
**[fr] Les microplastiques dans les rivières et eaux de surfaces, exploration des méthodes d'échantillonnages et analyses en laboratoire
à l'application à l'exutoire de deux stations d'épurations**

Auteur : Achouri, Sabiha

Promoteur(s) : Deliege, Jean-Francois

Faculté : Faculté des Sciences

Diplôme : Master en sciences et gestion de l'environnement, à finalité spécialisée en gestion intégrée des ressources en eau

Année académique : 2019-2020

URI/URL : <http://hdl.handle.net/2268.2/10115>

Avertissement à l'attention des usagers :

Tous les documents placés en accès ouvert sur le site le site MatheO sont protégés par le droit d'auteur. Conformément aux principes énoncés par la "Budapest Open Access Initiative"(BOAI, 2002), l'utilisateur du site peut lire, télécharger, copier, transmettre, imprimer, chercher ou faire un lien vers le texte intégral de ces documents, les disséquer pour les indexer, s'en servir de données pour un logiciel, ou s'en servir à toute autre fin légale (ou prévue par la réglementation relative au droit d'auteur). Toute utilisation du document à des fins commerciales est strictement interdite.

Par ailleurs, l'utilisateur s'engage à respecter les droits moraux de l'auteur, principalement le droit à l'intégrité de l'oeuvre et le droit de paternité et ce dans toute utilisation que l'utilisateur entreprend. Ainsi, à titre d'exemple, lorsqu'il reproduira un document par extrait ou dans son intégralité, l'utilisateur citera de manière complète les sources telles que mentionnées ci-dessus. Toute utilisation non explicitement autorisée ci-avant (telle que par exemple, la modification du document ou son résumé) nécessite l'autorisation préalable et expresse des auteurs ou de leurs ayants droit.

Faculté des sciences

Département des sciences et gestion de l'environnement

Les microplastiques dans les rivières et eaux de surfaces, exploration des méthodes d'échantillonnages et analyses en laboratoire : préparation à une application à l'exutoire de deux stations d'épurations Arlon et Libramont



Mémoire rédigé par : SABIHA ACHOURI

En vue de l'obtention de grade de
Master en Sciences et Gestion de l'Environnement – finalité gestion intégrée des ressources en eaux
(ULiège)

Promoteur : Jean-François Delière

Comité de lecture : Khadija SOSSEY ALAOUI, Francis ROSILLON

Année universitaire 2019-2020

« Copyright »

« Toute reproduction du présent document, par quelque procédé que ce soit, ne peut être réalisée qu'avec l'autorisation de l'auteur et de l'autorité académique* de l'Université de Liège »

« L'autorité académique est représentée par le promoteur membre du personnel enseignant de l'ULiège »

« Le présent document n'engage que son auteur »

Auteur du présent document :

Sabiha ACHOURI

Adresse électronique : power-live@live.fr

Dédicace

Je dédie ce présent travail à mes chers parents « Baya » et « Mohand ».
Aucun hommage ne sera à la hauteur de leur amour et sacrifices « Paix à votre âme ».

Objectif du travail

Les microplastiques (MP) sont un sujet de recherche qui m'a toujours enthousiasmée. Les plastiques ont marqué mon enfance, les voyant partout autour de moi, j'ai pris conscience des conséquences à la fois visuelle et environnementale. J'ai réalisé la gravité de cette pollution en suivant cette formation en Sciences et gestion de l'environnement. C'est la raison pour laquelle j'ai entamé, avec l'accord de mon promoteur Monsieur Deliège, une recherche sur ce sujet. Au fur et à mesure de ma recherche, je me suis plus particulièrement intéressée aux microplastiques situés au niveau des eaux de surface. En effet, certaines recherches montrent que la majorité de ces MP proviennent des lacs et rivières.

Afin d'appuyer ma recherche, j'ai entamé un travail de terrain, qui devait s'effectuer au niveau des effluents des deux stations d'épuration d'Arlon et de Libramont. J'ai commencé par obtenir toutes les autorisations administratives nécessaires à l'échantillonnage des MP et des macroinvertébrés dans ses sites. Ensuite, venait l'étape du matériel nécessaire à ce travail. Cela nous a demandé un long travail de recherche car nous nous sommes rendus compte du coût onéreux du matériel et de la nécessité d'adapter la taille des filets à l'objectif du travail de terrain. En fin de compte, la matière première pour fabriquer soi-même les filets ont été obtenus avec l'aide du Dr Giles Lepoint¹, de Krishna Das² et de Virginie DUFOURNET³.

Malheureusement, l'épidémie de la COVID-19 et ses conséquences (confinement) ont empêché ce travail de terrain.

C'est pourquoi, j'ai dû opter pour un mémoire théorique et revoir ma problématique de départ. L'objectif de mon travail actuel est de synthétiser la recherche autour des microplastiques dans les eaux de surfaces (lacs et rivières), les méthodes utilisées pour l'analyse de ces MP dans l'environnement et en laboratoire afin d'arriver à une comparaison pertinente entre ces dernières.

¹ Research Associate F.R.S.-FNRS

MARE Centre, Laboratory of Oceanology, University of LIEGE. Url: <http://labos.ulg.ac.be/oceanologie/>;

² Maître de Recherche FRS – FNRS. Université de Liège

[Unité de recherche en eau douce et sciences océaniques \(FOCUS\)](#)

³ De la société BUISINE. www.buisine.fr

Résumé

Différentes études se sont penchées sur la question de la contamination aux microplastiques dans les océans du monde depuis les années 50. Les rivières sont pourtant les voies principales des déchets plastiques terrestres, et malgré cela, il y a peu d'attentions qui lui sont consacrées. Dans ce présent travail, nous nous intéressons aux microplastiques dans les eaux douces (lacs et rivières). Mais avant cela un détour est effectué autour des plastiques, qui comporte les définitions générales du plastiques, l'histoire de la recherche sur les plastiques, ainsi que l'analyse de la production et la gestion de déchets plastiques en concluant par une schématisation du cycle de vie de la matière plastique.

En deuxième lieu, une revue de littérature sur les microplastiques est entamée. Elle résume l'ensembles des sources, devenir et risques induits par les MP dans l'environnement. Après coup, un intérêt est porté plus particulièrement sur les méthodes d'échantillonnages et d'analyse des MP dans les eaux douces. Pour finir avec une comparaison de ces méthodes.

Au cours de l'analyse des méthodes d'échantillonnage. On remarque qu'il y a une dépendance des résultats aux types des méthodes d'échantillonnage utilisées. Ensuite, de la spécialisation de chaque méthode aux milieux dans lequel elle est effectuée. On constate également que les méthodes d'analyses sont fortement complémentaires et cela est fortement conseillé pour avoir un résultat pertinent et qui reflète l'environnement échantillonné. Néanmoins elles présentent plusieurs limites que les activités humaines accentuent.

En dernier lieu, une attention particulière est portée sur le travail de terrain qui devait se faire sur les deux stations d'épuration d'Arlon et de Libramont. J'explique ainsi ma procédure de travail avant que les circonstances de la pandémie nous contraint à arrêter.

Mots clés : Débris plastiques, microplastiques, eau douce, Dégradation, Méthodes, échantillonnage des MP, Analyse, traitement.

Aim of the work

Microplastics are a research subject that has always fascinated me, and plastics in general rocked my childhood, seeing the waste everywhere around me and the consequences, first visual and environmental. I became aware of the seriousness of this pollution by following this training in environmental science and management. This is why I started with the agreement of my promoter Mr. Delière, a research on this subject to the hard as my research, I was interested more particularly in microplastics at the level of surface waters, because some research points to the fact that the majority of these PM come from these waters.

Following this journey, I began a process to do field work, which was to be done at the level of the effluents from the two wastewater treatment plants of Arlon and Libramont. I started by having all the administrative authorizations necessary for sampling at its sites. Then came the stage of the material necessary for this work; which earned us a lot of research time because it turned out that they are quite expensive and that we had to adapt the size of the nets to the objective of the field work. Ultimately, the raw material for making even the nets was obtained.

Unfortunately, circumstances beyond our control thwart all of these great plans and it was the COVID_19 epidemic that forced you to be confined and therefore stop everything.

In the end, I had to review my expectations, opt for a theoretical dissertation and review my basic problem. The objective of my current work is to synthesize research around microplastics in surface waters (lakes and rivers), methods used for the analysis of these PM in the environment and in the laboratory, to arrive at draw a relevant comparison between these methods.

Abstract

Various studies have looked into the issue of microplastic contamination in the world's oceans since the 1950s. Rivers are the main routes for land-based plastic waste, and despite this, little attention has been paid to it. In this present work, we are interested in microplastics in freshwater (lakes and rivers). But before that a detour is made around plastics, which includes the general definitions of plastics, the history of research on plastics, as well as the analysis of the production and management of plastic waste, concluding with a diagram of the cycle life of the plastic.

Second, a review of the literature on microplastics has been initiated. It summarizes all the sources, fate and risks induced by PM in the environment. Afterwards, interest is focused more particularly on methods of sampling and analysis of PM in freshwater. To finish with a comparison of these methods.

During the analysis of sampling methods. Note that there is a dependence of the results on the types of sampling methods used. Then, from the specialization of each method to the environments in which it is carried out. We also note that the analysis methods are highly complementary and that this is strongly recommended to have a relevant result that passes the sampled environment. However, they present several limits that human activities accentuate.

Lastly, special attention is paid to the field work that was to be carried out on the two treatment plants in Arlon and Libramont. This explains my working procedure before the circumstances of the pandemic force us to stop.

Keywords: Plastic debris, microplastics, fresh water, Degradation, Methods, sampling of PM, Analysis, processing

Remerciements

Je remercie profondément mon promoteur Monsieur Deliège qui a cru en moi, et m'a donné l'opportunité de travailler sur mon sujet de prédilection. Je tiens aussi à remercier le doctorant David Cammaerts qui a été un soutien réconfortant.

Je tiens particulièrement à remercier mes sœurs Mila, Mina et Sima et mes frères ainsi que mon beau-frère Saddek qui m'ont soutenue depuis le début et sans qui je n'y serais pas arrivée. Un grand merci à Annie Léonard qui m'a épaulée et guidée dans mes choix. Je n'oublie pas mes amis et collègues de cette promotion qui se sont avérés être des gens extraordinaires.

Je tiens finalement à remercier toute l'équipe pédagogique du campus d'Arlon environnement, pour leur gentillesse et engagement envers leurs étudiants. Je réserve une pensée chaleureuse à mes deux filles Léa et Anaïs qui m'ont donné la force de commencer et d'arriver à cette étape.

Table des matières

Objectif du travail.....	4
Résumé	5
Aim of the work.....	6
Abstract	7
Remerciements	8
Liste des illustrations	11
Liste des tableaux	13
Liste des abréviations.....	13
1 Introduction.....	14
1.1 La problématique	15
1.2 Contexte du mémoire	15
2 Notions théoriques sur les plastiques	16
2.1.1 Définition du plastique.....	16
2.1.2 L'histoire de la recherche sur les pollutions par les plastiques	16
2.1.3 Analyse de la production, de la gestion de déchets des matières plastiques	18
2.1.4 Le cycle de vie du plastique.....	20
3 Les microplastiques, notions et généralités	23
3.1 Définition.....	23
3.2 L'histoire de la recherche sur les microplastiques	25
3.3 Les sources et origines des microplastiques	25
3.3.1 Les microplastiques primaires	26
3.3.2 Les microplastiques secondaires.....	27
3.4 Le devenir des microplastiques dans l'environnement	29
3.4.1 La répartition des MP dans le temps et l'espace	29
3.4.2 Décomposition et durabilité des plastiques dans les eaux douces	30
3.5 Les risques induits par les microplastiques	31
3.5.1 Les effets physiques	31
3.5.2 Les effets chimiques	32
4 Méthodes d'échantillonnage et d'analyse des microplastiques.....	35
4.1 Matériels et méthodes	35
4.1.1 Sélection des sites d'échantillonnage, au niveau des rives	35
4.1.2 Sélection des sites d'échantillonnage, au niveau des effluents d'eau usées	36
4.1.3 Méthodologie et procédures d'échantillonnage.....	37
4.1.4 La phase d'échantillonnage	38
4.1.5 Traitement des échantillons.....	41
4.2 Phase d'analyse des échantillons.....	45

4.2.1	Distinction selon la forme et la nature des microplastiques	45
4.2.2	Identification Chimique des MP ; la spectroscopie FT-IR.....	46
4.2.3	Distinction des microplastiques avec la spectroscopie Raman.....	47
4.2.4	Analyse spectroscopique des microplastiques par SEM-EDS.....	48
4.2.5	Analyse spectrométrique des microplastiques par la méthode Pyr-CG-SM.....	49
4.2.6	Caractérisation spectrométrique des microplastiques par la méthode TED-GC/MS.....	50
4.3	Résultats, interprétation et analyse.....	51
4.3.1	Résultats de l'analyse visuelle	51
4.3.2	Résultats de l'analyse spectroscopique avec la méthode FT-IR.....	53
4.3.3	Résultats de l'analyse spectroscopique avec la méthode Raman	54
4.3.4	Résultats de l'analyse spectroscopique avec la méthode SEM-EDS	55
4.3.5	Résultats de l'analyse spectrométrique avec la méthode Pyr-CG-SM.....	56
4.3.6	Résultats de l'analyse spectrométrique avec la méthode TED-GC/MS	56
4.4	Comparaison des méthodes d'échantillonnage, d'analyse en laboratoire	57
4.4.1	Comparaison des méthodes d'échantillonnages dans les sédiments.....	57
4.4.2	Comparaison des techniques d'analyse de laboratoire	59
5	Travail de terrain, contexte	61
5.1	Sites d'échantillonnages	61
5.1.1	Le site d'Arlon	61
5.1.2	Le site de Libramont-Vierre.....	63
5.2	Méthodologie d'échantillonnage sur les sites sélectionnés.....	64
5.3	La phase d'échantillonnage	65
5.3.1	L'échantillonnage des microplastiques	65
5.3.2	La collecte d'invertébrés	67
□	Les Diptères Simuliidae (larves de simulie).....	67
□	Les Trichoptères.....	69
5.4	Discussion	70
5.5	Conclusion.....	72
	Références bibliographiques	73
	Annexes	79

Liste des illustrations

Figure 1 : la polymérisation des monomères qui forment les polymères (Christopher Blair Crawford ,2017)	16
Figure 2 : histoire de la recherche sur les études des microplastiques (selon la base de données SCOPUS « Elsevier »)	17
Figure 3 : La production de plastique depuis 1990 et prévision jusqu'en 2030 dans le monde (A report for WWF by Dalberg, 2019).	18
Figure 4 : La production mondiale et européenne de plastique en 2017 et 2018 (PlasticsEurope, 2019)	19
Figure 5 : La répartition de la production mondiale de plastique en 2018 (PlasticsEurope, 2019)	20
Figure 6 : Le cycle de vie des produits en plastique (PlasticsEurope,2019).....	21
Figure 7 : évolution du traitement des déchets plastiques post-consommation entre 2017 et 2018 (PlasticsEurope, 2019)	22
Figure 8 : Schéma des catégories des particules de plastiques selon sa taille (source : Thibaut Saur, 2018)	23
Figure 9 : Représentation des tailles des plastiques selon différents auteurs (source : Da Costa, J et al., 2016)	24
Figure 10 : les microplastiques primaires récupéré dans un milieu aquatique (source : Christopher Blair Crawford, 2017).....	27
Figure 11 : Les microplastiques secondaire récupérés dans un environnement aquatique (source : Christopher Blair Crawford, 2017)	29
Figure 12 : Schéma des facteurs centraux responsables de la biodégradation des polymères composants la matière plastique (source : Da Costa, J et al., 2016).....	31
Figure 13 : Modèle qui met en lumière les effets potentiels dus à l'exposition physique et chimique aux microplastiques, Adapté selon (Lambert et al., 2014)	33
Figure 14 : Les étapes avant et pendant l'échantillonnage (source : WILSON & WILSON'S, 2017) ...	37
Figure 15 : les étapes après l'échantillonnage (source : WILSON & WILSON'S, 2017)	38
Figure 16 : Schéma général sur les différentes stratégies plausibles proposées dans la littérature pour l'analyse des microplastiques (source : Wagner et Lambert, 2018)	39

Figure 17: Diagramme des différents traitements chimiques d'élimination de la matière organique et les degrés de leur efficacité (symbole noir, en %) ainsi que les % max des MP touchés d'une manière négative par le traitement, les différentes couleurs du diagramme correspondent aux divers types de traitements ; Rouge : acide ; Bleu : alcaline ; violet = oxydatif, vert : enzymatique (Hamm et al., 2018) (source : Hamm et al., 2018)	45
Figure 18: Photos d'un appareil à spectroscopie FTIR (source : APPEL, 2019)	46
Figure 19: Schéma de la Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) (source : Christopher Blair Crawford, 2017)	47
Figure 20 : Schéma d'une spectroscopie Raman (source : Christopher Blair Crawford, 2017).....	48
Figure 21: structure d'un Pyrolyse-GC/MS (source : Tsuge et al., 2011)	50
Figure 22: Illustration du système de tri par taille et couleur (source : Christopher Blair Crawford, 2017)	53
Figure 23: Image des résultats de la microscopie électronique à balayage montrant la surface de plusieurs thermoplastiques (source : WILSON & WILSON'S, 2017)	55
Figure 24: Photos de la confection des filets pour l'échantillonnage des MP et invertébrés	66
Figure 25: photos d'une larve de diptères Simuliidae (source : Biodiversité des invertébrés des rivières).....	68
Figure 26: Microscopie de larve de Simulium sp (Photo M.Verolet)	68
Figure 27: Autres larves de Simulies (photo G.Chauvin).....	69
Figure 28: Détail des soies natatoires prémandibulaires ou "peigne céphalique" de larve de Simulie (rôle natatoire et filtreur de particules alimentaires) (photo M.E. B de G.Chauvin)	69
Figure 29: illustration d'un trichoptère (source : Moisan, J. 2010)	70

Liste des tableaux

Tableau 1: Classification des particules de plastiques selon leurs tailles (source : Christopher Blair Crawford, 2017).....	24
Tableau 2: les polymères essentiels retrouvés dans les microplastiques (source : à partir de AFWE, 2017)	25
Tableau 3: Principales sources de microplastiques primaires et secondaires (WILSON & WILSON'S, 2017)	28
Tableau 4: Additifs plastiques courants utilisés dans la fabrication des plastiques (source : WILSON & WILSON'S, 2017)	34
Tableau 5: les différentes méthodes utilisées lors d'un échantillonnage dans les sédiments.....	41
Tableau 6: un résumé des méthodes de séparation des MP de l'échantillon collecté	43
Tableau 7: Les types de MP ainsi que leurs usages (Florian Faure, Felipe De Alencastro 2016).....	51
Tableau 8: les types de microplastiques selon la taille et l'aspect (source : Christopher Blair Crawford, 2017)	52
Tableau 9: Quelques études qui montrent le pourcentage d'erreur d'identification visuelle des MP lors de l'analyse spectroscopique	54
Tableau 10: quelques exemples de l'analyse des MP dans les eaux douces avec la méthode FTIR (source : J. Li et al 2018)	54
Tableau 11: Comparaison des méthodes d'échantillonnage des MP dans les sédiments	58
Tableau 12: comparaison entre les différentes techniques d'analyse des MP en laboratoire.....	60

Liste des abréviations

POPS : polluants organiques persistants

PM : particules microplastiques

PCB : Les polychlorobiphényles

N° CAS : Le numéro CAS d'une substance chimique, polymère

STEP : station d'épuration

MP : microplastiques

MPSS : Séparateur de sédiments en plastique de Munich

GESAMP: Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection

La spectroscopie FT-IR : La spectroscopie à Transformée de Fourier

La spectroscopie IR : : La spectroscopie infrarouge

PE : polyéthylène

PP : polypropylène

PS : polystyrène

PVC : polychlorure de vinyle

SEM : Le microscope électronique à balayage

SCS : Size and colour sorting system (Système de tri par taille et couleur)

1 Introduction

Le plastique est omniprésent dans l'environnement d'aujourd'hui, tant dans le milieu aquatique que le milieu terrestre. La pollution que cela engendre laisse des traces marquantes voire indélébiles pour l'humanité.

Les débris plastiques sont une problématique centrale pour l'environnement. Le plastique a la caractéristique d'être une matière durable dans le temps, légère et au faible coût de production. La topographie existante est un facteur déterminant le temps que les petits débris vont passer dans la nature. Le vent, les courants d'eau et la distance qui les séparent avec les sources de pollution vont déterminer la quantité et le type de plastique retrouvés au niveau des rivages (Zbyszewski, Corcoran et Hockin, 2014).

Lorsque les déchets plastiques sont largués dans les écosystèmes aquatiques et terrestres, ils sont transformés via des facteurs physico-chimiques et biotiques environnementaux, tels les rayons ultraviolets (UV), ou la corrosion mécanique et l'action microbienne. C'est ainsi qu'ils se dégradent en microplastiques secondaires (moins de 5 mm). Ils peuvent également être fabriqués intentionnellement sous une taille minuscule et se retrouver dans l'environnement par la suite. La présence de ces microplastiques a été signalée dans les différentes matrices de l'environnement comme les eaux et les sédiments (Wang et Wang, 2018).

Pour mieux comprendre les effets néfastes des microplastiques sur l'environnement, diverses études se sont penchées sur la surveillance quantitative et qualitative de ces MP dans différents systèmes aquatiques à travers le monde. Il consiste en une succession de techniques qui commencent par l'échantillonnage, le traitement, l'identification et la quantification des microplastiques dans les différentes matrices environnementales (Wang et Wang, 2018).

Une recension de la littérature dans l'objectif de faire le tour de ce qui a été écrit sur et autour des microplastiques a été réalisée. Pour le faire, j'ai utilisé une base de données assez riches telle que « Science Direct », « Google Scholar », et quelques volumes publiés des revues « Marine Pollution Bulletin » et « Environmental Science & Technology ». Des thèses de doctorat ainsi que des rapports officiels de la Communauté européenne ont également appuyé mes recherches.

L'objet de ce travail est de donner un aperçu des différentes méthodes d'échantillonnages des MP, ainsi que des techniques utilisées en laboratoire pour leur identification dans l'eau et les sédiments ; de mettre l'accent sur les avantages et les limites de ces méthodes afin d'optimiser les moyens et les techniques dans la recherche et la surveillance de la contamination au microplastique.

Le stage de terrain a été ajouté en dernière partie bien que les circonstances exceptionnelles de la Covid-19 nous ont entraînés à l'annuler à la dernière minute. Cette partie explique toute la méthodologie et les étapes du travail de terrain ainsi que les moyens mis en place pour cela. Ce processus est le résultat d'une question de recherche assez différente de la problématique actuelle que j'ai dû changer au fil des événements.

1.1 La problématique

La profusion des matières plastiques est l'une des inquiétudes grandissantes dans le monde, suite à l'essor des études sur le sujet ; les chercheurs ont dégagé de nombreux résultats qui font preuve des risques pour l'environnement. Ces études ont signalé la présence des microplastiques au niveau des eaux marines, des eaux douces, des espèces marines et les environnements terrestres.

La production mondiale de plastique a fait un bond depuis les années 1950, et a atteint 359 millions de tonnes en 2018 (PlasticsEurope, 2019). Ce qui rend les MP problématiques pour l'environnement c'est qu'ils sont persistants, et qui sont facilement assimilables par les organismes à cause de leur petites taille (< 5mm). la biodiversité et même la santé humaine sont touchés.

Dans ce travail de synthèse et d'analyse, nous nous sommes concentrés sur les MP dans les eaux douces. Notre axe de recherche est composé de deux grandes parties ; la première fait le tour de toutes les notions théoriques sur les plastiques et les microplastiques. La deuxième décompose les méthodes d'analyse des microplastiques sur le terrain, en passant par les méthodes d'échantillonnage et d'analyse de laboratoire. Suite à cette exploration, deux questions ressortent ;

- Quelles sont les techniques les plus utilisées pour l'échantillonnage et l'analyse des microplastiques en eaux douces (rivières et lacs) ?
- Quelles sont les différentes méthodes d'échantillonnage et les techniques d'analyse des microplastiques en laboratoire ?

1.2 Contexte du mémoire

Le plastique est la matière qui a révolutionné le monde d'aujourd'hui depuis l'ère industrielle (enfant des trente glorieuses entre 1950 et 1970). Ce produit est omniprésent dans presque tous les aspects de la vie quotidienne. En raison de la mauvaise gestion des collectes ainsi que son recyclage ; les déchets plastiques s'accumulent dans les environnements avoisinants et se décomposent en plus petites particules, qui migrent à leurs tours pour arriver aux endroits les moins anthropiques possibles.

Ces pollutions ont un effet néfaste sur tous les niveaux de la chaîne alimentaire aquatique et ont un effet sur les hommes. C'est pour cela que beaucoup de chercheurs se sont penchés sur la question de la présence des microplastiques dans ces eaux marines en premiers lieu, ensuite vers les eaux douces. Ils ont étudié toutes les formes de microplastiques, leur dégradation dans l'environnement, leurs effets et ont mis en place des moyens pour les collecter et les analyser en laboratoire.

Ce travail met l'accent sur les microplastiques dans les eaux douces plus particulièrement, des méthodes d'échantillonnage ainsi que d'analyse de laboratoire.

2 Notions théoriques sur les plastiques

Les matières plastiques de par leurs différentes composantes, ont plusieurs sources qu'elles soient non renouvelables comme le pétrole brut ou le gaz, ou renouvelables comme la canne à sucre, l'amidon ou l'huile végétale ou même d'origine minérale comme le sel (PlasticsEurope, 2019).

2.1.1 Définition du plastique

Les matières plastiques sont des matières organiques ou semi-organiques. Elles sont constituées d'un ou plusieurs polymères et de plusieurs additifs, par exemple, des produits auxiliaires, des stabilisants, des colorants et pigments, des plastifiants, des retardateurs de flamme ou ignifuges, et des charges et matériaux de renforcement (Outils PFERD, 2012).

Les polymères constituent la base des matières plastiques. Ce sont des grandes molécules composées d'unités basiques appelées « les monomères » qui sont reliées par des liaisons covalentes (P. WEISS, 2009-2010). Elles ressemblent à un collier de perles. La polymérisation, processus de liaison des monomères qui forment le polymère est utilisée afin d'obtenir des objets du quotidien solides, par exemple l'éthylène qui se transforme en polyéthylène, plastique courant (Christopher Blair Crawford, 2017).

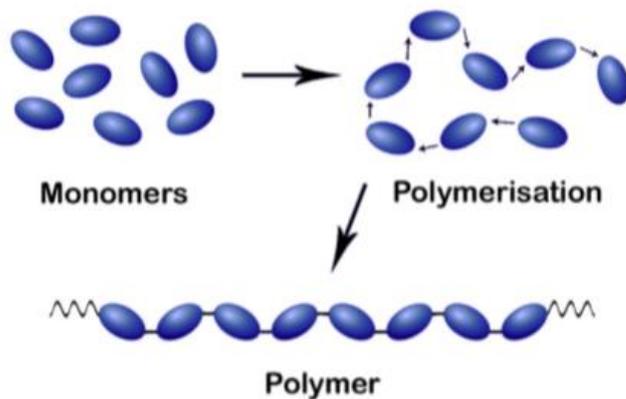


Figure 1 : la polymérisation des monomères qui forment les polymères (Christopher Blair Crawford ,2017)

Les plastiques se composent de deux familles : les thermoplastiques et les thermodurcissables. Les thermoplastiques, contrairement aux thermodurcissables ont la faculté d'être faciles à remodeler car ils sont faciles à faire fondre et vice versa (Outils PFERD, 2012). La grande majorité des études ont indiqué que les fragments de plastique étaient des polymères de polyéthylène et de polypropylène (annexe 2.2) (Hidalgo-Ruz et al., 2012).

