

---

## Gestion des déchets plastiques et détection de micro-déchets plastiques en station d'épuration en Wallonie

**Auteur :** Buyck, Maxime

**Promoteur(s) :** Delvigne, Frank; Maesen, Philippe; Minne, Luc

**Faculté :** Gembloux Agro-Bio Tech (GxABT)

**Diplôme :** Master en bioingénieur : sciences et technologies de l'environnement, à finalité spécialisée

**Année académique :** 2017-2018

**URI/URL :** <http://hdl.handle.net/2268.2/5161>

---

### 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.*

---

# **GESTION DES DECHETS PLASTIQUES ET DETECTION DE MICRO-DECHETS PLASTIQUES EN STATION D'EPURATION EN WALLONIE**

**MAXIME BUYCK**

**TRAVERS DE FIN D'ETUDES PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE  
MASTER BIOINGENIEUR EN SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'ENVIRONNEMENT**

**ANNEE ACADEMIQUE 2017-2018**

**PROMOTEUR : DELVIGNE F.  
CO-PROMOTEURS: MINNE L. MAESEN P.**

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 Gembloux Agro-Bio Tech.

Le présent document n'engage que son auteur.

# **GESTION DES DECHETS PLASTIQUES ET DETECTION DE MICRO-DECHETS PLASTIQUES EN STATION D'EPURATION EN WALLONIE**

**MAXIME BUYCK**

**TRAVAIL DE FIN D'ETUDES PRÉSENTE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE  
MASTER BIOINGENIEUR EN SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'ENVIRONNEMENT**

**ANNEE ACADEMIQUE 2017-2018**

**PROMOTEUR : DELVIGNE F.  
CO-PROMOTEURS: MINNE L. MAESEN P.**

# Remerciements :

Tout d'abord, j'aimerais remercier mes trois promoteurs : Frank Delvigne pour avoir accepté d'être promoteur principal mais en particulier Luc Minne et Philippe Maesen pour leur encadrement, leur aide et leur soutien tout au long de ce travail. Merci aussi à Angélique Léonard d'avoir accepté de faire partie de mon jury et Catherine Charles d'en être la présidente.

Ensuite, j'aimerais remercier ma famille qui me soutient depuis bien plus longtemps encore, en particulier mes parents, mes grands-parents et mon frère, sans qui tout ceci n'aurait pu être possible.

Je souhaiterais également exprimer ma gratitude envers à toutes les personnes que j'ai contactées et qui m'ont répondues ou reçues. C'était un réel plaisir que de travailler dans ces conditions et tous vos retours m'ont été d'une grande aide. Merci donc aux conseils de Jean-Marc Aldric, Cédric Slegers, Christine Levêque, Virginie Decotegnies, Stijn Van Hulle, Diederik Rousseau, Frédéric Pilette, Yves Brostaux, France Collard, Johanna Louwagie mais aussi merci à Thiery Baudhuin pour son suivi concernant les filtres, François d'Ursel et l'in BW pour l'entretien et la visite de la station d'épuration de Wavre, Nicolas Jacquet pour l'accès au microscope et les tests sur le spectromètre infrarouge à transformée de Fourier, Gauthier Eppe pour l'utilisation du spectromètre Raman et Cédric Malherbe pour son temps et son expertise sur ce spectromètre.

Je remercie également toute l'équipe de Philippe Maesen : Olivier, Stéphanie, Thiery, Tina, les Nicolas, Francesco, Virginie, Carine, Géraud et Marie-Christine pour leur aide et leur bonne humeur tout au long de mes expérimentations.

Bien sûr, j'aimerais remercier tous mes professeurs et encadrants durant mon parcours à Gembloux et plus généralement la faculté de Gembloux-Agro-Bio-Tech.

Dans un autre registre, un grand merci à ma copine, à tous mes amis de Gembloux, de Tournai ou d'ailleurs, au kot BV et au bureau des TFistes du GR pour avoir rendu cette expérience unique. Enfin, une dernière pensée à l'ambiance et la solidarité Gembloutoise sans quoi Gembloux ne serait plus tout à fait Gembloux.

# Résumé

Les déchets plastiques sont aujourd’hui omniprésents, tant cette matière aux propriétés remarquables est largement utilisée. Ils sont d’ailleurs au cœur de l’actualité, aussi bien à l’échelle de la politique européenne, avec la première stratégie européenne sur le plastique que wallonne, avec le nouveau plan wallon des déchets-ressources. Au vu de leur diversité et de leur nombre, leur gestion est devenue primordiale. Les microplastiques sont des particules de plastique inférieures à 5 mm et générées lors de leur production ou provenant de leur décomposition. Ils se retrouvent eux aussi partout dans l’environnement et ont des impacts, encore mal compris, tant sur la santé que l’environnement. Cette étude s’intéresse aux microplastiques se retrouvant dans les boues d’épuration, notamment via l’apport de fibres synthétiques par les machines à laver. En effet, cette thématique prend toute son importance car en Wallonie, près de la moitié des boues d’épuration sont épandues sur les champs et donc dans notre environnement. La première étape de ce travail est donc de trouver dans la littérature une méthode adéquate pour réaliser une qualification et une quantification des microplastiques en boues d’épuration. C’est une extraction à l’huile qui a été choisie pour son efficacité et son prix compétitif. Après adaptation du protocole, une première qualification grâce à la spectrométrie Raman et quantification au microscope ont été réalisées. La qualification a permis de confirmer la présence de fibres en plastique et la quantification estime une quantité non négligeable de fibres plastiques redistribuées au sein de l’environnement. Ce travail de fin d’études propose une discussion sur la méthode utilisée et sur les résultats obtenus pour promouvoir, inspirer et donner un maximum de pistes et indications en vue d’études ultérieures plus poussées. Enfin, quatre solutions à la problématique sont formulées : l’utilisation de plastiques biobasés, l’utilisation de microorganismes pour digérer le plastique en station d’épuration, la valorisation alternative des boues d’épuration et la diminution de fibres relâchées à la source, c’est-à-dire au niveau des machines à laver.

**Mots-clés :** microplastiques, boues d’épuration, station d’épuration, environnement, Wallonie.

# Abstract

Plastic waste are now everywhere and widely used because of its remarkable properties. It's also at the heart of the news, both on a European scale, with the first European plastic strategy and on a Walloon scale, with the new Walloon plan wastes resources. We find many plastic types and their management has become essential. Microplastics are plastic particles smaller than 5 mm and generated during their production or from their decomposition. They are also found everywhere in the environment and have impacts, still poorly understood, as much on health as on the environment. This study focuses on microplastics lying in sewage sludge, particularly by the supply of synthetic fibres by washing machines. Indeed, this subject is important because in Wallonia, almost half of the sewage sludge is spread on the fields and therefore in our environment. The first step in this work will be to find in the literature a suitable method for achieving qualification and quantification of microplastics in sewage sludge. An oil extraction has been chosen for its efficiency and competitive price. After adaptation of the protocol, a first qualification thanks to Raman spectroscopy and quantification under a microscope were carried out. The qualification has confirmed the presence of plastic fibers and the quantification estimates a significant amount of plastic fibres relocated in the environment. This master thesis proposes a discussion about the method used and the results obtained to promote, inspire and give a maximum of leads and indications for further subsequent studies. Finally, four solutions to the problem are formulated: the use of biobased plastics, the use of microorganisms to digest plastics in sewage treatment plants, alternative recoveries of sewage sludge and the reduction of fibres released at the source, which means at the level of the washing machines.

