

Analyse des microplastiques dans les sédiments de la Seine

Développement d'une méthode de quantification par Pyr-GC/MS

Nadia Bouzid

Encadrement : Bruno Tassin, Johnny Gasperi, Rachid Dris



Sedi-PLAST

MP dans les sédiments continentaux et les archives sédimentaires (Seine, Loire, Rhône)

Influence des processus hydro-sédimentaires sur la contamination par les microplastiques ?

Objectifs de la thèse

1. Suivi environnemental de la contamination des sédiments par les MP

Fréquence de connexion à la rivière \Rightarrow impact des événements de crue ?

2. Développements méthodologiques

- Prétraitement des échantillons avant analyse
- Analyse en Pyr-GC/MS
 - Microspectroscopie IRTF : limite de taille à 25 μm
 - Pyr-GC/MS : **quantification massique sans limite de taille**

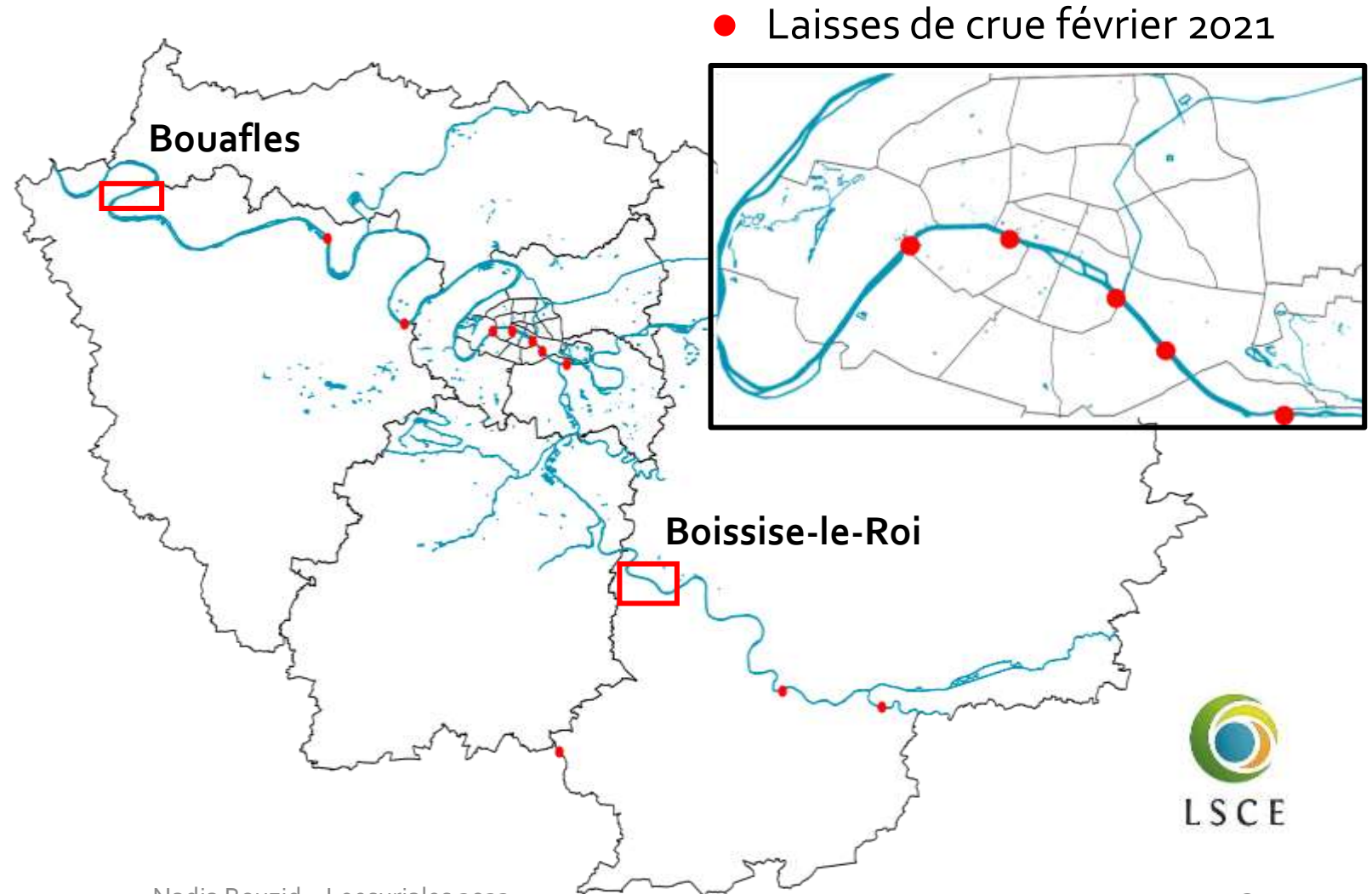


Carotte sédimentaire (Bouafles)

Campagnes d'échantillonnage

Prélèvement de sédiments de surface et laisses de crue à l'amont et aval de l'agglomération parisienne

- Analyse des MP
- Age et origine sédimentaire
- environnements de dépôt
- Granulométrie, carbone organique total



Modélisation des origines sédimentaires

Mesure du césium-137, du plomb-210 et du béryllium-7

Le Gall et al. 2018 : approche utilisée pour l'étude du transport de la contamination métallique de la crue de juin 2016