2.1.2 L'histoire de la recherche sur les pollutions par les plastiques

Les études sur les dangers des plastiques ont commencé dès les années 1950 autour des premiers exposés, les ouvriers sensibles à quelques additifs toxiques lorsqu'ils fabriquent les plastiques.

Les années 1970 marquent un tournant, une prise de conscience collective pour les questions environnementales est amorcée. En effet, Greenpeace et le World Wide Fund (WWF) se sont engagées dans la protection de l'environnement dès 1971. Vers 1972, une première conférence relative aux questions environnementales est organisée, sous le nom de conférence de Stockholm. La même année, le Club de Rome publie un rapport sous le nom « The limits to growth » qui met en lumière la pénurie des ressources sur terre.

Dès 1973, on peut observer une augmentation du nombre de publications sur les déchets plastiques, leurs risques ainsi que leur impact sur l'environnement, pour arriver à 77 en 1974. Au cours de l'année 1973, les dangers des plastiques sur les oiseaux marins sont exposés.

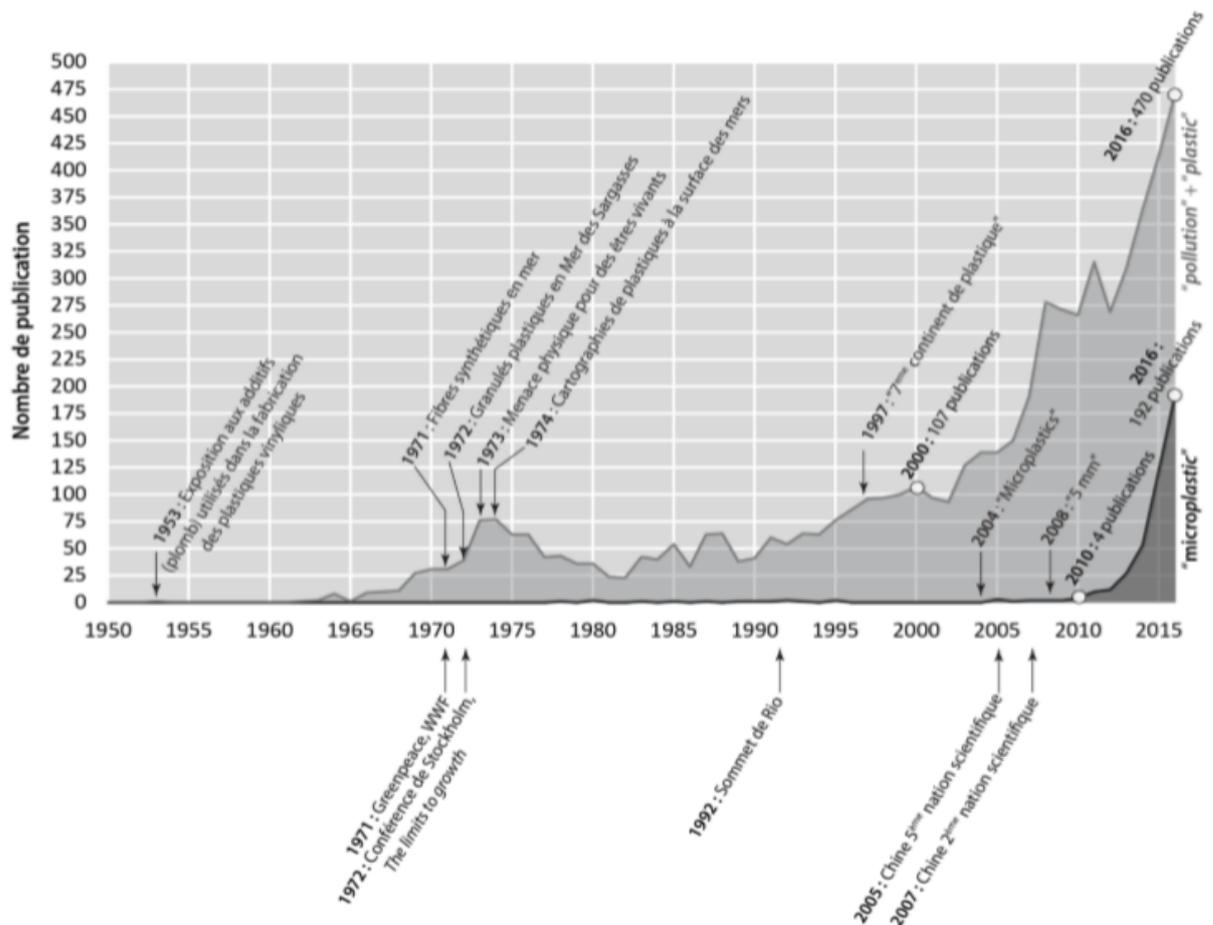


Figure 2: histoire de la recherche sur les études des microplastiques (selon la base de données SCOPUS « Elsevier »)

Entre les années 1977 et 1992, on observe un équilibre dans le nombre de publications sur les pollutions liées au plastique, oscillant entre 30 à 100 publications sur une année. Vers les années 1990 à 2000, le chiffre augmente considérablement. En 1992, un nouvel essor des études sur les pollutions des plastiques émerge suite au Sommet de la Terre de Rio et à l'usage de la Déclaration de Rio sur l'environnement et le développement. Ce Sommet met l'accent sur le principe de précaution en ce qui concerne l'environnement et le principe du pollueur-payeur. L'avènement de la Chine dans les années

2000 au sein des grandes nations scientifiques a fortement augmenté le nombre de publications. À la même époque, l'épanouissement de la recherche scientifique en Inde l'a hissé à la 3e place, derrière les Etats-Unis et la Chine. A partir de 2010, le taux de publications concernant les pollutions par les plastiques augmentent annuellement, et ce proportionnellement avec le nombre de publications en relation avec les pollutions par les microplastiques (KEDZIERSKI, 2017).

2.1.3 Analyse de la production, de la gestion de déchets des matières plastiques

Dès le milieu du 20e siècle, plusieurs utilisations du plastique en tant que sous-produit de l'industrie pétrochimique ont été découverts, ils sont alors utilisés dans la fabrication des PVC.

C'est vers les années 2000, que l'on constate un vrai boom de la production de plastique par rapport aux années 1950. Multipliée par 200, la production a augmenté de 4%/an depuis les années 2000. En 2016, elle s'élevait à 396 millions de tonnes, ce qui représente environs 53 kg de plastique/habitant de la planète. On estime que 75% des plastiques créés sont des déchets.

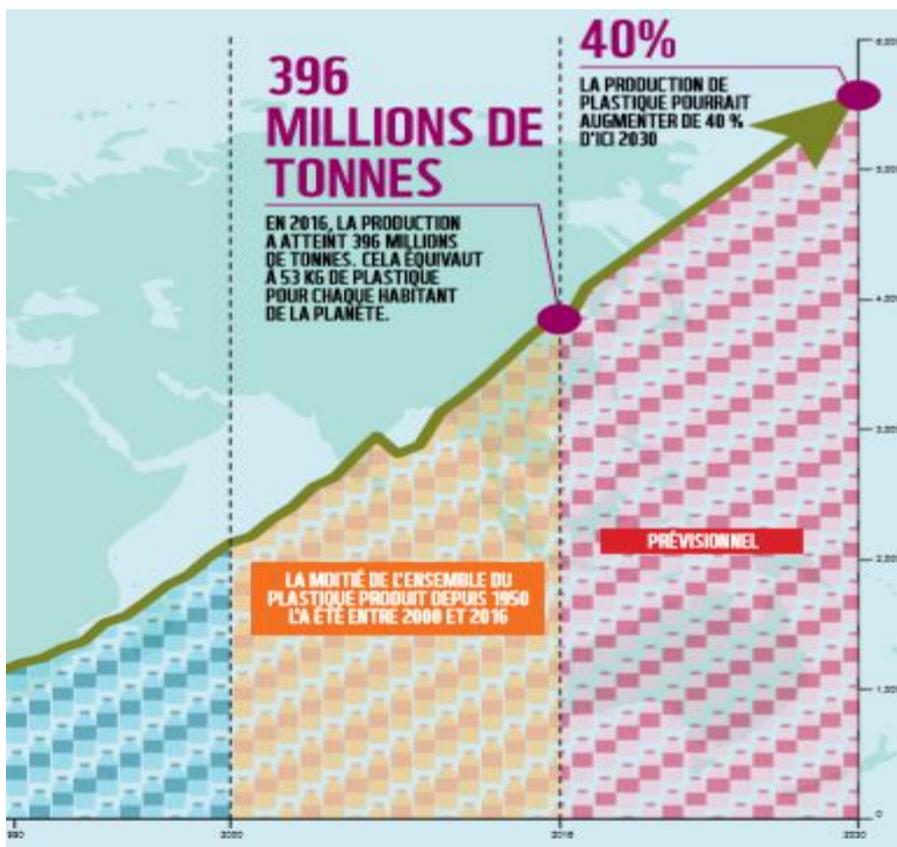


Figure 3 : La production de plastique depuis 1990 et prévision jusqu'en 2030 dans le monde (A report for WWF by Dalberg, 2019).

Un autre rapport (PlasticsEurope, 2019) mentionne que La production mondiale de plastique en 2018, a atteint 360 millions de tonnes. En Europe, elle atteint 62 millions de tonnes.

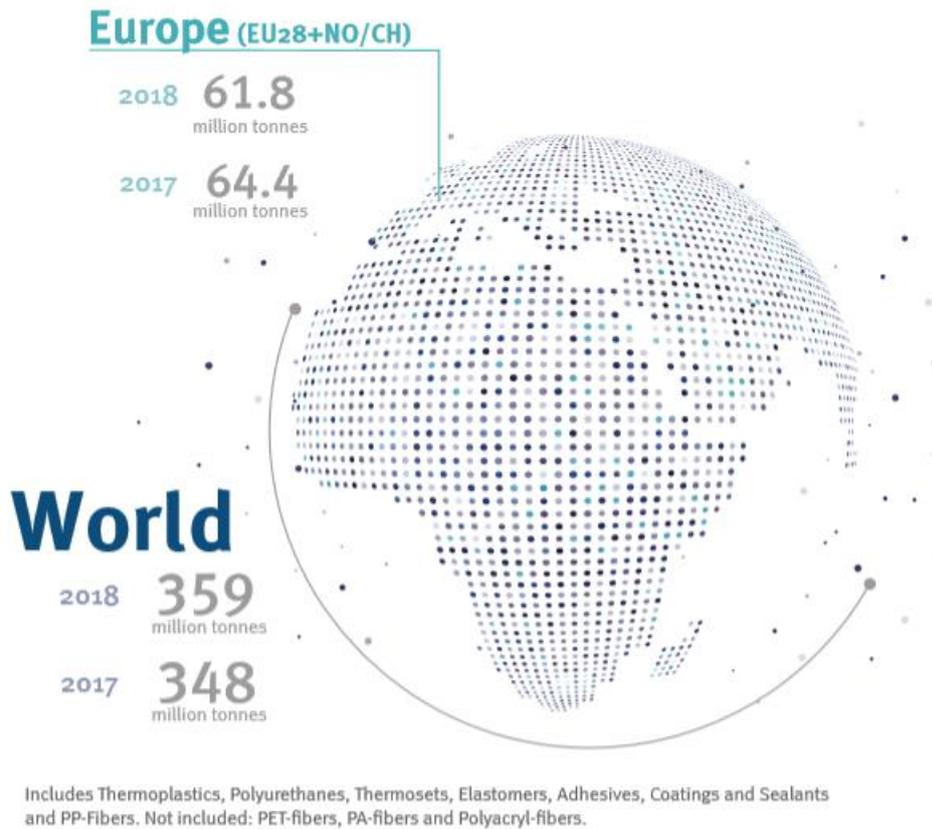
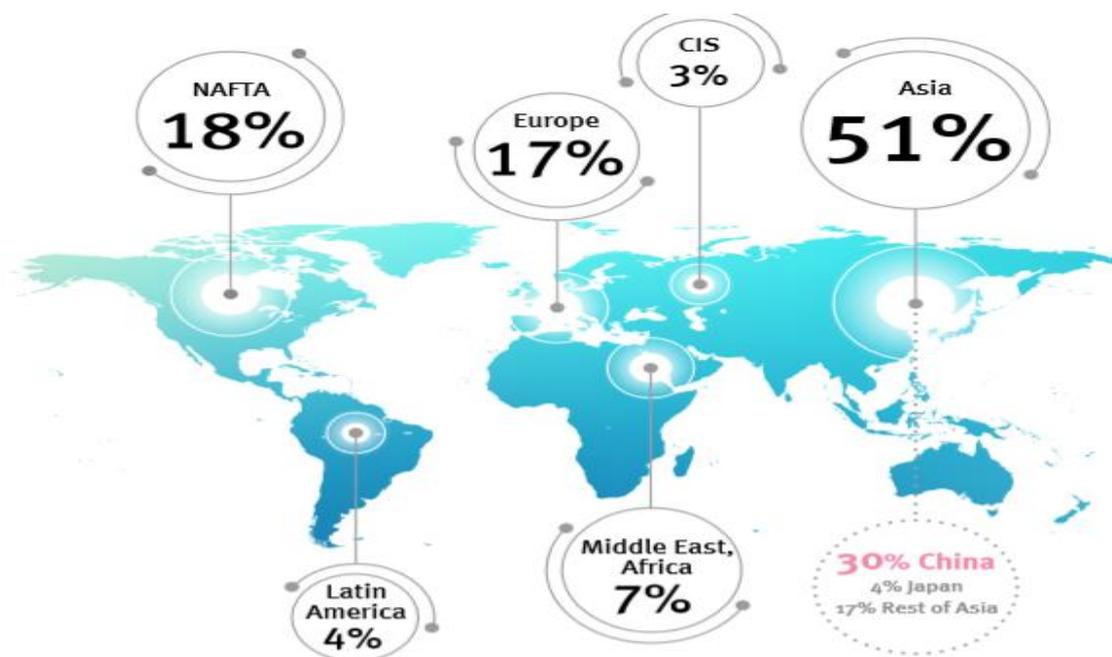


Figure 4: La production mondiale et européenne de plastique en 2017 et 2018 (PlasticsEurope, 2019)

La production en Chine a atteint en 2018, 30 % de la production mondiale de plastique.



* Includes Thermoplastics, Polyurethanes, Thermosets, Elastomers, Adhesives, Coatings and Sealants and PP-Fibers. Not included: PET-fibers, PA-fibers and Polyacryl-fibers.

Figure 5 : La répartition de la production mondiale de plastique en 2018 (PlasticsEurope, 2019)

2.1.4 Le cycle de vie du plastique

Les produits plastiques ne sont pas tous les mêmes, et n'ont pas tous la même durée de vie. Certains produits sont une seule composante d'un produit final et d'autres, plusieurs parties de ce produit. La multiplication de l'utilisation des produits plastiques entraîne une différence de durée de vie entre eux. Ils peuvent durer un an, 50 ans ou plus. C'est pourquoi, la quantité de déchets collectés dans une année n'est pas forcément en concordance avec la demande de plastique de la même année.

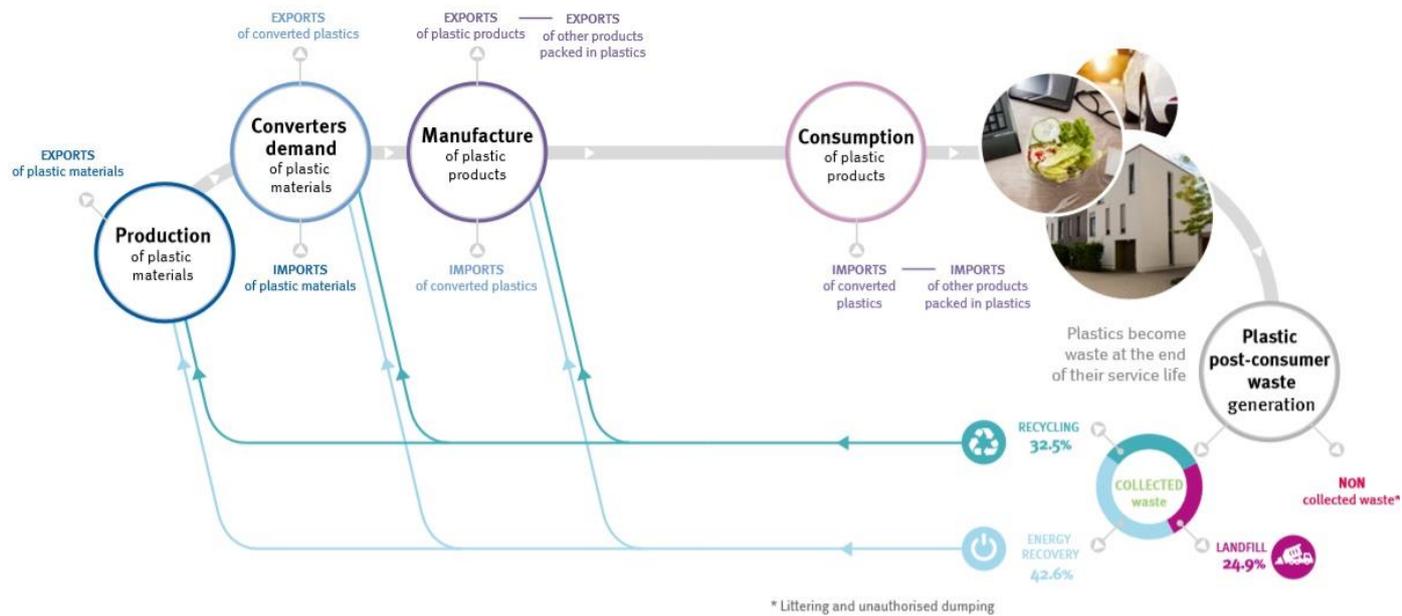


Figure 6: Le cycle de vie des produits en plastique (PlasticsEurope,2019)

Depuis l'année 2006, on peut utilement remarquer que les quantités de déchets plastiques envoyés au recyclage ont doublé. Mais on constate qu'en 2018, 25% des déchets post-consommation sont envoyés en décharge.

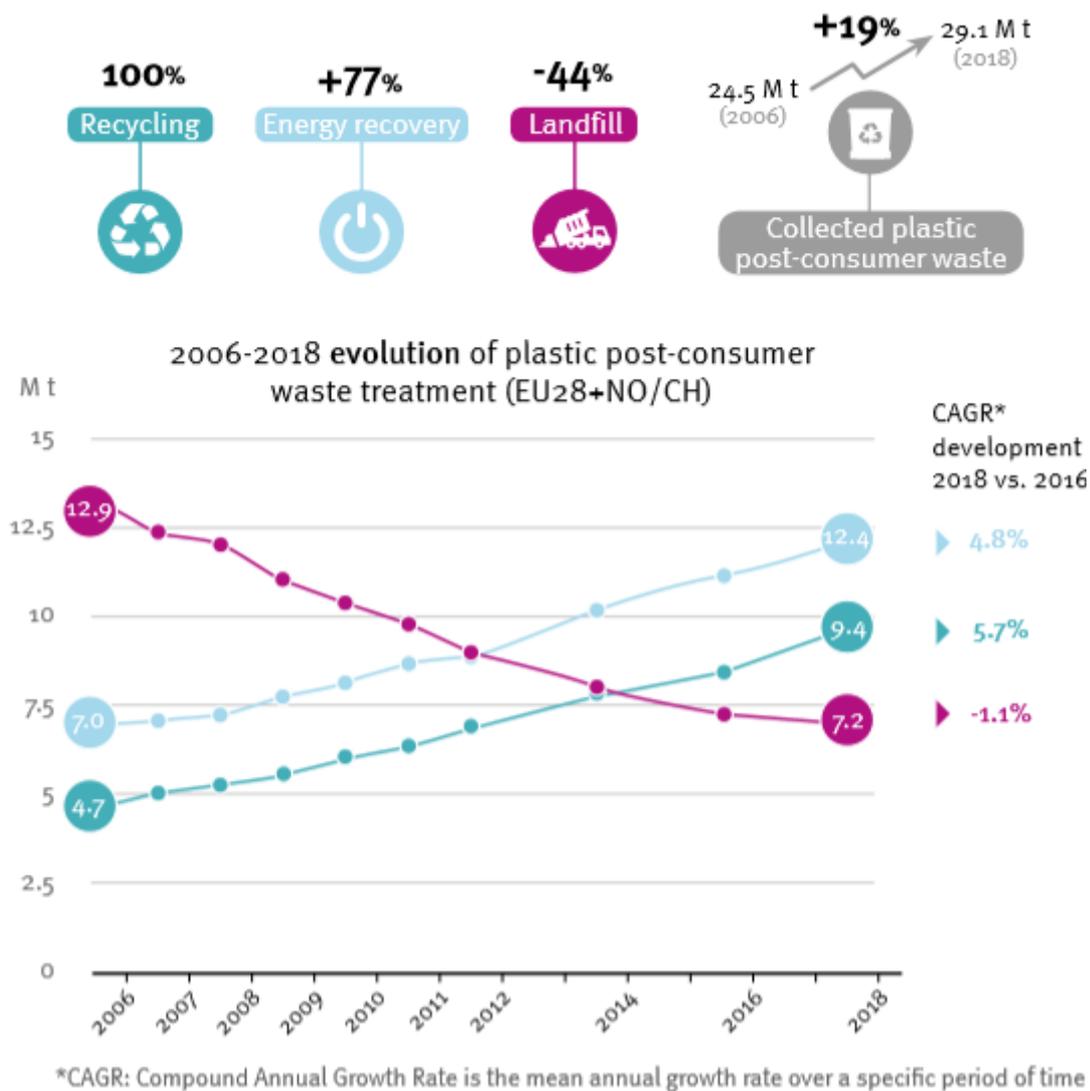


Figure 7: évolution du traitement des déchets plastiques post-consommation entre 2017 et 2018 (PlasticsEurope, 2019)

Dans l'Union européenne en 2018, 29,1 millions de tonnes de déchets plastiques ont été collectés afin d'être traités.

La directive (UE) 2018/852 sur les emballages et les déchets d'emballages fixe des objectifs à atteindre : un recyclage des matières plastiques plus élevé de 50 % d'ici 2025 pour atteindre 55 % d'ici 2030 (PlasticsEurope, 2019).

3 Les microplastiques, notions et généralités

3.1 Définition

La plupart des auteurs du microplastique le définissent comme un matériau (particule de plastique) qui a une longueur de diamètre ≤ 5 mm pour la majorité des particules.

Certains auteurs suggèrent que les particules < 1 mm soient définies comme des microplastiques, dans le but de rester dans la gamme des tailles micrométriques.

On peut dire, selon Lambert et al, (2014) que les particules > 5 mm sont des macroplastiques, les mésoplastiques comme 5 à > 1 mm, les microplastiques comme 1 mm à $> 0,1$ μm et les nanoplastiques comme 0,1 μm .

La raison pour laquelle la taille de 5 mm a été adoptée comme la référence pour déterminer les microplastiques, est le fait que les particules sont si petites qu'elles peuvent être ingérées facilement par les organismes vivants.



Figure 8: Schéma des catégories des particules de plastiques selon sa taille (source : Thibaut Saur, 2018)

D'autres travaux les classent de la manière suivante :

Category	Abbreviation	Size	Size definition
Macroplastic	MAP	≥25 mm	Any piece of plastic equal to or larger than 25 mm in size along its longest dimension
Mesoplastic	MEP	<25 mm–5 mm	Any piece of plastic less than 25 mm to 5 mm in size along its longest dimension
Plasticle	PLT	<5 mm	All pieces of plastic less than 5 mm in size along their longest dimension

Category	Abbreviation	Size	Size definition
Microplastic	MP	<5 mm–1 mm	Any piece of plastic less than 5 mm to 1 mm in size along its longest dimension
Mini-microplastic	MMP	<1 mm–1 μm	Any piece of plastic less than 1 mm to 1 μm in size along its longest dimension
Nanoplastic	NP	<1 μm	Any piece of plastic less than 1 μm in size along its longest dimension

Tableau 1: Classification des particules de plastiques selon leurs tailles (source : Christopher Blair Crawford, 2017)

Cependant, d'autres auteurs ont adopté une classification qui leur est propre se basant sur d'autres critères. Le schéma suivant résume les tailles de plastiques selon les auteurs.

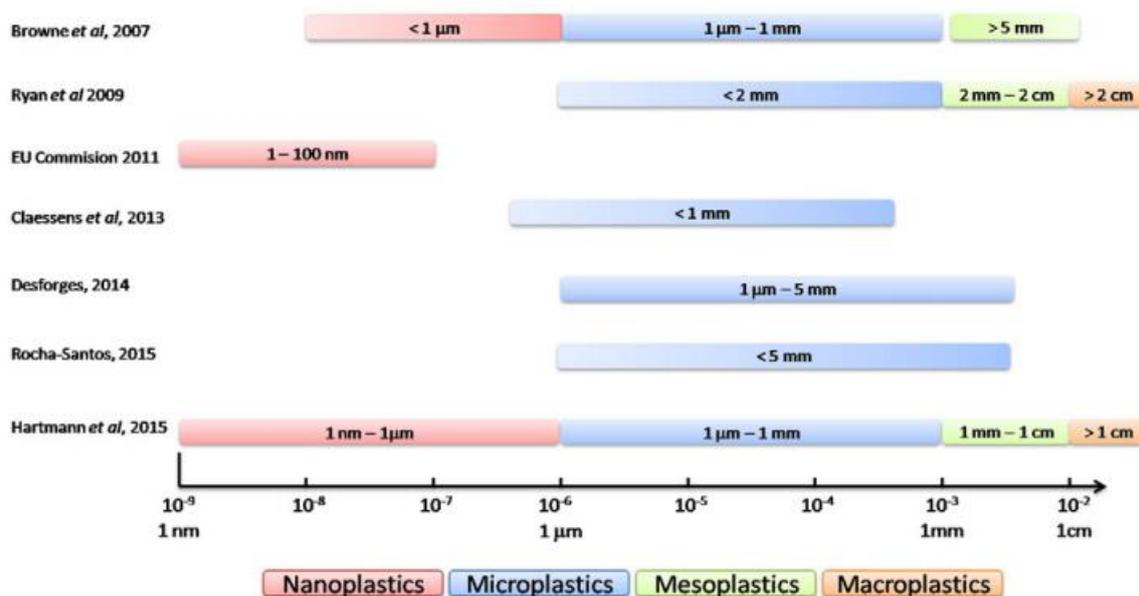


Figure 9 : Représentation des tailles des plastiques selon différents auteurs (source : Da Costa, J et al., 2016)

La seule division qui peut subsister est la façon de les classer en catégorie secondaire ou primaire, qui revient à l'origine et le devenir des plastiques dans l'environnement. C'est à partir des années 2000, que les autorités gouvernementales ont considéré que les microplastiques sont des contaminants préoccupants (WILSON & WILSON'S, 2017).

Comme nous l'avons vu précédemment, les microplastiques se composent de polymères produits par l'homme et des dérivés de pétrole.

POLYMERE	ABBREVIATION	N° CAS
Polethylene	PE	9002-88-4
Polypropylene	PP	9003-07-0
Polystyrene Expansé	PS-E	9003-53-6
Polyethylene Therephthlate	PET	25038-59-9
Polymethylmethacrylate	PMMA	9011-14-7
Polyetrafluoroethylene	PTFE	9002-84-0
Polyamide (nylon)	PA	63428-84-2
Polyurethane	PU	9009-54-5

Tableau 2: les polymères essentiels retrouvés dans les microplastiques (source : à partir de AFWE, 2017)

Les microplastiques ne sont pas composés uniquement de polymères, ils sont également composés des additifs qu'on retrouve dans la composition des plastiques (Boucard, 2018).

