcher, B. M., & Wiggan, K. J. (2020). Critical Assessment of Analytical Methods for the Harmonized and Cost-Efficient Analysis of Microplastics. *Applied Spectroscopy*, 74(9), 1012-1047. <https://doi.org/10.1177/0003702820921465>
- Rillig, M. C. (2012). Microplastic in Terrestrial Ecosystems and the Soil? *Environmental Science & Technology*, 46(12), 6453-6454. <https://doi.org/10.1021/es302011r>
- Sait, S. T. L., Sørensen, L., Kubowicz, S., Vike-Jonas, K., Gonzalez, S. V., Asimakopoulos, A. G., & Booth, A. M. (2021). Microplastic fibres from synthetic textiles: Environmental degradation and additive chemical content. *Environmental Pollution*, 268, 115745. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.115745>
- Schindelin, J., Arganda-Carreras, I., Frise, E., Kaynig, V., Longair, M., Pietzsch, T., Preibisch, S., Rueden, C., Saalfeld, S., Schmid, B., Tinevez, J.-Y., White, D. J., Hartenstein, V., Eliceiri, K., Tomancak, P., & Cardona, A. (2012). Fiji: An open-source platform for biological-image analysis. *Nature Methods*, 9(7), Art. 7. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2019>
- Thomas, D., Schütze, B., Heinze, W. M., & Steinmetz, Z. (2020). Sample Preparation Techniques for the Analysis of Microplastics in Soil—A Review. *Sustainability*, 12(21), Art. 21. <https://doi.org/10.3390/su12219074>
- van den Berg, P., Huerta-Lwanga, E., Corradini, F., & Geissen, V. (2020). Sewage sludge application as a vehicle for microplastics in eastern Spanish agricultural soils. *Environmental Pollution*, 261, 114198. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.114198>
- Vollertsen, J., & Hansen, A. (2017). *Microplastic in Danish wastewater: Sources, occurrences and fate.*
- Wahl, A., Davranche, M., & Gigault, J. (2021, juillet). Plastic debris distribution and behaviour in soil: New key insights from a household waste-contaminated soil. *Goldschmidt Conference 2021*. <https://hal-insu.archives-ouvertes.fr/insu-03285006>
- Wang, J., Li, J., Liu, S., Li, H., Chen, X., Peng, C., Zhang, P., & Liu, X. (2020). Distinct microplastic distributions in soils of different land-use types: A case study of Chinese farmlands. *Environmental Pollution*, 116199. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.116199>
- Watteau, F., Dignac, M.-F., Bouchard, A., Revallier, A., & Houot, S. (2018). Microplastic Detection in Soil Amended With Municipal Solid Waste Composts as Revealed by Transmission Electronic Microscopy and Pyrolysis/GC/MS. *Frontiers in Sustainable Food Systems*, 2. <https://doi.org/10.3389/fsufs.2018.00081>
- Zhang, G. S., & Liu, Y. F. (2018). The distribution of microplastics in soil aggregate fractions in southwestern China. *Science of The Total Environment*, 642, 12-20. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.06.004>
- Zhang, S., Yang, X., Gertsen, H., Peters, P., Salánki, T., & Geissen, V. (2018). A simple method for the extraction and identification of light density microplastics from soil. *Science of The Total Environment*, 616-617, 1056-1065. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.10.213>
- Zhu, F., Zhu, C., Wang, C., & Gu, C. (2019). Occurrence and Ecological Impacts of Microplastics in Soil Systems: A Review. *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, 102(6), 741-749. <https://doi.org/10.1007/s00128-019-02623-z>

RÉSUMÉ

À ce jour, la majorité des recherches sur les plastiques dans l'environnement s'est concentrée sur le milieu marin, considéré comme le réceptacle final de tous ces déchets. L'émergence récente des études sur le milieu terrestre a révélé la présence de microplastiques (MP) dans divers types de sols, des zones les plus densément peuplées aux zones les plus reculées. Les principales sources de plastique dans les sols comprennent l'épandage de boues d'épuration et de compost, l'utilisation de paillage plastique, l'irrigation avec des eaux usées et le dépôt atmosphérique. Cependant, les quantités retrouvées diffèrent selon les sites et selon les études. En France, seuls quelques travaux ont abordé la question de la pollution des sols par les microplastiques.

Le projet MICROSOOF visait à établir les premières références nationales sur la contamination des sols français par les MP. Pour ce faire, des échantillons de sol provenant de 33 sites soumis à différents usages (21 grandes cultures, 4 vignes et vergers, 4 prairies, 4 forêts) ont été analysés. Après prétraitement et sous-échantillonnage, les échantillons ont été digérés par réaction de Fenton afin d'éliminer la matière organique. Les MP compris entre 315 µm et 5 mm ont ensuite été extraits par séparation par densité avec une solution d'iodure de sodium. Puis, ils ont été comptés et caractérisés (taille, forme) à l'aide d'un logiciel de traitement d'image (Fiji).

Leur nature chimique a ensuite été déterminée par spectroscopie infrarouge (ATR-FTIR). 76 % des échantillons contenaient des microplastiques (25/33). La majorité des échantillons de sol de grandes cultures (17 sites/21), prairies (4 sites/4) et vignes et vergers (3 sites/4) étaient contaminés, contre un seul échantillon de forêt (1 site/4).

Cette présence quasi systématique des microplastiques dans les sols étudiés montre qu'il est urgent de poursuivre ces études afin de fournir des données de surveillance sur les microplastiques dans les sols. Il est également nécessaire d'harmoniser les méthodologies, au moins à l'échelle française.

Ce document est diffusé par l'ADEME

ADEME

20, avenue du Grésillé
BP 90 406 | 49004 Angers Cedex 01

Numéro de contrat : 2003C0005

Étude réalisée par UBS-IRDL, INRAE pour ce projet cofinancé par l'ADEME

Projet de recherche coordonné par : Maïalen PALAZOT, UBS-IRDL

Coordination technique - ADEME : PIERART Antoine
Direction/Service : DBER, PEPIT

CITATION DE CE RAPPORT

PALAZOT Maïalen, FROGER Claire, KEDZIERSKI Mikaël, ADEME, 2023. **PROJET MICROSOOF : Recherche de microplastiques dans 33 sols français, synthèse.** 11 pages.

Cet ouvrage est disponible en ligne
<https://bibliothèque.ademe.fr/>

Toute représentation ou reproduction intégrale ou partielle faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite selon le Code de la propriété intellectuelle (art. L 122-4) et constitue une contrefaçon réprimée par le Code pénal. Seules sont autorisées (art. 122-5) les copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé de copiste et non destinées à une utilisation collective, ainsi que les analyses et courtes citations justifiées par le caractère critique, pédagogique ou d'information de l'œuvre à laquelle elles sont incorporées, sous réserve, toutefois, du respect des dispositions des articles L 122-10 à L 122-12 du même Code, relatives à la reproduction par reprographie.