

PROJET MICROSOF

Recherche de microplastiques
dans 33 sols français

RAPPORT FINAL



EXPERTISES

Février
2023

REMERCIEMENTS

Isabelle DEPORTES (ADEME), Antoine PIERART (ADEME), Stéphane BRUZAUD (IRDL), Antonio BISPO (INRAe), Claudy JOLIVET (INRAe), Hélène ROUSSEL (ADEME)

CITATION DE CE RAPPORT

PALAZOT Maialen, FROGER Claire, KEDZIERSKI Mikaël, ADEME, 2023. PROJET MICROSOFF : Recherche de microplastiques dans 33 sols français. 32 pages.

Cet ouvrage est disponible en ligne <https://librairie.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'oeuvre 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.

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 et INRAE pour ce projet cofinancé par l'ADEME

Projet de recherche coordonné par : Maialen Palazot, UBS-IRDL

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

SOMMAIRE

RÉSUMÉ	4
ABSTRACT	5
1. CONTEXTE DU PROJET	6
1.1. Contexte et enjeux	6
1.2. Objectifs de la mission	7
2. METHODOLOGIE	8
2.1. Sélection des sites du Réseau de mesures de la qualité des sols.....	8
2.2. Préparation des échantillons (selon NF ISO 11464).....	10
2.3. Purification des échantillons	10
2.4. Caractérisation et quantification des microplastiques.....	11
2.5. Validation du protocole.....	12
2.6. Précautions	12
3. BILAN / PRINCIPAUX RESULTATS OBTENUS	13
3.1. Validation du protocole.....	13
3.2. Y a-t-il des microplastiques dans les sols français ?	13
3.3. Discussion	16
4. RECOMMANDATIONS	20
5. CONCLUSION / PERSPECTIVES	21
6. VALORISATION DES RESULTATS	22
ANNEXES	23
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	29
INDEX DES TABLEAUX ET FIGURES	31
SIGLES ET ACRONYMES	32

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, le dépôt atmosphérique et le ruissellement de surface. Cependant, les quantités retrouvées diffèrent selon les sites, les types de plastiques et les études. En France, seuls quelques travaux ont abordé la question de la pollution des sols par les microplastiques.

Le projet MICROSOF vise à établir les premières références nationales sur la contamination des sols français par les MP. Pour ce faire, 33 échantillons de sol issus du Réseau de Mesure de la Qualité des Sols (RMQS) (INRAe) ont été envoyés à l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme (IRDL) 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. Après prétraitement et sous-échantillonnage, les échantillons ont été digérés par réaction de Fenton afin d'éliminer la matière organique. Les MP ont ensuite été extraits par séparation par densité avec une solution d'iodure de sodium. Les particules comprises entre 315 µm et 5 mm ont été photographiées, comptées et caractérisées (taille, forme) à l'aide du logiciel de traitement d'image Fiji. Leur nature chimique a également été déterminée par spectroscopie infrarouge.

76 % des échantillons contenaient des microplastiques, dans des quantités variant entre < 0,3 et 4,0 MP/50g (sol sec). La majorité des échantillons de sol de grandes cultures (17/21 sites), prairies (4/4 sites) et vignes et vergers (3/4 sites) étaient contaminés, contre un seul échantillon de forêt (1/4 sites). Cependant, ces résultats et les enquêtes de terrain ne permettent pas d'identifier les sources de pollution. 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.

ABSTRACT

To date, the majority of the research on microplastics (MP) has focused on the marine environment. The pollution of continental ecosystems is comparatively little studied, even though the majority of all plastics is used and disposed on land. The main sources of plastic in soils include land application of contaminated sewage sludge and compost, plastic mulching, wastewater irrigation, atmospheric deposition, littering and surface runoff. However, estimates of MP concentrations and chemical natures are still limited and differ between studies. In France, only a few studies have tackled the issue of MP contamination in soils.

The MICROSOF project aims to establish first national references on the contamination of French soils by microplastics. To this end, 33 soil samples from a French soil quality monitoring network (Réseau de Mesure de la Qualité des Sols, RMQS, INRAe) were sent for analysis to the Institut de Recherche Dupuy de Lôme (IRDL) in Lorient, France. Of these 33 samples, 21 were from crop lands, 4 from vineyards and orchards, 4 from grasslands and 4 from forests. After pre-treatment and subsampling, the samples were digested with Fenton's reagent. MP were then extracted by density separation with a sodium iodide (NaI) solution. Particles between 315 μm and 5 mm were photographed, counted and characterized (size, shape) using Fiji image processing software. Their chemical nature was also determined by infrared spectroscopy.

76% of the samples contained microplastics, in amounts ranging from < 0.3 to 4.0 MP/50g (dry soil). The majority of soil samples from crop fields (17/21 sites), grasslands (4/4 sites) and vineyards and orchards (3/4 sites) were contaminated, whereas only one sample from forest (1/4 sites) contained MP. However, our data did not enable us to identify the sources of pollution. The almost systematic presence of microplastics in the studied soils demonstrates the urgent need for further studies to provide monitoring data on microplastics in soils. It is also necessary to harmonize methodologies, at least on a French scale.

1. Contexte du projet

1.1. Contexte et enjeux

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 (< 5 mm), et nanoplastiques (< 1 µm) (Min et al., 2020). A ce jour, la majorité des recherches sur la présence de matériaux plastiques dans l'environnement et leurs impacts se sont concentrées sur le milieu marin. La pollution des écosystèmes continentaux est comparativement peu étudiée, alors même qu'il est reconnu que la majorité des plastiques retrouvés en mer sont issus d'apports terrestres (Horton et al., 2017). 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).

Afin d'améliorer les connaissances sur la présence de microplastiques dans les sols français, le consortium ADEME - INRAe a souhaité que des analyses de sols soient conduites. Pour ce faire, 33 échantillons de sols issus d'une collecte organisée par l'INRAe d'Orléans pour le compte de l'Anses (Agence nationale de sécurité sanitaire) ont été envoyés à l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme (IRDLD) à Lorient. Parmi ces 33 échantillons, 21 provenaient de sols de grandes cultures, 4 de vignes et vergers, 4 de prairies et 4 de forêts (Figure 1).

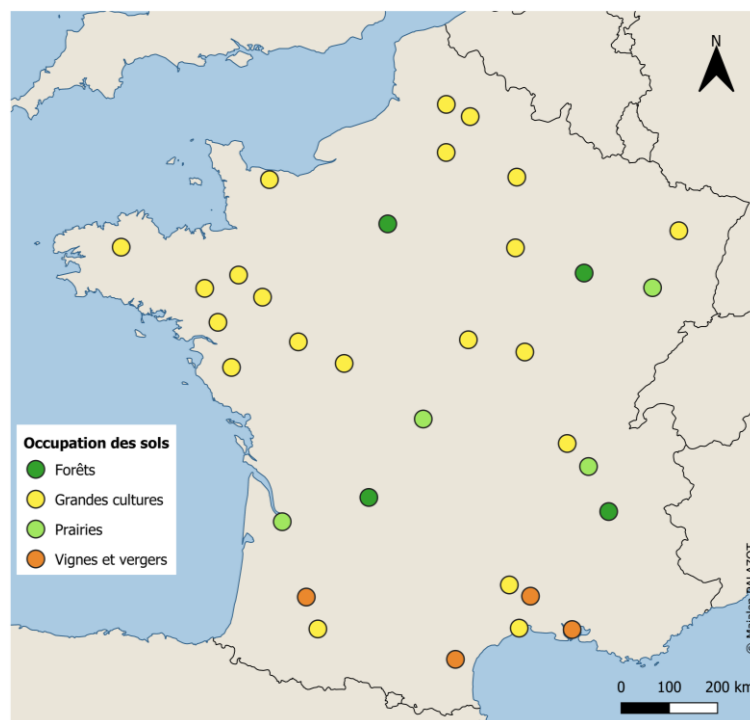


Figure 1 : Localisation des sites d'échantillonnage des sols analysés dans le cadre du projet MICROSOFT.