3.2 L'histoire de la recherche sur les microplastiques

Dès le début des années 1970, les études initiales ont mis la lumière sur les particules de plastique inférieures à cinq millimètres. C'est à partir de 1971, que des analyses sont effectuées dans des prélèvements d'eau des côtes anglaises, elles montrent l'existence de fibres synthétiques. En 1972, des granulés issus de la préproduction industrielle sont retrouvés dans la mer des Sargasses (océan Atlantique nord), leur taille est comprise entre 0,25 et 0,5 mm. En 1974, des opérations de cartographie de l'état de la pollution plastique de surface ont été faites dans l'Atlantique nord-ouest et le Pacifique et qui font état de granulés de quelques millimètres. En 1997, la situation est devenue tellement inédite que le navigateur Charles Moore invente l'expression « Great Pacific Garbage Patch » (« grande poubelle du Pacifique ») en franchissant le gyre Pacifique Nord. Elle sera par la suite reprise dans les médias sous le nom de « 7e continent de plastique ». Le terme « microplastique » ne sera employé qu'à partir de 2004, pour définir ces particules inférieures à quelques millimètres présentes dans l'environnement (KEDZIERSKI, 2017).

3.3 Les sources et origines des microplastiques

Les microplastiques sont aussi appelés « larmes de sirène » du fait de leur taille et du large éventail de couleurs de ses particules.

La présence de particules de plastique ayant un aspect millimétrique pose un grave problème dans l'environnement et menace la préservation de sa qualité.

Les microplastiques peuvent être classés selon leur source réelle en microplastiques primaires et secondaires.

Le plastique est issu de l'action humaine on le repère principalement sur terre, néanmoins, le fait de le retrouver également dans des boues d'épuration ou bien dans les effluents traités, ses particules finissent par s'accumuler dans les systèmes aquatiques.

Certaines études ont démontré que les traitements des stations d'épuration éliminent les microplastiques (Carr, Liu et Tesoro, 2016), d'autres affirment le contraire, et estiment que l'élimination dépend des procédés utilisés (Fendall et Sewell, 2009).

La source essentielle des microplastiques sont les produits cosmétiques et de nettoyage qui sont déversés dans les eaux usées domestiques (Fendall et Sewell, 2009). Les sources industrielles sont aussi importantes, exemple de la matière première utilisée dans la fabrication du plastique ou bien les rejets de résines qui sont utilisées dans l'industrie de soufflage (Lechner et al., 2014).

3.3.1 Les microplastiques primaires

Les microplastiques primaires sont conçus de façon à avoir une taille millimétrique ou submillimétrique pour être adaptés aux usages domestiques tels que les produits d'hygiène personnelle (nettoyants pour visage, dentifrice - annexe 1.1 ou crèmes exfoliantes - annexe 1.3) et dans certains cas, à un niveau plus faible, ils sont utilisés dans les médicaments.

Les microplastiques primaires sont fabriqués à cette taille à l'origine car ils composent en partie, les poudres plastiques utilisées dans le moulage, ou bien les « épurateurs » industriels qui vont être utilisés pour décaper les surfaces propres. Ils sont utilisés dans plusieurs processus industriels (GESAMP, 2015).

Les microparticules produites dans la fabrication d'exfoliants sont le plus souvent de taille < 100 µm, ce qui facilite leur passage à travers les traitements des stations d'épuration, elles se retrouvent ainsi dans les eaux environnantes. On peut signaler que l'arrivée des produits synthétiques a multiplié par 10 le nombre de microplastiques arrivant au niveau des STEPs comparé aux produits cosmétiques même si des retombées atmosphériques y contribuent également (Frère et al., 2017).



Figure 10: les microplastiques primaires récupéré dans un milieu aquatique (source : Christopher Blair Crawford, 2017)

3.3.2 Les microplastiques secondaires

Les microplastiques secondaires sont le résultat d'une décomposition de plastiques plus gros. Cette altération peut se faire pendant l'utilisation de ce plastique, comme par exemple les textiles, les peintures ou les pneus. Le largage de ses produits en plastique dans l'environnement peut être une source directe des microplastiques secondaires (GESAMP, 2015). L'exposition des débris plastiques à certains facteurs physiques, chimiques ou biologiques peut contribuer à la fragilité des particules polymères qui vont être plus facilement enclins à se fragmenter. Cependant, la fragmentation peut se produire plus en amont comme dans le cas des fibres synthétiques relâchées pendant le lavage des vêtements (Cole et al., 2011). Le tableau ci-dessous résume la plupart des sources des microplastiques primaires et secondaires, il met en avant la multiplicité des sources ainsi que leur forte tendance à imprégner l'environnement (WILSON & WILSON'S, 2017).

Primary Microplastics	Personal care products, such as exfoliants
	Specific medical products, including dental tooth polish
	Industrial abrasives
	Drilling fluids
	Raw materials for plastic production; process subproducts
	Improper handling
Secondary Microplastics	General littering, dumping of plastic waste
	Abrasion in landfill sites and recycling facilities
	Carelessly handled plastic fishing gear
	Ship-generated litter or disposed off after recreational activities
	Plastic material present in organic waste
	Paints containing synthetic polymers/abrasion during paint removal
	Polymers used in composting additives
	Fibres released from hygiene products
	Fibres released from synthetic textiles
As reviewed by K. Duis, A. Coors, Microplastics in the aquatic and terrestrial environment: sources (with a specific focus on personal care products), fate and effects, Environ. Sci. Eur. 28 (1) (2016) 1–25.	

Tableau 3: Principales sources de microplastiques primaires et secondaires (WILSON & WILSON'S, 2017)

Lorsque les débris plastiques sont exposés sur une longue période au soleil, ils sont sujets au phénomène de photo-dégradation. Cette dégradation va entraîner un lessivage des additifs conditionnés pour augmenter la durabilité et la résistance à la corrosion (Cole et al., 2011).

Une solution – qui n'en est pas une – est apparue, le développement de plastiques biodégradables pour se substituer aux plastiques conventionnels. Mais ils sont hélas une source non négligeable de microplastiques, car ils contiennent des polymères synthétiques et de l'amidon, des huiles végétales ou bien des produits chimiques qui ont la particularité de stimuler l'effet biodégradable de ces plastiques. En effet, la partie amidon sera décomposée, laissant les polymères synthétiques s'accumuler dans l'environnement (Cole et al., 2011).

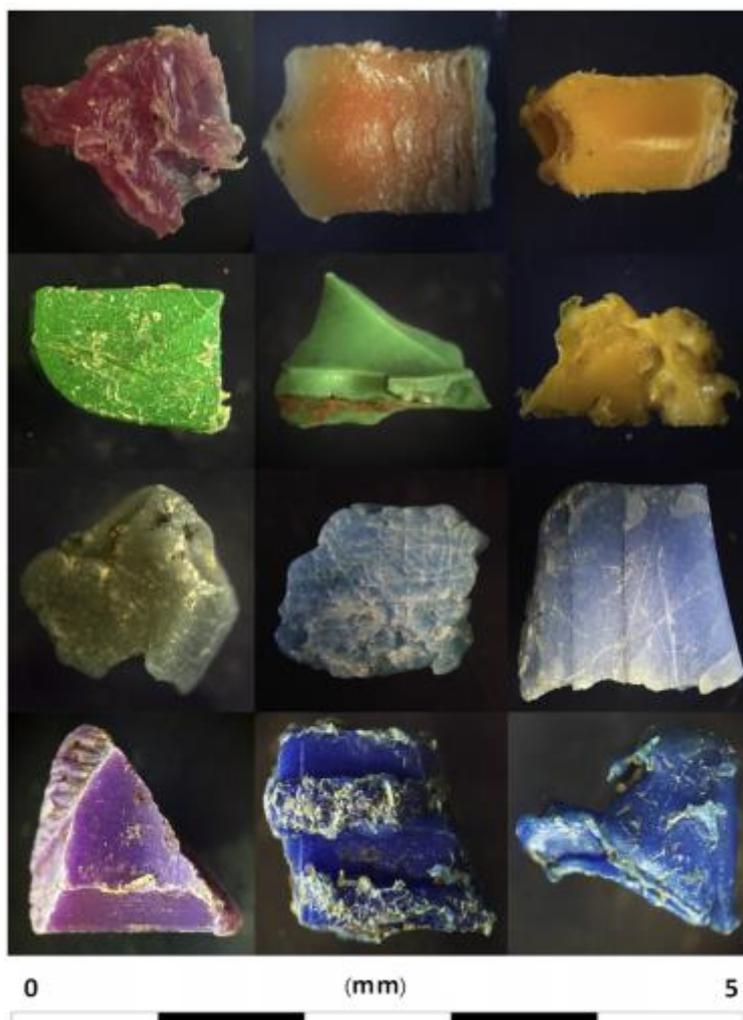


Figure 11: Les microplastiques secondaire récupérés dans un environnement aquatique (source : Christopher Blair Crawford, 2017)

3.4 Le devenir des microplastiques dans l'environnement

3.4.1 La répartition des MP dans le temps et l'espace

Il est bien difficile de déterminer le devenir des microplastiques dans l'environnement, essentiellement à cause de leur petite taille, les différentes voies de pénétration dans l'environnement, et enfin, en raison du temps qu'il faut pour vérifier leur dégradation. Cela rend le processus de quantification encore plus difficile. Le manque de méthodes d'échantillonnage normalisées s'ajoute aux autres obstacles. Enfin, la définition et la caractérisation des microplastiques ne sont pas toujours les mêmes.

Lorsque les plastiques sont rejetés dans les eaux usées domestiques et industrielles, qu'ils soient transportés par les vents ou bien dans l'eau de ruissellement, ils vont se retrouver dans les rivières et au final dans les océans.

Sachant que les stations d'épuration traitent bien les microplastiques, il a été démontré que l'efficacité de l'élimination dépend essentiellement des procédés appliqués, ainsi que du type de la matière traitée

et de sa charge. Comme la densité des matières plastiques est minime, elles finissent malgré tout dans les rivières et les océans.

Dans le cas d'un phénomène contraire comme l'hétéroagrégation, des matières plastiques restent en suspension avec d'autres débris ou solides, elles sédimentent alors au niveau des lits de rivières. Cette hypothèse a été confirmée par des faits qui détaillent ces phénomènes.

Les études ont démontré que la présence des microplastiques est prédominante dans les régions à forte influence anthropique comme dans les zones à forte activité industrielle et commerciale.

Lorsque les plastiques sont libérés dans les milieux aquatiques, les particules décomposées réagissent différemment, selon leur gravité. En effet, les particules ayant une gravité supérieure à 1 ont une prédisposition à couler dans la colonne d'eau, en revanche, celles qui ont une gravité inférieure à 1 ont tendance à flotter. Cette gravité est fonction du temps et du phénomène d'hétéroagrégation, ou bien de la colonisation microbienne (WILSON & WILSON'S, 2017).

3.4.2 Décomposition et durabilité des plastiques dans les eaux douces

Il existe peu d'informations sur le processus de dégradation des matières plastiques dans l'environnement. Par conséquent, les connaissances sont axées sur les études de laboratoire, qui analysent certains processus comme la biodégradation. Peu d'environnements expérimentaux réunissent toutes les conditions environnementales nécessaires, réunissant l'interaction de plusieurs processus de dégradation comme dans la réalité. Ces études-là se focalisent sur les pertes de poids, les changements de résistance à la traction, ou bien sur les raisons d'utiliser tel ou tel polymère par rapport à la rupture de la structure moléculaire et l'identification de certaines souches microbiennes déterminées (Wagner et Lambert, 2018).

Le taux et l'accroissement de la biodégradation des polymères peuvent être affectés par le type d'organismes présents dans l'eau ainsi que l'abondance de biomasse (Mohan, 2011), ainsi que leur sensibilité et leur adaptabilité aux paramètres environnementaux (Lambert et al., 2013). Le schéma suivant résume en général, les facteurs qui peuvent influencer la biodégradation des polymères.

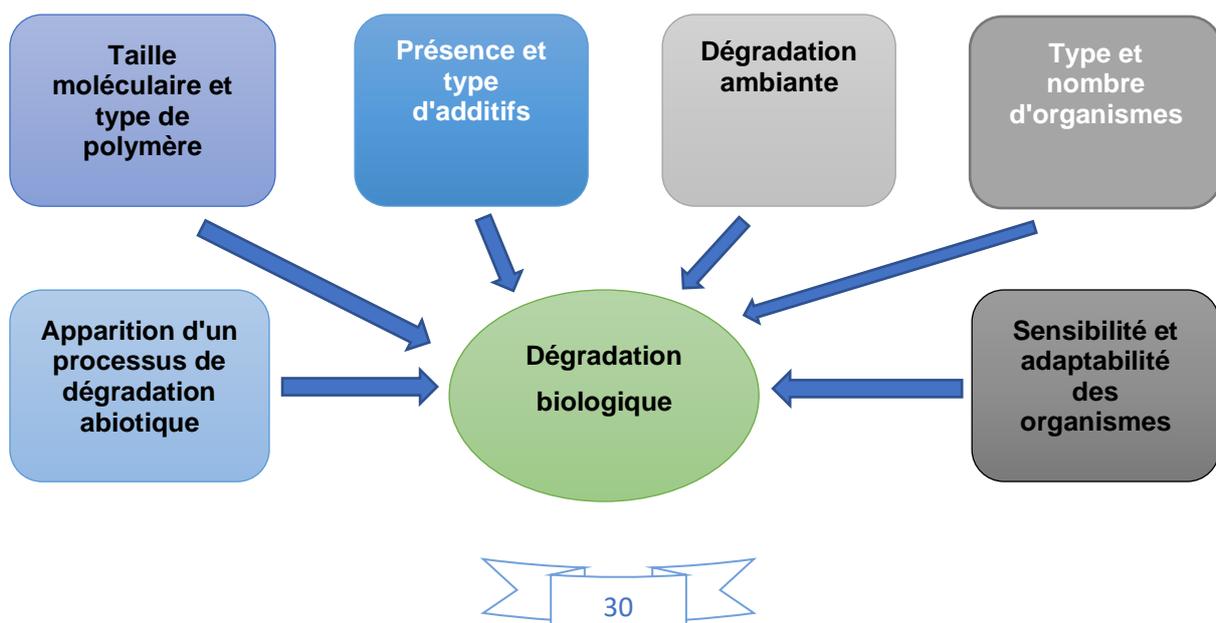


Figure 12: Schéma des facteurs centraux responsables de la biodégradation des polymères composants la matière plastique (source : Da Costa, J et al., 2016)

Néanmoins, d'autres facteurs peuvent influencer cette biodégradation, comme la densité des polymères. En effet, selon la densité de chaque polymère, on peut savoir leur biodisponibilité dans la colonne d'eau et par conséquent, déterminer ce qui va être ingéré par les organismes (les matières plastiques à haute densité ont tendance à couler et ceux à faible densité à flotter) (Da Costa, J et al., 2016).

3.5 Les risques induits par les microplastiques

Lorsque le plastique se retrouve dans l'environnement aquatique d'une façon ou une autre, il subit un nombre de contraintes comme les UV, la pluie, le vent ou l'érosion mécanique. Cet ensemble de phénomènes entraîne une dégradation en particules plus petites : des microplastiques ou même en nanoplastiques (Vincent Verney et al, 2018). On peut distinguer deux effets majeurs des microplastiques dans l'environnement ; des effets physiques et des effets chimiques.

3.5.1 Les effets physiques

Les microplastiques sont de petite taille, ils sont donc ingérés par les micro-organismes présents dans l'eau, les poissons, les planctons ou bien les mammifères marins (WILSON & WILSON'S, 2017). L'effet est observé chez 250 espèces, cela se manifeste par l'étranglement, la suffocation ou l'obstruction des voies digestives lors de l'ingestion en question.

Le fait que les microplastiques, de par leur petite taille, soient biodisponibles et ingérables par les détritivores et les planctophages ou les organismes filtreurs, suivis de leur translocation et leur déplacement dans la chaîne trophique fait débat (Fendall et Sewell, 2009).

La présence de ces microplastiques dans l'environnement aquatique n'est pas sans induire une certaine toxicité pour la faune qui s'y trouve, même si le niveau de nocivité est mal connu. Les éventuels effets toxiques peuvent provenir toutefois de plusieurs voies :

- Le stress engendré par l'ingestion, comme la satiété ou le blocage ;
- Certaines fuites d'additifs de plastique comme les plastifiants par exemple ;
- Il est connu que les microplastiques peuvent absorber certains contaminants comme les POPS, et cela n'est pas sans danger.

En laboratoire, il a été démontré que les polymères sont ingérés par une multitude d'espèces et que ce processus dépend en grande partie de leur taille, forme et densité, leur couleur caractérise aussi accessoirement l'absorption.

Les blessures internes du tube digestif font partie des effets directs de l'ingestion des microplastiques, ils deviennent une entrave au passage de la nourriture, ce qui réduit considérablement les apports nutritifs, et conduit inévitablement le biote à la famine puis à la mort. Pour certaines espèces qui respire

de l'air, les MP obstruent leurs branchies, réduisant ainsi leur capacité respiratoire (WILSON & WILSON'S, 2017).

3.5.2 Les effets chimiques

Il est bien difficile de déterminer les effets des substances tels les monomères résiduels, des substances additionnées de façon non délibérée (impuretés, sous-produits de polymérisation, produits de dégradation), des catalyseurs des solvants et des additifs lessivant les matières plastiques. La lixiviation de ces mélanges dépend des conditions chimiques, biologiques ou physiques du milieu récepteur (Wagner et Lambert, 2018).

Les matières plastiques ne représentent pas un danger en soi pour l'environnement, car elles sont initialement biochimiquement inertes. Une nouvelle appellation a vu le jour suite à une classification qui prend en considération l'ajout d'additifs submicroniques⁴ dans les plastiques commerciaux, et qui porte le nom de « plasticides », ces additifs sont de taille moléculaire. Les effets de l'ajout de ces additifs reviennent à leur nature lipophile⁵, qui les rend plus aptes à s'infiltrer dans les membranes des cellules et à participer aux réactions biochimiques, ce qui a pour conséquence un changement comportemental grave, des altérations au niveau de la reproduction (WILSON & WILSON'S, 2017).

⁴ Aditif d'une taille inférieure au micron

⁵ Qui retient les substances grasses

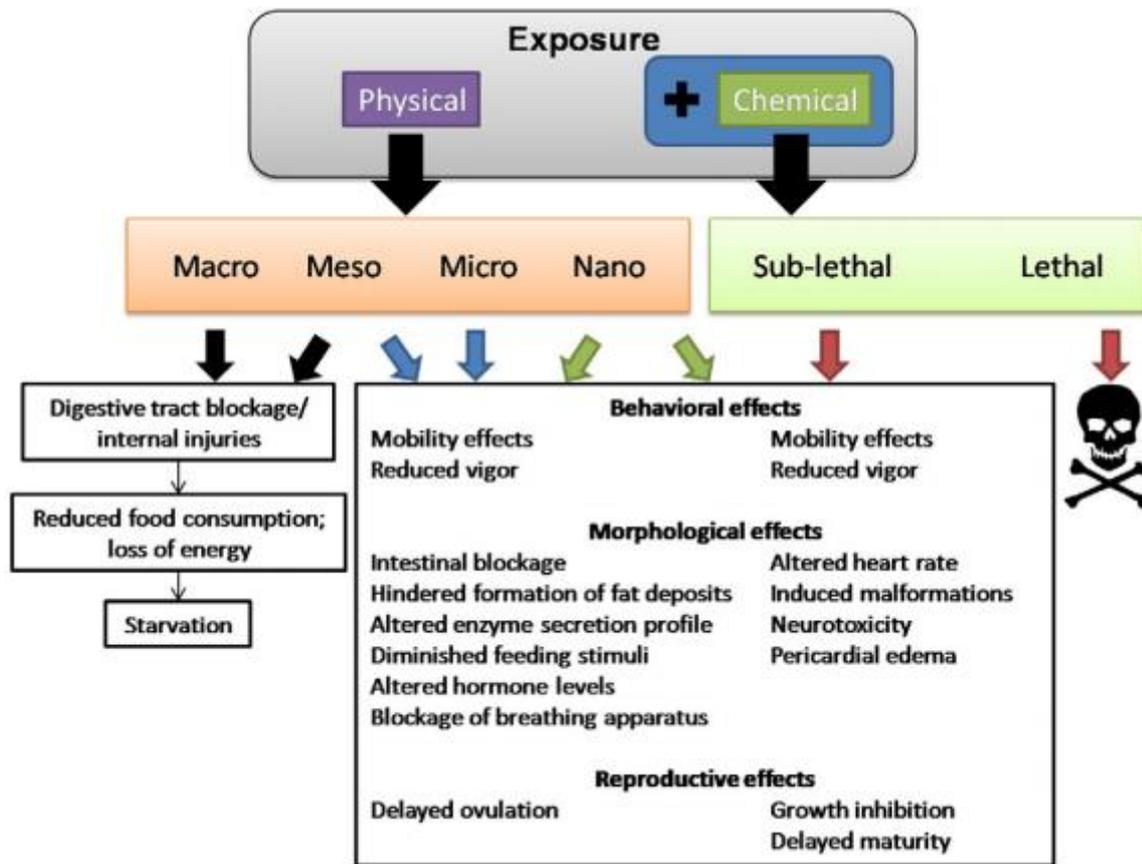


Figure 13: Modèle qui met en lumière les effets potentiels dus à l'exposition physique et chimique aux microplastiques, Adapté selon (Lambert et al., 2014)

Le modèle ci-dessus intègre l'assimilation d'autres polluants comme les polluants organiques persistants à la surface des particules microplastiques, et les effets observés sur une série d'espèces.

Il a été prouvé que quelques POPS, PCB et pesticides peuvent imiter les hormones naturelles, ce qui conduit à des troubles de reproduction. Le taux d'absorption de ces POPS dans la matière plastique dépend essentiellement de la nature du polymère et du polluant conjointement, ainsi que le type, la densité, le poids moléculaire et l'hydrophobicité (L'hydrophobie caractérise les surfaces qui semblent repousser l'eau). Quand les contaminants hydrophobes sont ingérés, ils sont capables de s'introduire dans les réseaux alimentaires et être mêlés à des phénomènes comme la bioaccumulation ou la bioamplification qui ne sont pas sans conséquence sur la santé animale et humaine. Cela explique que les particules peuvent traverser certains organes du corps comme le foie, les testicules et le sang pour arriver au cerveau, ce qui peut avoir de lourdes conséquences sur l'autorégulation des signes vitaux de l'espèce (WILSON & WILSON'S, 2017).

Additives	Examples of Hazardous Contaminants	Observations
Flame retardants	Short- and medium-chain chlorinated paraffins Brominated flame retardants Boric acid Tris(2-chloroethyl)phosphate	Concentrations often 10–20% (w/w)
Plasticizers: <ul style="list-style-type: none"> • Phosphates • Phthalates • Epoxidized • Polyesters • Esters • Linear • Aliphatic esters 	Benzyl butyl phthalate Diisooheptylphthalate Bis (2-ethylhexyl)phthalate Tris(2-chloroethyl)phosphate Bis(2-methoxyethyl) phthalate Dibutyl phthalate Diisobutyl phthalate	High molecular weight Improved flexibility and durability Used in up to 10–80% (w/w)
Stabilizers: <ul style="list-style-type: none"> • Stabilizers • Halogen • Antioxidants • Ultraviolet • Absorbers • Biological • Preservatives 	Arsenic compounds Triclosan Organic tin compounds Barium-cadmium-zinc-epoxy-phosphite Bisphenol A (BPA) Cadmium compounds Lead compounds Octylphenol Nonylphenol compounds	Added between 0.1% and 10.09% (w/w) Phenolics are used in low amounts
Curing agents	4,4'-Diaminodiphenylmethane Formaldehyde 2,2'-dichloro-4,4'-methylenedianiline	Typically 0.1–2% (w/w) Act as catalysts and accelerators
Colourants	Titanium dioxide Cadmium compounds Chromium compounds Lead compounds Cobalt(II) diacetate	Most often inorganic pigments Between 1% and 4% (w/w)
Antistats	Amines, quaternary ammonium compounds, organic phosphates and polyoxyethylene glycol esters	Used for making the product less static
Processing aids: <ul style="list-style-type: none"> • Lubricants • Other processing aids • Flow controls 	Calcium, zinc and lead stearates Fatty esters and amides Petroleum and polyethylene waxes	Lubricants, viscosity depressants, mould release, antiblocking and antifog agents
Some examples of hazardous chemicals are also included. Adapted from I.L. Nerland, C. Halsband, I. Allan, K.V. Thomas, Microplastics in Marine Environments: Occurrence, Distribution and Effects 2014, Norwegian Institute for Water Research Oslo, Norway.		

Tableau 4: Additifs plastiques courants utilisés dans la fabrication des plastiques (source : WILSON & WILSON'S, 2017)

4 Méthodes d'échantillonnage et d'analyse des microplastiques

A cause de leur petite taille, la collecte, la manipulation, l'identification et la caractérisation des microplastiques deviennent plus difficiles, il convient par conséquent d'adapter les techniques pratiquées pour estimer et chiffrer les microplastiques présents dans les échantillons recueillis. Un autre obstacle ralentit la recherche sur les microplastiques : le manque de données cohérentes. Cela s'explique en partie par le manque de protocoles d'exploitation normalisés (SOP) pour l'échantillonnage et la détection des MP. Et ce malgré diverses tentatives pour arriver à mettre en place une méthodologie. Cette problématique s'étend même à des institutions comme l'Union européenne. Au final, la plupart des rapports publiés mentionnent explicitement que les présents efforts ne sont pas acceptables pour pouvoir échantillonner et quantifier les MP (WILSON & WILSON'S, 2017).

L'hétérogénéité de la distribution des microplastiques dans l'environnement rend moins représentatif leur échantillonnage dans les sédiments et dans l'eau. La charge de particules présentes naturellement dans l'environnement interfère dans la détection visuelle des MP (Wagner et Lambert, 2018).

La majorité des publications mentionnent un schéma général pour l'étude des MP. Il est structuré de prélèvement et manipulation d'échantillons, suivi de l'étape de la réparation et du traitement au laboratoire qui compte également l'extraction plastique et le fractionnement granulométrique.

Ensuite, vient l'étape de caractérisation morphologique et physique approfondie des microplastiques.

Plus loin, la phase d'identification et quantification des particules utilisent différentes techniques et méthodologies visuelles.

Au bout d'un certain moment, les chercheurs ont dû opter pour la méthode d'identification des plastiques selon leurs compositions chimiques, car il existe beaucoup trop de faux négatifs ou faux positifs (WILSON & WILSON'S, 2017).

Pour exprimer l'abondance des microplastiques dans les échantillons d'eaux de surface, les chercheurs utilisent l'unité de mesure « particule par km² » ou « particule par volume » (APPEL, 2019).

4.1 Matériels et méthodes

4.1.1 Sélection des sites d'échantillonnage, au niveau des rives

Pendant quelques années, différentes campagnes d'échantillonnage ont été effectuées dans divers endroits dans le monde. Voici quelques exemples illustrant bien l'ampleur du travail effectué ainsi que la diversification temporelle et spatiale. Ils sont à titre indicatif et représente une partie minimale de tous les travaux déjà effectués.

- Pendant la période 2013-2016, lors d'un travail de doctorat, des échantillons ont été prélevés au niveau de la Seine par le docteur Rachid Dris⁶. Son objectif était de mettre en lumière les effets

⁶ Rachid Dris, First assessment of sources and fate of macro- and microplastics in urban hydrosystems: Case of Paris megacity, 2016. Thèse de l'Université Paris Est.

directs des microplastiques sur les organismes vivants ainsi que de montrer s'il existe oui ou non, une interdépendance entre eux et les polluants organiques (Rachid Dris et al., 2016).

