

MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DES MICROPLASTIQUES DANS L'ENVIRONNEMENT

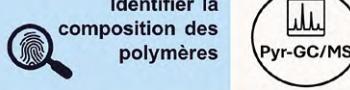
(SOLS, AIR ET EAUX)

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA MÉTHODOLOGIE

Cette fiche présente des méthodes de caractérisation d'une pollution par les microplastiques dans les matrices sols, sédiments, air ambiant, eaux de surface et souterraines. Elle présente comment échantillonner, préparer et analyser les microplastiques selon les objectifs de l'étude. Les microplastiques désignent les particules de matière plastique de taille inférieure à 5 mm, issues soit de la fragmentation de déchets plastiques plus gros par abrasion, ou oxydation (**microplastiques dits non intentionnels ou secondaires**), soit ajoutées intentionnellement à des produits (**microplastiques dits intentionnels ou primaires**, ex. : microparticules utilisées pour les produits cosmétiques, Granulés plastiques industriels (GPI)).

Ces microplastiques sont présents de manière ubiquitaire dans tous les compartiments de l'environnement, mais les sols sont le principal réservoir de plastique. Parmi les principales sources d'émission citons l'abrasion des peintures des navires, des pneus, des fuites de GPI, des microfibres textiles, de la fragmentation des macrodéchets plastiques, à l'usure des géotextiles. Les sols alimentent les eaux de surface et souterraines d'un flux irrégulier de microplastiques, dépendant des conditions climatiques, des usages des sols et de la présence de sources d'émission ponctuelles (décharges historiques, routes, industries).

La caractérisation des microplastiques permet de mieux comprendre leur présence, leur source et d'évaluer leurs impacts sur la santé humaine, les écosystèmes et l'usage futur des sols. Elle permet d'anticiper les risques, de documenter l'état des milieux et d'orienter les stratégies

	Toutes tailles	$\geq 20 \mu\text{m}$	$\leq 20 \mu\text{m}$
Quantifier la pollution en masse de microplastiques par masse/volume d'échantillon			
Compter les particules (nombre de particules par unité de surface)		 IR	 μ-RAMAN
Identifier la composition des polymères		 IR	 μ-RAMAN
Identifier la composition des additifs organiques associés aux microplastiques			

Pyr-GC/MS : Pyrolyse couplée à la spectrométrie de masse. FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

Méthodes d'analyse à mettre en œuvre selon l'objectif et la taille des particules ciblées.

de réhabilitation dans des contextes de sites agricoles, zones sensibles, reconversions d'usage ou présence suspectée de sources plastiques (boues, décharges, etc.). À noter qu'il n'existe aucune méthodologie harmonisée pour l'échantillonnage, la préparation et l'analyse des microplastiques. En 2023, une norme ISO [1] a été publiée, décrivant les différentes techniques d'analyses pour toutes les matrices environnementales, ainsi qu'une norme AFNOR [2] qui détaille l'analyse par spectrométrie vibrationnelle (FTIR, Raman) pour les eaux de consommation et les eaux souterraines.

CONTEXTE D'UTILISATION

Ces méthodes sont principalement appliquées sur des sites agricoles (ex. : amendés avec composts ou boues), des friches industrielles, ou des sols urbains soumis à de forts apports diffus de microplastiques (apports atmosphériques, poussières, ruissellement, etc.) ou lors de la phase de travaux pour anticiper la gestion des terres excavées.

À quelle étape ?

Ces méthodes sont souvent intégrées dans des projets expérimentaux ou des études de faisabilité pour tester

des technologies de dépollution innovantes, notamment des sédiments, des sols agricoles ou urbains. Elles peuvent intervenir dans des contextes de diagnostic environnemental, de surveillance, ou pour évaluer l'efficacité de mesures de dépollution. Ces méthodes sont pertinentes lorsque les problématiques soulevées incluent la traçabilité des sources de microplastiques, leur persistance dans les sols, leurs interactions avec les organismes vivants (notamment les vers de terre), et leur transfert vers les eaux souterraines ou les cultures.

POLLUANTS CONCERNÉS

Cette méthodologie concerne l'ensemble des microplastiques. Les microplastiques comprennent différents types de particules

de polymères (polyéthylène, polypropylène, polychlorure de vinyle, etc.) dont la taille est comprise entre 1 µm et 5 mm.

MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DES MICROPLASTIQUES DANS L'ENVIRONNEMENT

Ils sont caractérisés par différentes morphologies : granulés, sphères, fibres... Ils se composent d'un ou plusieurs **polymères** auxquels sont ajoutés des **additifs dont certains** sont des

perturbateurs endocriniens potentiels (ex. : phtalates, bisphénol A).