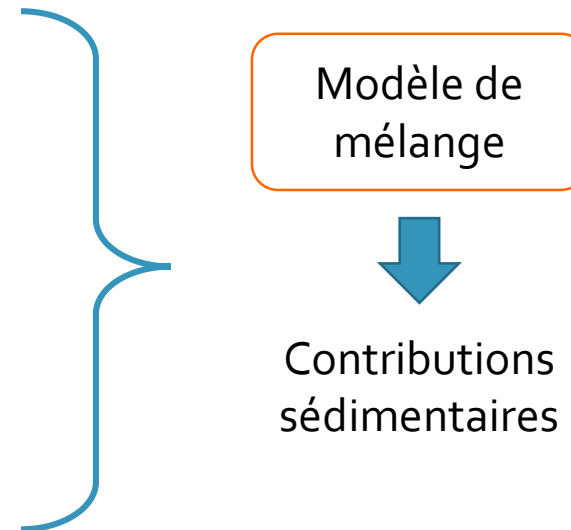
Surface/Subsurface

Surface \Rightarrow sédiments enrichis en ^{137}Cs et ^{210}Pb

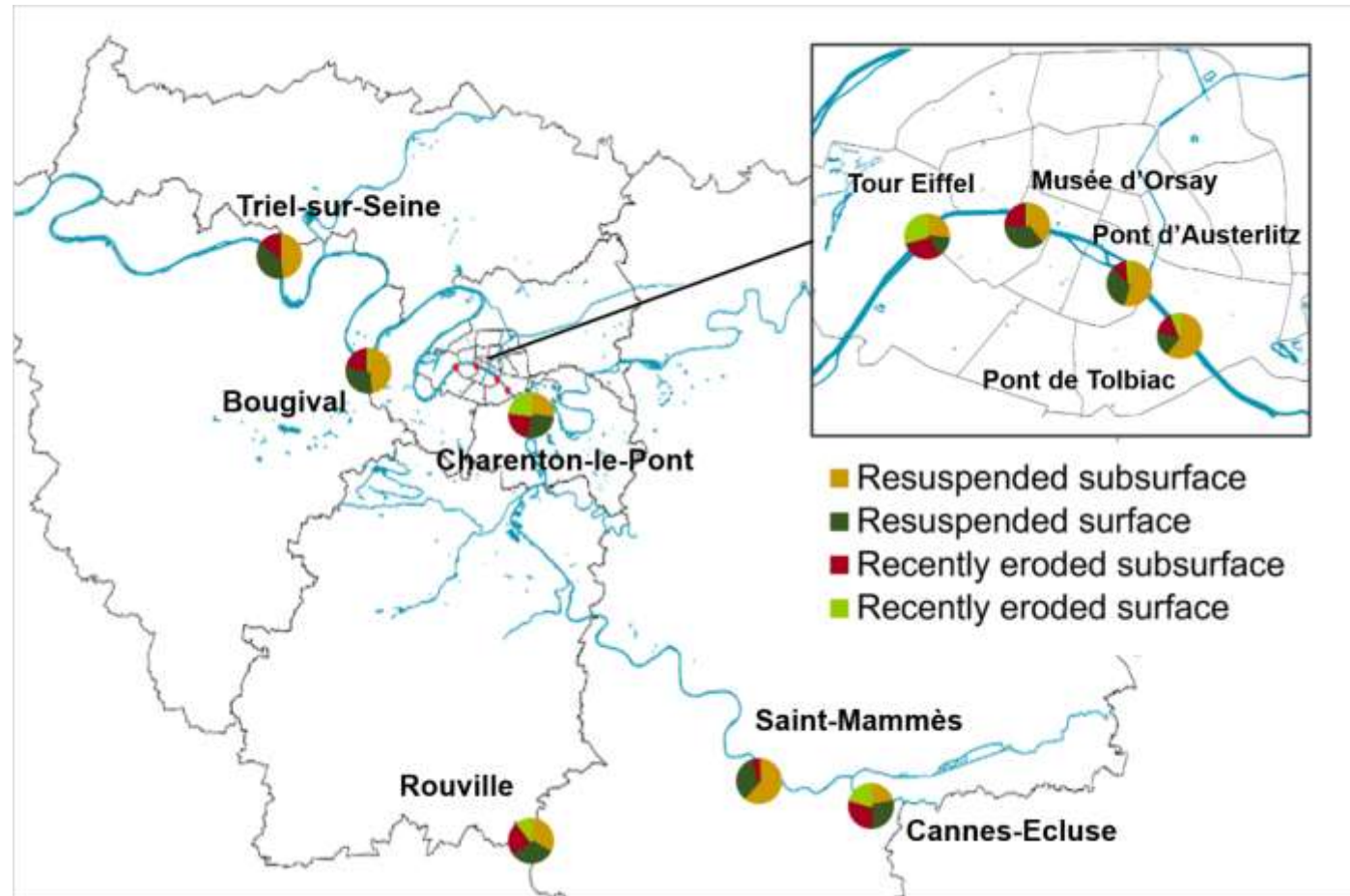
Récemment érodé/remis en suspension

Récent \Rightarrow marqué au ^7Be

Ancient \Rightarrow appauvri en ^7Be



Sources sédimentaires de la crue de Février 2021



10 échantillons

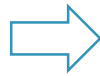
Relation entre origine sédimentaire et contamination par les MP ?