- En 2016, une campagne d'échantillonnages est menée dans la région de la capitale nationale du Canada. Elle comprend trois objectifs complémentaires : tout d'abord, évaluer l'accumulation des microplastiques à l'air libre dans l'eau des rivières d'Ottawa et de ses plus grands effluents. Ensuite, une analyse de la présence des MP en amont et en aval du panache d'effluent de la ville d'Ottawa dans la rivière des Outaouais. Pour enfin quantifier les MP dans la rivière, au niveau d'un échantillon de sédiments (Vermaire et al., 2017).
- En 2013, des échantillons ont été prélevés au niveau des lacs Huron, Érié et Saint Clair, au sein des Grands Lacs en Amérique du Nord. La zone concernée est appelée « Chemical Valley » en raison de sa proximité avec les industries pétrochimiques. Le but de cette étude était d'analyser les modèles de distribution, les textures et les compositions des débris plastiques le long des rives des lacs Érié et Saint Clair, afin d'identifier l'implication des sites des sources de pollutions, des courants de surface et des types de rivages (Zbyszewski, Corcoran et Hockin, 2014).
- Entre juillet et décembre 2011, une campagne d'échantillonnages est réalisée au niveau des eaux de surface de quatre affluents estuariens de la baie de Chesapeake, aux États-Unis. Les quatre sites se trouvent dans une région de marée navigable de rivières estuariennes. Le but visé par cette étude est de collecter et quantifier les MP dans la baie de Chesapeake pour ensuite les comparer aux concentrations mesurées au cours de l'histoire. L'objectif final était de mettre en place des bases de référence pour la surveillance (Yonkos et al., 2014).

En annexe, un tableau met l'accent sur quelques travaux effectués sur les microplastiques, en ajoutant les méthodes utilisées pour y arriver ainsi que d'autres détails relatifs aux procédures d'analyse des MP (Annexe 3.2).

4.1.2 Sélection des sites d'échantillonnage, au niveau des effluents d'eau usées

L'état des microplastiques dans les eaux usées a beaucoup moins attiré l'attention des scientifiques que le milieu aquatique. On sait qu'avant d'arriver dans les eaux aquatiques, les eaux usées sont traitées dans les STEP, qui peuvent avoir différentes tailles et procédés de traitement (primaires, secondaires et tertiaires), avec des processus biologiques ou chimiques. Au niveau de ces STEP, une grande majorité des particules solides qui peuvent intégrer des plastiques sont capturées.

Une étude récente a mis en évidence les processus qui peuvent supprimer des microplastiques. Elle a constaté que le nombre de microfibrilles qui sont enlevées dans les STEP passe de 180 fibres par litre à 14,2 et 13,8 fibres par litre, suite aux traitements primaires et secondaires, avec le processus de sédimentation.

Pour connaître l'évolution des microplastiques pendant le traitement, et comprendre le rôle des eaux usées en tant qu'origine des microplastiques, il est primordial de déterminer la masse de microplastiques qui rentrent dans la station et la quantité qui est relâchée.

Plusieurs études pilote ont été effectuées afin d'évaluer la charge de microplastiques dans les stations d'épuration (en Europe, en Russie et aux États-Unis), l'exemple d'une étude démontre qu'avec le traitement mécanique, biologique et chimique, 99 % des microplastiques sur 15 000 particules /L dans l'influent à 8 particules / L sont éliminés dans l'effluent (annexe 2.1) (Ziajahromi, Neale et Leusch, 2016).

Les résultats obtenus lors de ces études (annexe 2.1) sont incomparables, car il manque une méthode uniforme et normalisée de l'échantillonnage, du traitement des échantillons et l'analyse des microplastiques. On peut conclure à travers ces études, que même si le pourcentage des microplastiques trouvés dans les effluents est négligeable, le grand volume d'eau rejeté annuellement rend le largage des MP significatif, ce qui représente une source importante des MP dans les eaux aquatiques.

Même si les STEP ne sont pas actuellement conçues pour éliminer spécifiquement les MP, on remarque, avec les récentes études qu'une grande partie est enlevée suite au traitement primaire. Lors de ces phases, la densité des MP peut faire la différence lors de leur élimination, elle les rend flottants et facilement retirés par écrémage de surface. Certaines études ont démontré que le traitement tertiaire a plus d'efficacité que le primaire et le secondaire.

On peut ajouter le fait que les propriétés physico-chimiques des MP peuvent être transformées pendant le processus de traitement. Cela est possible grâce à la présence de biofilms sur le MP dans les eaux usées. L'influence se fait sur les propriétés de surface et la densité des MP. Il a été conclu que ces biofilms changeaient les propriétés physicochimiques des débris plastiques, en les rendant moins hydrophobes et plus dynamiques. Les microplastiques peuvent également être capturés et emprisonnés dans les boues (Ziajahromi, Neale et Leusch, 2016).

4.1.3 Méthodologie et procédures d'échantillonnage

Lors de cette phase, il convient de commencer par saisir les échantillons de microplastiques, qui devront ensuite être séparés de la matrice d'origine ; que ce soit des sédiments, de l'eau ou l'intérieur d'un tube digestif, etc. Ultérieurement, les échantillons sont reconnus avec différentes méthodes pour enfin être analysés (figure 14 et figure 15). C'est dans ce contexte qu'il faut absolument définir des normes sur lesquelles le travail va se baser.

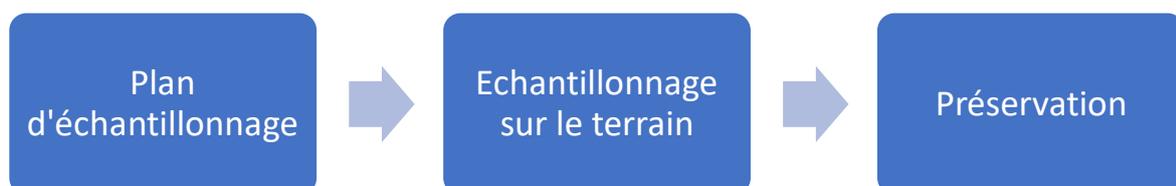


Figure 14: Les étapes avant et pendant l'échantillonnage (source : WILSON & WILSON'S, 2017)

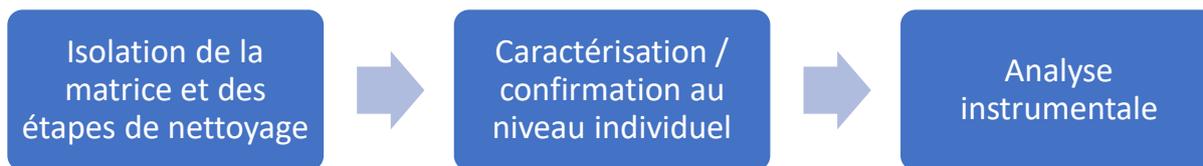


Figure 15 : les étapes après l'échantillonnage (source : WILSON & WILSON'S, 2017)

L'extrême complexité dans la comparaison des différents échantillons collectés dans l'espace et dans le temps rend la qualité et la résolution de l'analyse encore plus difficile.

On sait que le choix de la méthode d'échantillonnage et de manipulation est déterminant dans ce qu'on va trouver dans l'échantillon collecté au niveau de la taille des MP (WILSON & WILSON'S, 2017).

Lors de la phase de l'échantillonnage, de préparation ou d'analyse des MP, il convient de porter une attention particulière aux problèmes de contamination par les fibres de polymères, très présentes dans l'environnement quotidien. Ces sources peuvent provenir de l'équipement utilisé ou bien des particules en suspension dans l'air. La conséquence peut être une exagération des concentrations de MP dans les échantillons. Pour éviter ces problèmes de contamination, il faut changer les instruments de laboratoire et les procédés en plastique. Par ailleurs, des échantillons de contrôle sont utilisés, cela peut aider à identifier la source à chaque étape du travail (Löder et Gerdts, 2015).

4.1.4 La phase d'échantillonnage

Au cours d'une procédure d'échantillonnage, une logique scientifique est impérative, cela demande une forme de méthodologie. Elle consiste à définir la question principale de l'étude ainsi que les objectifs de conception qui vont permettre de répondre à la question posée ultérieurement, avec un minimum d'apport pour faire avancer la recherche scientifique.

Certaines questions qui peuvent être un obstacle doivent être posées au préalable, comme l'échelle spatiale, le temps et les ressources financières (le personnel, des bateaux chers ou des engins). Il faut également prendre en compte les variations saisonnière ou interannuelles, des distributions spatiales étendues lors de l'échantillonnage des MP au niveau d'un même projet, ce qui a évolué au fur à mesure vers des enquêtes plus larges et plus longues en utilisant le couplage d'études et de comparaisons (WILSON & WILSON'S, 2017).

Le schéma suivant résume de manière générale les méthodes utilisées pour l'échantillonnage des MP dans les différents milieux.

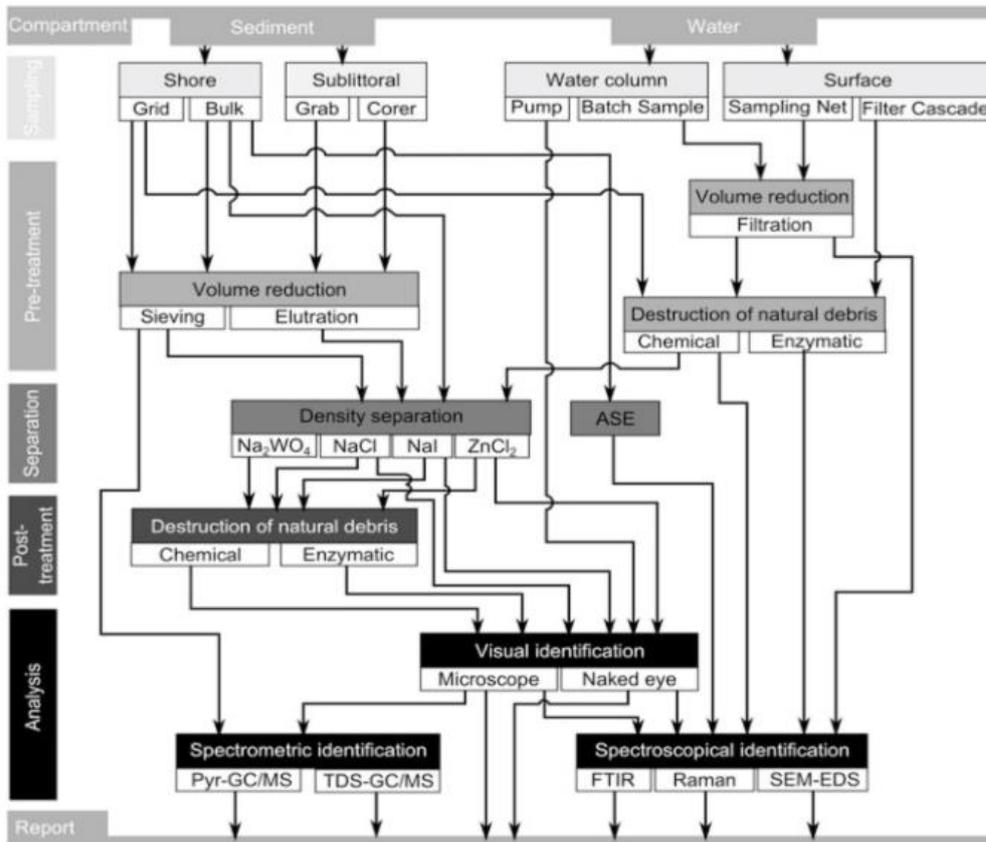


Figure 16 : Schéma général sur les différentes stratégies plausibles proposées dans la littérature pour l'analyse des microplastiques (source : Wagner et Lambert, 2018)

4.1.4.1 L'échantillonnage dans la phase liquide

Si on compare les concentrations des microplastiques dans les eaux par rapport aux sédiments, on remarque qu'elles sont moins importantes. C'est pour cela qu'il faudrait une grande quantité d'eau filtrée au fur à mesure de l'échantillonnage pour être représentatif.

La procédure se fait sur la surface de l'eau, dans la majorité des cas avec un filet Neuston ou un filet à Planctons secondé par un débitmètre qui va estimer le volume d'échantillon exact.

Différentes mailles de filets sont utilisées, elles vont de 50 à 3000 µm. Mais dans la plupart des études, la maille de 300 µm est la plus utilisée. Cette méthode de travail nous amène à un échantillonnage des MP non quantitatif qui sont de taille inférieure à 300 µm.

Un problème de colmatage des filets à faible maillage peut être résolu en adaptant la manière de disposer les filtres en cascade, ce qui va amener à une division de la taille de MP pendant la collecte, ce qui provoque une diminution de la charge matricielle des mailles de petite taille.

Une autre méthode d'échantillonnage est effectuée sous la surface de l'eau, elle est réalisée avec une pompe submersible, en filtrant directement l'eau avec. Cette pratique est moins courante (Wagner et Lambert, 2018).

Lorsqu'on fait face à un cours d'eau d'une profondeur assez importante, l'utilisation d'un chalut est la méthode la plus utilisée pour l'échantillonnage, afin de collecter les microplastiques sur la surface de l'eau (propriétés de surface des MP). Pendant cette étape, un débitmètre est utilisé pour calculer le volume total d'eau filtré à travers la maille. Avec cette méthode, on peut connaître le volume d'eau échantillonné. La maille de filet utilisée par les chercheurs est 300 μm , cette taille est dictée par la limite de taille des microplastiques imposée par « National Oceanic and Atmospheric Administration » des États-Unis. L'utilisation d'un chalut permet de couvrir une surface d'échantillonnage considérable, qui peut conduire à réduire le volume d'échantillon.

Les études ont démontré que lorsqu'il y a une abondance de maillage, la différence d'abondance dans les échantillons de microplastiques observés est plus grande. Par exemple, lors de l'utilisation de filet à maille 80 μm , les résultats obtenus étaient 100 000 fois supérieures que lorsqu'ils utilisaient un filet à maille 450 μm (J. Li et al., 2018).

D'autres méthodes d'échantillonnage sont exploitées. On peut citer la méthode de microcouche de surface (avec un tamis de 2 mm pour échantillonner l'eau qui est supérieure à 1 mm), la collecte à la main (avec un seau à 20 cm depuis la surface suivi d'un filtrage à la main) et l'échantillonnage d'eau en vrac (certaines études).

Certaines études mentionnent également, l'échantillonnage avec des filets à plancton, filets bongos (annexe 1.6), et plus rarement les luges épibenthiques (Mel Constant, 2018).

4.1.4.2 L'échantillonnage dans les sédiments

Les analyses des MP dans les sédiments sont les plus répandues par rapport aux colonnes d'eau (Löder et Gerdt, 2015). On peut distinguer deux types d'échantillonnages : ceux au niveau du littoral et ceux au niveau des lits des rivières ou lacs. Pour cette application, l'utilisation de carottiers est la plus adaptée pour les profondeurs, bien que l'on obtient des petits volumes d'échantillons (25 m^3) (Wagner et Lambert, 2018).

Dans la section des sédiments, la méthode d'échantillonnage la plus utilisée est l'échantillonnage sélectif qui se fait à l'œil nu, à l'aide d'outils d'échantillonnage qui permettent une sélection directe des échantillons. Il existe également les échantillons en vrac. Plusieurs outils d'échantillonnage sont utilisés, selon l'environnement et le but de l'échantillonnage (des pincettes, des cuillères, des pelles, des truelles, des chaluts benthiques et des échantillonneurs en acier inoxydable) (Zhang et al., 2020).

Type d'échantillonnage/ Caractéristiques	Définition
Echantillonnage sélectif	<ul style="list-style-type: none"> - C'est le fait de prélever directement de l'environnement le plastique reconnaissable à l'œil nu ; - Cette opération se fait couramment en surface des sédiments ; - Les particules de plastiques sont donc assez grosses (exemple : pastilles 1 à 6 mm de diamètre)(Hidalgo-Ruz et al., 2012).
Echantillonnage à volume réduit	<ul style="list-style-type: none"> - Il peut également se faire en eaux de mer comme dans les sédiments ; - Durant le prélèvement, le volume d'eau est réduit, pour laisser seulement la partie de l'échantillon qui nous intéresse dans l'étude ; - Pour les échantillons au niveau des sédiments, un tamis est directement utilisé sur le site de collecte(Hidalgo-Ruz et al., 2012). - Utilisation d'un filet à plancton neuston et le chalut à Manta en général dans ce genre d'échantillonnage (annexe 1.5) (J. Li et al, 2018).
Echantillonnage en vrac	<ul style="list-style-type: none"> - Durant l'échantillonnage, tout le volume est collecté sans en réduire la quantité ;

Tableau 5: les différentes méthodes utilisées lors d'un échantillonnage dans les sédiments

4.1.5 Traitement des échantillons

Pour mieux connaître les dangers des microplastiques, il faut arriver à cerner la nature de ce risque. Pour cela, plusieurs méthodes ont été mises en place afin d'évaluer et suivre ces pollutions. Ces méthodes ont une logique, qui suppose en premier lieu, d'extraire ces MP pour arriver à déterminer leur nature et éventuellement caractériser leur toxicité ; ce dernier point n'est pas développé dans ce travail.

Cette étape suppose en premier lieu, de prendre des précautions quant à la contamination des échantillons, et de les traiter par la suite. Des dispositions doivent être prises en amont, comme le port de gants en caoutchouc et d'une blouse blanche (65% polyester, 35% coton) afin d'éviter l'utilisation de matières plastiques. Il faut également utiliser un blanc de référence (annexe 1.4) qui tient compte du milieu (laboratoire) car il est chargé de contaminations (Blair et al., 2019). Dans certains cas, certaines précautions supplémentaires sont ajoutées, comme couvrir les échantillons et les filtres pour éviter l'exposition à l'air, ainsi que l'utilisation d'une vaisselle en verre, qui sera grillée avec les filtres à 500 °C pendant 4 heures (DRIS et al., 2015). La verrerie est lavée avec de l'acétone et de l'eau filtrée, il faut noter que toutes les solutions utilisées sont filtrées avant chaque utilisation.

Dans la phase de traitement, les échantillons sont pesés avant et après le séchage (24 h à 100°), puis un calcul sera fait sur la masse totale solides (TS) qui sera pris, comme le poids de l'échantillon séché. Par la suite, ils sont secoués pendant 10 min à l'aide d'un automatique secoueur. Vient ensuite l'étape

du tamisage ; il y a plusieurs tailles de tamis selon l'objectif visé par l'étude (exemple ; 2,8 mm, 2,0 mm, 1,4 mm, 1,0 mm, 0,71 mm, 0,5 mm, 0,355 mm, 0,25 mm, 0,18 mm, 0,125 mm, 0,09 mm et 0,063 mm). Enfin, Ils sont conservés dans une bouteille en verre pour un traitement postérieur (Blair et al., 2019).

4.1.5.1 Phase de séparation

Plusieurs méthodes ont été mises en place pour distinguer les particules microplastiques de la matière naturelle dans les échantillons. En effet, elles sont difficilement identifiables à l'œil nu à cause du vieillissement et de leur encrassement (Wagner et Lambert, 2018).

L'étape de séparation des polymères plastiques avec les matériaux inorganiques et minéraux est importante pour le déroulement de l'étude des microplastiques. En effet, lors de la collecte des débris plastiques au niveau des rivières et des lacs, il est très plausible que les microplastiques soient ignorés. C'est la raison pour laquelle, il est très important d'extraire les microplastiques dans des échantillons collectés en vrac dans l'environnement.

Diverses méthodes de séparation par densité⁷ sont employées afin de démêler les microplastiques des sédiments, l'incertitude quant aux résultats obtenus dépend de la méthode utilisée. Le fait que de par leurs propriétés de surface, les microplastiques peuvent se fixer à toute sorte d'espace de contact peut poser problème, Pour arriver à être optimum, il faut donc réduire le nombre d'étapes de séparation de densité subis par les microplastiques. La préparation des échantillons et leur identification en laboratoire sont à eux deux, des étapes qui prennent beaucoup plus de temps. Au final, le gain de temps sera obtenu avec la méthode d'extraction. (Dris, 2016)

Les méthodes d'extraction sont :

La méthode/Appareils	Les avantages	Le Procédé
Séparateur de sédiments en plastique de Munich (annexe 1.2)	<ul style="list-style-type: none"> - Avec cette méthode, un grand volume d'eau peut être analysé (6L) en une seule fois ; - Avec cette méthode, on a un taux de récupération des petites particules qui est très élevé (<1 mm)(Dris, 2016). 	<ul style="list-style-type: none"> - le matériel est composé de trois compartiments ; - Le liquide est mis dans le MPSS par le biais de l'ouverture bride d'entrée des sédiments ; (Imhof et al., 2012)
La méthode qui inclut l'élutriation⁸ (annexe 3.3) et flottation	<ul style="list-style-type: none"> - Lors de la phase du prétraitement, il a été démontré qu'il y a une excellente récupération des particules de PVC (100%) et les fibres (98%) ; - Lorsque cette méthode est couplée avec la technique de débordement induit par l'air (AIO)⁹, elle permet un 	<ul style="list-style-type: none"> - L'échantillon est mis à la base d'une colonne ; - Un jet d'eau est injecté depuis le bas de la colonne ; - Les particules de MP les plus légères remontent vers le haut de la colonne ;

⁷ Technologie de tri par séparation des matériaux en fonction de leur densité et de leurs caractéristiques aérodynamiques

⁸ Méthode de séparation et de classification granulométrique de particules de grosseurs différentes, au moyen d'une colonne de fluide en mouvement.

⁹ Cette méthode comprend une fluidisation des sédiments dans une solution de chlorure de sodium (NaCl)

	<p>couplage par la suite avec la technique de séparation de la densité avec de l'iodure de sodium. Ce procédé permet une grande récupération de polypropylène ~1 mm, de chlorure de polyvinyle, de polyéthylène téréphtalate, de polystyrène et de microplastiques en polyuréthane (91 à 99%) ;</p> <p>- Elle permet une baisse la masse de sédiments, qui peut aller jusqu'à 80 %, avant la phase de séparation de la densité (avec une solution d'iodure de sodium)(Christopher Blair Crawford, 2017).</p>	<p>- Enfin, les MP sont récupérés à l'aide d'un tamis de 38 µm (KEDZIERSKI, 2017).</p> <p>- Il faut faire un prétraitement avant, avec une solution d'iodure de sodium (NaI) pour réduire le volume de l'eau(Christopher Blair Crawford, 2017).</p>
<p>La méthode de séparation de densité (annexe 3.4) et de la fluidisation</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Il permet aux particules de MP avec une faible densité de flotter ; - Les particules à haute densité telles que les argiles inorganiques coulent au fond ; - La solution saturée de NaCl (densité de 1,2 kg / L) qui est utilisé à un faible coût, et aucune toxicité pour l'homme (J. Li et al., 2018). 	<ul style="list-style-type: none"> - C'est la méthode la plus utilisée ; - L'échantillon est mélangé avec un liquide qui a une densité bien définie ; c'est un sel saturé NaCl) qui est utilisé en général ; - La solution est agitée pendant bien défini ; - Ensuite elle est laissée pour décanter. - D'autres solutions salines sont utilisées, outre le NaCl ; comme la solution de polytungstate de sodium (SPT) avec une densité de 1,4e1,5 kg / L, le chlorure de calcium (CaCl₂) avec une densité de 1,3 kg / L et l'iodure de sodium (NaI) avec une densité de 1,8 kg / L(J. Li et al., 2018).

Tableau 6: un résumé des méthodes de séparation des MP de l'échantillon collecté

Les méthodes utilisées sont adaptées en fonction du type de sédiments analysés (sols sableux ou argileux, riches en biotes sédiments, etc.), afin d'arriver au maximum d'efficacité.

4.1.5.2 Elimination de la matière organique

Les résidus organiques ralentissent la reconnaissance des microplastiques. Seules quelques études font référence à des traitements effectués sur les échantillons avant l'étape de l'analyse, quelques-unes se focalisent sur les eaux du lac¹⁰ et d'autres sur les eaux fluviales¹¹. Dans ces études est appliqué un protocole d'oxydation humide avec du peroxyde d'hydrogène avec l'utilisation d'un catalyseur au fer (II), qui sert à supprimer les matières organiques dans l'échantillon d'eau douce (Dris et al., 2015).

Les débris naturels accompagnent les particules plastiques lors de l'échantillonnage et l'étape de séparation par densité, et peuvent restreindre l'identification des microplastiques. C'est pour cela que cette étape de destruction des débris naturels est indispensable afin de limiter au maximum les erreurs d'identification ou même, la sous-estimation des petites particules de plastique.

Cette opération peut être réalisée avec réactions chimiques ou bien catalysées par méthode enzymatique. Pour la destruction chimique, c'est avec l'hydrogène peroxyde (H_2O_2) comme cité précédemment, ou bien le mélange de peroxyde d'hydrogène avec l'acide sulfurique, ainsi qu'avec des réactions de type fenton¹² avant ou après la séparation par densité. Le risque avec ce genre de procédé, est la perte de plastiques (Wagner et Lambert., 2018). Le faible coût et l'efficacité de la méthode enzymatique représente un réel avantage. Pour ne pas altérer les plastiques, cette solution chimique a été chauffée à 50°. Pour déclencher les réactions oxydatives, on ajoute parfois du fer (Hamm et al., 2018). Il y a également l'utilisation d'autres oxydants tels que l'hypochlorite de sodium ($NaClO$) (Collard et al., 2015). D'autres agents chimiques peuvent digérer la matière organique telles la potasse caustique (hydroxyde de potassium : KOH) (Karami et al., 2017) et la soude (hydroxyde de sodium, $NaOH$) (Dehaut et al., 2016).

Les acides sont également utilisés, comme le Chlorure d'hydrogène (HCl) (Cole et al., 2014), l'acide nitrique (HNO_3) (Claessens et al., 2013) ou bien l'acide sulfurique (H_2SO_4).

Le risque avec ces agents chimiques trop agressifs ou avec les températures trop élevées, est de dévier les plastiques de leur nature (Dehaut et al., 2016). Pour écarter cet aléa, quelques chercheurs ont utilisé dans leurs études, des enzymes comme les protéases qui altèrent les protéines et les polypeptides, les cellulases qui altèrent la cellulose et les chitinases qui altèrent la chitine (Cole et al., 2014). Le seul inconvénient de cette méthode est qu'elle reste moins efficace et largement plus chère que les peroxydes d'hydrogènes (Hamm et al., 2018).

¹⁰ Mar Pollut Bull. 2014 Aug 15 ;85(1) :156-63. Doi: 10.1016/j.marpolbul.2014.06.001. Epub 2014 Jun 24.

¹¹ Environ Sci Technol. 2014 Dec 16 ;48(24) :14195-202. Doi : 10.1021/es5036317. Epub 2014 Nov 25.

¹² C'est un simple mélange de deux réactifs, le fer ferreux et le peroxyde d'hydrogène.