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel utilisé pour l'échantillonnage **dépend des caractéristiques du site** (surface, matrices à échantillonner) et de la taille des particules recherchées. Le tableau ci-dessous détaille les équipements à utiliser pour chaque matrice et le type d'échantillon collecté (brut, intégré dans le temps, par surface, etc.). Le matériel de prélèvement doit être en **acier**

inoxydable ou en **matériaux inertes** et les équipements de protection individuelle du personnel de terrain en coton ou cuir pour éviter toute contamination plastique. Le stockage est réalisé dans des contenants propres, en verre ou en métal, hermétiquement fermés à l'abri de la lumière pour préserver l'intégrité des échantillons.

TYPES D'OUTILS	MATRICES ENVIRONNEMENTALES				
	Sols	Sédiment	Eaux de surface	Eaux souterraines	Air ambiant
Manuels	Tarière ou carottier métallique à main Pelle et truelle sans peinture (de 10 à 300 € pour l'achat du matériel réutilisable) : obtention d'un échantillon brut.	Carottier métallique à main, piège à sédiment (150 à 300 € selon les modèles à l'achat) : obtention d'un échantillon intégré dans le temps.	Filet manta (100* 30 cm, maille 330 ou 80 µm), circulaire (25 cm de diamètre, maille 300 µm) ou de type double neuston avec bouées latérales (maille 335 µm) (1200 à 4000 € à l'achat selon le modèle) et cadre en aluminium anodisé : obtention d'un échantillon intégré sur la surface de prélèvement.	Échantilleur type Bailer inox* (de 250 à 600 € à l'achat et réutilisable) : obtention d'un échantillon brut.	Dispositif passif (type Jauge Owen) ; exposition 2 semaines minimum (50 à 100 €/jour pour la location) : obtention d'un échantillon intégré sur la période d'exposition.
Mécaniques	Pelle ou tarière mécanique sans peinture (location de 80 à 600 €/jour selon les modèles) : obtention d'un échantillon brut.	Beine, graber métallique (500 à 900 € selon les modèles à l'achat, location de 100 à 300 €/jour) : obtention d'un échantillon brut.	Pompes inox (location de 100 à 150 €/jour, achat : 650 €) : obtention d'un échantillon brut.	Pompes inox (location de 100 à 150 €/jour) : obtention d'un échantillon brut.	Pompe à air et filtres (exposition minimale de 4h; 50 à 100 € de location/jour, 1 à 8 € les filtres consommables) : obtention d'un échantillon intégré sur la période d'exposition.
Protection individuelle	Vêtement couvrant en matière naturelle, gants en cuir ou coton au-dessus des gants de protection, sur-chausses et charlotte pour le casque en fibres naturelles.				

Matériel utilisé et coûts pour le prélèvement des échantillons.

MÉTHODOLOGIE

La méthodologie à mettre en œuvre dépend des objectifs de l'étude, de la taille des microplastiques à cibler et des matrices à investiguer.

Échantillonnage

Les échantillons prélevés doivent être comparés avec **un environnement local témoin ou à des points de référence** prélevés dans des zones de nature proche de celle du site n'ayant pas connues d'activité.

Afin de ne pas **contaminer les échantillons** avec le plastique présent sur les opérateurs et le matériel sur place, le matériel en métal, verre ou bois sans peinture (y compris pour les manches des ustensiles) doit être privilégié. Les outils doivent être nettoyés entre chaque prélèvement avec un torchon en fibres naturelles. Le flaconnage utilisé doit être conditionné par un laboratoire spécialisé prenant en compte les mesures de

prévention (verre passé au four à haute température, bouchon en plastique isolé du flacon par un film aluminium, etc.).

Des **blancs de terrain et de contamination atmosphérique** (flacon en verre rempli d'eau filtrée, ouvert durant l'échantillonnage et refermé en même temps que le flacon contenant l'échantillon) doivent être réalisés pour une meilleure prise en compte de la contamination croisée.

Pour les matrices solides (sols, boues, composts, etc.), la masse minimale des échantillons à analyser et donc à échantillonner est de 1-10 g pour les petits micros et nanoplastiques < 25 µm, 10-50 g pour les microplastiques (25 µm - 1 mm), 300-1000 g pour les grands microplastiques (1 - 5 mm). Le prélèvement d'**échantillons composites**, la réalisation de **triplicats ou l'homogénéisation mécanique** des échantillons avant sous-échantillonnage sont recommandés (avec un mode opératoire excluant l'utilisation de matériel en plastique).