# Table des matières

Table des matières .....	v
1. Introduction et objectifs.....	1
1.1. Introduction.....	1
1.2. Objectifs.....	2
2. Notions théoriques.....	3
2.1. La chimie du plastique .....	3
2.2. La fabrication du plastique.....	4
2.3. La gestion des déchets plastiques .....	6
2.3.1. La réutilisation et le recyclage.....	7
2.3.2. L'incinération .....	9
2.3.3. La mise en décharge .....	9
2.3.1. Comparaison.....	10
2.4. Les types de plastiques .....	11
2.4.1. Le polyéthylène terephthalate (PET).....	11
2.4.2. Le Polychlorure de vinyle (PVC) .....	12
2.4.3. Le polyéthylène (PE) .....	13
2.4.4. Le polypropylène (PP).....	14
2.4.5. Le Polystyrène (PS).....	15
2.4.6. Les polymères biobasés .....	16
2.5. Les impacts environnementaux et leurs causes .....	17
2.5.1. Les causes et leurs explications .....	17
2.5.2. Les microplastiques .....	18
2.5.3. Les impacts environnementaux .....	18
2.6. Les stations d'épuration (STEP) .....	21
2.6.1. Fonctionnement général .....	21
2.6.2. La gestion des boues d'épuration .....	21
2.6.3. Les STEP et le plastique .....	23
2.7. Les spectromètres .....	24
2.7.1. La Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (spectroscopie IRTF)	
24	
2.7.2. La spectrométrie Raman .....	25
2.8. Résumé des principaux flux.....	25
3. Contexte.....	27
3.1. La stratégie européenne (European Commision, 2018) .....	27
3.2. La Belgique, une référence en Europe ? .....	28
3.3. La stratégie Wallonne (Région wallonne, 2018a).....	28
3.4. Les flux de plastiques en Wallonie (Région wallonne, 2018a) .....	30
4. Matériel et méthodes .....	31
4.1. Echantillonnage .....	31
4.2. Choix de la méthode de référence.....	32
4.3. Manipulations .....	33
4.3.1. Manipulation optimale réalisée .....	33
4.3.2. Historique, difficultés rencontrées et changements opérés .....	34
4.4. Analyses.....	36
4.4.1. Analyses effectuées .....	36
4.4.2. Difficultés et remarques.....	36

4.5. Précautions .....	37
4.6. Difficultés persistantes et pistes d'amélioration du protocole .....	37
5. Résultats .....	39
5.1. Résultats chiffrés.....	39
5.2. Photographies des différents types de particules observées .....	41
5.3. Résultats des analyses au spectromètre Raman .....	47
5.4. Synthèse des résultats obtenus .....	50
6. Discussion.....	51
6.1. Validité de la méthode .....	51
6.2. Discussion des résultats .....	53
6.3. Réflexions .....	54
6.4. Evolution probable de la quantité de microplastiques dans les boues d'épuration	
55	
6.5. Propositions d'alternatives.....	57
6.5.1. Les polymères biobasés et biodégradables .....	57
6.5.2. L'utilisation des microorganismes.....	58
6.5.3. Une valorisation alternative des boues d'épuration.....	58
6.5.4. Une diminution à la source .....	60
7. Conclusions .....	61
8. Bibliographie .....	62
9. Annexes .....	71
9.1. Annexe 1 : Photographies complémentaires.....	71
9.1.1. Les témoins.....	71
9.1.2. Les fibres .....	74
9.1.3. Les autres .....	84

# Table des illustrations

Figure 1. Structure chimique de polymères (D'après Krueger et al., 2015) .....	3
Figure 2. Schéma d'une extrudeuse .....	6
Figure 3. Echelle de Lansink .....	6
Figure 4. Schéma d'un enfouissement .....	10
Figure 5. Bouteilles en PET .....	12
Figure 6. Film en PET .....	12
Figure 7. Isolant en PVC plastifié .....	13
Figure 8. Tuyaux en PVC .....	13
Figure 9. Bouteille de lait en PEhd .....	14
Figure 10. Sac réutilisable en PEbd .....	14
Figure 11. Emballage alimentaire en PP .....	15
Figure 12. Parechoc en PP .....	15
Figure 13. Gobelet en PS .....	15
Figure 14. Emballage alimentaire en PSE .....	15
Figure 15. Emballage alimentaire en HIPS .....	15
Figure 16. Pollution due aux plastiques dans le lac Bicaz (Roumanie) .....	20
Figure 17. Microplastiques retrouvés dans des intestins de poisson .....	20
Figure 18. Etranglement dû à un anneau de plastique (source: 5 Gyres Institute) .....	20
Figure 19. Schéma de la STEP d'Albi-Madeleine (France, source: portail de la communauté d'agglomération de l'Albigeois) .....	21
Figure 20. Schéma d'un spectromètre FTIR (Mohamed et al., 2017) .....	25
Figure 21. Flux cumulés du plastique dans le monde réalisé par la firme RRS sur base des chiffres de Geyer et al., 2017 .....	26
Figure 22 : Taux de recyclage des déchets d'emballage plastique en Europe (d'après Eurostat, 2018) .....	28
Figure 23. Vue aérienne de la STEP de Montignies sur Sambre (Silan, 2009) .....	31
Figure 24. Filtres obtenus (gauche) ainsi que le principal matériel utilisé (droite) .....	34
Figure 25 : Echantillons de boues d'épuration .....	38
Figure 26. Fibre bleue isolée de la matrice de boue, vraisemblablement en coton (No 9) .....	41
Figure 27. Fibre bleue torsadée (No 32) .....	41
Figure 28. Fibre bleue épaisse (No 37) .....	42
Figure 29. Fibre bleue cylindrique (No 27) .....	42
Figure 30. Amas de fibres bleues et transparentes (No 22) .....	43
Figure 31. Fibre rouge en PET (No 54) .....	43
Figure 32. Fibre jaune (No 9) .....	44
Figure 33. Fibre transparente (No 26) .....	44
Figure 34. Fibre orange (No 17) .....	44
Figure 35. Fibre bicolore torsadée (No 10) .....	45
Figure 36. Débris transparent (No 7) .....	46
Figure 37. Débris transparent (No 11) .....	46
Figure 38. Débris réfléchissant (No 22) .....	46
Figure 39. Particules observées à l'échantillon No 30 .....	47
Figure 40. Particules observées à l'échantillon No 36 .....	47
Figure 41. Spectre Raman de la fibre de la Figure 31 .....	48
Figure 42. Spectre Raman de la fibre de la Figure 30 .....	49
Figure 43. Spectre Raman d'une particule de boues d'épuration et sa photographie .....	49

Figure 44: Fibre de polycarbonate se détachant du bord du filtre .....	52
Figure 45. Gestion des boues de STEP en Wallonie (Région Wallonne, 2018) .....	56

# Table des tableaux

Tableau 1. Résultats des échantillons observés ..... 39

# Liste des abréviations

DCO = Demande Chimique en Oxygène

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> = Eau oxygénée ou peroxyde d'hydrogène

HIPS = High Impact PolyStyrene

Mt = Millions de tonnes métriques

PE = PolyEthylène

PEld = PolyEthylène à basse densité

PEmd = PolyEthylène à moyenne densité

PEhd = PolyEthylène à haute densité

PET = PolyEthylène Téréphthalate

PHA = PolyHydroxyAlkanoates

PP = PolyPropylène

PS = PolyStyrène

PSE = PolyStyrène Expansé

PVC= PolyChlorure de Vinyle

PWD-R = Plan Wallon des Déchets-Ressources

IRTF= InfraRouge à Transformée de Fourier

STEP = STation d'EPuration

TFE = Travail de Fin d'Etudes

# 1. Introduction et objectifs

## 1.1. Introduction

Les plastiques sont aujourd'hui partout autour de nous. Ils sont définis comme des polymères non-métalliques fabriqués par l'homme, de poids moléculaire élevé, constitués d'une répétition de macromolécules (Bowmer, T.; Kershaw, 2010). Ces matériaux sont déformables et peuvent être moulés ou modelés facilement, en général à chaud et sous pression. Le mot plastique vient d'ailleurs du grec "plastikos", signifiant "capable de fondre sous différentes formes" (Joel, 1995). Ils sont donc faciles à mettre en forme mais aussi résistants aux chocs, aux variations de température, à l'humidité et aux détergents (Biron, 2012). Cela les rend extrêmement intéressants et c'est pourquoi leur utilisation est devenue si fréquente. En Europe en 2016, on les retrouve principalement dans le secteur des emballages (39.9%), de la construction (19.7%), de l'automobile (10%) et des équipements électriques et électroniques (6.2%) (PlasticsEurope, 2017).