1.2. Objectifs de la mission

Le projet MICROSOF visait à établir les premières références nationales sur la contamination des sols français par les microplastiques. Les principaux objectifs de l'étude étaient les suivants :

- Développer un protocole d'extraction et de caractérisation des microplastiques piégés dans différents échantillons de sol.
- Quantifier (nombre) et caractériser (nature chimique, taille) les microplastiques extraits.

2. Méthodologie

2.1. Sélection des sites du Réseau de mesures de la qualité des sols

2.1.1. 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 (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). 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.

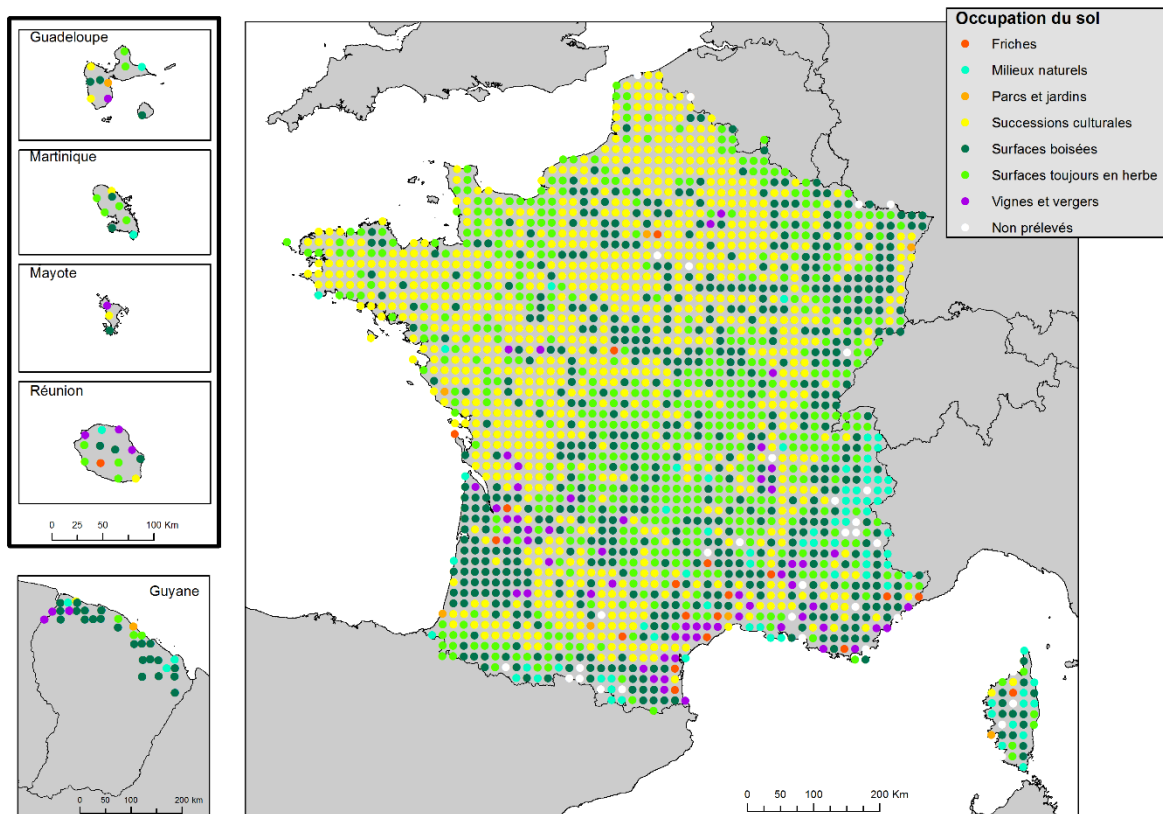


Figure 2 : Répartition des 2240 sites du RMQS. Source : Manuel du RMQS (Jolivet et al., 2018)

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).

2.1.2. 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.

La méthode de sélection des sites utilisée est basée sur un algorithme statistique cLHS (conditioned Latin Hypercube Sampling) introduit en sciences du sol par Minasny, B. and McBratney (2006) (Minasny & McBratney, 2006). Cet algorithme permet de d'obtenir un sous-groupe de sites représentatifs du groupe initial (ici tous les sites des années 2019 et 2020) en se basant sur des critères spécifiques. Les variables choisies pour la sélection étaient : la teneur en carbone, en argile, le pH et une variable de répartition géographique qui est l'hydro-éco-région (Wasson et al., 2004). Le sous-groupe de sites final présentait ainsi une distribution de ces variables représentative de celle de tous les sites RMQS prévus en 2019 et 2020 par catégorie d'occupation.

Pour le projet MICROSOF 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 (Figure 1).

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/rmq3-34>). 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 (Erreur ! Source du renvoi introuvable.). 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.

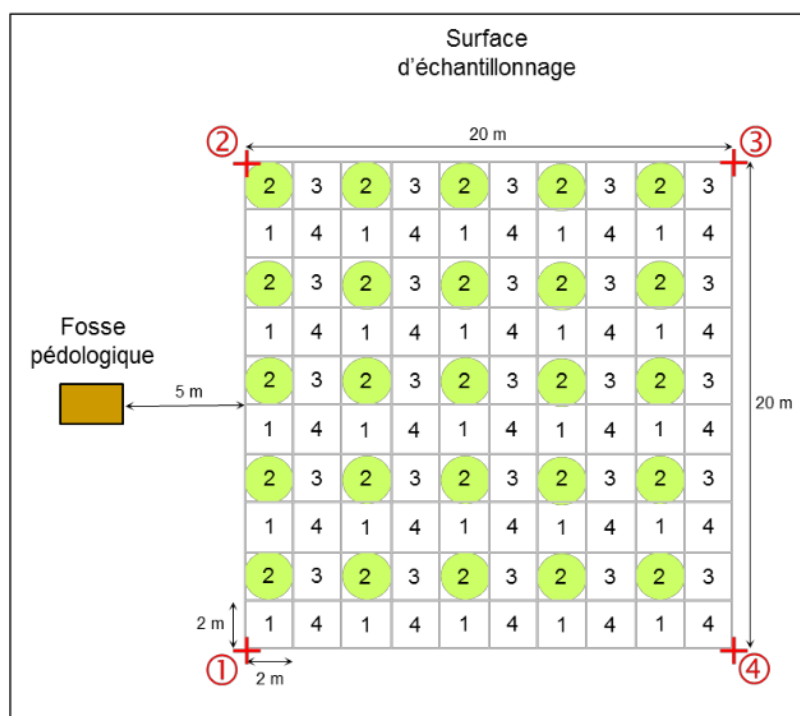


Figure 3 : Dispositif d'échantillonnage RMQS (Jolivet et al., 2018). Les cercles verts correspondent aux placettes échantillonnées lors de la seconde campagne (2016 – 2027)

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'IRD. 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.

2.2. Préparation des échantillons (selon NF ISO 11464)

2.2.1. Séchage des échantillons

Les échantillons étaient préparés suivant la norme NF ISO 11464. Pour chacun des échantillons, le matériau était étalé en couche d'épaisseur inférieure à 5 cm, dans des barquettes en aluminium afin de limiter les contaminations potentielles par des particules de plastiques. La préparation était ensuite séchée à 40 ± 2 °C dans une étuve jusqu'à stabilisation de la masse (environ une semaine). En présence d'agrégats, les échantillons étaient écrasés à la main en cours de séchage à l'aide d'une spatule en acier inoxydable ou dans un mortier avec un pilon en veillant à éviter toute contamination.