Prétraitement des échantillons

Homogénéisation

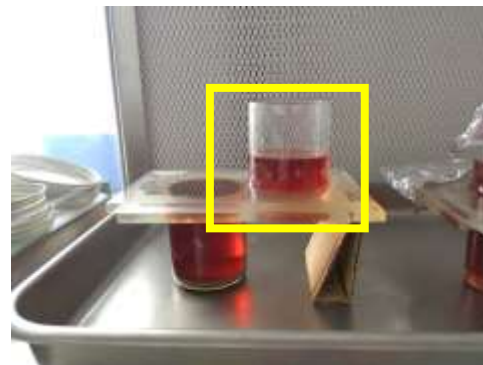


10 g de sédiment sec



Elimination de la fraction minérale

Séparation par densité

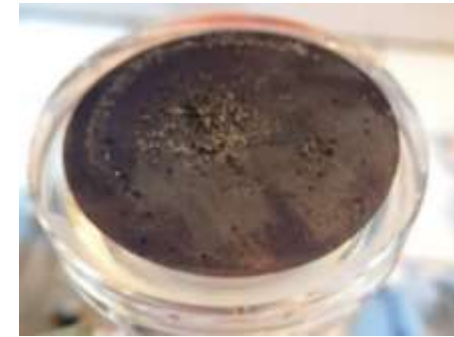


Surnageant tamisé à 500 µm et filtré à 10 µm



Dispositif de séparation
Nakajima et al. 2019