Ils occupent cependant un volume considérable par rapport à leur poids et sont difficilement dégradables. On estime que 8300 millions de tonnes métriques (Mt) de plastiques vierges ont été produites à ce jour dans le monde. En 2015, environ 6300 Mt de déchets plastiques avaient été générés, dont 9% ont été recyclés, 12% incinérés et 79% ont été accumulés dans des décharges ou dans l'environnement naturel. A ce rythme, environ 12 000 Mt de déchets plastiques seront mis en décharge ou dans l'environnement naturel d'ici 2050 (Geyer et al., 2017).

Tous ces plastiques subissent des dégradations malgré leur récalcitrance et se retrouvent dans la nature sous forme de microplastiques. Le nombre de particules microplastiques flottant à la surface des océans est ainsi estimé à 4.85 milliards (Eriksen et al., 2014), se retrouvant même jusque dans les fonds marins (Van Cauwenberghe et al., 2013) ou en Antarctique (Greenpeace, 2018). Les milieux terrestres sont eux aussi touchés par la problématique mais ne font l'objet que de très peu d'études car les mêmes processus d'accumulation ou de bioaccumulation ne sont pas retrouvés (Van Cauwenberghe et al., 2015) dans ceux-ci que dans les milieux marins (Rillig, 2012). L'atmosphère non plus n'y échappe pas. Ainsi, en ville, un entonnoir peut intercepter entre 2 et 355 particules de

plastique par mètre carré et par jour (Dris et al., 2016). Enfin, même nos produits sont sources de microplastiques. Ainsi, une étude a récemment prouvé la présence de particules au sein même de nos bouteilles d'eau minérale (Schymanski et al., 2018).

Parmi tous ces plastiques, ce travail ciblera en particulier les déchets plastiques se retrouvant dans les boues d'épuration. En effet, les stations d'épuration permettent d'obtenir un flux de déchets plastiques bien moindre en aval qu'en amont (Kalčíková et al., 2017 ; Ziajahromi et al., 2017; Talvitie et al., 2017). Sachant qu'en Wallonie en 2012, 45% des boues d'épuration étaient valorisées en agriculture (Direction de la Protection des Sols du Service Public de Wallonie, n.d.), on peut se demander quelle quantité de plastique on va retrouver dans celles-ci. Si une quantité non négligeable est avérée, est-elle dommageable pour la santé et l'environnement ? Si oui, est-il est possible de la diminuer voire de trouver une solution plus sûre? De nombreuses questions se soulèvent à propos de ce sujet au cœur de l'actualité.

## 1.2. Objectifs

L'objectif de ce travail de fin d'études (TFE) est tout d'abord de mettre au point et/ou d'adapter une méthode fiable pour isoler le plastique de boues d'épuration. Si l'objectif ultime d'un tel travail est une qualification totale ainsi qu'une quantification précise des microplastiques se retrouvant en boues d'épuration, il se limitera à une qualification partielle ainsi qu'à une estimation dans le cadre de ce travail. Il pourrait idéalement servir de tremplin, du moins de source d'information, pour des études ultérieures. Les objectifs secondaires sont de fournir un solide background théorique, de nombreuses photographies, une réflexion sur la problématique des plastiques dans les boues d'épuration ainsi que des propositions d'alternatives pour limiter leur impact.

## 2. Notions théoriques

Dans ce chapitre, les notions indispensables à la compréhension de ce TFE seront reprises. Dans cette optique, le premier point décrira la chimie du plastique. Il sera suivi des éléments clés de sa fabrication puis de sa gestion en tant que déchet. Une partie sera ensuite consacrée à introduire les principaux types de plastiques. Les problématiques environnementales seront alors expliquées, dont un point particulier sera dédié aux stations d'épuration. Enfin, une explication du fonctionnement de la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier et de la spectrométrie Raman seront fournies avant un schéma récapitulatif des flux.

### 2.1. La chimie du plastique

Les plastiques sont des polymères constitués d'enchaînement de groupes identiques d'atomes, les monomères. Ce sont donc des macromolécules qui sont d'ailleurs très grandes comparées à celles constituant les produits organiques courants (Carrega et al., 2012). Celles-ci sont principalement constituées de carbone, d'hydrogène, de silicium, d'oxygène, de chlore et d'azote (Kale et al., 2015). Les polymères peuvent aussi comporter des monomères de natures différentes. Ils sont alors appelés copolymères, en opposition avec les homopolymères. Cette chaîne peut aussi comporter des ramifications. La structure chimique de certains polymères est reprise à la Figure 1.

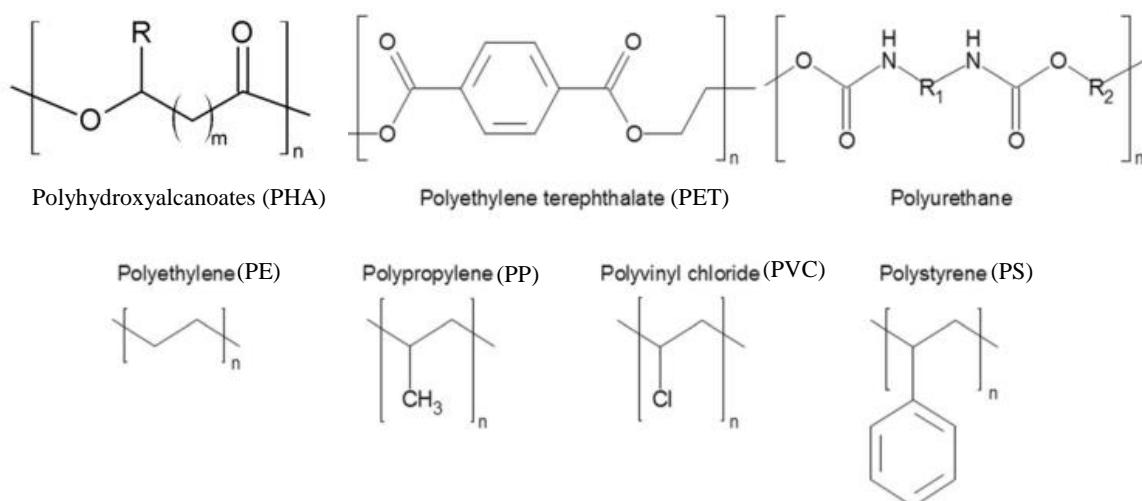


Figure 1. Structure chimique de polymères (D'après Krueger et al., 2015)

La nature de la chaîne principale va en grande partie déterminer les propriétés mécaniques de la matière. Par exemple, les rotations autour des liaisons C-C sont plus aisées sans encombrement, c'est-à-dire avec de petits groupes latéraux. Cela donnera une plus grande souplesse à la matière. La présence de liaisons doubles C=C ou l'interaction avec les molécules voisines peuvent aussi diminuer cette souplesse. Les polymères de synthèse ne sont pas tous produits avec la même longueur de chaîne dans un même échantillon. Les propriétés physiques du plastique dépendant de cette longueur, il est important d'en connaître la distribution. Au niveau de la structure, deux types de polymères peuvent être distingués : les polymères amorphes, de masse moléculaire souvent élevées et les polymères semi-cristallins, pour lesquels un ordre cristallin est observé aux rayons X, qui présentent une plus grande cohésion et qui sont moins déformables. (Carrega et al., 2012).

Une propriété chimique particulièrement intéressante dans le cadre de ce travail est la nature oléophile du plastique (Sheng, 2004). Cette propriété va donc donner la possibilité d'extraire celui-ci notamment avec de l'huile de colza (Crichton et al., 2017).