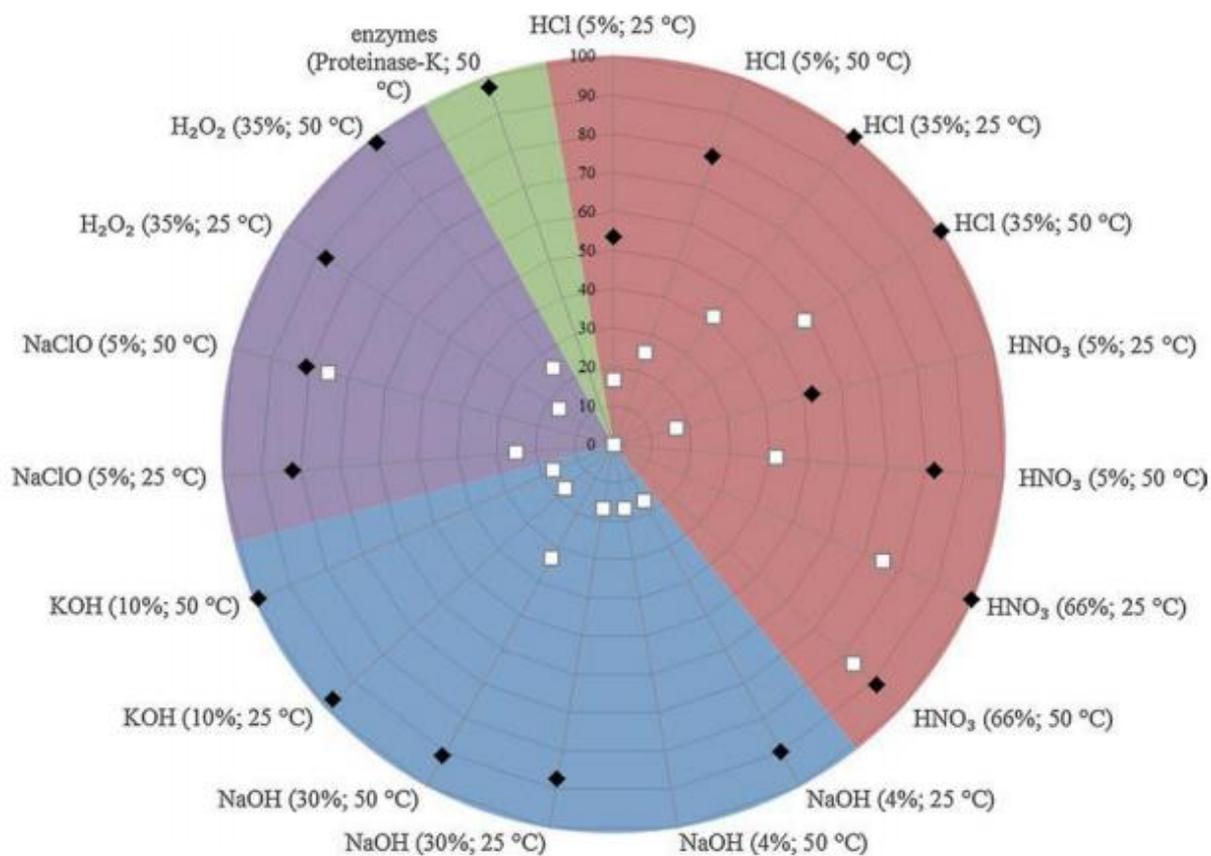


Figure 17: Diagramme des différents traitements chimiques d'élimination de la matière organique et les degrés de leur efficacité (symbole noir, en %) ainsi que les % max des MP touchés d'une manière négative par le traitement, les différentes couleurs du diagramme correspondent aux divers types de traitements ; Rouge : acide ; Bleu : alcaline ; violet = oxydatif, vert : enzymatique (Hamm et al., 2018) (source : Hamm et al., 2018)

4.2 Phase d'analyse des échantillons

L'identification des polymères de plastiques est une étape importante pour affirmer si les particules qu'on étudie sont bien des microplastiques. Notamment, de reconnaître la nature de ces polymères. L'objectif de ce travail est de rendre les résultats plus fiables, que ce soit dans les sédiments, le milieu aqueux ou même dans les organismes vivants.

4.2.1 Distinction selon la forme et la nature des microplastiques

C'est généralement la méthode d'identification des MP la plus utilisée. Elle est basée sur l'analyse visuelle des échantillons, elle reste donc pleine d'incertitudes, en raison du degré élevé des faux positif/négatif. Les critères de tri se basent sur le type, la forme, le stade de dégradation et la couleur (Hidalgo-Ruz et al., 2012).

4.2.2 Identification Chimique des MP ; la spectroscopie FT-IR

Au sein du laboratoire, les microplastiques subissent une batterie d'opérations afin d'identifier leurs composantes. L'objectif est de connaître leurs concentrations, leurs compositions chimiques et éventuellement leur interaction avec certains biotes.

En conséquence, des faiblesses de la méthode de détection visuelle des MP, les chercheurs ont dû recourir à cette méthode chimique (Hermabessiere, 2018). C'est l'approche la plus fiable pour identifier la composition chimique des microplastiques (Hidalgo-Ruz et al., 2012) et la plus courante (Bruker, 2020).

Le principe de cette technique est la comparaison du spectre infrarouge (IR) d'un échantillon de plastique recueilli et inconnu, avec d'autres spectres de polymères connus (Hidalgo-Ruz et al., 2012).



Figure 18: Photos d'un appareil à spectroscopie FTIR (source : APPEL, 2019)

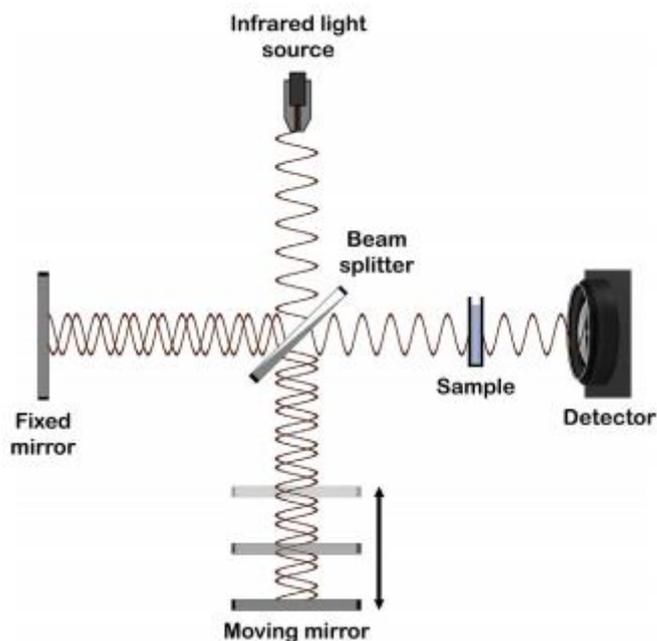


Figure 19: Schéma de la Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) (source : Christopher Blair Crawford, 2017)

En outre, les raisons de sa popularité s'expliquent par sa simplicité. Elle est précise pour identifier les types de microplastiques présents dans l'échantillon, et cela en émettant des spectres infrarouges (IR) bien distincts qui contiennent des bandes caractéristiques des microplastiques et les fera se différencier des autres matériaux. La technique est fondée sur le principe que la majorité des molécules absorbent la lumière dans l'infrarouge du spectre électromagnétique (Christopher Blair Crawford, 2017).

4.2.3 Distinction des microplastiques avec la spectroscopie Raman

Cette méthode n'est pas dévastatrice lorsqu'on veut assimiler la structure externe d'une particule. La reconnaissance se fait à l'aide de fuseaux lumineux monochromatiques d'une longueur d'onde : 500-800 nm qu'on envoie sur l'échantillon. A la suite d'une interférence entre eux, il résulte une différence de fréquence de la lumière qui est renvoyée au système d'analyse. Cette différence, appelée « effet Raman », distingue chaque molécule.

Il est défini que les polymères plastiques ont des spectres Raman spécifiques, l'identification se fera par conséquent, en comparant ces fréquences à des spectres de référence.

Cette méthode d'identification est utilisée quelque soit l'origine de l'échantillon (les océans, les sédiments ou dans les organismes marins) (Hermabessiere, 2018).

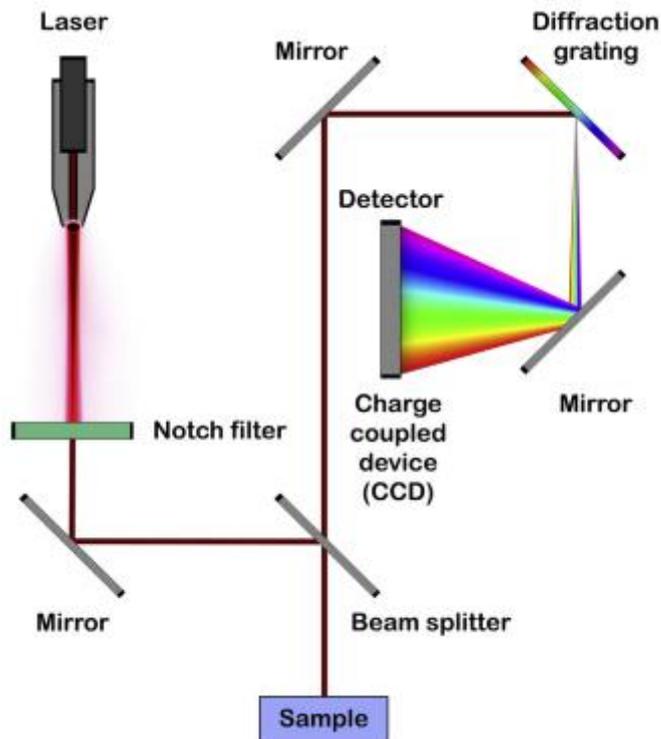


Figure 20 : Schéma d'une spectroscopie Raman (source : Christopher Blair Crawford, 2017)

4.2.4 Analyse spectroscopique des microplastiques par SEM-EDS

La microscopie électronique à balayage (SEM) est une méthode qui a pour principe le déclenchement d'un faisceau d'électrons à haute intensité à la surface de l'échantillon, le balaye ensuite selon un schéma de balayage matriciel, et cela dans le but d'obtenir des images haute résolution de cet échantillon.

Avec cette méthode d'analyse, les microplastiques potentiels peuvent être distingués des autres impuretés organiques et inorganiques, en examinant les images à haute résolution de leur morphologie de surface sous SEM. D'autres fonctionnalités peuvent être trouvées au SEM ; comme l'analyse de la propagation de la dégradation des microplastiques interceptés dans l'environnement naturel en auscultant les textures de surface sur ces particules de plastique comme les fissures ou bien les piqures.

Des informations supplémentaires détaillées peuvent être obtenues sur la composition élémentaire des microplastiques et des additifs inorganiques qu'ils contiennent, en fusionnant les deux techniques : la SEM et de la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (SEM-EDS). Grâce à cette combinaison, il est plus aisé de distinguer les matériaux naturels des microplastiques via l'imagerie et l'analyse élémentaire. Cette approche a l'avantage de diminuer la quantité de particules indispensables pour l'analyse spectroscopique.

Cependant, la méthode de couplage SEM-EDS exige un temps et un effort importants pour la préparation des échantillons, elle n'est donc pas adaptée aux grands volumes d'échantillons (Wang et Wang, 2018).

4.2.5 Analyse spectrométrique des microplastiques par la méthode Pyr-GC-SM

(Pyr-GC-MS) = Pyrolyse – chromatographie en phase gazeuse – spectrométrie de masse

La Pyr-GC-MS est une technique destructrice. Elle a déjà été utilisée pour l'identification chimique des microplastiques en analysant le résultat de la dégradation thermique. Pour caractériser la typologie des polymères, on compare les pyrogrammes caractéristiques des microplastiques avec la référence pyrogrammes produites par des polymères purs connus. Cette méthode permet l'utilisation directe de polymères solides avec un minimum de traitement de l'échantillon. Elle permet d'obtenir deux informations, d'une part des informations sur la composition chimique des polymères et d'autre part, le contenu d'additifs organiques. Elle est efficace, car elle n'est pas sensible à la forme, ni à la taille et aux contaminants organiques ou inorganiques des particules analysées. On peut donc prendre une petite quantité d'échantillons (100-500 µg) qui vont suffire à l'analyse. Il faut cependant noter, qu'avec cette méthode, une seule particule peut être analysée par cycle, et le temps requis pour cela varie entre 30 à 100 minutes. Ce qui rend son champ d'application limité aux petites quantités d'échantillons.

Avec le principe selon lequel il faut insérer les particules microplastiques dans le tube de pyrolyse, seules les particules assez grandes (> 100 µm) peuvent être analysées avec cette technique. Afin de pallier cet obstacle, d'autres méthodes ont vu le jour, comme l'extraction thermique et la désorption – chromatographie en phase gazeuse – masse spectrométrie (TED-GC-MS). Cette solution allie l'extraction thermique avec analyse thermogravimétrique (TGA) et spectrométrie de masse par chromatographie en phase gazeuse par désorption thermique (TD-GC-MS), ce qui a le mérite d'accélérer la mesure de microplastiques de certains types de polymères dans l'échantillon.

L'inconvénient de cette technique réside dans le fait qu'elle est destructive, qu'elle ne peut que caractériser et ne donne pas d'information sur les propriétés morphologiques des particules analysées (comme la taille des particules et la distribution granulométrique) (Wang et Wang, 2018).

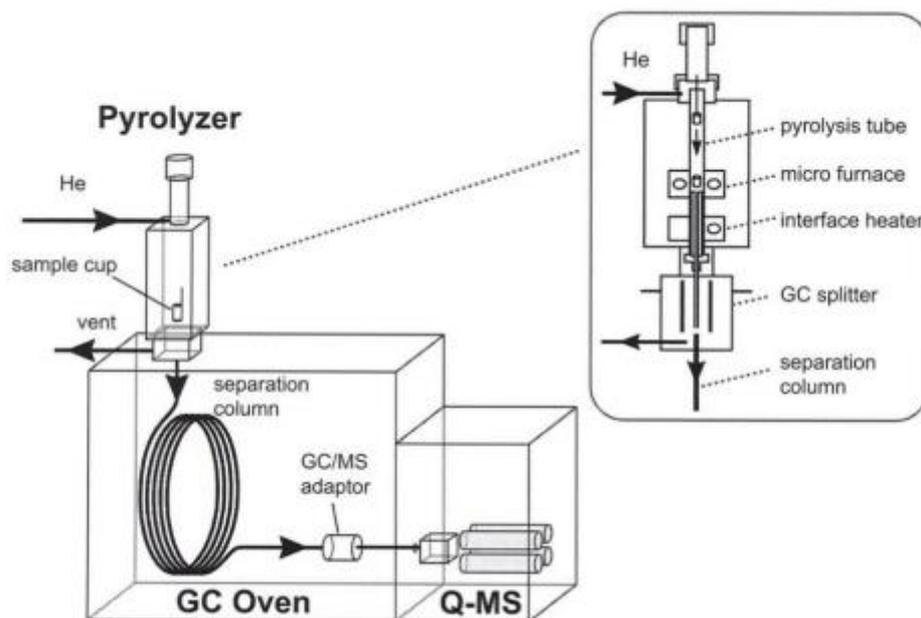


Figure 21: structure d'un Pyrolyse-GC/MS (source : Tsuge et al., 2011)

Selon le schéma ci-dessus, l'échantillon est pyrolysé à des températures élevées (400-700°C) et cela dans le module de pyrolyse. Cette opération a pour but de rompre les liaisons covalentes des polymères, pour avoir comme résultat des produits de décompositions. Ces derniers sont par la suite, transités dans la colonne de la chromatographie gazeuse (GC) qui a pour fonction de les séparer. Enfin, grâce à la spectrométrie de masse (MS), on obtient un spectre de masse de ces produits de décomposition (Hermabessiere, 2018).

4.2.6 Caractérisation spectrométrique des microplastiques par la méthode TED-GC/MS

TED-GC/MS = thermos-extraction et désorption couplée à la GC – MS

La séparation des composés par Chromatographie en phase Gazeuse (GC) : elle aide à séparer un grand nombre de composés volatils et semi-volatils.

La Détection par Spectrométrie de Masse (MS) : elle permet la quantification et l'identification structurale de composés inconnus (S. Rossignol et al., 2010).

Elle constitue avec la méthode citée précédemment, les deux méthodes chromatographiques les plus courantes pour l'analyse des MP (M. Gniadek and A. Dąbrowska, 2019).

Avec cette méthode, les échantillons environnementaux sont pyrolysés et les gaz résultant de la décomposition sont analysés. Lorsque les produits de décomposition qui sont caractéristiques de chaque polymère sont identifiés et caractérisés, les microplastiques sont déterminés. Ce qui la différencie de la méthode Pyr-CG-SM est l'analyse des particules de polymère dans les échantillons sans aucune présélection (Dümichen E et al., 2015).

4.3 Résultats, interprétation et analyse

4.3.1 Résultats de l'analyse visuelle

Le tableau suivant résume en grande partie le type de microplastiques trouvé avec cette méthode, ainsi que leurs usages.

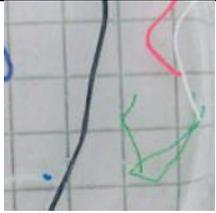
Types	Granulé/pellets (1)	Microbille (2)	Fil (de pêche) (3)	Fibre (4)	Film fin transparent (5)
Usages	Industrie Pré-production (annexe 1.2), matière première	Cosmétique	Pêche	Textiles	Emballages
Exemples					
Types	Fragment (6)	Mousse (7)	Autre (8)		
Usages	Dégradation de grosses particules Plastiques non spécifiques	Construction Alimentaire	Aluminium, verre, peinture		
Exemples					

Tableau 7: Les types de MP ainsi que leurs usages (Florian Faure, Felipe De Alencastro 2016)

Selon la taille et l'apparence, les microplastiques sont répertoriés de la manière suivante :

Abbreviation	Type	Size	Definition
PT	Pellet	<5 mm–1 mm	A small spherical piece of plastic less than 5 mm to 1 mm in diameter
MBD	Microbead	<1 mm–1 µm	A small spherical piece of plastic less than 1 mm to 1 µm in diameter
FR	Fragment	<5 mm–1 mm	An irregular shaped piece of plastic less than 5 mm to 1 mm in size along its longest dimension
MFR	Microfragment	<1 mm–1 µm	An irregular shaped piece of plastic less than 1 mm to 1 µm in size along its longest dimension

Abbreviation	Type	Size	Definition
FB	Fibre	<5 mm–1 mm	A strand or filament of plastic less than 5 mm to 1 mm in size along its longest dimension
MFB	Microfibre	<1 mm–1 µm	A strand or filament of plastic less than 1 mm to 1 µm in size along its longest dimension
FI	Film	<5 mm–1 mm	A thin sheet or membrane-like piece of plastic less than 5 mm to 1 mm in size along its longest dimension
MFI	Microfilm	<1 mm–1 µm	A thin sheet or membrane-like piece of plastic less than 1 mm to 1 µm in size along its longest dimension
FM	Foam	<5 mm–1 mm	A piece of sponge, foam, or foam-like plastic material less than 5 mm to 1 mm in size along its longest dimension
MFM	Microfoam	<1 mm–1 µm	A piece of sponge, foam, or foam-like plastic material less than 1 mm to 1 µm in size along its longest dimension

Tableau 8: les types de microplastiques selon la taille et l'aspect (source : Christopher Blair Crawford, 2017)

L'utilisation d'un système de tri standardisé (SCS) lors de l'identification et la caractérisation des microplastiques en laboratoire, selon leur taille et apparence. Le but de ce système est de garantir une comparabilité des résultats obtenus afin qu'ils soient normalisés.

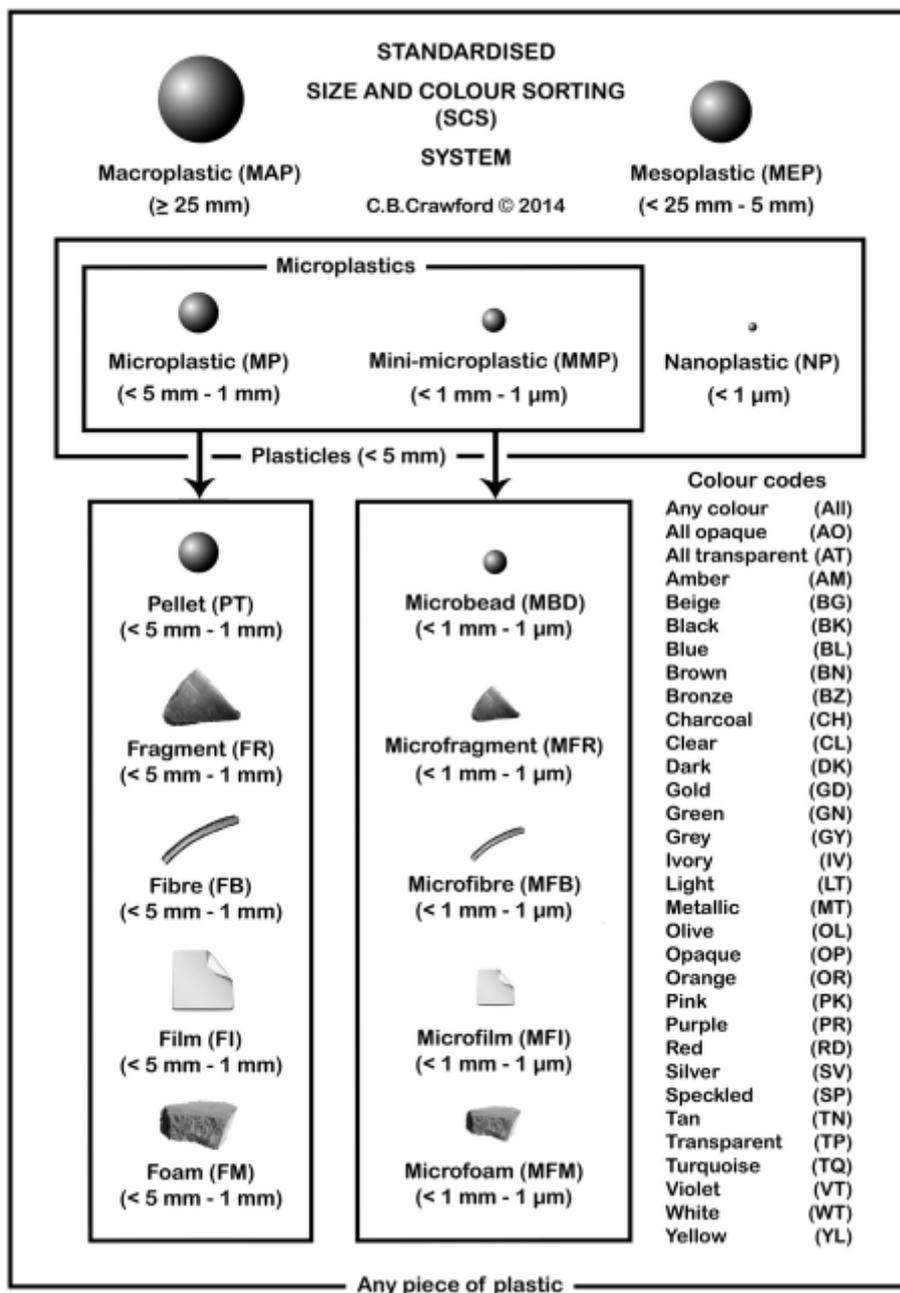


Figure 22: Illustration du système de tri par taille et couleur (source : Christopher Blair Crawford, 2017)

4.3.2 Résultats de l'analyse spectroscopique avec la méthode FT-IR

Cette technique d'analyse peut analyser des particules avec une granulométrie plus grande de > 500 nm, et quand la FTIR est couplé, elle peut analyser des plus petites particules de 20 nm (J. Li et al 2018).

Certains travaux ont mis en lumière l'insuffisance de l'analyse visuelle, en utilisant la spectroscopie ; les particules qui ont été identifiées au microscope comme étant des MP ne le sont finalement.

L'étude	Le % des faux positifs
(Dekiff et al, 2014)	53%
(Frere et al, 2017)	59%
(Bergmann et al, 2017)	83%

Tableau 9: Quelques études qui montrent le pourcentage d'erreur d'identification visuelle des MP lors de l'analyse spectroscopique

Plusieurs auteurs ont étudié la contamination des microplastiques dans les systèmes d'eau douce naturelle, le tableau suivant résume l'abondance maximale et moyenne des MP dans ces eaux.

Location	Collection Taille limite (mm)	Identification	Abondance moyenne	Abondance maximale	Reference
Rhine river	300	FTIR	8.93 10 ⁵ p/ km ²	3.9 10 ⁶ p/ km ²	(Mani et al., 2015)
Dutch river delta and Amsterdam canals	-	FTIR	105 p/m ³	1.87 10 ⁵ p/m ³	(Leslie et al., 2017)
Three Gorges Dam, China	112	FTIR	8.47 10 ⁶ p/ km ²	1.36 10 ⁷ p/km ²	
Lakes, Wuhan, China	50	FTIR	-	8.93 10 ³ p/ m	(Wang et al., 2017)
Taihu lake, China	333	FTIR + SEM- EDS	-	6.8 10 ⁶ p/ km	(Su et al., 2016)
Taihu lake, China	-	FTIR+ SEM- EDS	-	2.58 10 ⁴ p/m ³	(Su et al., 2016)

Tableau 10: quelques exemples de l'analyse des MP dans les eaux douces avec la méthode FTIR (source : J. Li et al 2018)

4.3.3 Résultats de l'analyse spectroscopique avec la méthode Raman

Lorsqu'il y a un couplage entre la méthode d'analyse spectroscopie Raman (RS) et la microscopie, elle s'applique aux particules de taille > 1 mm. La spectroscopie Raman est la seule méthode utilisable pour les particules situées entre 1 et 20 mm (J. Li et al 2018).

Une étude a comparé deux méthodes d'identification des MP ; l'identification visuelle et la spectroscopie Raman. Cette dernière a pu mettre en lumière que les particules qui ont été identifiées comme des microplastiques avec la méthode visuelle ne le sont pas à hauteur de 68% (Lenz et al., 2015).

La méthode Raman ne peut que rarement identifier les particules noires ou transparentes comme étant des plastiques. En outre, les pigments (aditifs) peuvent masquer le signal du polymère. Dans l'étude Lenz et al, (2015), il a été mis en évidence que les additifs et le relief de la surface du plastique peuvent avoir une influence sur l'identification des familles de plastiques voire une mauvaise identification.

4.3.4 Résultats de l'analyse spectroscopique avec la méthode SEM-EDS

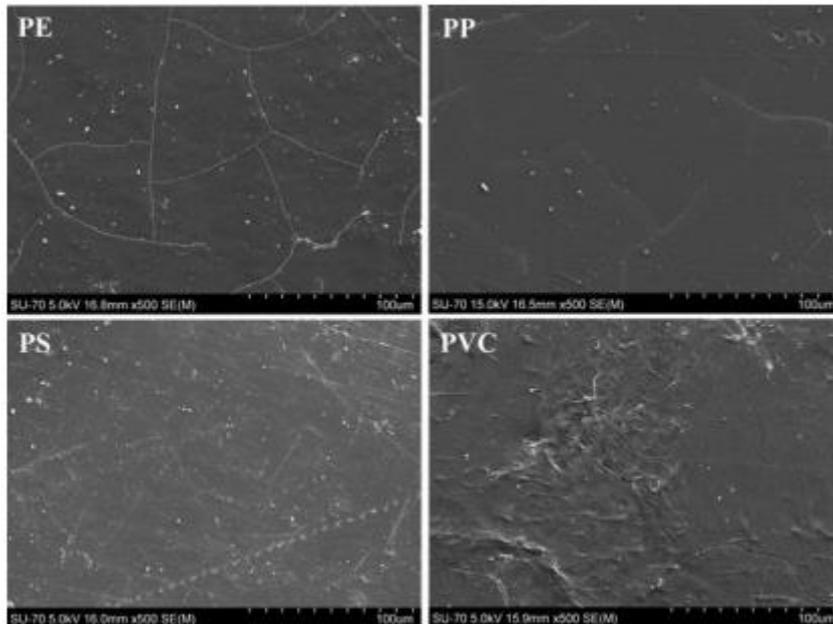


Figure 23: Image des résultats de la microscopie électronique à balayage montrant la surface de plusieurs thermoplastiques (source : WILSON & WILSON'S, 2017)

Cette méthode est surtout conçue pour l'identification de la morphologie des fragments microplastiques typiques. Cette technique d'analyse est assez récente, car elle n'a commencé à être appliquée qu'à partir de la dernière décennie.

Les analyses SEM ont été utilisées dans les milieux aqueux, et ont démontré :

- La présence des microplastiques dans la couche sédimentaire supérieure des fonds aquatiques (WILSON & WILSON'S, 2017) ;
- Avec cette méthode d'analyse, il a été confirmé la présence des microplastiques dans les échantillons de surface dans les Grands Lacs laurentiens (Eriksen et al., 2013) ;
- Il a été démontré que les rayonnements UV pouvaient dégrader les plastiques en microplastiques (Weinstein et al, 2016) ;
- Avec la technique de l'imagerie SEM, il a été démontré la présence de microplastiques dégradés dans les sédiments de plage d'un lac subalpin ;

- D'autres études mentionnent l'interaction entre le biote et les particules microplastiques qui n'est pas exploré de ce mémoire ;
- Lorsque la technique est utilisée pour l'identification des MP dans les sédiments de la lagune de Venise (Italie), plusieurs formes irrégulières et des surfaces identiques pour divers microplastiques ont été décelées à l'aide de plusieurs techniques impliquant la SEM (WILSON & WILSON'S, 2017) ;

4.3.5 Résultats de l'analyse spectrométrique avec la méthode Pyr-CG-SM

Cette méthode est adaptée à l'analyse des particules de tailles > 500 µm, et qui ont la particularité d'être manipulables manuellement avec une pince à épiler (J. Li et al 2018).