2.2.2. Tamisage des échantillons secs

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 restants étaient également écrasés.

2.2.3. Sous échantillonnage manuel

Les échantillons étaient ensuite séparés en trois sous-échantillons en suivant le protocole proposé par les normes NF ISO 11464 et NF EN ISO 5667-13. Ainsi, les échantillons étaient mélangés et étalés en une couche fine dans un récipient en inox, puis séparés en quatre parties égales (quartiers). Deux des quatre parts étaient combinées en diagonale et les deux autres écartées de l'analyse. Cette opération était répétée jusqu'à l'obtention de la quantité de sols désirée : trois sous-échantillons de 50 g (masse sèche).

2.3. Purification des échantillons

2.3.1. Tamisage humide – fractions < 2 mm

Les sous-échantillons étaient ensuite tamisés par voie humide sur des tamis inox de maille 50 µm afin d'éliminer les fractions les plus fines (i.e. les argiles [$< 2 \mu\text{m}$], les limons fins [$2 ; 20 \mu\text{m}$] et les limons grossiers [$20 ; 50 \mu\text{m}$]). Cette étape permettait de tenir compte des difficultés techniques de la filtration pour des particules de cette échelle (e.g. colmatage des filtres). Pour chacun des sous-échantillons, le refus des tamis compris entre 50 µm et 2 mm était ensuite transféré dans un bécher et mis à sécher à 40 ± 2 °C dans une étuve.

2.3.2. Elimination de la matière organique (MO) : Réaction de Fenton

Cette partie du protocole repose sur des travaux récents portant sur l'extraction de microplastiques contenus dans les sols (Hurley et al., 2018; Ranneklev et al., 2019). Elle implique l'utilisation de la réaction de Fenton, composée de deux réactifs : une solution de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) à 30% et une solution de catalyseur d'heptahydrate de fer (II) à 5%. La solution de catalyseur était préparée en ajoutant 5 g de sulfate ferreux heptahydraté ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) à 250 ml d'eau déminéralisée. La solution était ajustée à pH 3,0 à l'aide d'acide chlorhydrique (1 M). La digestion était ensuite effectuée. Ainsi, des volumes identiques de H_2O_2 et de la solution de catalyseur étaient ajoutés simultanément par petits ajouts de 5 à 10 ml, jusqu'à élimination de la matière organique. 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 cette phase de digestion, les particules étaient laissées à sédimenter pendant 12 à 24 h. Le surnageant était ensuite filtré. Pour cela, des filtres métalliques en acier inoxydable de maille 50 µm ont été utilisés (un filtre par réplikat). Pour finir, les échantillons étaient transférés dans des Falcons de 50 ml (1 Falcon par réplikat). Les filtres correspondant à chaque réplikat étaient conservés pour être inspectés ultérieurement.

2.3.3. Elimination de la matière inorganique : séparation par densité à l'iodure de sodium (NaI)

La séparation des particules inorganiques et organiques était réalisée 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; Ranneklev et al., 2019). Pour ce faire, 40 ml d'eau déminéralisée étaient ajoutés à 60 g de NaI (masse finale de la solution = 100 g). 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 but était de séparer les particules de « grande » taille ([315 µm ; 2 mm]) de celles de « petite » taille ([50 ; 315 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 fibre de verre, lequel était ensuite placé dans une seconde boîte de Pétri. Les filtres métalliques correspondant à chaque réplikat étaient conservés pour être inspectés ultérieurement. 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).

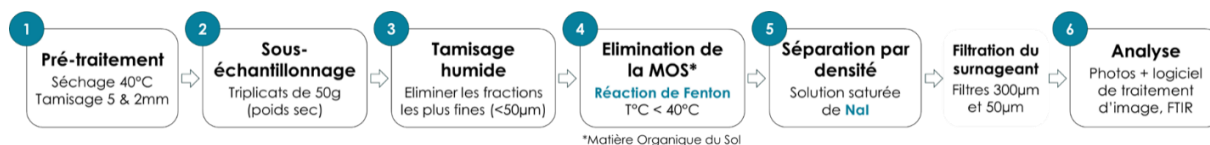


Figure 4 : Principales étapes du protocole d'extraction de microplastiques appliqué sur les échantillons de sol du projet MICROSOF. Tailles des particules étudiées : [315 µm ; 5 mm].

2.4. 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.

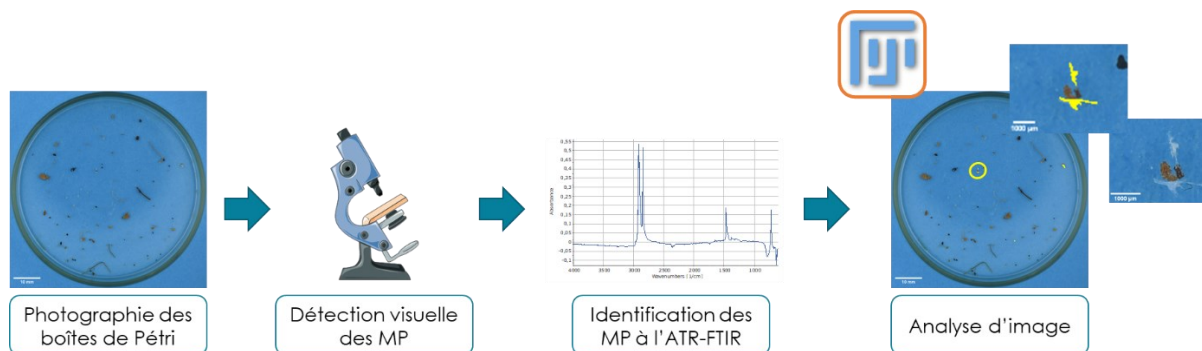


Figure 5 : Etapes de caractérisation et de quantification des microplastiques extraits. Tailles des particules étudiées : [315 μm ; 5 mm].

2.5. Validation du protocole

Afin de valider la méthodologie proposée, le protocole a été appliqué sur un échantillon de sol de forêt prélevé près de l'UBS (environ 2 kg). Deux triplicats ont été constitués :

- Un triplicat contrôle (échantillons 1, 2 et 3),
- Un triplicat ensemencé en microplastiques appartenant aux catégories chimiques les plus couramment retrouvées dans le milieu naturel (PE, PP, PS, PVC, PA) (échantillons 1', 2' et 3').

Les particules de plastique ont été obtenues par cryobroyage. 10 fragments de chaque type (PE, PP, PS, PVC et PA), de taille comprise entre 500 μm et 1 mm, ont été ajoutés aux réplicats 1', 2' et 3'. Les rendements d'extraction ont ensuite été calculés (efficacité de la purification, taux d'extraction des microplastiques). Afin d'évaluer l'efficacité de la purification, des pesées (poids sec) ont été effectuées entre chaque étape. L'intégrité des particules a finalement été évaluée par microscopie et spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) avant et après extraction.

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. Bilan / Principaux résultats obtenus

3.1. Validation du protocole

3.1.1. Efficacité de la purification (triplicat contrôle)

Après analyse du triplicat contrôle, aucun microplastique de taille comprise entre 500 µm et 1 mm n'a été retrouvé.

De plus, sur les 3 réplicats, $99,1 \pm 0,8$ % des matières organiques et inorganiques ont été éliminées en moyenne. Plus précisément, $14,4 \pm 0,9$ % de la masse initiale ont été éliminés après le tamisage humide, $25,9 \pm 1,3$ % après la réaction de Fenton et $58,9 \pm 0,8$ % après la séparation par densité. Il est à noter que ces valeurs dépendent des caractéristiques de l'échantillon (teneurs en matières organiques et inorganiques notamment).