## 2.2. La fabrication du plastique

Le pétrole est tout d'abord raffiné. La fraction d'essences légères, appelée naphta, est isolée puis "craquée" (distillée) à la vapeur, pour obtenir des molécules chimiques de base : les monomères. Les molécules sont alors assemblées entre elles sous forme de chaînes, linéaires ou en réseau pour obtenir des polymères. D'autres éléments interviennent dans la composition de ces polymères, pour donner des caractéristiques spécifiques au produit (Brula & Thoumelin, 2007). Ces additifs sont de natures différentes et distingués par: (Cercle national du recyclage, 1999)

- Les charges : elles améliorent la rigidité et l'adhésivité des matières plastiques. Elles influencent aussi leur résistance chimique ainsi que leur isolation électrique et thermique. Elles sont ajoutées à la résine à raison de 1 à 300%.
- Les plastifiants : ils diminuent la rigidité des matières plastiques. Ils peuvent être introduits de manière permanente ou temporaire, lors de la synthèse des polymères et ce pour faciliter la mise en œuvre.
- Les stabilisants : ils empêchent la dégradation des polymères en les stabilisant chimiquement face aux effets de la température, de l'oxygène ou du rayonnement

UV. Leur proportion par rapport à la résine varie de 0.1 à 1% selon l'effet demandé.

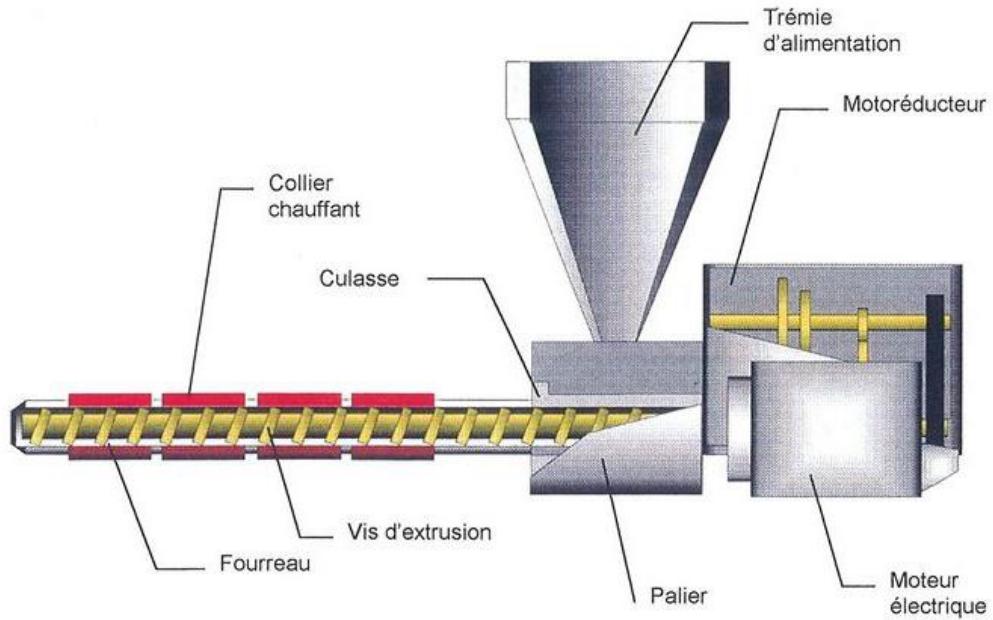
- Les lubrifiants : les cires et paraffines facilitent la fabrication des polymères et réduisent leur adhérence aux parois des machines de transformation. Les lubrifiants solides améliorent les propriétés de glissement et d'usure.
- Les pigments et colorants : ils colorent les matières plastiques et peuvent aussi se comporter comme des charges.
- Les ignifugeants ou retardeurs de flammes : ils permettent un meilleur comportement au feu
- Les agents antistatiques : ils réduisent le dépôt de poussières sur les produits finis.

Une fois composés, les polymères sont sous forme de poussières ou de granules. Ils doivent alors subir une dernière transformation pour obtenir leur forme finale. Quatre procédés majeurs sont repris ci-dessous :

Le procédé d'extrusion consiste à faire chauffer les granulats à une température convenable, afin d'obtenir une pâte de plastique homogène et fondu. Le changement d'état réversible entre sa forme dure et sa forme fondu est appelée transition vitreuse. Cette transition n'est pas considérée comme un changement d'état mais de comportement (Carrega et al., 2012). Une vis sans fin tourne et force la pâte de plastique en fusion d'avancer sous pression, à travers la tête d'extrusion de la machine. Cette dernière assure le transfert de cette pâte vers la filière qui va imposer au produit final sa forme et son épaisseur (Chung, 2000). Le schéma de la machine est illustré à la Figure 2.

Des variantes existent telles que l'extrusion-soufflage ou l'extrusion-gonflage. L'extrusion soufflage est un procédé qui consiste à utiliser un tube extrudé encore chaud, à le faire couler dans un moule qui lui donnera la forme voulue lors de son refroidissement et à insuffler de l'air pour que la matière se place sur les parois du moule. L'extrusion-gonflage a pour principe l'insufflation d'air comprimé dans la matière fondu. Elle va alors se gonfler et s'élever en une longue bulle de film. Après refroidissement, des rouleaux aplatissent le film en une gaine plane qui s'enroule sur des bobines.

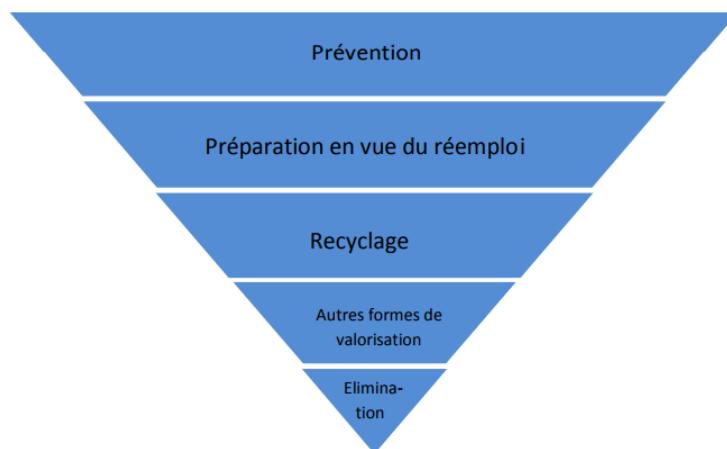
L'injection, pouvant être combiné avec un soufflage, consiste à introduire la matière dans un moule, cette fois-ci beaucoup plus étroit. Il existe enfin une grande variété de filages (Carrega et al., 2012).



**Figure 2. Schéma d'une extrudeuse**

## 2.3. La gestion des déchets plastiques

Selon l'échelle de Lansink (Figure 3), outre la prévention, plusieurs types de gestion sont utilisés. Tout d'abord la réutilisation, le recyclage, l'incinération et enfin la mise en décharge. En Europe, 27,3% des déchets plastiques sont mis en décharge, 41,6% sont incinérés et 31,1% sont recyclés (PlasticsEurope, 2017).



**Figure 3. Echelle de Lansink**

### *2.3.1. La réutilisation et le recyclage*

Les avantages du recyclage et de la réutilisation sont nombreux. Tout d'abord, cela permet de diminuer la consommation de pétrole, la production de plastique utilisant approximativement 8% de la production de pétrole (Thompson et al., 2009). Le recyclage réduit également l'utilisation de l'énergie, les déchets solides municipaux mais aussi les émissions de dioxydes de carbone ( $\text{CO}_2$ ), d'oxydes d'azote ( $\text{NO}_x$ ) et de dioxydes de soufre ( $\text{SO}_2$ ) (S.M. Al-Salem et al., 2009). Cependant, les plastiques ont aussi permis une diminution de la consommation en carburant via la confection de pièces plus légères (Lecomte & Das, 2018).

La réutilisation peut s'avérer dans certains cas très avantageuse. Cependant, elle ne garantit pas un bénéfice environnemental. Il faut prêter attention à la restauration et à l'amélioration de l'efficacité des vieux produits tout en vérifiant si des produits plus efficaces et plus récents seraient plus appropriés (Cooper & Gutowski, 2017).