Elimination de la matière organique



Digestion
 H_2O_2



Filtration sur *anodisc*

Analyse
IRTF



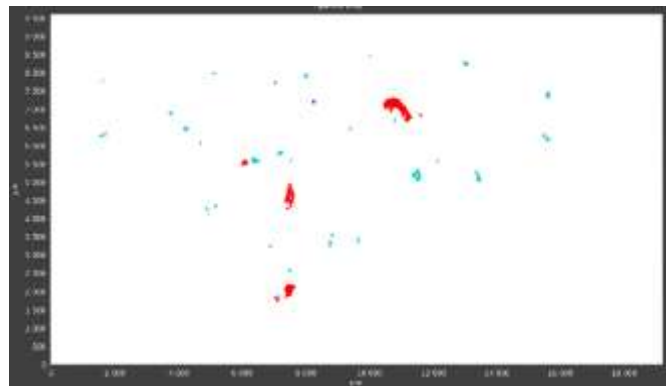
Analyse en spectroscopie IRTF



Cartographie pixel de résolution de 25 μm

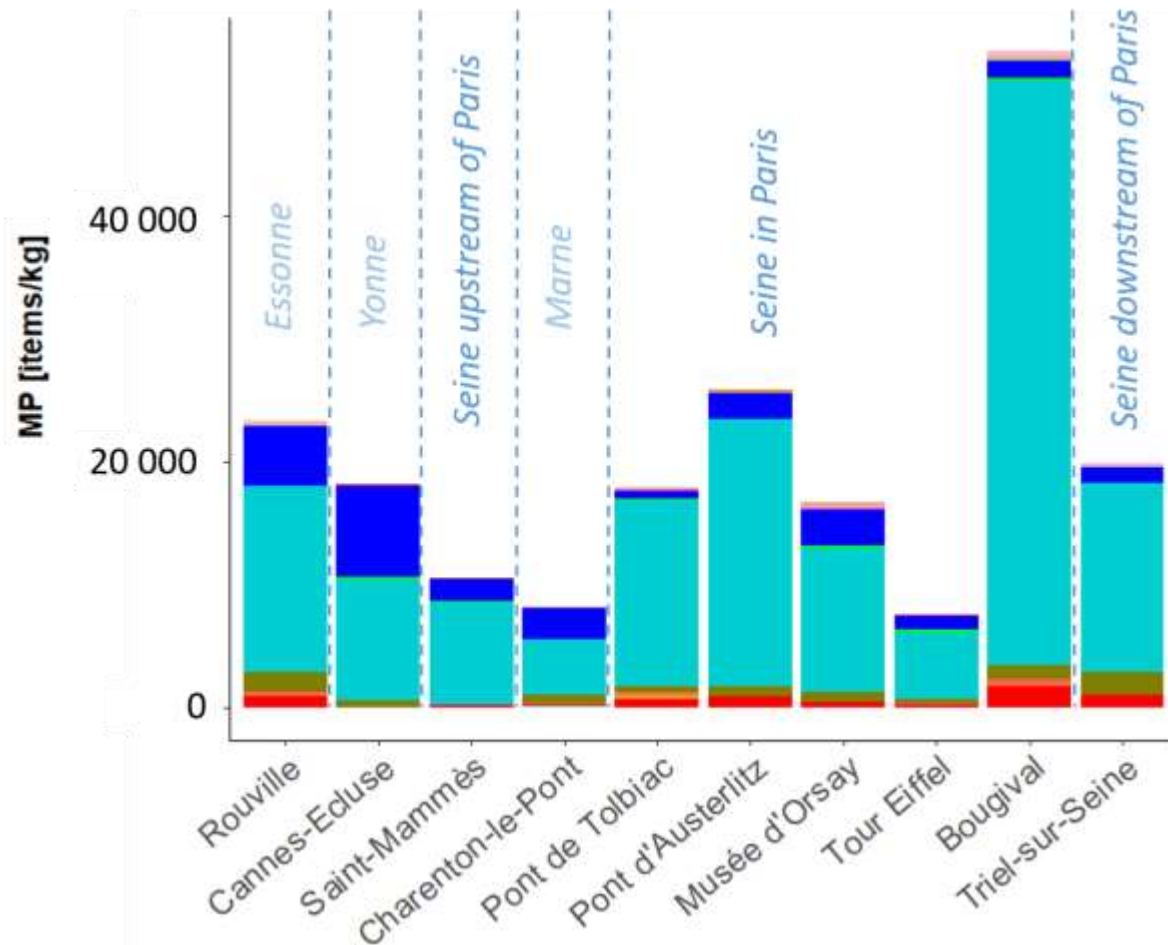


Traitement des données par le logiciel SiMPle (Primpke et al. 2020)