3.1.2. Taux d'extraction des microplastiques

Des taux moyens d'extraction de $97 \pm 5,8$ %, $93 \pm 5,8$ %, $100 \pm 0,0$ %, $93 \pm 5,8$ % et $97 \pm 5,8$ % ont été obtenus pour les fragments de PE, PP, PS, PA et PVC respectivement.

3.1.3. Intégrité des microplastiques

Après observation à la loupe binoculaire et analyse des spectres, les microplastiques ne présentaient aucun signe apparent de dégradation. Seuls les fragments de PA exhibaient une coloration brune après extraction, pouvant les rendre plus difficiles à discriminer visuellement (voir Annexe 1). Toutes les particules restaient toutefois parfaitement identifiables à l'IRTF (voir Annexe 2). Des dépôts pouvaient également être observés à la surface de certains microplastiques (tous types confondus).

3.2. Y a-t-il des microplastiques dans les sols français ?

3.2.1. 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 relativement peu selon l'occupation des sols. Des MP ont 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).

3.2.2. 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 0,0 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 6).

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 ces 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	Nb MP/50g Médiane (min-max)	Nb MP/kg Moyenne ± écart-type	Nb MP/kg Médiane (min-max)
------------	-----------------------	--	--------------	-----------	-----------------------------	-------------------------------	----------------------------

				Moyenne ± écart- type			
Grandes cultures	21	17	45	0,7 ± 0,9	0,7 (0,0 – 1,7)	13 ± 17	13 (0,0 – 33)
Forêts	4	1	1	0,1 ± 0,3	0,0 (0,0 – 0,3)	1,7 ± 5,8	0,0 (0,0 – 6,7)
Prairies	4	4	19	1,6 ± 1,4	1,5 (0,3 – 3,0)	32 ± 29	30 (6,7 – 60)
Vignes et vergers	4	3	14	1,2 ± 1,9	0,3 (0,0 – 4,0)	23 ± 39	6,7 (0,0 – 80)
Total	33	25	79	0,8 ± 0,9	0,4 (0,0 – 4,0)	15 ± 23	8,4 (0,0 – 80)

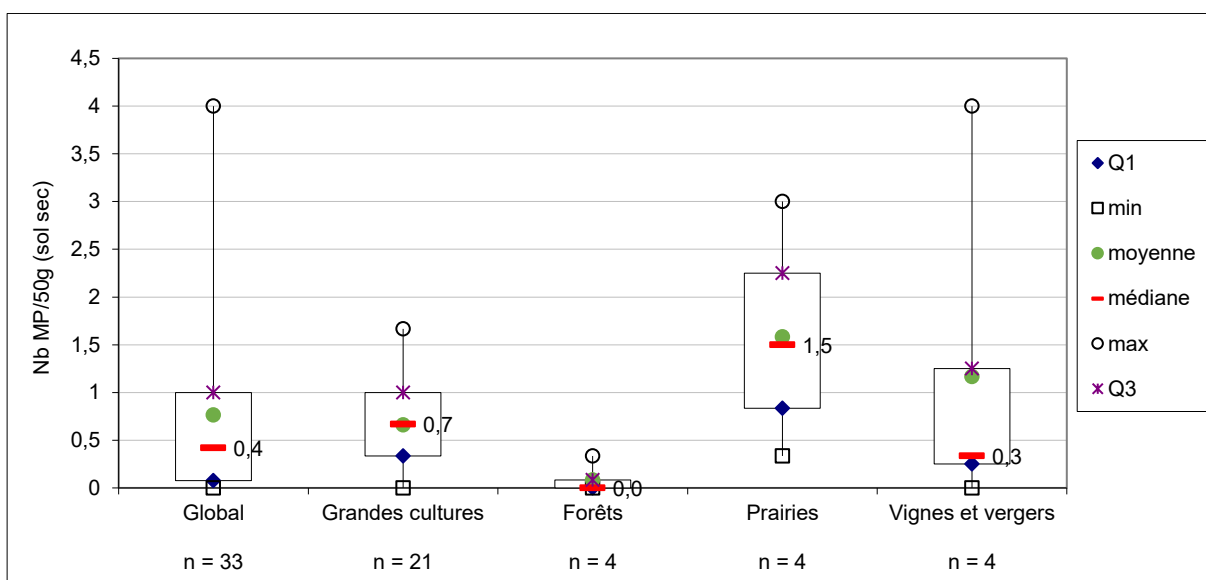


Figure 6 : Abondance en nombre de microplastiques de taille [315 μ m ; 5 mm] en fonction de l'utilisation des sols, pour 50 g de sol sec. La médiane, la moyenne, l'écart interquartile, le minimum et le maximum sont représentés.

Les quantités de MP retrouvés variaient entre les échantillons, même entre des sols soumis à un même type d'occupation (Figure 7). 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 $0,0 \pm 0,0$ 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).

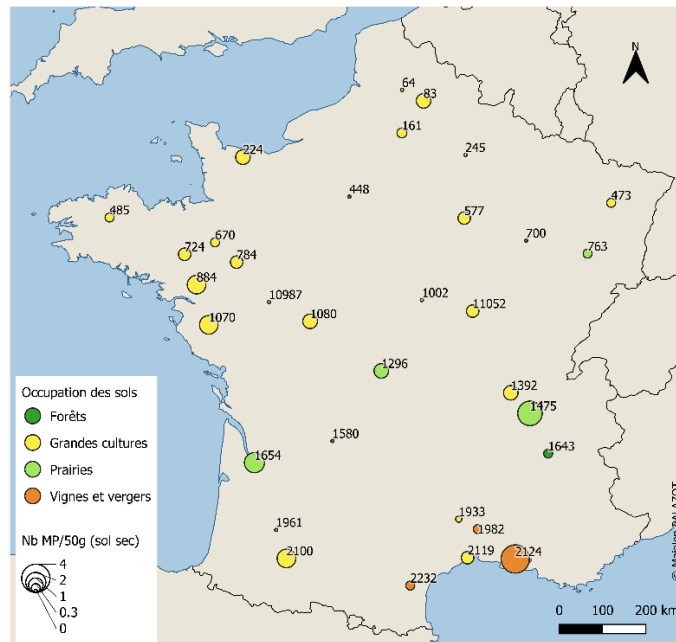


Figure 7 : Abondance en nombre de microplastiques de taille [315 μm ; 5 mm] pour les différents sites d'échantillonnage du projet MICROSOF. La taille des cercles est proportionnelle au nombre de MP retrouvés pour 50 g de sol sec (moyenne des 3 réplicats). Les nombres associés aux points correspondent aux numéros des sites du RMQS.

3.2.3. 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 été retrouvés en moindre quantités : 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 8).

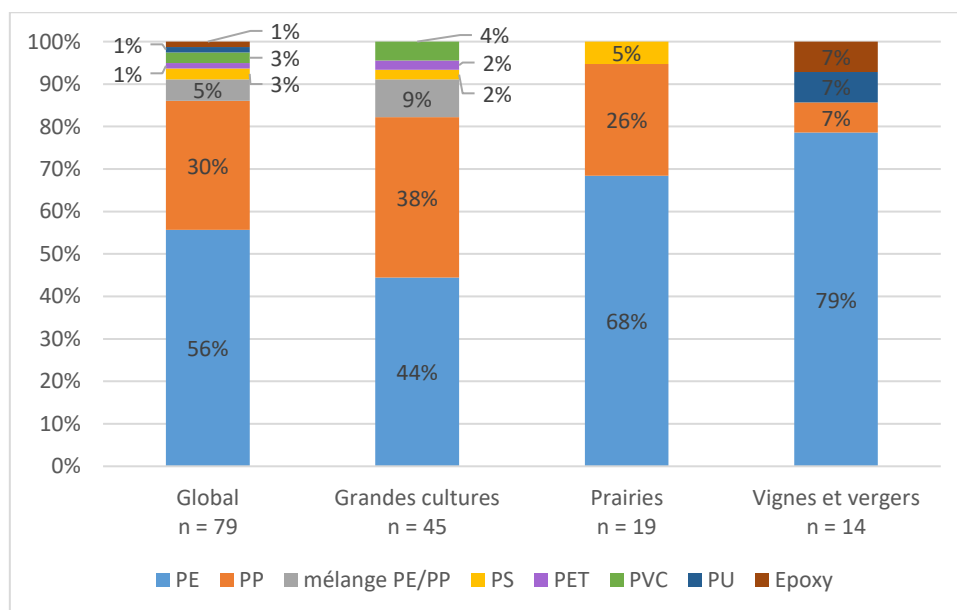


Figure 8 : Proportions des natures chimiques des microplastiques de taille [315 μm ; 5 mm] retrouvés à l'échelle globale, dans les échantillons de grandes cultures, de prairies et de vignes et vergers. Les échantillons de forêts ne

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.