En Wallonie, dans le secteur industriel, on réutilise certains fûts après lavage au niveau des emballages industriels ou même les caissettes utilisées comme contenants pour les fruits et légumes. Les autres secteurs, notamment celui de l'automobile, réutilisent beaucoup moins mais on peut voir des efforts dans le domaine de la construction (Région wallonne, 2018a).

Le pourcentage de produits recyclés tend à augmenter, d'une part en raison des politiques européenne (European Commision, 2018) et wallonne (Région wallonne, 2018a) et, d'autre part, grâce aux opportunités qu'offre le marché belge (OVAM, 2017). Il existe 4 familles de recyclage, même si le recyclage quaternaire n'est en réalité qu'une valorisation énergétique.

Il existe tout d'abord le recyclage primaire, aussi appelé re-extrusion. La re-extrusion est semblable au processus d'extrusion expliqué plus tôt et utilise des déchets plastiques pour créer des produits de caractéristiques similaires au produit original (Al-Salem, 2009). Une condition est que les déchets soient semi-propres, ce qui en fait un choix moins populaire (S.M. Al-Salem et al., 2009).

Le recyclage secondaire, ou recyclage mécanique, est le processus de recyclage du plastique le plus utilisé (S.M. Al-Salem et al., 2009). C'est la transformation d'un produit

plastique post-consommation en un nouveau produit ayant un niveau de propriétés physiques, mécaniques et/ou chimiques inférieur (Subramanian Senthilkannan Muthu, 2017). Typiquement, selon l'origine et la composition du plastique, toute une série de pré-processus y sont inclus tels que la collecte, le tri, le lavage ou le broyage (Ragaert et al., 2017). Une fois séparés par type de polymère et de taille suffisamment petite, ils sont soumis à une opération de moulage telle que l'extrusion pour obtenir de nouvelles formes et un nouvel usage, bien souvent en fibres textiles (Subramanian Senthilkannan Muthu, 2017). Il faut cependant faire attention car le recyclage mécanique du plastique peut causer une dégradation et une diminution de l'homogénéité de celui-ci et donc un amoindrissement de ses qualités physico-chimiques. En effet, l'énergie et la chaleur apportée peuvent être à l'origine d'une photo-oxydation et/ou d'un stress mécanique (S.M. Al-Salem, et al., 2009).

Le recyclage tertiaire, c'est-à-dire le recyclage chimique, est réalisé par une altération de la structure chimique de la matière. Il est moins répandu car il présente des difficultés technologiques et économiques certaines mais il permet de créer des produits dotés d'une plus-value et a l'avantage de pouvoir traiter des déchets plastiques mélangés ou pourvus de matières difficilement séparables lors du recyclage mécanique. La voie énergétique, qui consiste à fabriquer des combustibles par des procédés tels que la gazéification<sup>1</sup> ou la pyrolyse<sup>2</sup> est à distinguer de la voie dite de retour à la matière qui a pour principe de fabriquer des bases chimiques utilisables pour une confection ultérieure de produits (S.M. Al-Salem et al., 2009; Delavelle and Caevel, 2015).

Il est à noter l'importance de la collecte et du tri pour le recyclage du plastique (S.M. Al-Salem, et al., 2009). En Belgique, le sac PMC est collecté au porte-à-porte par les municipalités dans un sac à déchets séparé moins coûteux pour le citoyen que celui des déchets ménagers. Le sac permet d'emballer les bouteilles en plastiques, les boîtes de conserve métalliques et les emballages de boissons en carton. Il en résulte une majorité de polyéthylène téréphthalate (PET), suivie par le polyéthylène à haute densité (PEhd) et une minorité de polypropylène (PP) et de polyéthylène à basse densité (PEld). Les sacs collectés sont livrés aux installations de tri (Ragaert et al., 2017). Outre les problèmes liés à la qualité du plastique produit, un mauvais tri peut endommager le matériel. En effet, les plastiques ont des températures de fusion différentes et la présence d'un plastique

---

<sup>1</sup> La gazéification est une transformation thermochimique qui consiste à décomposer par la chaleur un solide combustible carboné en présence d'un réactif gazeux pour obtenir un mélange gazeux combustible

<sup>2</sup> La pyrolyse est la décomposition thermique de matières organiques en l'absence d'oxygène ou en atmosphère pauvre en oxygène.

ayant des températures de fusion plus basses que celui du plastique recyclé peut entraîner de la carbonisation, nuisible pour le matériel (Leveque, 2018). Il est à noter qu'à la base de ce système, c'est le consommateur qui réalise le premier tri et sans qui tout cela serait impossible (McDonald et al., 1998).

### *2.3.2. L'incinération*

L'incinération avec récupération d'énergie s'applique à un large éventail de déchets. Elle traite des déchets souvent très hétérogènes de manière à diminuer considérablement leur volume (il en reste des cendres et des résidus appelés mâchefers). Moyennant une valeur calorifique des déchets et un apport en oxygène suffisant, il s'ensuit une réaction thermique en chaîne et une combustion auto-entretenue, c'est-à-dire qui ne nécessite pas l'apport d'autres combustibles. Si la pollution potentielle qu'elle peut rejeter dans l'atmosphère est conséquente, l'utilisation de techniques avancées de lutte contre la pollution a permis de ramener les émissions dans l'air à des niveaux considérés comme très faibles (European IPPC Bureau, 2006).

### *2.3.3. La mise en décharge*

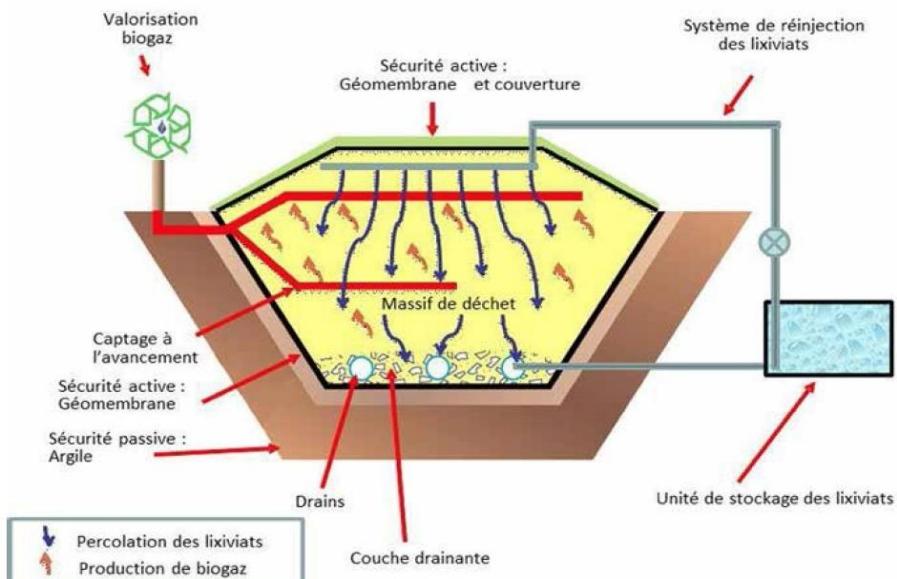
Les centres d'enfouissement techniques ont pour but de stocker les déchets ultimes, c'est-à-dire ceux dont les caractéristiques ne permettent pas d'envisager le recyclage ou la valorisation énergétique. Ils sont classés selon la dangerosité des déchets qu'ils peuvent accepter. Les sols sont protégés par des géotextiles, les lixiviats<sup>3</sup> générés sont traités et un contrôle poussé des pollutions potentielles est effectué, notamment au niveau la qualité de l'air. Il est aussi possible d'obtenir une valorisation énergétique via la mise en décharge. En effet, le biogaz produit par la fermentation de ces déchets peut être récupéré pour produire chaleur et électricité (Themelis et al., 2007). Un schéma est fourni à la Figure 4.