Il n'y a que quelques études qui ont utilisé cette méthode pour l'analyse des MP. A la surface des lacs il y a l'étude de Hendrickson et al. (2018).

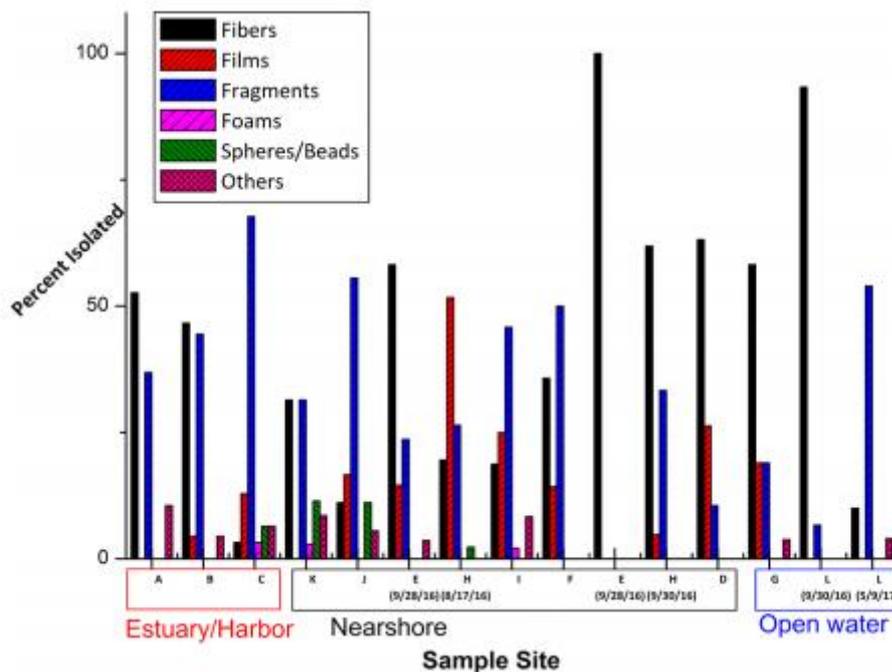


Figure 24: le pourcentage de la morphologie des particules par rapport au total collecté dans les eaux de surface pour chaque site (source : Hendrickson et al., 2018)

Les résultats de cette étude mentionnent deux faits :

- Les sources majeures des MP dans ce lac sont les dépôts atmosphériques et eaux grises, et cela en observant les fréquences fibres dans les sites d'échantillonnages ;
- Il y a un transport des particules microplastiques secondaires (films et fragments) via le ruissèlement, les effluents et ce qui vient avec les fleuves.

4.3.6 Résultats de l'analyse spectrométrique avec la méthode TED-GC/MS

Comme on le sait ultérieurement, la pyrolyse-chromatographie en phase gazeuse / spectrométrie de masse (Pyr-GC / MS) aide à la détermination à la fois du type de polymère et des additifs polymères

par combustion de l'échantillon suivi de la détection des produits de dégradation thermique des polymères.

Ce qui rend cette méthode spécifique est qu'elle se sert des produits de dégradation thermique comme marqueur distinctif de chaque polymère.

Cette méthode d'analyse est destructive (contrairement aux techniques spectroscopiques). Les résultats obtenus sont présentés sous forme de concentration massique ou de fraction massique des plastiques. Donc, la caractérisation du nombre de particules est irréalisable à cause de la combustion de l'échantillon.

En présence d'échantillons non homogènes avec des matrices complexes, la désorption thermique GC / MS (TDS-GC / MS) combinée avec l'analyse thermogravimétrique (TGA)¹³ obtiennent des résultats plus représentatifs (Wagner et Lambert, 2018).

4.4 Comparaison des méthodes d'échantillonnage, d'analyse en laboratoire

4.4.1 Comparaison des méthodes d'échantillonnages dans les sédiments

	Avantages	Inconvénients
Echantillonnage sélectif	<ul style="list-style-type: none"> - Facile d'utilisation, facile et rapide ; - Utilise des accessoires maniables et efficaces ; - Elle amène les mesures au niveau local (Zhang et al, 2020). 	<ul style="list-style-type: none"> - On est limité avec la capacité de l'œil nu à reconnaître les MP ; - L'espace échantillonné est limité. - Lorsque les pastilles se mélangent à d'autres débris qui n'ont pas les mêmes caractéristiques morphologiques, il y a un grand risque de les écarter (Hidalgo-Ruz et al., 2012). Donc, il faut redoubler de vigilance lors de l'échantillonnage
Echantillonnage à volume réduit	<ul style="list-style-type: none"> - Avec cette méthode, on n'examine que le volume de l'échantillon global réduit, c'est-à-dire, la partie utile pour le traitement ; ce qui représente un gain de temps et d'énergie (Hidalgo-Ruz et al.,2010) ; 	<ul style="list-style-type: none"> - Pour les échantillons à volume réduit il faut ajouter un traitement supplémentaire en laboratoire (Hidalgo-Ruz et al.,2010). - Avec cette méthode, il y a un risque de sous-estimation de l'abondance des microplastiques

¹³ L'analyse thermogravimétrique (TGA) mesure la masse d'un échantillon lorsque celui-ci est chauffé ou refroidi dans une atmosphère définie. Elle est principalement employée pour caractériser les matériaux en fonction de leur composition.

	<ul style="list-style-type: none"> - Elle a l'avantage de pouvoir échantillonner des grandes quantités/ grandes surfaces d'eau (Christopher Blair Crawford, 2017). 	<p>dans l'échantillon, car lors de la réduction du volume, il y a une perte potentielle des microplastiques (Christopher Blair Crawford, 2017).</p>
Echantillonnage en vrac	<ul style="list-style-type: none"> - Cette méthode permet de préserver les échantillons sur place ; - Elle peut être appliquée quand les MP sont piégés dans les sédiments et qu'ils sont difficiles à distinguer avec l'œil nu (Zhang et al, 2020) ; Elle est plus adaptée lorsqu'ils sont trop petits pour être vus ou bien ils ne sont pas en quantité suffisante dans l'échantillon ce qui par conséquent, nécessitera un filtrage de grandes quantités de sédiments (Hidalgo-Ruz et al., 2012) ; - Cette méthode a le mérite de collecter tous les microplastiques de l'échantillon quelque soient leur taille ou visibilité ; - Quand une approche de traitement complète d'un échantillon est entreprise, cela évite de les perdre ou de les oublier pendant le processus d'échantillonnage ; - Une réduction de la contamination de l'échantillon peut être faite, et cela en diminuant la manipulation de l'échantillon, qui se traduit par la diminution du temps durant lequel l'échantillon est exposé à l'environnement (Christopher Blair Crawford, 2017). 	<ul style="list-style-type: none"> - Cette méthode est moins utilisée dans les études actuelle (Christopher Blair Crawford, 2017).

Tableau 11: Comparaison des méthodes d'échantillonnage des MP dans les sédiments

4.4.2 Comparaison des techniques d'analyse de laboratoire

Méthode/Caractéristiques	Avantages	Inconvénients
L'analyse visuelle	<ul style="list-style-type: none"> - C'est une méthode simple, rapide et pas coûteuse (APPEL, 2019); - Les MP peuvent être rapidement identifiés dans les échantillons qui contiennent de gros débris ; - Avec cette méthode, on peut avoir une image assez globale de l'abondance des MP avec peu de temps et un faible coût (J. Li et al 2018). 	<ul style="list-style-type: none"> - Avec cette méthode, on ne peut pas confirmer la composition chimique des particules. Ainsi que de ne pas repérer les particules les plus fines, ou bien de surestimer leur présence de 20 % à 70 % (APPEL, 2019) ; - Lors de l'identification visuelle, les MP identifiés ne représentent en réalité que 60% des plastiques ; - La réussite de cette technique dépend principalement de la couleur des particules (Lenz et al. 2015). - Avec cette méthode, on ne peut pas connaître la nature des échantillons, il faut coupler avec d'autres méthodes d'identification (J. Li et al 2018).
La Spectroscopie FT-IR	<ul style="list-style-type: none"> - La microscopie FTI-IR peut être appliqué à toute les sortes de taille de MP ; - C'est une méthode d'analyse très fiable et d'application directe ; - Avec cette méthode, on peut analyser toutes sortes de polymères, même les plus sombres ou bien au contraire les fluorescentes. - En utilisant cette méthode, on peut utiliser la base de données de référence et les comparer avec les données des échantillons, ce qui va permettre d'éviter les inconnus et d'amoinrir les faux positifs (Bruker 2020a). 	<ul style="list-style-type: none"> - Les échantillons ne doivent pas être inférieurs à 20 mm, car ils ne produisent pas assez de spectres absorbables qui soient interprétables ; c'est-à-dire qu'ils doivent être infrarouges ; - Les particules non transparentes sont dures à analyser par cette méthode ; - Cette méthode nécessite des instruments précis, assez coûteux ; - Elle implique l'intervention des intervenants expérimentés pour le fonctionnement et le traitement des données ; - Le processus de détection peut être biaisé par la matrice environnementale (ex : biofilm sur le polymère), ce qui peut limiter l'interprétation des données (J. Li et al 2018);
La Spectroscopie Raman	<ul style="list-style-type: none"> - Cette méthode aide à l'analyse des petites particules entre 1 et 20 mm. Elle a une grande résolution spatiale et une faible sensibilité à l'eau ; - Avec cette sensibilité, on peut analyser les particules non transparentes et sombres ; - Avec cette méthode, on peut faire une cartographie chimique rapide ; cette cartographie permet la collecte et le traitement rapide et automatique des données (J. Li et al 2018). 	<ul style="list-style-type: none"> - Cette méthode ne reconnaît pas les particules noires ou transparentes comme des plastiques ; - Lorsque des additifs sont ajoutés au plastique, il devient difficile de reconnaître le signal des polymères (masqués) ; - Le relief de la surface des microplastiques et l'ajout d'additifs peuvent diminuer l'efficacité lors de la détection et l'identification des familles de plastiques présentes dans l'échantillon (Lenz et al. 2015).

Le Spectroscopie à Balayage électronique (SEM-EDS)	<ul style="list-style-type: none"> - Avec cette méthode, on peut produire des images haute résolution des échantillons (J. Li et al 2018). 	<ul style="list-style-type: none"> - Il faut que les échantillons soient <u>revêtus</u> sous vide ; - Aucune information d'identification n'est disponible (J. Li et al 2018).
La pyrolyse-chromatographie (Pyr-GC / MS)	<ul style="list-style-type: none"> - Lors de l'analyse de l'échantillon avec cette méthode, on peut analyser en même temps les additifs plastiques organiques sans utiliser les solvants et ainsi on peut contourner la contamination de fond ; - Cette méthode est sensible et fiable ; - On a une base donnée (bibliothèque) de spectres de polymères courantes utilisables (J. Li et al 2018). 	<ul style="list-style-type: none"> - Avec cette méthode, on ne peut évaluer qu'une seule particule d'un certain poids à chaque analyse ; - La disponibilité des bases données de pyrolyse est limitée à certains polymères sélectionnés tel que le PE et le polypropylène (J. Li et al 2018).
Le Liquide Chromatographie	<ul style="list-style-type: none"> - Le taux de récupération des polymères est assez élevé (Li, Liu et Paul Chen 2018) ; 	<ul style="list-style-type: none"> - Avec cette méthode, il est difficile de caractériser les traits physiques des MP tel que la taille ou bien le type de polymère ; - Seul quelques polymères peuvent être traités avec cette méthode tels que le PS et le PET (Li, Liu et Paul Chen 2018).
La méthode de marquage	<ul style="list-style-type: none"> - Elle se caractérise par sa simplicité et son faible coût pour le dépistage des microplastiques, ainsi que la rapidité de la pratique ; - Avec cette méthode, il est possible d'identifier et de compter les particules fluorescentes (Li, Liu et Paul Chen 2018). 	<ul style="list-style-type: none"> - Le colorant utilisé avec cette méthode peut tacher les autres particules telles que les débris organiques, ce qui peut amener à une surestimation de l'abondance des microplastiques (Li, Liu et Paul Chen 2018).

Tableau 12: comparaison entre les différentes techniques d'analyse des MP en laboratoire

5 Travail de terrain, contexte

5.1 Sites d'échantillonnages

Pour évaluer les risques induits par la pollution aux microplastiques, l'abondance de ces derniers dans l'environnement aquatique, leur devenir, leurs sources, j'ai entamé une étude de terrain pour collecter les données nécessaires afin de quantifier ces microplastiques en laboratoire.

Dans un premier temps, l'étude de terrain s'effectue à l'exutoire des deux stations d'épuration d'Arlon et de Libramont-Vierre ainsi qu'un site de référence. C'est une étude exploratoire permettant de savoir si les filets utilisés sont adaptés à la collecte des MP, connaître le temps de colmatage ainsi que leur résistance dans l'eau.

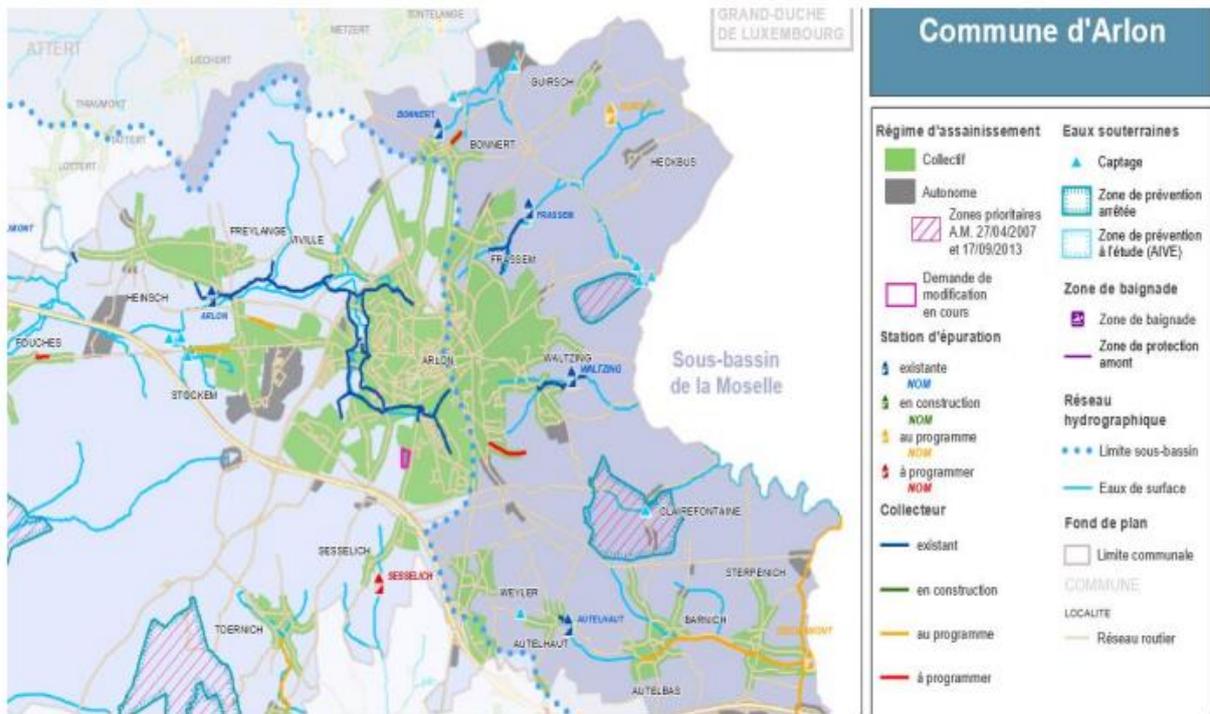
Dans un second temps, le but est de collecter des échantillons utilisables de MP, de confirmer ou non la présence des espèces d'invertébrés visées dans l'étude, suivi d'une dissection afin de trouver ou non les MP dans le tube digestif.

À la fin de l'analyse, l'objectif est de faire une corrélation entre la présence de MP à l'exutoire des deux stations avec les invertébrés collectés tant sur la quantité que la qualité.

5.1.1 Le site d'Arlon

La collecte des échantillons se fera à l'exutoire de la station d'Arlon. C'est une station d'épuration collective avec traitement tertiaire de l'azote et du phosphore, ayant une capacité de 35 000 équivalent-habitants. La station rejette son eau épurée dans le Sous-bassin hydrographique « Semois ».

- La charge journalière admissible de la station est de 1890 kg/j de DBO5 et 3150 kg/j de MES ;
- Un traitement spécifique a été mis en place pour l'azote et le phosphore : la pollution azotée (N) est traitée biologiquement. Le phosphore (P) est éliminé par précipitation à l'aide de chlorure ferrique (FeCl_3) ;
- La station s'est équipée d'un traitement des boues par filtre-presse ;
- Une unité de désodorisation assure le traitement de l'air du hall de déshydratation et du hall de stockage des boues.
- **Photos de l'exutoire de la STEP d'Arlon**



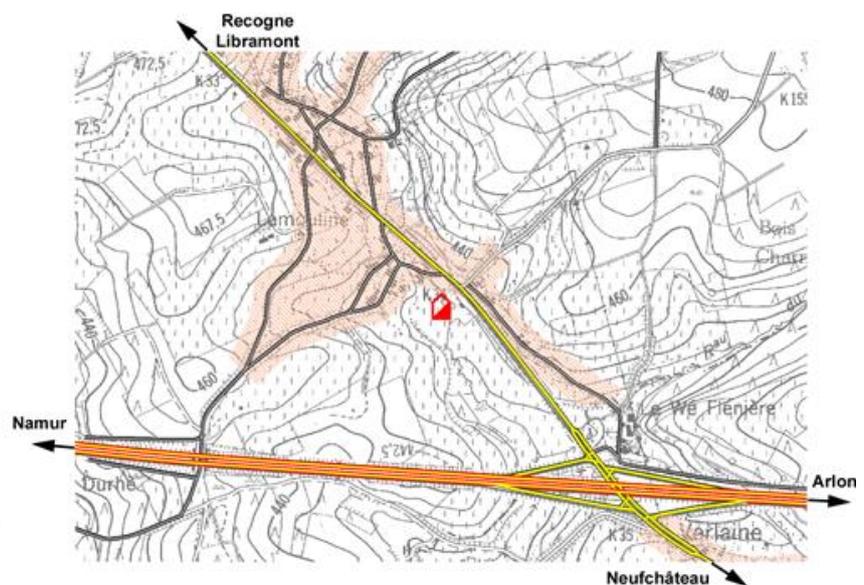
5.1.2 Le site de Libramont-Vierre

- Les échantillons se feront en partie à l'exutoire de la station de Libramont Vierre qui a une capacité nominale de 6 100 équivalent-habitants (EH). La station rejette l'eau épurée au Sous-bassin hydrographique : Semois – Chiers. Elle a comme zone d'influence : Libramont, Flohimont, Lamouline, Presseux & Saint-Pierre. Elle a été mise en service en 2002. Les rendements et normes de rejet récents : Demander au gestionnaire ;
- La dernière étape du traitement consiste à séparer les eaux épurées des boues formées par les micro-organismes qui s'y sont développés. Cette séparation est réalisée par décantation dans un clarificateur ;
- L'eau épurée s'écoule ensuite par débordement vers la Vierre via le ruisseau de Lamouline.

➤ Photos de l'exutoire de Libramont Vierre

Adresse :
Rue Basse Mouline
6800 Lamouline/Libramont

Tél : 061 23 49 13
Clef Litto 06883701 :
Clef Litto 474501 (pass) :
Clef Litto E :
Clef cadena vachette :
Clef Mul-t-lock :
Badge ouverture grille :
Badge alarme :



Dans Lamouline et dans le sens
Recogne/Verlaine, la station est à la sortie
du village, dernière route à droite.





5.2 Méthodologie d'échantillonnage sur les sites sélectionnés

Beaucoup d'études ont démontré que la majorité des microplastiques présents dans les océans proviennent des rivières et des fleuves. Dans notre travail de terrain, plusieurs hypothèses de réflexion sont déduites autour du sujet.

Hypothèse 1 : l'accumulation des microplastiques dans les rivières et fleuves peuvent affecter de différentes façons les communautés d'organismes vivants comme les poissons, les insectes, les mammifères qui y résident.

On suppose alors, que s'il y a présence de microplastiques dans le cours d'eau testé, il y a par conséquent des microplastiques dans les organismes recueillis lors de la campagne d'échantillonnage.

Pour vérifier cette hypothèse, on récolte des invertébrés filtreurs dans ce cours d'eau, qui ont la capacité de retenir les particules emportées dans le courant. Ensuite, on vérifie s'il y a présence ou non de MP.

Hypothèse 2 : On suppose par la suite, que plus une rivière est chargée ou bien transporte des microplastiques, plus la quantité de MP absorbés par ces organismes filtreurs sera grande. Il y a une relation proportionnelle croissante.

L'hypothèse stipule donc, que l'abondance des microplastiques dans la colonne d'eau est reliée étroitement à l'abondance des MP dans les organismes filtreurs.

Pour vérifier cette hypothèse, on va estimer le flux de microplastiques dans la colonne d'eau et cela à l'aide de filets spécifiques au piégeage des MP. Ensuite, on fait un test de corrélation avec ce qu'on a trouvé lors de la dissection et le comptage des MP dans les organismes filtreurs.

Si à la fin du processus, on trouve une corrélation importante, on peut conclure à l'existence d'une ingestion fréquente des microplastiques. En revanche, s'il n'y a pas ou peu de corrélation, on estimera qu'il n'y a pas d'ingestion (si abondance faible dans les organismes) ou bien une ingestion différentielle (si abondance de faible à élevée dans les organismes).

5.3 La phase d'échantillonnage

5.3.1 L'échantillonnage des microplastiques

L'échantillonnage des particules microplastiques s'effectuera à trois emplacements différents, sur le site d'Arlon, de Libramont-Vierre et dans le site de référence. On les nomme respectivement S1, S2, S3.

La durée d'échantillonnage est de 15 jours pour tous les points de collectes des différents sites. Selon les recherches dans la littérature, quelques filets se distinguent pour l'échantillonnage des microplastiques : un filet de neuston de 1,5 m de long avec une ouverture de 100 cm de largeur sur 40 cm de hauteur, le maillage est de 333 μ m, d'un filet à plancton (maille 80 μ m - section 725 cm²) (Dris 2016). Il existe aussi, le filet Manta microplastiques, structure aluminium à ailes intégrées - longueur 60cm - ouverture 30cm x 15cm Filet 300 μ m avec flacon « mou », longueur 200cm (annexe 1.5). (Biotope 2015).

Après une longue recherche pour acquérir les filets, je me suis heurtée à la difficulté de leur obtention à cause de leur coût. L'objectif de ce travail de terrain étant de trouver les filets adaptés aux différentes tailles de microplastiques et invertébrés, de nombreux essais sont donc nécessaires, je me suis alors rendue compte que je n'aurais pas suffisamment de moyens matériels pour effectuer plusieurs essais. Après concertation avec mon promoteur, j'ai opté pour une confection personnelle de ces filets. Pour cela, je me suis dirigée vers des collègues dans les différents départements de l'université de Liège (Chimie, Biologie) qui m'ont gentiment prêté des filets ainsi que des tamis et donner des conseils de confection. J'ai ainsi pu obtenir des rouleaux de filet de taille 57 μ m ainsi qu'un filet à planctons de 1000 μ m. Les photos suivantes montrent la méthodologie de confection. Le principe étant de mettre le filet de taille de maille inférieure (57 μ m) à l'intérieur du filet à planctons qui a une taille de maille plus grande (1000 μ m), afin de soutenir le premier filet contre les déchirures liées au courant.

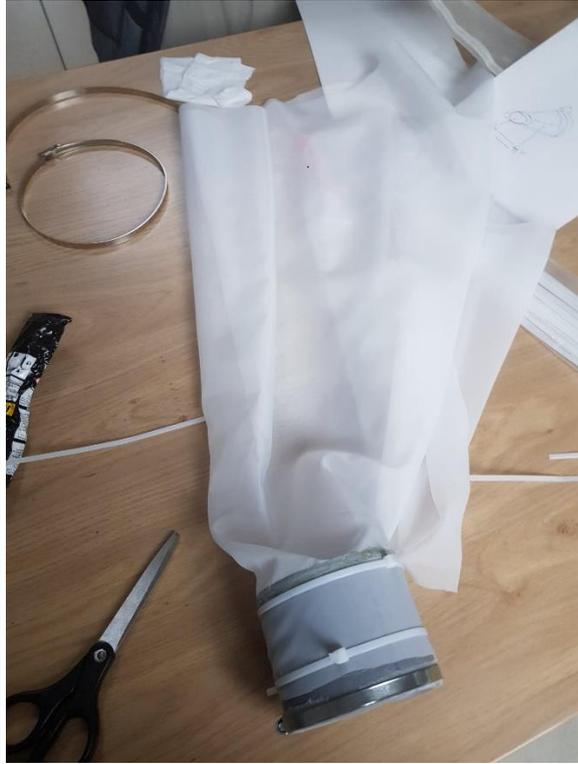
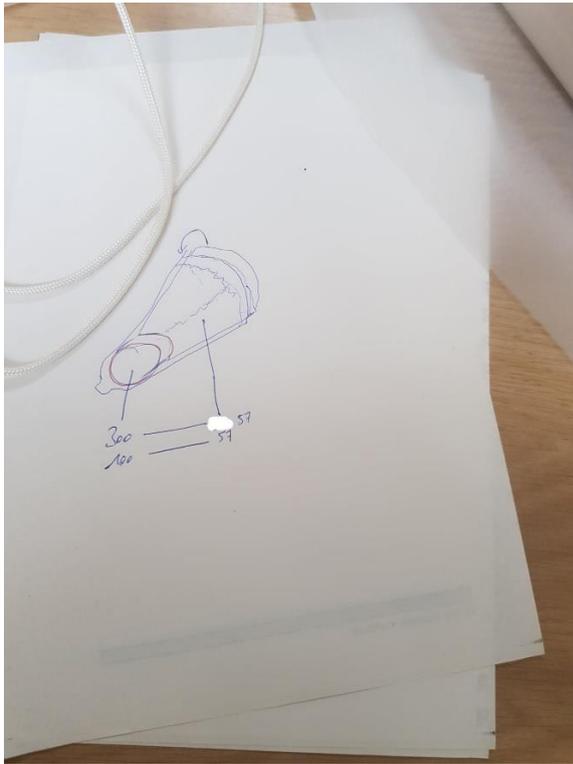


Figure 25: Photos de la confection des filets pour l'échantillonnage des MP et invertébrés

5.3.2 La collecte d'invertébrés

Dans le cadre de l'étude des microplastiques au niveau du sous bassin hydrologique Semois, une attention particulière est portée à deux familles importantes du benthos : les Diptères Simuliidae et les Trichoptères Hydropsychidae. Ces espèces sont des larves qui se collent au substrat, elles arrivent ainsi à se nourrir d'éléments soulevés par le courant.

L'échantillonnage s'effectue à l'aide d'un filet Surber de maille 0,5 mm dérivé du prototype décrit dans la norme IBGN (A.F.N.O.R, 2004). Le jour du prélèvement, des photos sont prises sur l'endroit et la manipulation. Sur chaque flacon, il faut noter l'office de l'eau, nom et code de la station, date du prélèvement, nom du préleveur.