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

Le diamètre de Féret médian des particules (entre 315 μm et 5 mm) était de 1 035 μm . Le minimum était de 386 μm et le maximum de 4 525 μm . La Figure 9 montre la distribution des diamètres de Féret de tous les MP analysés (> 5 mm compris). La majorité des MP (34 %) avaient un diamètre de Féret compris entre 500 μm et 1 mm.

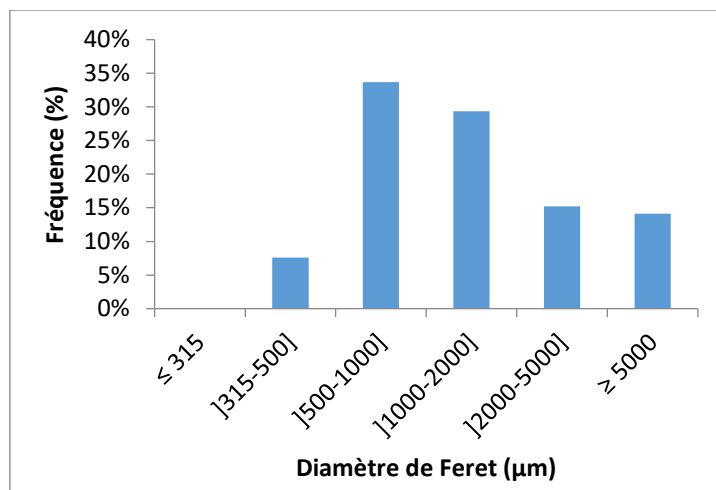


Figure 9 : Histogramme de distribution de fréquence des diamètres de Féret de tous les microplastiques extraits, tous échantillons confondus.

La surface médiane des particules (dont le diamètre de Féret était compris entre 315 μm et 5 mm) était de 0,278 mm^2 . Le minimum était de 0,048 mm^2 et le maximum de 6,538 mm^2 . La Figure 10 montre la distribution des surfaces de tous les MP analysés (Féret > 5 mm compris). La majorité des MP (55 %) avaient un diamètre de Féret inférieur ou égal à 0,500 mm^2 .

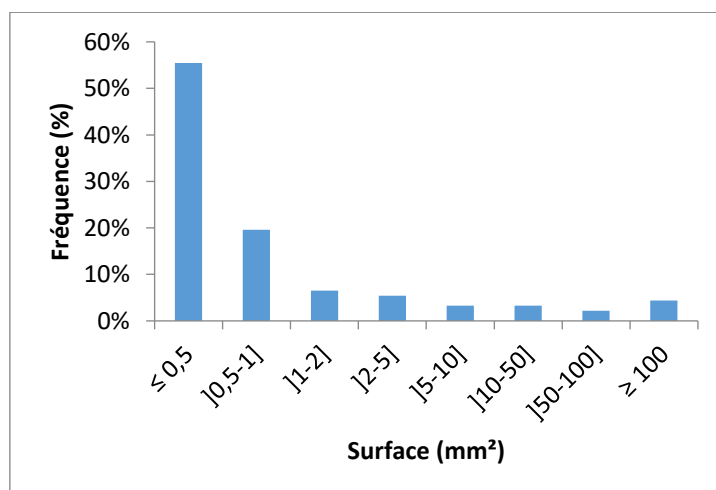


Figure 10 : Histogramme de distribution de fréquence des surfaces de tous les microplastiques extraits, tous échantillons confondus. Les mesures ont été effectuées à l'aide du logiciel de traitement d'image Fiji.

3.3. Discussion

Le projet MICROSOF 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.

3.3.1. Caractéristiques de la contamination des sols du projet MICROSOF

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 MICROSOF, 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 MICROSOF.

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 MICROSOF. Les sols considérés dans leur étude n'avaient pourtant pas non plus reçu d'apport direct de plastique à leur connaissance (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 MICROSOF.

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 MICROSOF.

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.

3.3.2. 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 demeurait 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 MICROSOF, 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 2.4). 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 MICROSOF, 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.

4. Recommandations

Grâce au travail réalisé dans le cadre du projet MICROSOF, des recommandations méthodologiques ainsi que des points de vigilance peuvent être proposés.

RECOMMANDATIONS METHODOLOGIQUES

Échantillonnage

- Préférer, dans la mesure du possible, un échantillonnage et un sous-échantillonnage composites afin d'augmenter l'homogénéité et la représentativité des échantillons.
- La quantité d'échantillons doit être supérieure à 500 g pour tenir compte de la distribution hétérogène des particules de microplastique dans le sol.
- Donner le maximum d'informations sur les sites échantillonnés : historique d'utilisation des terres, pratiques de gestion agricole, caractéristiques physico-chimiques des sols, horizon échantillonné, sources potentielles de contamination plastique à proximité (p. ex. décharges, routes, poubelles, aires de pique-nique...).
- Éviter au maximum l'emploi de plastique lors de l'échantillonnage.

Extraction

- Préciser le nombre de réplicats par échantillon.
- Valider la méthode d'extraction utilisée par un/des contrôle(s) positif(s) : appliquer le protocole sur un échantillon de sol représentatif et bien caractérisé dopé avec des MP de nature chimique et taille connues.
- Surveiller les sources potentielles de contamination : utiliser des blancs de laboratoire, maintenir les récipients couverts, éviter l'emploi de plastique (voir 2.6).
- Préciser les limites de détection associées aux méthodologies utilisées en termes de taille des microplastiques.

Caractérisation

- Pour permettre la comparaison entre les études, donner, dans la mesure du possible, les résultats en nombre et en masse de MP, ainsi que le maximum de détails sur les caractéristiques des MP (nature chimique, dimensions, etc).

POINTS DE VIGILANCE

- Selon les objectifs et contraintes de l'étude, il peut être nécessaire d'adapter les méthodologies employées (p. ex. adapter les quantités de sous-échantillons selon le seuil de détection).
- Des recherches supplémentaires sont nécessaires afin de développer des méthodes permettant d'analyser les fibres et les MP les plus petits dans des matrices aussi complexes que les sols.
- Le nombre d'échantillons analysés dans la présente étude demeure relativement faible. Il est nécessaire de poursuivre les caractérisations sur d'autres sites (notamment de prairies, vignes et vergers et forêts) afin d'infirmier, confirmer ou nuancer les conclusions de cette étude.
- Afin d'être en mesure de comparer les études, il est urgent d'harmoniser les méthodologies, au moins à l'échelle française.

5. Conclusion / 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.

6. Valorisation des résultats

PUBLICATIONS SCIENTIFIQUES

- Parues :

Bruzaud, S., Kedzierski, M., Soccalingame, L., & Palazot, M. (2020). Pollution des environnements terrestres et marins par les plastiques : Sources, impacts et solutions. *L'actualité chimique*, 456-457-458, 115-120.