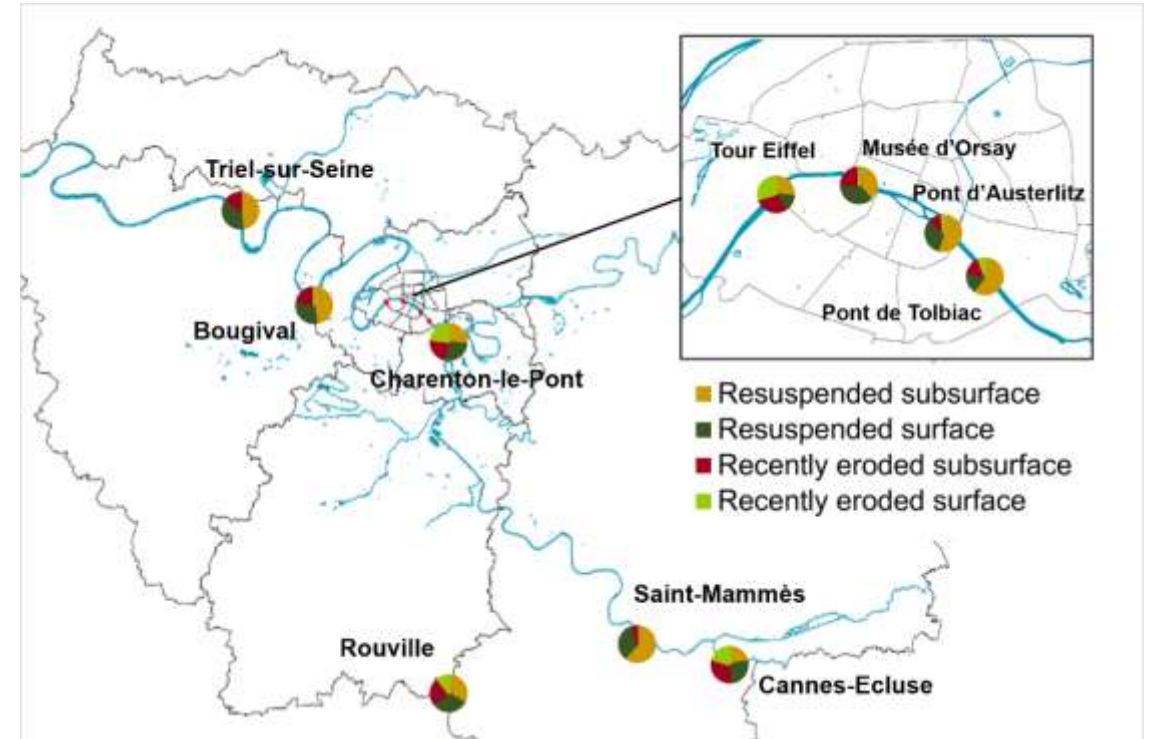
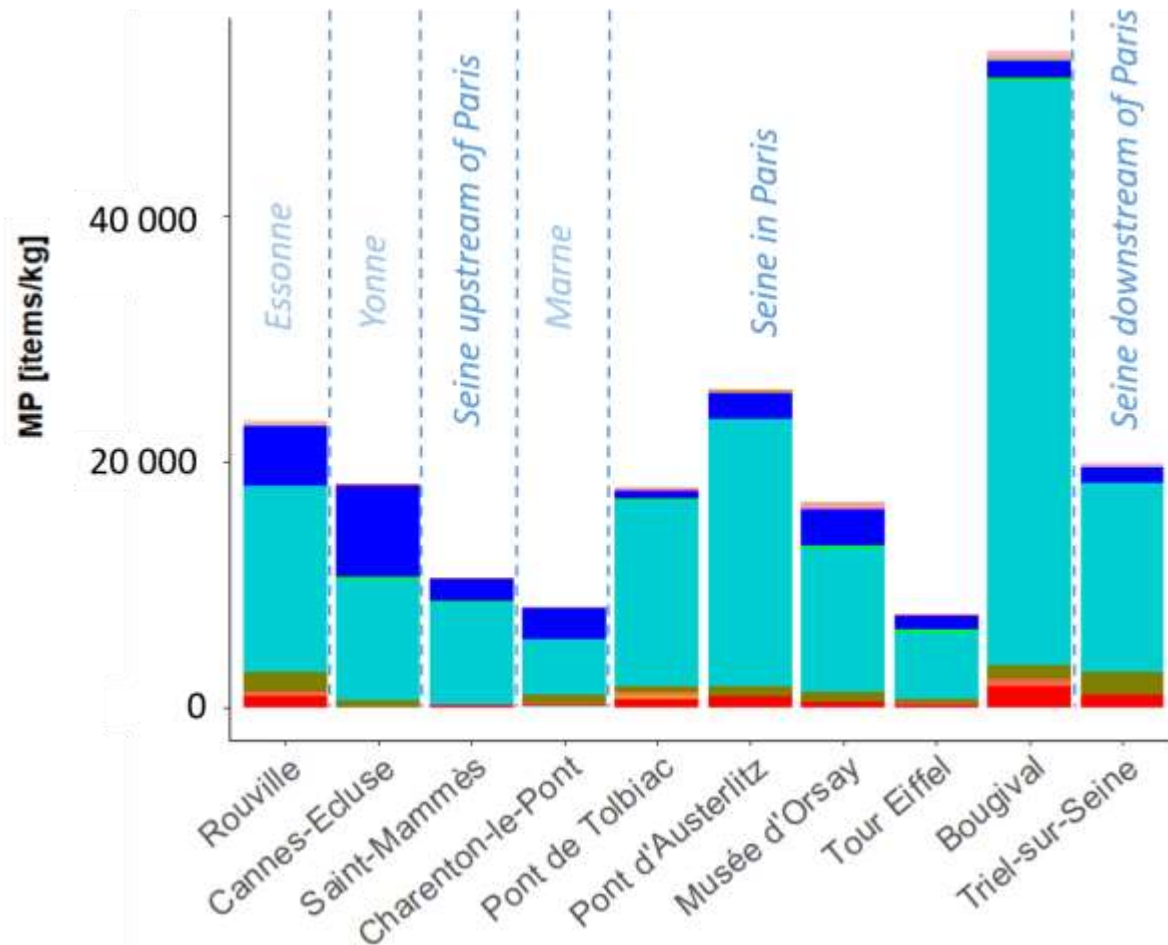
Nombre et nature des particules de MP par kg de sédiment

Résultats : MP dans les laisses de crue



- Concentration en MP élevées de **8 000 à 50 000 particules par kg**
- Particules à 75% en PP, 15 % en PE et 4 et 3% en PS et PVC
- Augmentation d'un **facteur 5** de l'amont (Saint-Mammès) à l'aval (Bougival) de la Seine

Résultats : MP dans les laisses de crue



⇒ Pas de relation entre l'origine, l'âge des sédiments et la contamination MP

Comparaison IRTF et Pyr-GC/MS

Microspectroscopie IRTF	Pyr-GC/MS
Limite de taille 10-20 μm	Sans limite de taille
Caractérisation en surface	Caractérisation moléculaire complète des particules
Nombre de particules/kg	Masse $\mu\text{g}/\text{kg}$