A chaque point de prélèvement, il faut noter la vitesse du courant, le type de substrat et la profondeur qui sera mesurée. Dans chaque station, il est nécessaire de prélever le pH, la température et la conductivité. En résumé, il faut rédiger une fiche de terrain le jour du prélèvement. A l'aide d'un tamis de 0.5 mm, un prétraitement est effectué. Les organismes collectés sont mis dans une solution alcoolisée (90 %) pour qu'ils soient identifiés ultérieurement en laboratoire.

- **Les Diptères Simuliidae (larves de simulie)**
- La simulie se développe dans les eaux courantes. Certaines sont électiques¹⁴, et d'autres ont besoin d'un certain type d'eau douce (eau stagnante ou à courant vif ou rapide, etc). On peut retrouver leurs œufs collés aux rochers, aux racines, feuilles ou racines. La température détermine le temps d'incubation pour une même espèce de simulie. Ce sont des larves à ventouse postérieure, elles ont comme un filtre au débris et microflore, leur taille est de 10 mm.

¹⁴ Qui sont ouvertes à plusieurs types d'eau



Figure 26: photos d'une larve de diptères Simuliidae (source : Biodiversité des invertébrés des rivières)

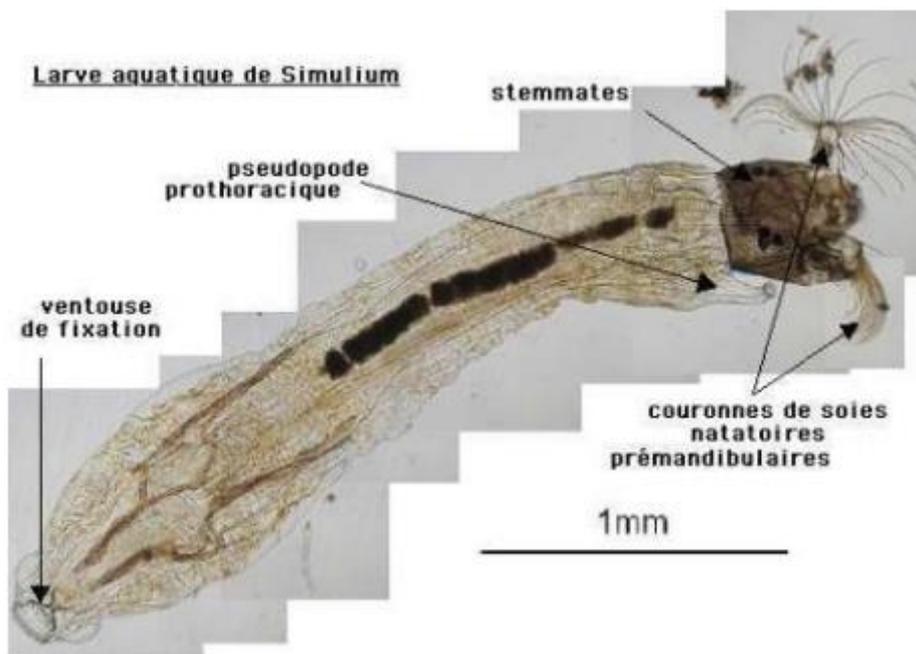


Figure 27: Microscopie de larve de Simulium sp (Photo M.Verolet)

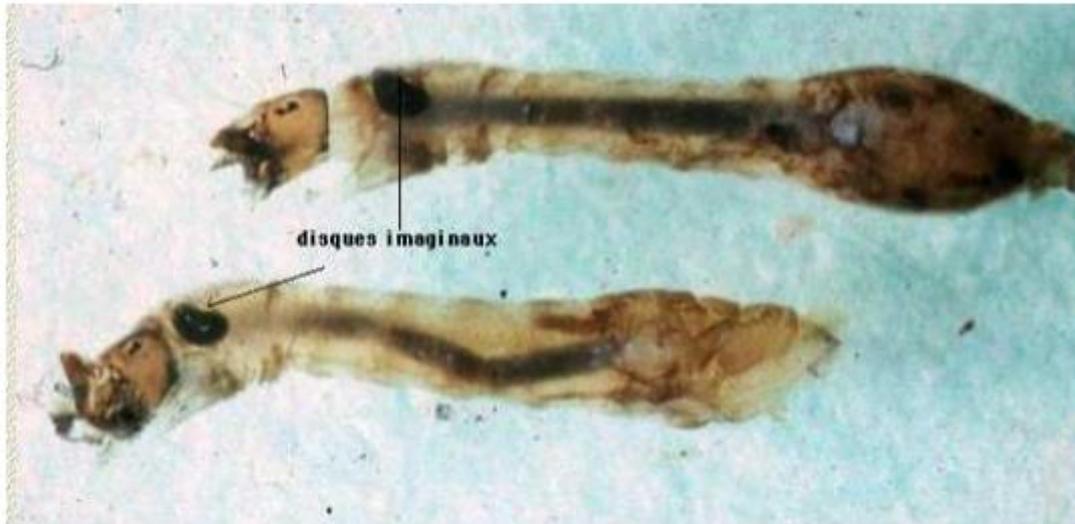


Figure 28: Autres larves de Simulies (photo G.Chauvin)

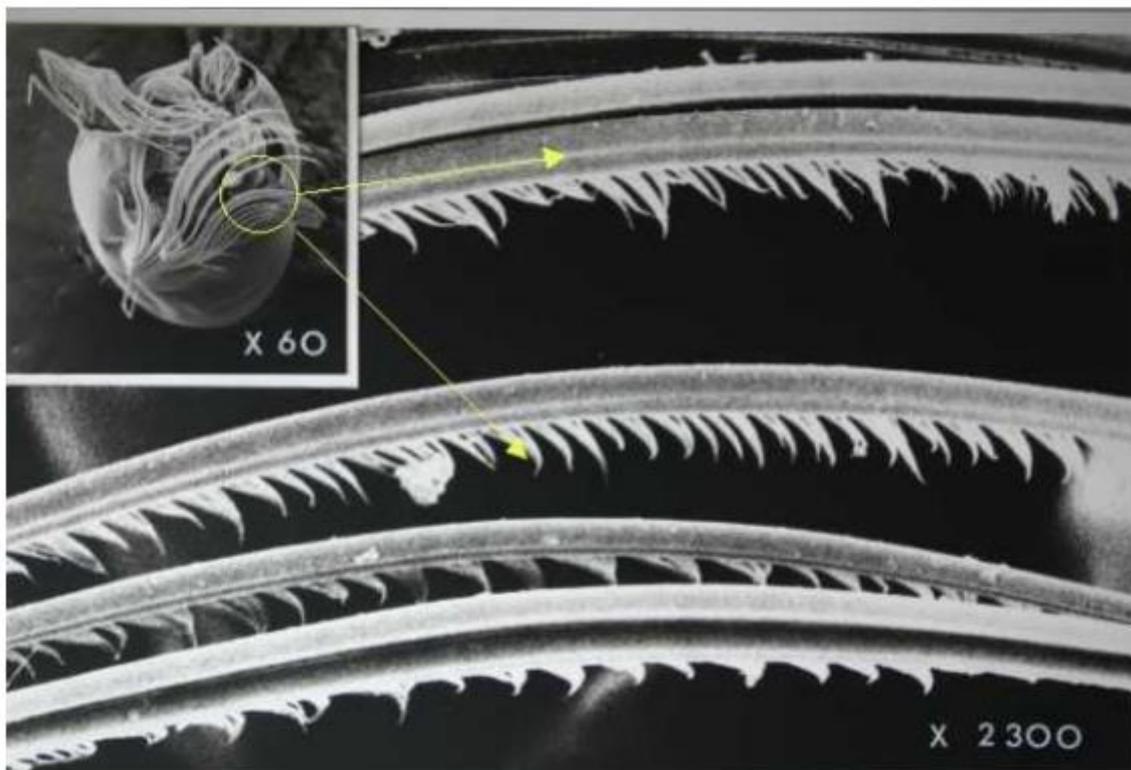


Figure 29: Détail des soies natatoires prémandibulaires ou "peigne céphalique" de larve de Simulie (rôle natatoire et filtreur de particules alimentaires) (photo M.E. B de G.Chauvin)

➤ Les Trichoptères

Les trichoptères font partie des insectes aquatiques les plus communément trouvés dans les rivières, ils sont généralement sous forme de larves. Les larves se nourrissent d'algues, de diatomées, de crustacés et d'insectes aquatiques immatures qui sont envoyés par le courant dans leurs filets de soie (Bug Guide).

L'une des particularités de cette espèce est sa sensibilité à la pollution (Moisan, J. 2010).

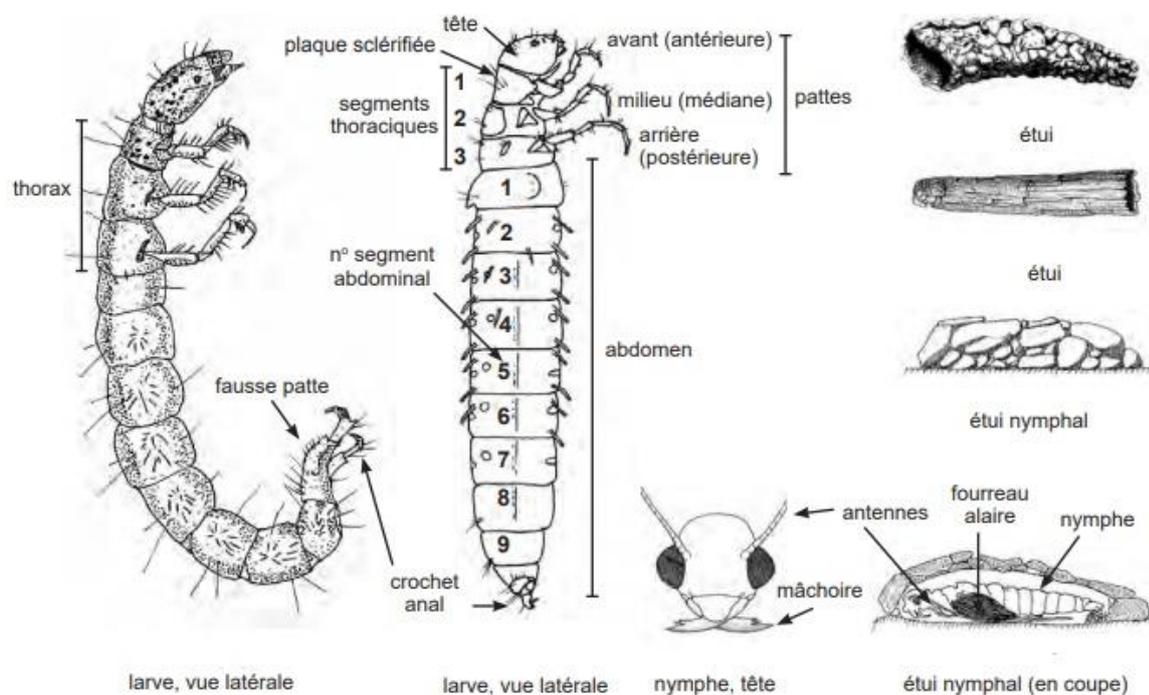


Figure 30: illustration d'un trichoptère (source : Moisan, J. 2010)

5.4 Discussion

En faisant la comparaison des deux méthodes d'identification des microplastiques (La Spectroscopie FT-IR et Raman), il est possible de constater les avantages et les inconvénients, qui orientent l'utilisation de telle ou telle technique, ainsi que l'application souhaitée par l'utilisateur. Au jour d'aujourd'hui, les chercheurs sont toujours en discussion sur la meilleure approche à adopter (Bruker, 2020).

Une solution a été mise en place afin de pallier au désavantage de la méthode d'identification visuelle des MP, et cela dans le but de réduire les risques d'identifications erronées. Il s'agit de la méthode de l'aiguille chaude. Elle consiste à l'identification des microplastiques en se basant sur le principe qu'ils réagissent en fondant ou se courbaturent, contrairement aux matières organiques qui ne réagissent pas ni ne brunissent (APPEL, 2019).

En faisant le tour des propriétés de la technique d'analyse pyrolyse – chromatographie en phase gazeuse – spectrométrie de masse (Pyr-GC-MS), on peut dire qu'elle est une méthode thermo-analytique adaptée en tant que complément aux méthodes spectroscopiques pour arriver à faire une analyse intégrée des microplastiques (Wang et Wang, 2018).

Dans la plupart des recherches, seule la méthode d'analyse SEM-EDX est sous-estimée. En effet, elle est utilisée 15 fois moins que la spectroscopie (FTIR et Raman), car pour les non-spécialistes, elle est considérée comme une méthode spécifique aux échantillons conducteurs¹⁵ et qui nécessite une préparation difficile (M. Gniadek and A. Dąbrowska, 2019).

¹⁵ Qui laissent passer le faisceau d'électrons

Il a été démontré que plusieurs procédés peuvent influencer négativement les méthodes d'échantillonnage, comme le nombre des échantillons prélevés, le choix de la zone d'étude ainsi que la période d'échantillonnage. Cette limite est constatée lors de l'observation des concentrations des MP dans l'échantillon. Les résultats peuvent être limités par plusieurs paramètres pendant la phase de prélèvement :

- La maille et la taille des filets va réduire l'étude des MP en surface à une telle gamme de tailles ;
- Les bennes à sédiments ou bien les carottiers multitubes renvoient les particules en suspension. Lorsqu'ils se heurtent avec le fond, les particules peuvent être évacués ;
- L'utilisation d'un carottier et pas une benne, peut limiter la surface de prélèvement (< 0,004 m²). Si on les compare, il faut faire 6 fois une descente de carottier multitubes (4 carottes) pour arriver à la même surface de prélèvement d'une benne (Filella, 2015).

Deux phénomènes peuvent se produire lors du traitement des échantillons au laboratoire. D'une part, une surestimation de la densité des MP suite à une contamination des échantillons, d'autre part, une sous-estimation des concentrations des MP suite à une perte, à la dégradation ou la non-extraction des MP de leur matrice lors de la phase de séparation. Ces limites sont causées par :

- Au cours de l'élimination de la matière organique ;
- Lors de la séparation par densité ; l'efficacité de l'extraction dépend de la solution utilisée (rendement qui diffère d'un mélange sédiment/solution à un autre), de la méthode d'agitation (le taux d'extraction par agitation manuel est plus faible que par centrifugation ou élutriation) et du temps d'agitation/décantation (le rendement d'extraction est plus élevé à chaque augmentation de du nombre de mélanges et une décantation complète de 5H) (Mel Constant, 2018).

Au cours de la phase d'identification, plusieurs limites peuvent être observées :

- Lorsque l'identification se fait par le biais d'une loupe binoculaire, se crée une dépendance à l'analyse de l'observateur, à la qualité de la loupe en elle-même et à la matrice étudiée (Löder et Gerdts, 2015). Cette dépendance peut entraîner une sous-estimation (faux négatif) ou bien une surestimation (faux positif : 20 % (Eriksen et al., 2013), 70 % (Hidalgo-Ruz et al., 2012)) des concentrations de MP.
- Lors de l'identification spectrales des MP, une dépendance à la base de données utilisée se créée (Löder et Gerdts, 2015).

5.5 Conclusion

La pertinence des résultats dépend fortement des méthodes d'échantillonnage utilisées en amont, plus précisément du matériel d'échantillonnage. En eau douce dynamique comme les rivières, les microplastiques sont très vite transférés dans les milieux marins. En revanche, dans les lacs et les étendues d'eau isolées, et en raison de la faible activité humaine, les MP peuvent être piégés et fragmentés en minuscules microplastiques de taille sous-micromètres. Par conséquent, les techniques d'échantillonnage standard (comme les filets à mailles 330 μm) peuvent sous-estimer les résultats.

Il est déconseillé d'utiliser les méthodes d'échantillonnage des microplastiques en milieu marin pour les eaux douces. C'est pour cela qu'il est primordial de développer des méthodes optimisées et standardisées pour l'échantillonnage de l'eau dans ces milieux (J. Li et al., 2018).

Pour arriver à faire une bonne analyse des microplastiques, et arriver à un ensemble de données complètes, il est d'usage de combiner les deux méthodes spectroscopiques (Raman et FT-IR), car elles sont complémentaires, ce qui n'est malheureusement pas le cas dans la réalité (Erni-Cassola et al., 2017). Le but étant de réussir à estimer le taux d'erreur (faux positifs/négatifs) pour ensuite, mettre en place des tests de reconnaissance avec des concentrations bien connues (Filella, 2015).

Plusieurs limites quant à l'identification des microplastiques dans les échantillons environnementaux, en premier lieu, le manque de méthodologie qui permet un grand débit de quantification et qui possède une forte sensibilité de détection. Ce qui pose des difficultés avec les techniques habituellement utilisées (tri visuel suivi d'une confirmation d'identité avec la spectroscopie) ce sont les données résultantes qui peuvent engendrer une sous-estimation des petits microplastiques à cause de l'étape du tri visuel (Erni-Cassola et al. 2017).

Les activités humaines introduisent continuellement des substances micro / nanométriques dans l'environnement, ce qui a nécessité d'améliorer les techniques d'identification. Ce travail a eu le rôle de mettre en évidence le rôle de chaque technique. On constate que certaines techniques d'identification comme la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie par microscopie électronique à balayage (SEM-EDS) sont devenues plus pertinentes et cela en raison de l'augmentation des études qui l'utilise pour la caractérisation des MP et la mise en évidence de leurs influences en tant que polluant émergent.

Références bibliographiques

1. A.F.N.O.R. (2004) Qualité de l'eau. Détermination de l'Indice Biologique Global Normalisé (IBGN). Association Française de Normalisation - norme homologuée T 90-350, 1-16.
2. APEL (2019). Rapport de l'étude exploratoire sur la présence de microplastiques dans les eaux de surface du haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles, Association pour la protection de l'environnement du lac Saint-Charles et des Marais du Nord Québec, 52 pages.
3. Bergmann, M., Wirzberger, W., Krumpfen, T., Lorenz, C., Primpke, S., Tekman, M.B., Gerdts, G., 2017. High quantities of microplastics in Arctic deep-sea sediments from the HAUSGARTEN observatory. *Environmental Science & Technology*, 51(19), 11000 - 11010. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b03331>
4. Biodiversité des invertébrés des rivières- Maison de la Nature, *cemagref sciences eaux et territoires*, consulté cette page le 27/07/20.
5. BIOTOPE, 2015 Suivi des macroinvertébrés benthiques des rivières du bassin Réunion - Campagne 2014. Office de l'Eau Réunion. 235 p + annexes.
6. Blair, R.M., Waldron, S., Phoenix, V.R. et al. Microscopy and elemental analysis characterisation of microplastics in sediment of a freshwater urban river in Scotland, UK. *Environ Sci Pollut Res* 26, 12491–12504 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11356-019-04678-1>
7. Bruker (2020) Caractérisation et analyse des microplastiques. En ligne
8. Bug Guide. Family *Hydropsychidae* – Netspinning Caddisflies. <http://bugguide.net/node/view/45092>
9. Carr SA, Liu J, Tesoro AG. Transport and fate of microplastic particles in wastewater treatment plants. *Water Res.* 2016 ;91 :174-182. [DOI: 10.1016/j.watres.2016.01.002](https://doi.org/10.1016/j.watres.2016.01.002)
10. Christopher Blair Crawford Brian Quinn (2017), *Microplastic Pollutants*. 1re édition: Published by Elsevier Inc. p 336
11. Claessens, M., L. Van Cauwenberghe, M. B. Vandegehuchte, and C. R. Janssen, 2013: New techniques for the detection of microplastics in sediments and field collected organisms. *Marine Pollution Bulletin*, 70, 227–233, [DOI: 10.1016/j.marpolbul.2013.03.009](https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2013.03.009). <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0025326X13001495> (Accessed October 5, 2015).
12. Cole, M., H. Webb, P. K. Lindeque, E. S. Fileman, C. Halsband, and T. S. Galloway, 2014: Isolation of microplastics in biota-rich seawater samples and marine organisms. *Scientific Reports*, 4, [DOI:10.1038/srep04528](https://doi.org/10.1038/srep04528). <http://www.nature.com/articles/srep04528> (Accessed October 30, 2015).
13. Cole, Matthew; Lindeque, Pennie; Halsband, Claudia; Galloway, Tamara S (2011), Microplastics as contaminants in the marine environment: a review. In: *Marine pollution bulletin*, vol. 62, n° 12, p. 2588–2597. [DOI: 10.1016/j.marpolbul.2011.09.025](https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.09.025)
14. Collard, F., B. Gilbert, G. Eppe, E. Parmentier, and K. Das, 2015: Detection of Anthropogenic Particles in Fish Stomachs: An Isolation Method Adapted to Identification by Raman Spectroscopy. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, 69, 331–339,

- [DOI:10.1007/s00244-015-0221-0](https://doi.org/10.1007/s00244-015-0221-0). <http://link.springer.com/10.1007/s00244-015-0221-0>
(Accessed August 16, 2018).
15. Da Costa, J. P., Santos, P. S. M., Duarte, A. C., & Rocha-Santos, T. (2016). *(Nano)plastics in the environment – Sources, fates and effects*. *Science of The Total Environment*, 566-567, 15–26. [DOI: 10.1016/j.scitotenv.2016.05.041](https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.05.041)
 16. DALBERG ADVISORS (2019). A report for WWF Pollution plastique : à qui la faute ? Identification des défaillances systémiques et présentation du scénario zéro plastique dans la nature en 2030. https://www.wwf.fr/sites/default/files/doc-2019-03/20190305_Rapport_Pollutionplastique_a_qui_la_faute_WWF.pdf
 17. Dehaut, A. and Coauthors, 2016: Microplastics in seafood: Benchmark protocol for their extraction and characterization. *Environmental Pollution*, 215, 223–233, [DOI : 10.1016/j.envpol.2016.05.018](https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.05.018).
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0269749116303979> (Accessed September 12, 2017).
 18. Dekiff, J. H., Remy, D., Klasmeier, J., & Fries, E. (2014). Occurrence and spatial distribution of microplastics in sediments from Norderney. *Environmental Pollution*, 186, 248-256.
[DOI : 10.2166/wst.2016.414](https://doi.org/10.2166/wst.2016.414)
[DOI : 10.1016/j.envpol.2013.11.019](https://doi.org/10.1016/j.envpol.2013.11.019)
[DOI: 10.1016/j.envpol.2017.03.023](https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.03.023)
 19. Dümichen E, Barthel A, Braun U et al (2015) Analysis of polyethylene microplastics in environmental samples, using a thermal decomposition method. *Water Research* 85 :451–457.
<https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.09.002>
 20. Eriksen, M., S. Mason, S. Wilson, C. Box, A. Zellers, W. Edwards, H. Farley, and S. Amato, 2013: Microplastic pollution in the surface waters of the Laurentian Great Lakes. *Marine Pollution Bulletin*, 77, 177– 182, [DOI: 10.1016/j.marpolbul.2013.10.007](https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2013.10.007).
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0025326X13006097> (Accessed August 8, 2020).
 21. Erni-Cassola, Gabriel; Gibson, Matthew I.; Thompson, Richard C.; Christie-Oleza, Joseph A (2017), Lost, but Found with Nile Red: A Novel Method for Detecting and Quantifying Small Microplastics (1 mm to 20 µm) in Environmental Samples. *In: Environmental science & technology*, vol. 51, n° 23, p. 13641–13648. [DOI: 10.1021/acs.est.7b04512](https://doi.org/10.1021/acs.est.7b04512).
 22. Filella, M. (2015). *Questions of size and numbers in environmental research on microplastics: methodological and conceptual aspects*. *Environmental Chemistry*, 12(5), 527. [DOI :10.1071/en15012](https://doi.org/10.1071/en15012)
 23. Florian Faure, Felipe De Alencastro (2016), microplastiques. Situation dans les eaux de surface en suisse. Publié dans *Aqua & Gas*, 4, 72-77
 24. Frère L, Paul-Pont I, Rinnert E, et al. Influence of environmental and anthropogenic factors on the composition, concentration and spatial distribution of microplastics: A case study of the Bay of Brest (Brittany, France). *Environ Pollut.* 2017 ;225 :211-222.

25. Frère, L., Paul-Pont, I., Moreau, J., Soudant, P., Lambert, C., Huvet, A., Rinnert, E., 2016. A semi-automated Raman micro-spectroscopy method for morphological and chemical characterizations of microplastic litter. *Marine pollution bulletin*, 113(1-2), 461-468. <http://dx.doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.10.051>
26. GESAMP (2015). "Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment: a global assessment" (Kershaw, P. J., ed.). (IMO/FAO/UNESCO-IOC/UNIDO/WMO/IAEA/UN/UNEP/UNDP Joint Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection). Rep. Stud. GESAMP No. 90, 96 p
27. Gniadek, Marianna; Dąbrowska, Agnieszka (2019), The marine nano- and microplastics characterisation by SEM-EDX: The potential of the method in comparison with various physical and chemical approaches. In : *Marine Pollution Bulletin*. [Volume 148](https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.07.067), November 2019, Pages 210-216. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.07.067>
28. Hamm, T., C. Lorenz, and S. Piehl, 2018: Microplastics in Aquatic Systems – Monitoring Methods and Biological Consequences. YOUMARES 8 – Oceans Across Boundaries: Learning from each other, S. Jungblut, V. Liebich, and M. Bode, Eds., *Springer International Publishing*, 179–195.
29. Hendrickson, E., Minor, E. C., & Schreiner, K. (2018). *Microplastic Abundance and Composition in Western Lake Superior as Determined via Microscopy, Pyr-GC/MS, and FTIR. Environmental Science & Technology*, 52(4), 1787–1796. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b05829>
30. Hidalgo-Ruz, V., Gutow, L., Thompson, R. C., & Thiel, M (2012). Microplastics in the Marine Environment: A Review of the Methods Used for Identification and Quantification. *Environmental Science & Technology*, 46(6), 3060–3075. [DOI:10.1021/es2031505](https://doi.org/10.1021/es2031505)
http://www.mddelcc.gouv.qc.ca/eau/eco_aqua/macroinvertbre/guide.pdf
<https://www.bruker.com/fr/applications/environmental/microplastics-analysis-andtesting.html>, consulté le 20 juillet 2020.
31. Imhof, Hannes K.; Schmid, Johannes; Niessner, Reinhard; Ivleva, Natalia P.; Laforsch, Christian (2012), A novel, highly efficient method for the separation and quantification of plastic particles in sediments of aquatic environments. In: *Limnology and Oceanography: Methods*, vol. 10, n° 7, p. 524–537. [DOI: 10.4319/lom.2012.10.524](https://doi.org/10.4319/lom.2012.10.524)
32. INERIS, 2018. Données technico-économiques sur les substances chimiques en France : Microplastiques, DRC-18-158744-01541A, p.32 (<http://www.ineris.fr/substances/fr/>)
33. J. Li et al (2018), Microplastics in freshwater systems: A review on occurrence, environmental effects, and methods for microplastics detection. *Water Research* 137, p. 362–374. [DOI: 10.1016/j.watres.2017.12.056](https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.12.056)
34. Karami, A., A. Golieskardi, C. K. Choo, N. Romano, Y. B. Ho, and B. Salamatinia, 2017: A high-performance protocol for extraction of microplastics in fish. *Science of The Total Environment*, 578, 485–494, [DOI: 10.1016/j.scitotenv.2016.10.213](https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.10.213). <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0048969716324111> (Accessed September 7, 2018).