- En préparation :

Palazot, M., Soccalingame, L., Yvin, M., Ciréderf-Boulant, D., Kedzierski, M., & Bruzaud, S. (2022). Contamination des sols par les plastiques et les microplastiques. *Techniques de l'ingénieur*.

COMMUNICATIONS

Palazot, M., Kedzierski, M., & Bruzaud, S. (2021). *Le projet MICROSOF : Recherche de microplastiques dans 42 sols français. 2e rencontre du GDR Polymères & océans*, en ligne, 8-11 février 2021.

Palazot, M., Kedzierski, M., & Bruzaud, S. (2021). *Le projet MICROSOF : Recherche de microplastiques dans 42 sols français. Journée technique sur les nano/microplastiques dans les milieux solides*, Lorient, 30 novembre 2021.

Palazot, M., Kedzierski, M., & Bruzaud, S. (2022). *MICROSOF project: Study of the microplastic contamination of 33 French soils. Micro 2022*, en ligne, 14-18 novembre 2022. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.23852.13444>

Palazot, M., Kedzierski, M., & Bruzaud, S. (2022). *Le projet MICROSOF : Recherche de microplastiques dans 33 sols français. Symposium « Métrologie de la pollution plastique dans le continuum terre-mer »*, Lyon, 1-2 décembre 2022.

POSTER

Palazot, M., Kedzierski, M., & Bruzaud, S. (2020). *The MICROSOF Project: Study of the microplastic contamination in soil samples from 42 different sites in France. Micro 2020*, en ligne, 23-27 novembre 2020. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.28088.57602>

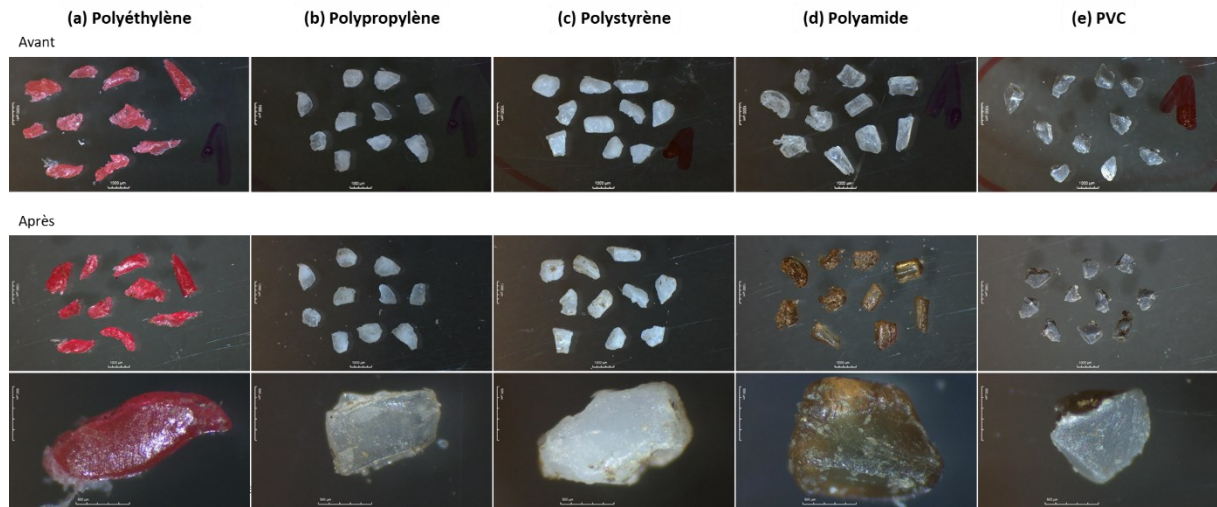
VULGARISATION SCIENTIFIQUE

Atelier sur les microplastiques durant la fête de la science (oct. 2020).

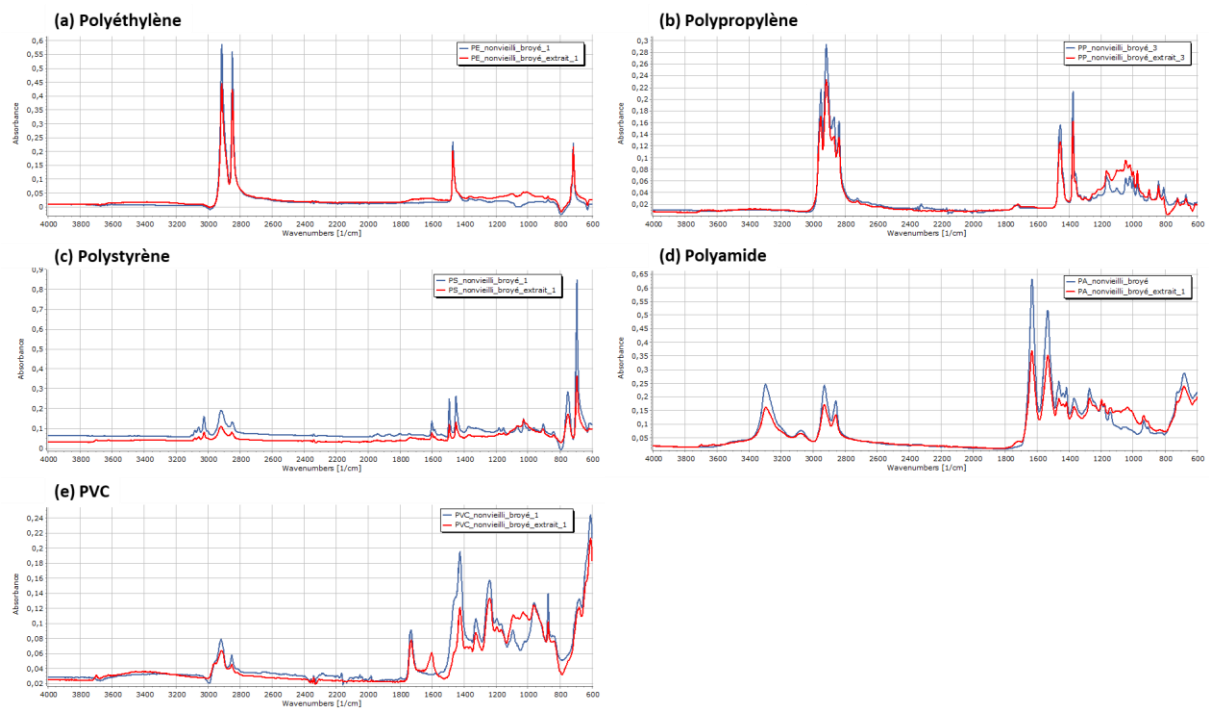
ANNEXES

Annexe 1 : Photographies prises à la loupe binoculaire (x1 et x5) de particules de PE (a), PP (b), PS (c), PA (d) et PVC (e) avant (en haut) et après (en bas) extraction. Outre une coloration des fragments de PA, des dépôts peuvent être observés sur la surface de certaines particules.	24
Annexe 2 : Spectres FTIR de particules de PE (a), PP (b), PS (c), PA (d) et PVC (e) avant (en bleu) et après (en rouge) extraction.	24
Annexe 3 : Nombre de microplastiques entre 315 µm et 5 mm détectés par échantillon (moyenne des 3 réplicats). Les résultats obtenus pour 50 g de sol sec ont été extrapolés pour obtenir les valeurs pour 1 kg de sol sec. La limite de détection de la méthode est de 0,3 MP/50g de sol sec, soit 6,7 MP/kg de sol sec. Nb : nombre, MP : microplastiques, PE : polyéthylène, PP : polypropylène, PS : polystyrène, PET : polyéthylène téréphtalate, PVC : polychlorure de vinyle, PU : polyuréthane.....	25
Annexe 4 : Résultat des enquêtes du RMQS pour chaque échantillon étudié dans le cadre du projet MICROSOF. RI: Rapport d'intervention.....	26

Annexe 1 : Photographies prises à la loupe binoculaire (x1 et x5) de particules de PE (a), PP (b), PS (c), PA (d) et PVC (e) avant (en haut) et après (en bas) extraction. Outre une coloration des fragments de PA, des dépôts peuvent être observés sur la surface de certaines particules.