Préparation des échantillons

La préparation dépend des matrices et des techniques d'analyse. De manière générale, les échantillons ne doivent pas être séchés à plus de 50 °C car certains types de microplastiques sont sensibles à la chaleur et peuvent subir des altérations physiques ou chimiques. La préparation des matrices solides devra passer par une **étape de digestion de la matière organique** puis une **phase de séparation** des microplastiques par densimétrie (flottation) pour les séparer des autres particules. La densité de la solution utilisée pour la phase de séparation densimétrique peut avoir un impact sur la nature des polymères détectés par la suite (ex du polychlorure de vinyle qui présente une densité élevée).

Pour les échantillons d'air et d'eau, si un tamisage est réalisé, il est important que la taille de coupure soit indiquée. Dans le cas où une séparation densimétrique est réalisée, la densité de la solution doit également être précisée. L'eau sera ensuite filtrée sur des filtres ou supports avec de nature et de tailles des pores qui seront précisées (souvent 2 à 2,7 µm) ou des membranes anodisées (diamètre de pores 2 µm) qui pourront ensuite être utilisées en Raman ou FTIR (plusieurs types de filtres disponibles).

Lorsque des doutes sur la **présence d'amiante dans les sols** sont identifiés, une première analyse pour **déetecter la présence d'amiante est nécessaire**. Il faudra mener un diagnostic amiante

au préalable et prévenir systématiquement le laboratoire en cas de présence avérée d'amiante sur site et appliquer les protocoles de sécurité correspondants.

Analyses

Les méthodes d'analyses sont à sélectionner ou à combiner en fonction des objectifs de l'étude et de la taille des fractions de particules ciblées qui doivent être spécifiés sur le bordereau d'analyse. Le laboratoire devra porter une attention particulière à la **prévention de la contamination croisée au sein de ses locaux**, en réalisant des **blancs de manipulation**. Selon la méthode utilisée, le résultat peut s'exprimer en masse de microplastiques par volume ou masse d'échantillons, en nombre de particules par unité de surface ou sous la forme d'une liste des polymères présents ou des substances qui y sont associées.

Points de vigilance

- *La taille des microplastiques analysables dépend des méthodes d'analyse, de la préparation des échantillons,*
- *Des matériaux inertes (verre, inox, PTFE) doivent être utilisés lors du prélèvement et du stockage (risque de contamination),*
- *Des blancs de terrain et de laboratoire doivent être réalisés (correction des résultats en cas de contamination croisée),*
- *Une analyse pour détecter la présence d'amiante est nécessaire lorsque des doutes sur la présence d'amiante sont identifiés.*

TECHNIQUE D'ANALYSE	MATRICE	TAILLE CIBLÉE (µM)	COÛT/ECH. (€)	PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS	AVANTAGES	INCONVÉNIENTS
μ -Raman	Eaux	1 à 100	300-450	Filtration de 0,5 à 5 litres d'eau, rinçage sur membrane, dépôt direct sur lame ou porte-filtre.	Technique non-destructive, Très sensible pour identifier les particules <20 µm. Idéal pour les études de pollution de matrices complexes.	Risque de fluorescence pour les matrices riches en matière organique. Base de données spectrales incomplète pour identifier certains polymères.
	Solides (sols, composts, boues, filtres)		400-550	Séchage à l'air libre sous hotte ou à 40°C en étuve (24 à 72h), tamisage (souvent <5 mm), digestion organique (H ₂ O ₂ ou Fenton), flottation (tri densimétrique), filtration sur membrane, dépôt sur lame ou porte-filtre (de 1 à 10 g secs nécessaires).		
FTIR	Eaux	20 à 5000	250-400	Filtration de 0,5 à 10 litres d'eau sur membrane IR (ex : ZnSe, PTFE), séchage à l'air ou à 40°C	Technique non destructrice. A privilégier en phase de diagnostic.	Pas efficace pour les particules <20 µm et les polymères translucides.
	Solides (sols, composts, boues) et filtres de prélèvement d'air ambiant		350-450	Séchage à l'air libre sous hotte ou à 40°C en étuve (24 à 72h), tamisage (souvent <5 mm), digestion organique (H ₂ O ₂ ou Fenton), flottation (tri densimétrique), filtration sur membrane adaptée, dépôt sur membrane IR. Nécessite 5 à 20 g secs.	Fournit des informations granulométriques (comptage, répartition en taille). Entre 30 et 40 polymères identifiables. Idéal pour les études de suivi de la pollution diffuse.	Risque de fluorescence pour les matrices riches en matière organique. Extrapolation approximative de la masse de microplastiques/ ech.
Pyr-GC/MS	Eaux	Toutes les tailles	600-800	Filtration sur membrane de 1 à 20 litres (0,45 à 5 µm selon les tailles des particules ciblées), séchage des particules extraites (12 à 24h sous étuve à 50°C), broyage (< 1 mm), homogénéisation, pesée (nécessite 1 à 10 mg secs), encapsulation.	Obtention d'une masse totale de polymères par échantillon. Temps de préparation court, Peu sensible à la présence de matière organique. Idéal pour déterminer la signature chimique globale du site, et étudier la dégradation des plastiques.	Technique destructive. Ne fournit pas d'informations granulométriques (ni comptage, ni répartition en taille ou forme) et demande une expertise analytique poussée.
	Solides (sols, composts, boues) et filtres de prélèvement d'air ambiant			Séchage de 5 à 10 mg (12 à 24h sous étuve à 50°C), broyage (< 1 mm), homogénéisation, pesée, encapsulation.	Technique à privilégier en phase travaux dans une approche de suivi de chantier.	Seulement 10 à 15 polymères sont identifiables selon les laboratoires.