Jusqu'à aujourd'hui, 79% du plastique mondial a été mis en décharge ou a été jeté dans la nature (Geyer et al., 2017). Heureusement, cela diminue (27% en Europe actuellement (PlasticsEurope, 2017)). La mise en enfouissement technique de tout déchet plastique

---

<sup>3</sup> Lors de leur stockage, l'action conjuguée de l'eau de pluie et de la fermentation naturelle des déchets donne un produit appelé les « lixiviats ». Ils sont riches en matière organique et en éléments traces.

valorisable est d'ailleurs interdite par la législation wallonne (arrêté wallon du 18 mars 2004).



**Figure 4. Schéma d'un enfouissement**

### 2.3.1. Comparaison

Plusieurs études ont procédé à des évaluations de cycles de vie pour comparer recyclage, incinération avec récupération d'énergie et mise en décharge. La plupart concluent que le recyclage est préféré à l'incinération (Lazarevic et al., 2010). Deux facteurs peuvent détrôner le recyclage. D'une part, un remplacement de plastique vierge à un taux trop éloigné de un pour un et d'autre part la présence de contaminants organiques<sup>4</sup> (Michaud et al., 2010). Les points évalués pour lesquels une différence est marquée sont le potentiel de réchauffement global et l'énergie. La mise en décharge des déchets plastiques par rapport à l'incinération s'est révélée être la pire option pour toutes les catégories d'impact, à l'exception du potentiel de réchauffement planétaire (Lazarevic et al., 2010).

<sup>4</sup> Des polychlorobiphényles, toxiques pour l'environnement et la santé, peuvent notamment s'y retrouver (Rochman et al., 2013).

## 2.4. Les types de plastiques

Deux grandes familles de plastiques peuvent être distinguées.

Les thermoplastiques sont des polymères dont les caractéristiques mécaniques varient avec la température. Sous l'effet de la chaleur, les chaînes de ces polymères glissent les unes par rapport aux autres. Cela permet donc de les ramollir un grand nombre de fois, sans quoi le recyclage de ces matières ne serait pas possible (Carrega et al., 2012).

Les thermodurcissables sont quant à eux constitués de polymères réticulés ou en réseaux. Contrairement aux thermoplastiques, ils sont rigides et fragiles. Un apport de chaleur ne contribue qu'à figer voire dégrader la matière (Carrega et al., 2012). Ils ne sont donc pas recyclables et ne feront pas l'objet de ce travail.

Les élastomères (caoutchoucs), présentant des propriétés élastiques remarquables, pourraient aussi être cités. Ils ne font cependant pas strictement partie des matières plastiques.

Les thermoplastiques repris dans la liste ci-dessous englobaient 73,2% de la demande européenne en plastique en 2016. On y retrouve le PET (7,4%), le PVC (10%), les différents PE (29,8%), le PP (19,3%) et les différents types de PS (6,7%) (PlasticsEurope, 2017).

L'accent sera donc mis ici sur les différents thermoplastiques. Un paragraphe sera aussi consacré aux plastiques biobasés. Les propriétés spécifiques des différents plastiques seront également mentionnées dans ce chapitre.

### 2.4.1. *Le polyethylene terephthalate (PET)*

Le PET est le thermoplastique le plus communément utilisé. C'est un produit de polycondensation<sup>5</sup> de l'acide téraphthalique ( $C_8H_6O_4$ ) avec l'éthylène glycol ( $C_2H_6O_2$ ) (INRS, 2017). C'est un polyester transparent avec une bonne stabilité et de bonnes propriétés mécaniques et chimiques (Sulyman et al., 2016). Léger, il est aussi fortement inerte et permet donc son utilisation en secteur alimentaire (Welle, 2011). Cependant, la stabilité

---

<sup>5</sup> La polycondensation est une polymérisation par étapes indépendantes.

de PET recyclé est plus discutée et les produits faits de PET recyclés semblent être de qualité moindre (Linda et al., 2008). Leur broyage engendre aussi la production de nombreuses paillettes.

Trois flux principaux sont distingués (Sulyman et al., 2016). Tout d'abord celui des bouteilles (Figure 5), sachant que celles-ci représentent la plus grande part du plastique en circulation et qu'elles sont principalement faites de PET (Ramadevi et al., 2012). Ensuite, on retrouve les films plastiques (Figure 6. Film en PET) et enfin, ils sont utilisés pour renforcer certains pneus, même si cette voie implique des difficultés lors du recyclage. Ils peuvent aussi entre autres renforcer certains matériaux de construction en se substituant au sable (Ramadevi et al., 2012). A noter qu'une bonne partie du PET est actuellement recyclé à l'étranger (OVAM, 2017).



Figure 5. Bouteilles en PET



Figure 6. Film en PET

#### 2.4.2. *Le Polychlorure de vinyle (PVC)*

Polymère du chlorure de vinyle ( $C_2H_3Cl$ ), ce plastique amorphe contient une grande quantité de chlore (56%) et possède une granulométrie variable selon son mode de fabrication. Il présente une remarquable résistance à l'abrasion, une bonne résistance à la corrosion, isole électriquement et possède aussi une bonne rigidité à température ambiante. Il est cependant plus fragile à des températures inférieures à -10°C. Il peut être plastifié (Figure 7), ce qui a pour effet d'atténuer ce défaut, mais cela va par ailleurs diminuer sa résistance à la corrosion et le rendre souple à température ambiante. Facilement recyclable, diverses applications lui sont trouvées telles que dans le secteur des emballages, de la construction (châssis, tuyaux (Figure 7)), de l'automobile ou en bagagerie (Carrega et al., 2012). Les déchets plastiques en PVC sont prévus en

augmentation étant donné que la plupart des produits faits en PVC sont conçus pour durer environ 30 à 40 ans. Un recyclage matière ou chimique est envisagé (Sadat-shojaï et al., 2017). Celui-ci donne une poudre utilisée notamment pour produire du textile (Brula & Thoumelin, 2007).



Figure 7. Isolant en PVC plastifié



Figure 8. Tuyaux en PVC

#### 2.4.3. *Le polyéthylène (PE)*

Basé sur le monomère d'éthylène ( $C_2H_4$ ), le PE constitue une large famille dont les propriétés varient avec le processus de polymérisation. On peut ainsi obtenir du polyéthylène à basse densité (PEbd), du polyéthylène linéaire à basse densité (PEbdl), qui a de meilleures propriétés mécaniques et les polyéthylènes à moyenne ou haute densité (PEmd et PEhd), plus dense, moins flexible mais aussi plus rugueux et cristallin. Ils peuvent être réticulés ou non et être utilisés ensemble pour combiner leurs propriétés. D'une manière générale, ils sont économiques, peu denses (même les PEhd), isolants électriquement, résistants à la corrosion, aux UV et aux impacts (Biron, 2012). Le PEhd peut être utilisé pour confectionner des jouets, des bouteilles de lait (Figure 9) de shampooing ou des tuyaux. Le PEbd se retrouvera par exemple dans les sacs réutilisables (Figure 10) ou les fils alimentaires (PEbdl) (PlasticsEurope, 2017). Son produit de recyclage donne des granules.



**Figure 9. Bouteille de lait en PEhd**

**Figure 10. Sac réutilisable en PEbd**

#### 2.4.4. *Le polypropylène (PP)*

Polymères du propène ( $C_3H_6$ ), ces plastiques semi-cristallins existent sous trois formes dépendant de la disposition de leurs groupes méthyles ( $-CH_3$ ) en fonction du plan de la chaîne carbonée principale. Sont donc distingués le propylène isotactique, syndiotactique et atactique<sup>6</sup>. Le plus utilisé industriellement est le premier, en raison d'une meilleure cristallinité. Ils sont rangés dans 3 familles selon la méthode de polymérisation. Leurs principales caractéristiques sont d'être très léger et de posséder une perméabilité à la vapeur d'eau très faible. Isolants électriquement, ils ont globalement une bonne dureté, résistance à l'abrasion et à la corrosion mais sont sensibles aux UV (Biron, 2012). Cette diversité leur donne une grande variété d'applications telles que la fabrication d'emballages alimentaires (Figure 11), de capuchons, tuyaux ou pièces automobiles (Figure 11) (PlasticsEurope, 2017). Plus de PP recyclés sont attendus à l'avenir en Belgique (OVAM, 2017)

---

<sup>6</sup> La tacticité est le degré et la forme de régularité de la répartition des groupements substituants par rapport à la chaîne principale.