Annexe 2 : Spectres FTIR de particules de PE (a), PP (b), PS (c), PA (d) et PVC (e) avant (en bleu) et après (en rouge) extraction.



Annexe 3 : Nombre de microplastiques entre 315 µm et 5 mm détectés par échantillon (moyenne des 3 réplicats). Les résultats obtenus pour 50 g de sol sec ont été extrapolés pour obtenir les valeurs pour 1 kg de sol sec. La limite de détection de la méthode est de 0,3 MP/50g de sol sec, soit 6,7 MP/kg de sol sec. Nb : nombre, MP : microplastiques, PE : polyéthylène, PP : polypropylène, PS : polystyrène, PET : polyéthylène téréphtalate, PVC : polychlorure de vinyle, PU : polyuréthane.

N° échantillon	Occupation	Nb moyen MP/50g	Nb moyen MP/kg	Nb TOTAL MP/150g	PE	PP	Mélange PE/PP	PS	PET	PVC	PU	Epoxy
64	Grandes cultures	< 0,3	< 6,7	0	-	-	-	-	-	-	-	-
83	Grandes cultures	1,0	20	3	2	1	0	0	0	0	0	0
161	Grandes cultures	0,4	8	1	1	0	0	0	0	0	0	0
224	Grandes cultures	1,0	20	3	2	0	1	0	0	0	0	0
245	Grandes cultures	< 0,3	< 6,7	0	-	-	-	-	-	-	-	-
448	Forêts	< 0,3	< 6,7	0	-	-	-	-	-	-	-	-
473	Grandes cultures	0,3	7	4	2	0	0	0	0	2	0	0
485	Grandes cultures	0,3	7	1	0	0	1	0	0	0	0	0
577	Grandes cultures	0,7	13	2	0	2	0	0	0	0	0	0
670	Grandes cultures	0,3	7	1	0	1	0	0	0	0	0	0
700	Forêts	< 0,3	< 6,7	0	-	-	-	-	-	-	-	-
724	Grandes cultures	0,7	13	2	1	1	0	0	0	0	0	0
763	Prairies	0,3	7	1	1	0	0	0	0	0	0	0
784	Grandes cultures	0,7	13	2	2	0	0	0	0	0	0	0
884	Grandes cultures	1,7	33	5	1	4	0	0	0	0	0	0
1002	Grandes cultures	< 0,3	< 6,7	0	-	-	-	-	-	-	-	-
1070	Grandes cultures	1,7	33	5	3	1	0	0	1	0	0	0
1080	Grandes cultures	1,0	20	3	3	0	0	0	0	0	0	0
1296	Prairies	1,0	20	3	1	2	0	0	0	0	0	0
1392	Grandes cultures	1,0	20	3	0	3	0	0	0	0	0	0
1475	Prairies	3,0	60	9	6	2	0	1	0	0	0	0
1580	Forêts	< 0,3	< 6,7	0	-	-	-	-	-	-	-	-
1643	Forêts	0,3	7	1	0	1	0	0	0	0	0	0
1654	Prairies	2,0	40	6	5	1	0	0	0	0	0	0

1933	Grandes cultures	0,1	2	1	0	1	0	0	0	0	0	0
1961	Vignes et vergers	< 0,3	< 6,7	0	-	-	-	-	-	-	-	-
1982	Vignes et vergers	0,3	7	1	1	0	0	0	0	0	0	0
2100	Grandes cultures	1,7	33	5	1	3	0	1	0	0	0	0
2119	Grandes cultures	0,7	13	2	2	0	0	0	0	0	0	0
2124	Vignes et vergers	4,0	80	12	10	1	0	0	0	0	0	1
2232	Vignes et vergers	0,3	7	1	0	0	0	0	0	0	1	0
10987	Grandes cultures	< 0,3	< 6,7	0	-	-	-	-	-	-	-	-
11052	Grandes cultures	0,7	13	2	0	0	2	0	0	0	0	0

Annexe 4 : Résultat des enquêtes du RMQS pour chaque échantillon étudié dans le cadre du projet MICROSOFF. RI : Rapport d'intervention.

N° site	Occupation	Année	Région	Commune	Date de prélèvement	Infos enquête RMQS1	Infos cultures RI RMQS 2	Commentaires et infos des enquêtes
64	Grandes cultures	2020	Nord-Pas-de-Calais	Couin	20/10/2020	non	moutarde + facélie	
83	Grandes cultures	2020	Picardie	Moislains	15/01/2021	non mais canal du Nord et déchetterie proches (~1km)	labouré	
161	Grandes cultures	2020	Picardie	Coivrel	21/01/2021	non	oignon	
224	Grandes cultures	2020	Normandie	Subles	05/03/2021	non, voie sncf proche	luzerne	
245	Grandes cultures	2020	Alsace-champagne-ardenne-franche-comte-lorraine	Muizon	07/07/2020	non, route nationale 600m	orge	
448	Forêts	2020	Centre	Charpont	26/05/2020		RAS	
473	Grandes cultures	2020	Alsace-champagne-ardenne-franche-comte-lorraine	Gogney	05/10/2020	non, RN strasbourg à 100m	culture récoltée	
485	Grandes cultures	2020	Bretagne	Plourac'h	25/02/2021	non	prairie temporaire	
577	Grandes cultures	2020	Alsace-Champagne-Ardenne	Echemines	17/08/2020	non	semi d'un couvert après blé	

			franche-comte-lorraine					
670	Grandes cultures	2020	Bretagne	Cornille	12/10/2020	non	chaume de maïs, résidus maïs grain	agriculture intensive (rmqs1)
700	Forêts	2020	Alsace-Champagne-Ardenne-franche-comte-lorraine	Chaumont	19/10/2020		RAS	
724	Grandes cultures devenu forêt	2020	Bretagne	Mernel	07/09/2020	non	saulaie depuis 10-15 ans (passage RMQS1 en 2005), sol très humide convergence de flux d'eau	
763	Prairies	2020	Alsace-Champagne-Ardenne-franche-comte-lorraine	Fougerolles	30/06/2020	non, RN à 300m	RAS	
784	Grandes cultures	2020	Pays-de-la-Loire	Mee	05/10/2020	non	colza (repousses)	
884	Grandes cultures	2020	Pays-de-la-Loire	Blain	10/06/2020	Non, RN proche	prairie temporaire	
1002	Grandes cultures	2020	Centre	Herry	24/03/2021	non	labouré	
1070	Grandes cultures	2020	Pays-de-la-Loire	Mormais	09/06/2020	non, agglo 1km	prairie temporaire	
1080	Grandes cultures devenu prairie	2020	Aquitaine-limousin-Poitou-Charentes	Ormes	26/11/2020	non	prairie permanente depuis 2009	RAS
1296	Prairies	2020	Aquitaine-limousin-Poitou-Charentes	Domeyro	04/11/2020	non, contamination du site lié à la mine d'uranium proche	RAS	fauchage en mai, en balle ronde
1392	Grandes cultures	2020	Rhône-Alpes-Île-de-France-auvergne	Reyrieux	20/01/2021	non, zone industrielle à 1km	orge	
1475	Prairies	2020	Rhône-Alpes-Île-de-France-auvergne	Frontonas	21/01/2021	non	RAS	
1580	Forêts	2020	Aquitaine-limousin-Poitou-Charentes	Hautefort	20/01/2021		RAS	
1643	Forêts	2020	Rhône-Alpes-Île-de-France-auvergne	Villard-de-lans	10/07/2020		RAS	
1654	Prairies	2020	Aquitaine-limousin-Poitou-Charentes	Ambares-et-lagrange	28/05/2020	non, voie rapide à 1km, zone industrielle à 800m	prairie temporaire (pâturage cheval)	RAS