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier. Pyr-GC/MS : Pyrolyse couplée à la spectrométrie de masse.

Avantages, inconvenients et préparation des échantillons à appliquer pour chaque type d'analyse selon la matrice ciblée.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Acquisition des données

- Différentes techniques d'analyse possibles selon les objectifs et la taille des particules ciblées,
- Mise en œuvre simple,
- Techniques d'analyse abouties et complémentaires (masse et quantité).

INCONVÉNIENTS

Acquisition de données

- Risque élevé de contamination croisée des échantillons,
- Temps d'analyse long et coûts d'analyse élevés,
- Diagnostic amiante à mener lorsque la présence d'amiante est supposée ou avérée,
- Pas de méthodologie d'échantillonnage normalisée.

Interprétation

- Comparaison difficile des résultats entre les techniques d'analyse,
- Peu de recommandations sur la prise en compte des blancs de terrain dans l'analyse,
- Pas de valeurs de référence sur les concentrations en microplastiques des matrices.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés ou en cours de développement, technique peu utilisée sur le terrain

Les deux points d'attention relevés concernent l'**absence d'une méthodologie harmonisée toutes matrices confondues**, ainsi que l'équilibre à trouver entre le **besoin d'acquisition de données** et les **contraintes opérationnelles** liées au travail de terrain.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Compter entre **un jour et une semaine pour l'échantillonnage** des différentes matrices en fonction du nombre d'échantillons prélevés, et de la surface à investiguer. La durée totale d'acquisition de la donnée dépend de la disponibilité des laboratoires d'analyse et du pré-traitement nécessaire des échantillons qui peut s'avérer long. Il faut compter entre **3 et 10 jours pour la préparation des échantillons et l'analyse et plusieurs semaines pour l'interprétation**. Un **délai moyen d'un mois** est donc généralement nécessaire pour obtenir un

résultat. Certains laboratoires travaillent sur des méthodes de préparation et d'analyse plus rapides, mais moins précises (classes de tailles supérieures et types de polymères restreints).

PHASE	INVESTIGATIONS	ANALYSE ET INTERPRÉTATION
Délai associé		

: jour / : semaine / : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Compter entre **50 et 500 € par échantillon pour l'échantillonnage** selon la matrice et les conditions d'accès au site. La préparation et **l'analyse** d'un échantillon **coûtent en moyenne de 350 à 850 €**. À cela il faudra ajouter l'interprétation des résultats et la rédaction du rapport (entre 5 000 et 10 000 € en moyenne).

PHASE	INVESTIGATIONS	ANALYSE ET INTERPRÉTATION
Cout associé	€€€	€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] ISO 24187:2023 *Principes d'analyse des microplastiques présents dans l'environnement*

[2] XP T90-968-1 - *Qualité de l'eau - Analyse des Microplastiques dans les eaux de consommation humaine et les eaux souterraines - Partie 1 : méthodes utilisant la spectroscopie vibrationnelle*

[3] European Commission : Directorate-General for Environment. 2023. *Action de l'Union européenne contre les microplastiques*

[4] Palazot M., Froger C., Kedzierski M., ADEME (2023). *Projet MICROSOF : Recherche de microplastiques dans 33 sols français*

[5] Appel à projets de recherche sur les microplastiques continentaux : quatre projets retenus pour mieux connaître les contaminations environnementales (2023)

[6] GESAMP (2019). *Guidelines for the monitoring and assessment of plastic*

[7] Preventing Plastic Pollution INTERREG project (2023). *Guide d'une approche standardisée pour mesurer et identifier la pollution par les plastiques. 38p.*