Figure 11. Emballage alimentaire en PP



Figure 12. Parechoc en PP

#### 2.4.5. *Le Polystyrène (PS)*

Ce polymère styrénique ( $C_8H_8$ ) est divisé en trois classes. Le polystyrène standard, le polystyrène de choc ou ‘High Impact PolyStyrene’ (HIPS) et le polystyrène expansé (PSE) (Mahiout, 2014). Ces classes font par ailleurs l’objet de plusieurs familles (Biron, 2012). Le polystyrène standard est amorphe, d’origine transparent, rigide et cassant. L’exemple le plus connu est celui des gobelets jetables (Figure 13). Le polystyrène choc, lui aussi amorphe, est polymérisé en présence d’un élastomère renforçant. La résistance et la transparence vont dépendre de sa teneur en agent renforçant. Il est par exemple utilisé pour certains emballages alimentaires (Figure 13). Le polystyrène expansé diffère en fonction de s’il est obtenu par moulage ou extrudage. Il est constitué d’alvéoles remplies d’air léger et est isolant thermiquement. Il amortit très bien les chocs et est donc très pratique pour emballer des produits fragiles ou alimentaires (Figure 13) (Mahiout, 2014).



Figure 13. Gobelet en PS



Figure 14. Emballage alimentaire en PSE



Figure 15. Emballage alimentaire en HIPS

#### *2.4.6. Les polymères biobasés*

Les polymères biobasés sont des molécules issues partiellement ou totalement de la biomasse. Ils sont divisés en trois groupes selon si ils sont naturels, de synthèse (produits à partir de monomères biobasés) ou à l'intersection entre les deux (Wertz, 2016). Ils représentent actuellement un faible sous-secteur de l'industrie plastique mais tendent à augmenter. La production mondiale devrait passer de 1.62 Mt en 2013 à 6.73 Mt en 2018 (Aeschelmann & Carus, 2014) Les polymères biobasés naturels les plus prometteurs sont ceux à base d'amidon et d'acide polylactique. Quant aux polymères biobasés synthétiques les plus prometteurs, ce sont les polyhydroxyalcanoates (PHA), les polyéthylènes biobasés et enfin les PET biobasés (Wertz, 2016). Les PHA sont des polymères biosourcés et biodégradables utilisés notamment pour produire des films d'emballage et des produits jetables (Reddy et al., 2003). Les plastiques biosourcés sont encore trop chers aujourd'hui que pour être compétitifs (Ali et al., 2016) mais les plastiques biodégradables restent prometteurs dans des secteurs nécessitant des produits soucieux de l'environnement tels que l'agriculture ou la médecine (Shivam, 2016). Il faut cependant faire attention à ne pas les confondre avec les polymères biodégradables. En effet, les polymères biobasés ne sont pas forcément tous biodégradables, tout comme les polymères issus de ressources fossiles ne sont pas nécessairement non biodégradables (Wertz, 2016). Trois conditions sont à remplir pour être considéré comme biodégradable à température ambiante : (Briassoulis & Dejean, 2010)

- Biodégradation complète (90%)
- Durée limitée (en fonction de l'application)
- Aucun effet nocif sur la qualité du sol ou l'environnement (écotoxicité)

Le terme 'bio' peut aussi faire référence à la biocompatibilité (Wertz, 2016). Les matériaux biocompatibles n'interfèrent pas avec le milieu vivant et peuvent donc être utilisés dans des applications médicales.

## 2.5. Les impacts environnementaux et leurs causes

Le plastique pose actuellement de sérieux problèmes, tant pour la santé que pour l'environnement. Ces problèmes viennent principalement de sa durabilité qui mène à des temps de décompositions très longs. Effectivement, la décomposition efficace du polyéthylène en milieu naturel prend environ 1000 ans (Usha et al., 2011). Couplé à une énorme production, cela mène à une accumulation en milieux naturels estimée à 25 millions de tonnes par an (Kale et al., 2015). Les points suivants expliqueront donc les causes de l'accumulation de déchets plastiques dans l'environnement et leurs conséquences. Une explication sur les microplastiques sera aussi fournie.

### 2.5.1. *Les causes et leurs explications*

Cette nature récalcitrante est due à leur structure tridimensionnelle complexe et leur nature hydrophobe qui diminuent grandement leur disponibilité aux microorganismes. Plusieurs facteurs peuvent influencer cette dégradation. On a d'une part les facteurs environnementaux tels que l'humidité, la température, le pH, la salinité, la présence ou l'absence d'oxygène, la lumière du soleil, l'eau et les conditions de culture qui influencent non seulement la dégradation microbienne mais aussi l'activité enzymatique. D'autre part, les propriétés physiques et chimiques du polymère joueront aussi un rôle important. Ainsi, un haut poids moléculaire et une haute température de fusion renseignent généralement une faible biodégradabilité. La cristallinité, la structure, la composition et la forme sont des facteurs importants. Enfin, l'ajout d'additifs, antioxydants ou stabilisants contribuent à cette faible biodégradabilité et peuvent de plus être toxiques pour les microorganismes (Kale et al., 2015). Ils possèdent une similarité structurale avec la lignine, certaines enzymes capables de dégrader la lignine peuvent d'ailleurs également dégrader certains plastiques. Cependant, la lignine est plus facilement dégradable que le plastique car ses constituants sont partiellement oxydés et son potentiel redox est moindre. Cela rend plus difficile l'attaque de ces polymères et l'énergie nécessaire pour rompre les liaisons est donc supérieure. Leur dépolymérisation est donc très lente, voire négligeable (Krueger et al., 2015).

Ces dégradations résultent à la scission des liens entre polymères suivi de transformations chimiques (Pospíšil & Nešpůrek, 1997) menant à une progressive biominéralisation. Généralement, la décomposition des grands polymères en dioxyde de carbone (minéralisation) nécessite plusieurs organismes différents. L'un a pour rôle de décomposer le polymère en ses monomères constituants, l'autre est capable d'utiliser les monomères et excrète des déchets chimiquement plus simples comme sous-produits et un dernier utilise les déchets excrétés (Shah et al., 2008). Les microorganismes dégradant le plastique ont aussi souvent une spécificité et chaque espèce ne peut décomposer qu'un ou deux types de plastique (Delacuvellerie, 2017).

### *2.5.2. Les microplastiques*

Les microplastiques sont des particules de plastiques inférieures à 5 mm. Les microplastiques primaires sont directement issus de la production. Les microplastiques secondaires sont générés suite à l'arrachage de fibres textiles, la séparation de perles de polystyrène expansé ou la dégradation du plastique (Faure & De Alencastro, 2016; GESAMP, 2016). Plusieurs types de dégradations sont avérées : la dégradation photo-oxydative, thermique, induite par l'ozone, mécanochimique, catalytique et la biodégradation (Singh et al., 2008). Les microplastiques peuvent être retrouvés sous forme de mousses, films, fibres, fils, microparticules, granules, pellets ou fragments (Faure & De Alencastro, 2016). Ces dégradations en particules plus fines augmentent la surface de contact et accroissent donc la mise en contact avec les additifs polluants et toxiques (Lecomte & Das, 2018). Une attention particulière peut être posée sur les plastiques recyclés mécaniquement étant donné la diminution de leurs propriétés mécaniques (S.M. Al-Salem et al., 2009) et la probable augmentation de cette voie. Ces microplastiques sont d'ailleurs en augmentation absolue et relative depuis ces dernières décennies (Barnes et al., 2009).