1933	Grandes cultures devenue prairie (2009)	2020	Paca-Languedoc-Roussillon	Plantiers	20/10/2020	non	prairie permanente depuis 2009	RAS
1961	Vignes et vergers devenu prairie (<2017)	2020	Aquitaine-limousin-Poitou-Charentes	Cazaubon	02/03/2021	non, usine à 1km, routes proches	prairie semi-naturelle	RAS
1982	Vignes et vergers	2021	Paca-Languedoc-Roussillon	Aigremont				
2100	Grandes cultures	2020	Aquitaine-limousin-Poitou-Charentes	Saint-justin	27/01/2021	non, RD 150m	friche, labour 2 ans	
2119	Grandes cultures	2020	Midi-Pyrénées-Languedoc-Roussillon	Villeneuve-les-maguelone	22/03/2021	non, à côté parking plage naturiste, proche Montpellier	friche, nombreux déchets au sol (papiers, canettes, déjections)	
2124	Vignes et vergers	2020	Paca-Languedoc-Roussillon	Saint-martin-de-crau	08/12/2020	non, RN 1km, usine chimique 3km, dépôt pétrolier 4km	verger de pêches, repos hivernal. Broyage de branches dans l'inter-rang	désherbage chimique dans le rang
2232	Vignes et vergers devenu friche	2020	Midi-Pyrénées-Languedoc-Roussillon	Saint-laurent-de-lacabrerisse	01/07/2020	non	friche, dessouchage des vignes	
10987	Grandes cultures	2020	Pays-de-la-Loire	Meigne	04/01/2021	non	chaumes de chanvre	
11052	Grandes cultures	2020	Bourgogne	Lavault-de-fretoy	12/11/2020		prairie temporaire	

RÉFÉRENCES 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., DeFrono, H., Deshpande, A. D., Hemabessiere, L., Lee, E., Mill, L., Munno, K., Ossmann, B. E., Pittroff, M., Rochman, C., Sarau, G., Tarby, S., & Pimpke, 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>
- Horton, A. A., Walton, A., Spurgeon, D. J., Lahive, E., & Svendsen, C. (2017). Microplastics in freshwater and terrestrial environments: Evaluating the current understanding to identify the knowledge gaps and future research priorities. *Science of The Total Environment*, 586, 127-141. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.01.190>
- 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>
- Minasny, B., & McBratney, A. B. (2006). A conditioned Latin hypercube method for sampling in the presence of ancillary information. *Computers & Geosciences*, 32(9), 1378-1388. <https://doi.org/10.1016/j.cageo.2005.12.009>
- 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., & Wiggin, 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>
- Ranneklev, S. B., Hurley, R., Bråte, I. L. N., & Vogelsang, C. (2019). *Plast i landbruket: Kilder, massebalanse og spredning til lokale* (p. 55).
- 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>
- Wasson, J., Chandesris, A., Pella, H., & Blanc, L. (2004). Les hydro-écorégions: Une approche fonctionnelle de la typologie des rivières pour la Directive cadre européenne sur l'eau. *Ingénieries*, 4, 3-10.
- 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>

INDEX DES TABLEAUX ET FIGURES

TABLEAUX

Tableau 1: Quantités de microplastiques de taille $[315 \mu\text{m}; 5 \text{mm}[$ 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.....13

FIGURES

Figure 1: Localisation des sites d'échantillonnage des sols analysés dans le cadre du projet MICROSOF. ..6
Figure 2: Répartition des 2240 sites du RMQS. Source : Manuel du RMQS [13].....8
Figure 3: Dispositif d'échantillonnage RMQS [13]. Les cercles verts correspondent aux placettes échantillonnées lors de la seconde campagne (2016 – 2027).....9
Figure 4: Principales étapes du protocole d'extraction de microplastiques appliqué sur les échantillons de sol du projet MICROSOF. Tailles des particules étudiées : $[315 \mu\text{m}; 5 \text{mm}[$ 11
Figure 5: Étapes de caractérisation et de quantification des microplastiques extraits. Tailles des particules étudiées : $[315 \mu\text{m}; 5 \text{mm}[$ 12
Figure 6: 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..... 14
Figure 7: Abondance en nombre de microplastiques de taille $[315 \mu\text{m}; 5 \text{mm}[$ pour les différents sites d'échantillonnage du projet MICROSOF. 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. 15
Figure 8: 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. 15
Figure 9: Histogramme de distribution de fréquence des diamètres de Féret de tous les microplastiques extraits, tous échantillons confondus. 16
Figure 10: Histogramme de distribution de fréquence des surfaces de tous les microplastiques extraits, tous échantillons confondus. Les mesures ont été effectuées à l'aide du logiciel Fiji. 16

SIGLES ET ACRONYMES

ADEME	Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie
Anses	Agence nationale de sécurité sanitaire
INRAe	Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement
IRDL	Institut de Recherche Dupuy de Lôme
RMQS	Réseau de Mesure de la Qualité des Sols

L'ADEME EN BREF

À l'ADEME - l'Agence de la transition écologique -, nous sommes résolument engagés dans la lutte contre le réchauffement climatique et la dégradation des ressources.

Sur tous les fronts, nous mobilisons les citoyens, les acteurs économiques et les territoires, leur donnons les moyens de progresser vers une société économe en ressources, plus sobre en carbone, plus juste et harmonieuse.

Dans tous les domaines - énergie, économie circulaire, alimentation, mobilité, qualité de l'air, adaptation au changement climatique, sols... - nous conseillons, facilitons et aidons au financement de nombreux projets, de la recherche jusqu'au partage des solutions.

À tous les niveaux, nous mettons nos capacités d'expertise et de prospective au service des politiques publiques.

L'ADEME est un établissement public sous la tutelle du ministère de la Transition écologique et du ministère de l'Enseignement supérieur, de la Recherche et de l'Innovation.

LES COLLECTIONS DE L'ADEME



FAITS ET CHIFFRES

L'ADEME référent : Elle fournit des analyses objectives à partir d'indicateurs chiffrés régulièrement mis à jour.



CLÉS POUR AGIR

L'ADEME facilitateur : Elle élabore des guides pratiques pour aider les acteurs à mettre en œuvre leurs projets de façon méthodique et/ou en conformité avec la réglementation.



ILS L'ONT FAIT

L'ADEME catalyseur : Les acteurs témoignent de leurs expériences et partagent leur savoir-faire.



EXPERTISES

L'ADEME expert : Elle rend compte des résultats de recherches, études et réalisations collectives menées sous son regard.



HORIZONS

L'ADEME tournée vers l'avenir : Elle propose une vision prospective et réaliste des enjeux de la transition énergétique et écologique, pour un futur désirable à construire ensemble.

Projet MICROSOF : Recherche de microplastiques dans 33 sols français

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 MICROSOF vise 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) dans des quantités variant entre < 0,3 et 4,0 MP/50g (sol sec). La majorité des échantillons de sol de grandes cultures (17/21 sites), prairies (4/4 sites) et vignes et vergers (3/4 sites) étaient contaminés, contre un seul échantillon de forêt (1/4 sites). 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.

Essentiel à retenir

- Le projet MICROSOF vise à établir les premières références nationales sur la contamination des sols français par les MP.
- 33 échantillons de sols soumis à différentes utilisations (notamment agricoles) et n'ayant pas reçu d'apport directs de plastiques par les biais d'applications de boues ou de paillage ont été analysés.
- 76 % des échantillons analysés contenaient des microplastiques.
- 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.