35. Lambert, S., Sinclair, C., & Boxall, A. (2013). *Occurrence, Degradation, and Effect of Polymer-Based Materials in the Environment. Reviews of Environmental Contamination and Toxicology, Volume 227, 1–53.* [DOI:10.1007/978-3-319-01327-5_1](https://doi.org/10.1007/978-3-319-01327-5_1)
36. Lambert, S., Sinclair, C., Boxall, A., 2014. Occurrence, degradation, and effect of polymer-based materials in the environment. *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology, 227, 1–53.* [DOI: 10.1007/978-3-319-01327-5_1](https://doi.org/10.1007/978-3-319-01327-5_1)
37. Laura Frère. Les microplastiques : une menace en rade de Brest ? Sciences de la Terre. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2017. Français. NNT : 2017BRES0046. Tel-01619349
38. Lechner A, Keckeis H, Lumesberger-Loisl F, et al. The Danube so colourful: a potpourri of plastic litter outnumbers fish larvae in Europe's second largest river. *Environ Pollut.* 2014 ;188(100):177- 181. [DOI : 10.1016/j.envpol.2014.02.006](https://doi.org/10.1016/j.envpol.2014.02.006)
39. Lenz, R., Enders, K., Stedmon, C., Mackenzie, D. M. A., & Nielsen, T. G. (2015). A critical assessment of visual identification of marine microplastic using Raman spectroscopy for analysis improvement. *Marine Pollution Bulletin, 100(1), 82–91.* <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.09.026>
40. Les larves aquatiques d'insectes (2) : Cas des larves aquatiques de Diptères. <http://aramel.free.fr/INSECTES32bis%27.shtml>. Consulté le 15 août 2020
41. Li, Jingyi; Liu, Huihui; Paul Chen, J (2018), Microplastics in freshwater systems: A review on occurrence, environmental effects, and methods for microplastics detection. In: *Water research*, vol. 137, p. 362–374. [DOI: 10.1016/j.watres.2017.12.056](https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.12.056)
42. Lisa S. Fendall, Mary A. Sewell (2009), Contributing to marine pollution by washing your face: Microplastics in facial cleansers, In: *Marine pollution bulletin*, vol. 58, n° 8, p. 1225–1228. [DOI: 10.1016/j.marpolbul.2009.04.025](https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2009.04.025)
43. Löder, Martin G. J.; Gerdts, Gunnar (2015), Methodology Used for the Detection and Identification of Microplastics—A Critical Appraisal. *Marine Anthropogenic Litter*, p. 201–227. [DOI: 10.1007/978-3-319-16510-3_8](https://doi.org/10.1007/978-3-319-16510-3_8)
44. Ludovic Hermabessiere. Les microplastiques et leurs additifs dans les produits de la pêche : développements méthodologiques et prévalence. Océan, Atmosphère. Université du Littoral Côte d'Opale, 2018. Français. NNT : 2018DUNK0492. Tel-02055801
45. Mel Constant. Source, transfert et devenir des microplastiques (MPs) en mer Méditerranée Nord Occidentale. Océan, Atmosphère. Université de Perpignan, 2018. Français. NNT : 2018PERP0057. Tel-02138186.
46. Mikaël Kedzierski. Pollutions du milieu littoral par les microplastiques : Méthodes d'évaluation. Génie des procédés. Université de Bretagne Sud, 2017. Français. NNT : 2017LORIS464. Tel 01820632
47. Moisan, J., 2010. Guide d'identification des principaux macroinvertébrés benthiques d'eau douce du Québec, 2010 – Surveillance volontaire des cours d'eau peu profonds, Direction du suivi de l'état de l'environnement, ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, ISBN : 978-2-550-58416-2 (version imprimée), 82 p. (incluant 1 an).

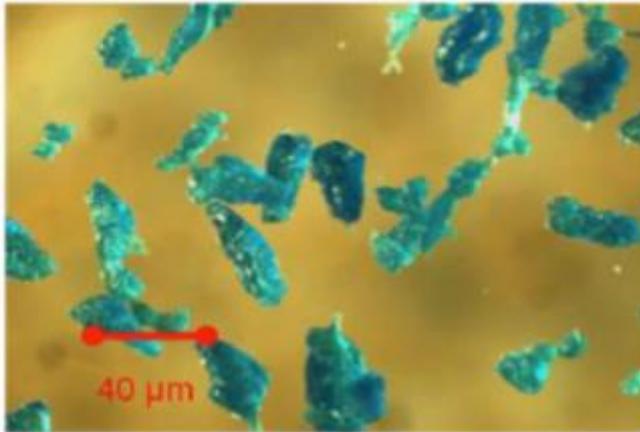
48. Outils PFERD, 2012. Outils PFERD pour l'usage des matières plastiques : plastique. Catalogues 201.
49. P. WEISS (2009-2010), La chimie des polymères. Recueil inédit, Université Médicale Virtuelle Francophone
50. Plastics Europe, 2019. Plastics - The facts 2019: An analysis of European plastics production, demand and waste data. Retrieved from https://www.plasticseurope.org/download_file/view/3183/179
51. R. DRIS, J. GASPERI, V. ROCHER, M. SAAD, B. TASSIN (2015), Premières investigations sur la contamination en microplastiques d'une zone urbaine. Cas de l'agglomération parisienne, vol. 12. <https://doi.org/10.1051/tsm/201512025>
52. Rachid Dris et al (2016), Premières investigations sur les microplastiques en Seine
53. Rachid Dris, Hannes Imhof, Wilfried Sanchez, Johnny Gasperi, François Galgani, et al... Beyond the ocean: Contamination of freshwater ecosystems with (micro-) plastic particles. *Environmental Chemistry, CSIRO Publishing*, 2015, pp.32. 10.1071/EN14172. Hal-01136690f45
54. Rachid Dris. First assesement of sources and fate of macro and micro plastics in urban hydrosystems: Case of Paris megacity. *Hydrology. Université Paris-Est*, 2016. English. NNT: 2016PESC1108. Tel 01541090
55. Stéphanie Rossignol, Laura Chiappini, Jean-François Doussin, Emilie Perraudin. Etude simultanée de la composition chimique de la fraction organique des particules secondaires et de la phase gazeuse atmosphériques en site réel et en atmosphère simulée. 25. Congrès Français sur les Aérosols (CFA 2010), Jan 2010, Paris, France. pp.NC. Ineris-00973551
56. Thibaut Saur (2018), Les microplastiques ; Méthodologies et abattements des STEU en matière de pollution aux microplastiques. JBGE Lausanne, SUEZ.
57. Vermaire, Jesse C.; Pomeroy, Carrington; Herczegh, Sofia M.; Haggart, Owen; Murphy, Meaghan (2017), Microplastic abundance and distribution in the open water and sediment of the Ottawa River, Canada, and its tributaries. In: FACETS, vol. 2, n° 1, p. 301–314. [DOI: 10.1139/facets-2016-0070_47](https://doi.org/10.1139/facets-2016-0070_47)
58. Vincent Verney, Gaëlle Bissagou Koumba, Florence Delor Jestin, Dominik Zdybal, Haroutioun Askanian, et al... Macro et Micro(plastiques) Présents dans les Environnements de Rivières Françaises. *Polymères et Océans*, Jan 2018, Montpellier, France. (hal-01706578)
59. Wagner, Martin; Lambert, Scott (2018), *Freshwater Microplastics*. Cham: Springer International Publishing (58). <http://www.springer.com/series/698>
60. Wang, Wenfeng; Wang, Jun (2018), Investigation of microplastics in aquatic environments: An overview of the methods used, from field sampling to laboratory analysis. In: *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, vol. 108, p. 195–202. [DOI: 10.1016/j.trac.2018.08.026](https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.08.026)
61. Weinstein JE, Crocker BK, Gray AD. From macroplastic to microplastic: Degradation of high-density polyethylene, polypropylene, and polystyrene in a salt marsh habitat. *Environ Toxicol Chem*. 2016 ;35(7):1632-1640. [DOI :10.1002/etc.3432](https://doi.org/10.1002/etc.3432)

62. WILSON & WILSON'S (2017) Characterization and analysis of microplastics. 1re édition. Amsterdam Netherlands, Oxford United Kingdom, Cambridge MA United States: *Elsevier*
63. Yonkos, Lance T.; Friedel, Elizabeth A.; Perez-Reyes, Ana C.; Ghosal, Sutapa; Arthur, Courtney D. (2014), Microplastics in four estuarine rivers in the Chesapeake Bay, U.S.A. In: *Environmental science & technology*, vol. 48, n° 24, p. 14195–14202. [DOI: 10.1021/es5036317](https://doi.org/10.1021/es5036317)
64. Zbyszewski, Maciej; Corcoran, Patricia L.; Hockin, Alexandra (2014), Comparison of the distribution and degradation of plastic debris along shorelines of the Great Lakes, North America. In: *Journal of Great Lakes Research*, vol. 40, n° 2, p. 288–299. [DOI: 10.1016/j.jglr.2014.02.012](https://doi.org/10.1016/j.jglr.2014.02.012)
65. Zhang, Bin; Chen, Liang; Chao, Jinyu; Yang, Xin; Wang, Qing (2020), Research Progress of Microplastics in Freshwater Sediments in China. In: *Environmental science and pollution research international*. [DOI: 10.1007/s11356-020-09473-x](https://doi.org/10.1007/s11356-020-09473-x)
66. Ziajahromi, Shima; Neale, Peta A.; Leusch, Frederic D. L (2016), Wastewater treatment plant effluent as a source of microplastics: review of the fate, chemical interactions and potential risks to aquatic organisms. In: *Water science and technology: a journal of the International Association on Water Pollution Research*, vol. 74, n° 10, p. 2253–2269.

Annexes

1. Photos

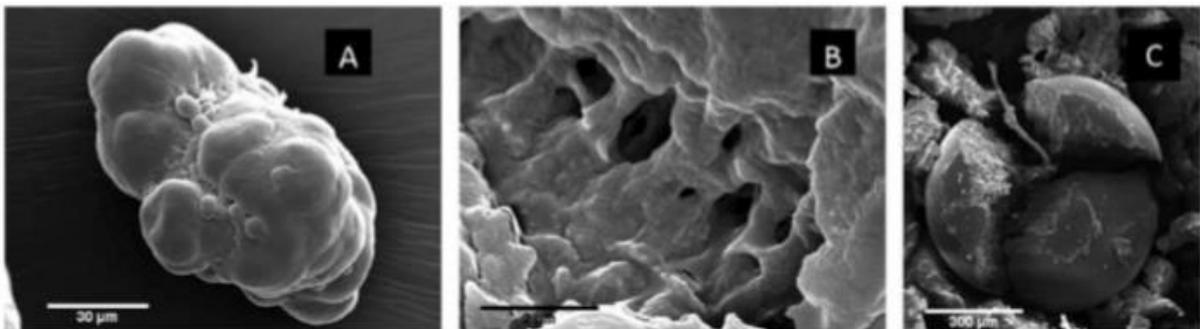
1.1. Microplastiques prélevés d'un dentifrice (Laura Frère, 2017)



1.2. Granulés de pré-production industriels¹⁶ (Laura Frère, 2017)



1.3. Microplastiques résultants d'une microscopie électronique à balayage d'un exfoliant (Laura Frère, 2017)



1.4. Protocole d'échantillonnage du « Projet FUI Microplastic » avec un blanc de contamination (échantillonneur, conditionnement, air ambiant, blanc total, blanc ponctuel, blanc de laboratoire) (Thibaut Saur, 2018)

¹⁶ La phase de pré-production est la phase qui précède la production d'un produit ou service



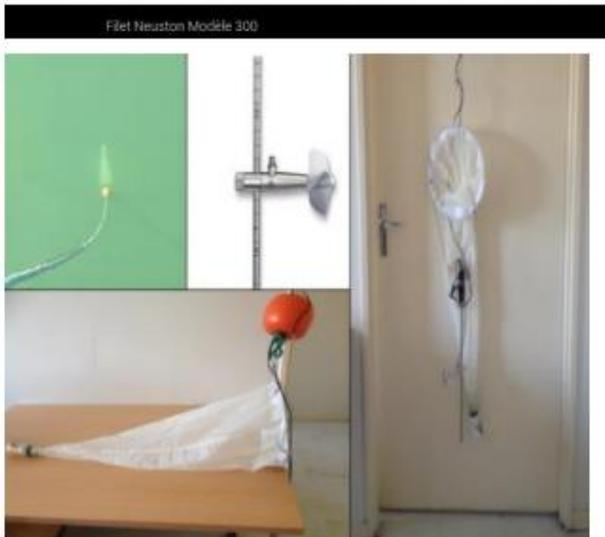
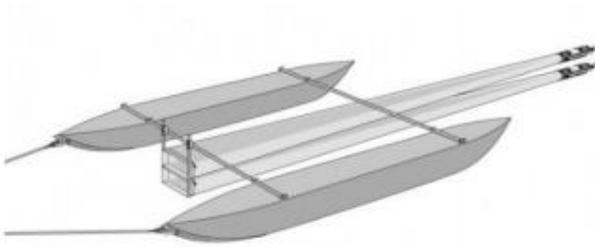
Blanc air
ambient

Bouteille en verre
pour l'échantillon

Blanc total



1.5. Image des différents filets à microplastiques selon la bibliographie (R. DRIS, J. GASPERI, V. ROCHER, M. SAAD, B. TASSIN 2015)



Filet à plancton de maille 80 μ m



Filet Manta micro-plastiques

1.6. Photos d'un filet bongos (Mel Constant,2018)



2. Tableaux

2.1. Tableau résumant quelques exemples de techniques et les résultats obtenus dans l'analyse des MP dans les eaux usées (Ziajahromi, Neale et Leusch, 2016).

Study	Study country	Sampling method	Size range of sampled particles (µm)	Identification method	Dominant shape & type of detected microplastics	Number of microplastics influent	Number of microplastics in final effluent	Treatment type	Removal rate
Talvitie <i>et al.</i> (2015)	Finland	Filtration device	20–200	Visual observation & FT-IR spectroscopy	Synthetic particle and textile fibres	430 synthetic particle/L, 180 textile fibres/L	8.6 synthetic particles/L, 4.9 textile fibres/L	Tertiary	98% synthetic particle, 97% for fibres
Dris <i>et al.</i> (2015b)	France	Automatic sampler	ND	Visual observation	Fibres	260–320 particles /L	14–50 particles/L	Primary & biological treatment	84–94%
Murphy <i>et al.</i> (2016)	Scotland	Steel bucket and steel sieve	> 65	Visual observation & FT-IR spectroscopy	Fibres (polyester, polyamide, acrylic)	15.7 particles/L	0.3 particles/L	Secondary	98.4%
Carr <i>et al.</i> (2016)	USA	Sieving	20–400	Visual observation & FT-IR spectroscopy	Irregularly shaped polyethylene	1 particle/L	~0.0007 particles/L	Tertiary	99.9%
Magnusson & Norén (2014)	Sweden	Filtration	> 300	Visual observation & FT-IR spectroscopy	Fibres and fragment	15 particles/L	8.3 particles/L	Mechanical, chemical & biological	99.9%
HELCOM (2014)	Russia	A filtration device	20–300	Visual observation	Fibres & synthetic particle	467 fibres/L, 160 synthetic particles/L	16 fibres/L, 7 synthetic particles/L	Mechanical treatment and purification	96%
Browne <i>et al.</i> (2011)	Australia	Glass bottle (750 ml), filtration	ND	Visual observation & FT-IR spectroscopy	Fibres	ND	1 particle/L	Tertiary	ND

ND: Not detected; FT-IR: Fourier transform infrared spectroscopy.

2.2. Tableau qui résume les types de polymères présents dans les débris en plastique, ainsi que leurs densités et le nombre d'études qui s'y sont intéressé (Hidalgo-Ruz et al., 2012)

Type de polymère	Densité du polymère (g cm ⁻³)	Nombre d'études
Polyéthylène	0,917–0,965	33
Polypropylène	0,9–0,91	27
Polystyrène	1,04–1,1	17
Polyamide (nylon)	1.02–1.05	7
Polyester	1.24–2.3	4
Acrylique	1.09–1.20	4
Polyoximéthylène	1,41–1,61	4

Alcool polyvinylique	1.19–1.31	3
Chlorure de polyvinyle	1.16–1.58	2
Poly méthylacrylate	1.17–1.20	2
Polyéthylène téréphtalate	1,37–1,45	1
Alkyde	1.24–2.10	1
Polyuréthane	1.2	1
Données d'un total de N = 42 études.		

2.3. Tableau sur quelques études sur les contaminations au MP dans les eaux de surface (J. Li et al 2018)

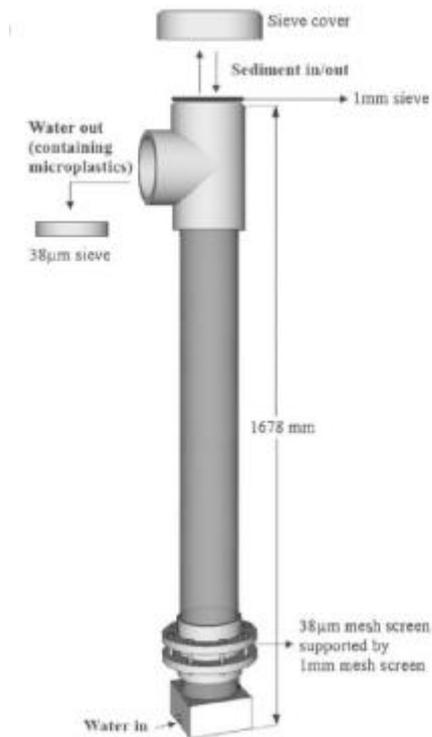
Location	Collection	Collection Cut-off size (µm)	Depth	Purification	Identification	Separation substrate	Mean abundance ^a	Maximum abundance ^a	Reference
Austrian Danube, Austria	Stationary conical driftnets	500	0.5 m	–	Visualization	–	0.317p/m ³	141.7 p/m ³	(Lechner et al., 2014)
Rhine river	Manta net	300	–	Enzyme + H ₂ O ₂	FTIR	Sieves	8.93 × 10 ⁵ p/km ²	3.9 × 10 ⁶ p/km ²	(Mani et al., 2015)
Dutch river delta and Amsterdam canals	Bulk water 2 L	–	–	–	FTIR	0.7 µm glass filters	1 × 10 ⁵ p/m ³	1.87 × 10 ⁵ p/m ³	(Leslie et al., 2017)
Great Paris	Plankton net	80	0.1 –0.35 m	–	Visualization	1.6 µm filter	30 p/m ³	106 p/m ³	(Dris et al., 2015)
Great Paris	Manta Trawl	330	0–0.3 m	–	Visualization	1.6 µm filter	0.35 p/m ³	0.45 p/m ³	(Dris et al., 2015)
Lake Geneva	Manta Trawl	300	–	–	Visualization	–	4.81 × 10 ⁴ p/km ²	–	(Alencastro, 2012)
Three Gorges Dam, China	Trawl	112	–	–	FTIR	1.6 mm stainless sieve	8.47 × 10 ⁶ p/km ²	1.36 × 10 ⁷ p/km ²	(Zhang et al., 2015)
Three Gorges Dam, China	Teflon pump and stainless steel sieve	48	1 m	30% H ₂ O ₂	Visualization + Raman	0.45 µm glass microfiber filter	4.70 × 10 ³ p/m ³	1.26 × 10 ⁴ p/m ³	(Di and Wang, 2017)
Yangtze Estuary	Teflon pump and stainless steel sieve	32	1 m	30% H ₂ O ₂	Visualization	1.2 µm cellulose nitrate filters	4.14 × 10 ³ p/m ³	1.02 × 10 ⁴ p/m ³	(Zhao et al., 2014)
Lakes, Wuhan, China	Teflon pump and stainless steel sieve	50	0.2 m	30% H ₂ O ₂	FTIR	0.45 µm glass microfiber filter	–	8.93 × 10 ³ p/m ³	(Wang et al., 2017)
Taihu lake, China	Plankton net	333	0.3 m	30% H ₂ O ₂	FTIR + SEM-EDS	100 µm polycarbonate filter	–	6.8 × 10 ⁶ p/km ²	(Su et al., 2016)
Taihu lake, China	Bulk water 5 L	–	–	30% H ₂ O ₂	FTIR + SEM-EDS	5 µm polycarbonate filter	–	2.58 × 10 ⁴ p/m ³	(Su et al., 2016)
Lake Hovsgol, Mongolia	Manta trawl	333	–	30% H ₂ O ₂	Visualization	Tyler sieves	2.03 × 10 ⁴ p/km ²	4.44 × 10 ⁴ p/km ²	(Free et al., 2014)
Lake Winnipeg, Canada	Manta trawl	333	–	30% H ₂ O ₂	SEM-EDS	250 µm sieve	1.93 × 10 ⁵ p/km ²	7.48 × 10 ⁵ p/km ²	(Anderson et al., 2017)
Los Angeles river, San Gabriel river, Coyote Creek	Hand net, Manta trawl	800, 500, 333	–	–	Visualization	Tyler sieves	–	1.29 × 10 ⁴ p/m ³	(Moore et al., 2011)
29 Great Lakes tributaries, USA	Neuston net	333	0.2 –0.35 m	30% H ₂ O ₂ +Fe ^b	Visualization	125 µm sieve	4.2 p/m ³	32 p/m ³	(Baldwin et al., 2016)
Laurentian Great Lakes, USA	Manta trawl	333	–	2 M HCl	SEM-EDS	Tyler sieves	4.30 × 10 ⁴ p/km ²	4.66 × 10 ⁵ p/km ²	(Eriksen et al., 2013)
Raritan River, USA	Plankton net	153	–	30% H ₂ O ₂ +Fe ^b	Visualization	Sieves	–	–	(Estahbanati and Fahrenfeld, 2016)
Goiana Estuary, Brazil	Conical plankton net	300	–	–	Visualization	45 µm mesh	3.1 × 10 ⁻⁴ –2.6 × 10 ⁻³ p/m ³	0.19 p/m ³	(Lima et al., 2014)

^a Data were standardized for consistency.

^b Wet peroxide oxidation

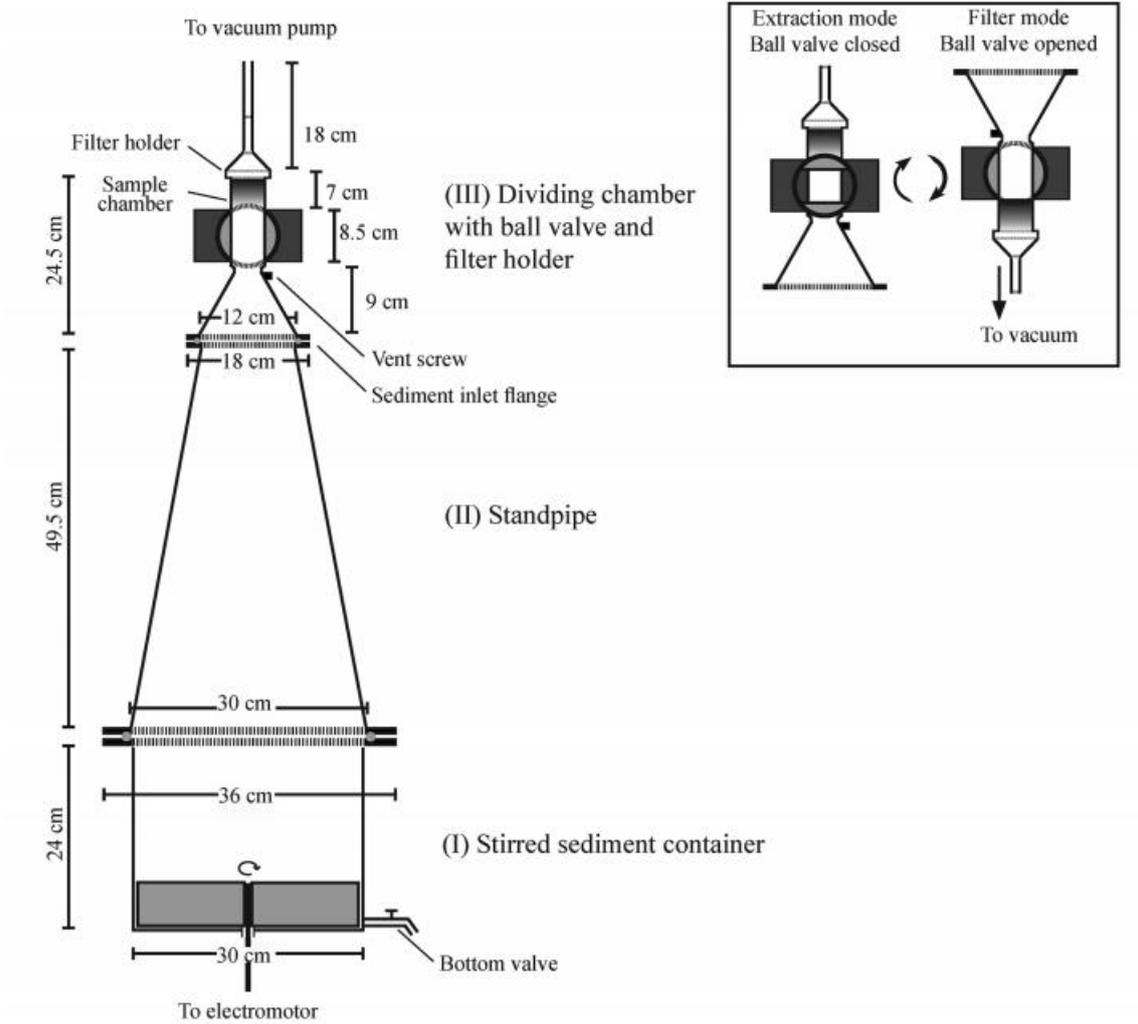
3. Illustrations

3.1. Illustration d'une Colonne d'élutriation (KEDZIERSKI, 2017)

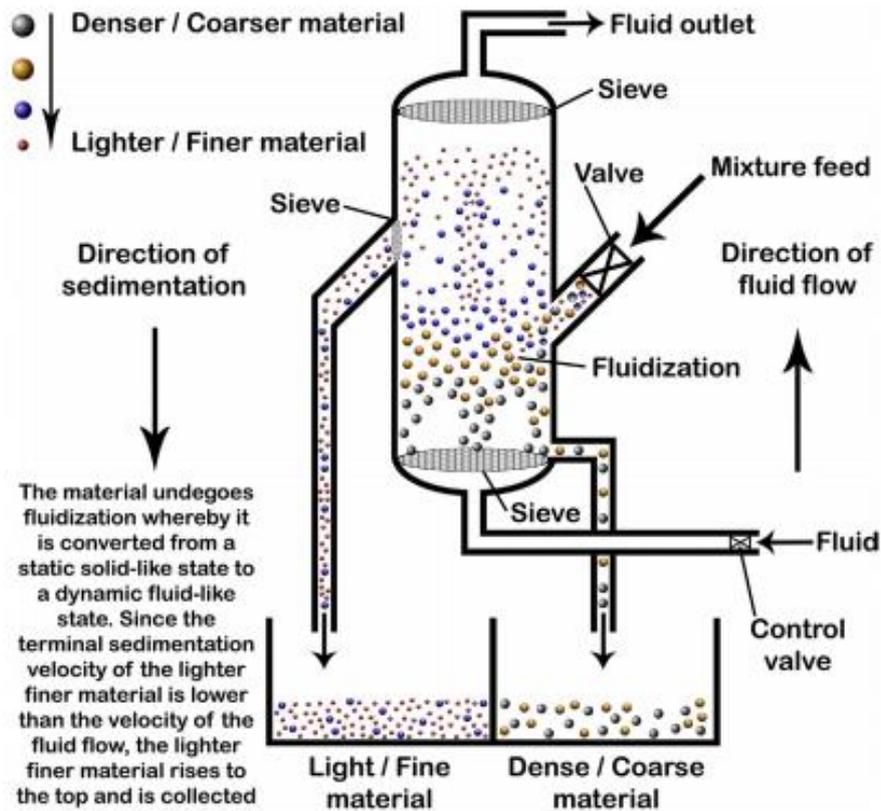


3.2. Schéma séparateur de sédiments en plastique de Munich (MPSS) (Imhof et al. 2012)

(I) : réservoir de sédiments, (II) : tube vertical, (III) : chambre de mesure
L'image dans le cadre, représente la chambre de séparation, elle peut être braquée à l'envers, et cela dans le but d'aller du mode d'extraction sur le dessus du MPSS vers le mode de filtrage avec vide attaché



3.3. Schéma d'un autre processus d'éluatriation (Christopher Blair Crawford, 2017)



3.4. Schéma du processus de la séparation en densité des microplastiques et des sédiments (Christopher Blair Crawford, 2017)