Information sur la taille et la forme des particules



Bilan de masse

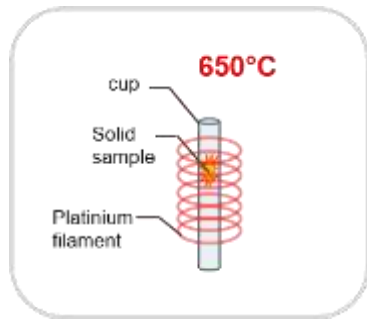


Pyrolyseur-GC/MS



Principe de la quantification par Pyr-GC/MS

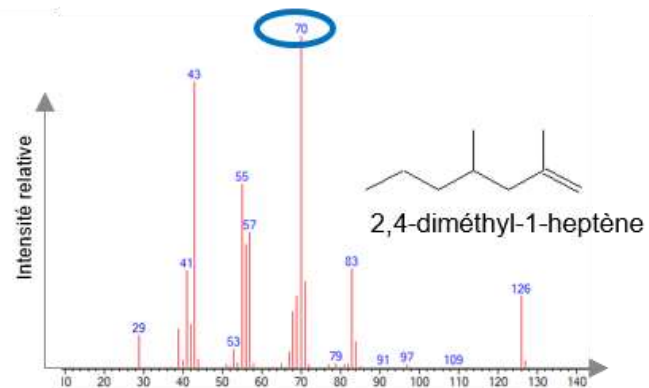
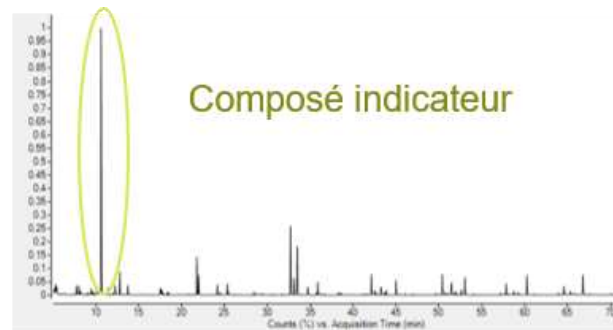
Identification



① Pyrolyse

Polymères décomposés en molécules volatiles séparées en chromatographie et identifiées en spectrométrie de masse

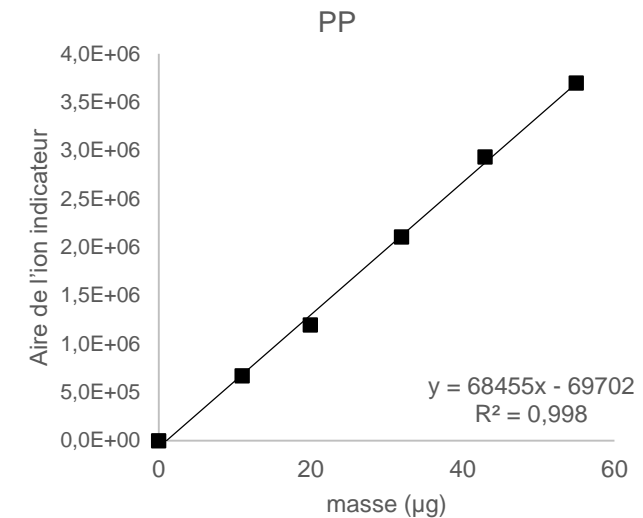
② Chromatographie gazeuse



③ Spectrométrie de masse

Quantification par gamme d'étalonnage

Relation entre aire des pics des composés indicateurs sur le chromatogramme et la masse pesée de MP standard





Interférences



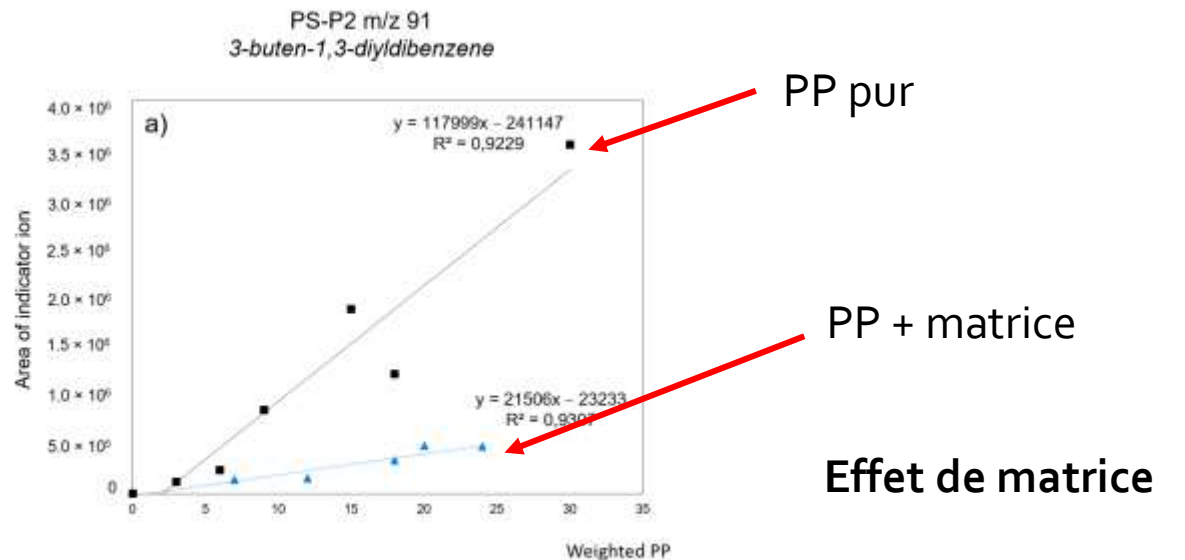
Échantillon de sédiment après traitement

Le prétraitement des échantillons ne permet pas d'isoler complètement les MP de la matrice

Interférences ⇒ **surestimation ou sous-estimation du signal**



Article
Quantification of Microplastics by Pyrolysis Coupled with Gas Chromatography and Mass Spectrometry in Sediments: Challenges and Implications
Nadia Bouzid ^{1,2}, Christelle Anquetil ², Rachid Dris ^{1,*}, Johnny Gasperi ³, Bruno Tassin ¹ and Sylvie Derenne ²



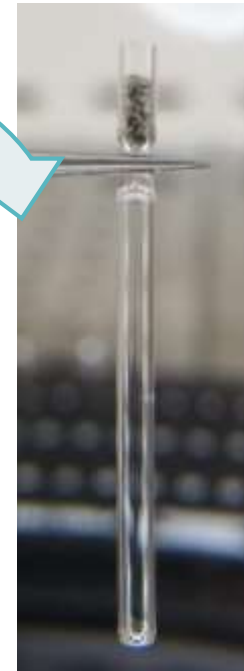
Analyse des échantillons en Pyr-GC/MS

Transfert du résidu dans la cup de pyrolyse ?



Échantillon de sédiment après traitement

- Pertes d'échantillons
- Quantités trop importantes pour être analysées en Pyr-GC/MS



Cup de pyrolyse
Ø 2 mm

Développement de la méthode

- Effet de matrice : utilisation d'un standard interne deutéré **PS d₅** pour estimer l'atténuation du signal
- Cryobroyage : obtenir un échantillon homogène pour analyser un aliquot



Échantillon cryobroyé

Perspectives

- Validation de la méthode de quantification avec un standard interne
 - ↳ Laisses de crue 2021 : comparaison résultats IRTF et Pyr-GC/MS
- Appliquer la méthode de Pyr-GC/MS à l'analyse des sédiments prélevés en amont et en aval de Paris
 - ↳ environnements de dépôt, granulométrie, âge et origines sédimentaires



Merci pour votre attention