### *2.5.3. Les impacts environnementaux*

En ce qui concerne la santé, l'exposition à des produits chimiques nocifs pendant la fabrication, l'absorption de ceux-ci par aliments emballés dans du plastique ou le masticage de jouets en plastique par des enfants peuvent par exemple causer cancers,

malformations congénitales, dysfonctionnements endocriniens ou avoir des effets sur le développement et la reproduction (Rustagi et al., 2011).

En ce qui concerne l'environnement, outre les impacts visuels évidents (Figure 16), les plastiques en mer peuvent causer des accidents de navigation, des étranglements (Figure 18) ou des obstructions des voies digestives chez certains animaux (Figure 17), voire inhiber la photosynthèse de certaines algues (Faure & De Alencastro, 2016). En effet, les microplastiques ont des tailles semblables aux sédiments et aux organismes planctoniques et peuvent donc être confondus avec des éléments nutritifs (Wright et al., 2013). Ils peuvent aussi affecter la santé et les fonctions du zooplancton (Cole et al., 2013), se retrouver dans les branchies, provoquer l'inflammation et la détérioration de cellules et d'une manière générale perturber l'alimentation, le mouvement, la croissance et les chances de reproduction de l'hôte (GESAMP, 2016). Par ailleurs, certaines espèces comme les moules auront tendance à accumuler des microplastiques qui se retrouveront par après dans nos assiettes (Van Cauwenberghe et al., 2015). Il existe cependant peu de données pour vérifier et quantifier ces effets (Arthur & Baker, 2010). La problématique en milieu terrestre est quant à elle trop peu étudiée que pour en affirmer les répercussions (Rillig, 2012). Les milieux terrestres sont pourtant responsables d'environ 80% des plastiques retrouvés en mer (Andrady, 2011). Des recherches supplémentaires doivent notamment être faites par rapport à son rôle vis-à-vis du stock de carbone dans le sol. En effet, les microplastiques pourraient s'incorporer dans le sol et être confondus lors des mesures de stock de carbone du sol. Ils pourraient d'ailleurs réellement agir sur le stock de carbone car ils sont essentiellement constitués de carbone. reste à savoir si ce polluant peut apporter un service ecosystemique en augmentant le stock de carbone du sol ou au contraire si les interactions différentes avec le sol et ses organismes perturbent le système (Rillig, 2018).

Sa fabrication requérant 8% de la production mondiale de pétrole et sa durée de vie souvent réduite en dessous d'une année en font un produit non durable s'il n'est pas recyclé correctement (Rustagi et al., 2011).



**Figure 17. Microplastiques retrouvés dans des intestins de poisson**



**Figure 16. Pollution due aux plastiques dans le lac Bicaz (Roumanie)**



**Figure 18. Etranglement dû à un anneau de plastique (source: 5 Gyres Institute)**

Les additifs utilisés sont une des principales raisons de ces dangers. En effet, des substances telles que les phtalates, nonylphénols ou bisphénols A peuvent être lessivés et se déverser dans la nature (Faure & De Alencastro, 2016). Ce sont des perturbateurs endocriniens potentiellement responsables de cancers, de problèmes d'infertilité ou de diabète (Marquet & Jacquot, 2013). Ils peuvent aussi transporter des polluants hydrophobes tels que certains pesticides (Faure & De Alencastro, 2016). Ces pesticides sont ensuite relâchés dans les milieux marins (Arthur & Baker, 2010). Ils jouent donc un rôle de vecteur dans le transport de substances chimiques (GESAMP, 2016). Certains plastiques peuvent même être néfastes de par leur composition chimique, comme le PVC principalement composé de chlore (Faure & De Alencastro, 2016).

## 2.6. Les stations d'épuration (STEP)

### 2.6.1. Fonctionnement général

Les STEP ont pour objectif d'épurer les eaux, c'est-à-dire de les délester d'une grande partie de leurs matières polluantes. Les matières polluantes traitées en STEP sont principalement le carbone, l'azote et le phosphore. Pour cela, plusieurs étapes sont nécessaires. Classiquement, un prétraitement est tout d'abord réalisé, pouvant comprendre un dégrillage, un dessablage ou un déshuillage. Ensuite, le traitement primaire consiste en une décantation qui peut être améliorée par des traitements physico-chimiques (coagulation ou floculation). Le traitement secondaire, pour les fractions plus fines, consiste à amplifier l'action des micro-organismes. Le traitement tertiaire permet quant à lui principalement l'élimination de l'azote et du phosphore (Gaïd, 2013). Un schéma est proposé à la Figure 19.

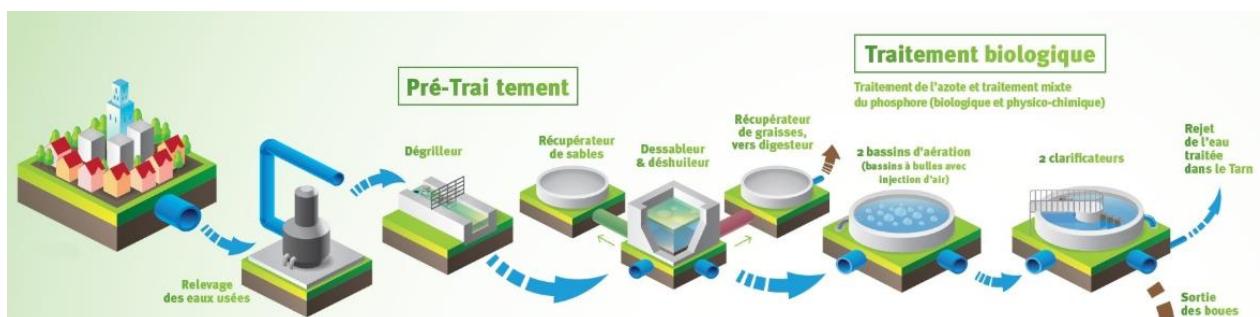


Figure 19. Schéma de la STEP d'Albi-Madeleine (France, source: portail de la communauté d'agglomération de l'Albigeois)

### 2.6.2. La gestion des boues d'épuration

La gestion des boues d'épuration est une partie des activités d'une STEP très complexe et coûteuse. En effet, le coût de leur traitement peut aller de 20 à 60% du coût total de fonctionnement de la station. Le terme « boue » est utilisé pour désigner les sous-produits solides issus du traitement des eaux usées. Une augmentation des STEP étant attendue, la quantité de boues produites devrait également augmenter. Un kilogramme de demande chimique en oxygène<sup>7</sup> (DCO) va mener à une production d'environ 0,5 à 0,55 kg de particules solides en suspension et qu'un habitant moyen fournit environ une DCO de

<sup>7</sup> La DCO est la consommation en dioxygène par les oxydants chimiques forts pour oxyder les substances organiques et minérales de l'eau. Elle est indicatrice de la charge polluante des eaux usées.

0,1kg/jour. Les boues provenant de procédés de traitements biologiques, dont une partie de la matière organique est absorbée et convertie en biomasse microbienne, sont appelées les boues secondaires. Elles sont principalement composées de solides biologiques. La complexité de leur traitement et de leur élimination est due à l'interaction des critères techniques, économiques, légaux et environnementaux (Andreoli et al., 2007).

Les traitements peuvent consister en une réduction de volume ou une amélioration de leur qualité, notamment vis-à-vis de leur teneur en métaux lourds. Ces traitements doivent être adaptés en fonction de la qualité et quantité d'eaux usées traitées par la station mais aussi en fonction de leur élimination/valorisation. Ainsi, une petite station proche d'un champ peut se permettre d'omettre la réduction de volume avant épandage. En fonction de la destination, un pourcentage minimum de matières solides sera requis pour que les boues garantissent une stabilité mécanique suffisante. Autre exemple, la stabilisation<sup>8</sup> des boues est importante en épandage mais négligeable en incinération (Andreoli et al., 2007).

Historiquement, l'épandage est la pratique d'élimination/de valorisation la plus ancienne et remonte au 19<sup>ème</sup> siècle. Il fournit aux cultures de l'azote et du phosphore en larges quantités mais aussi du calcium, du magnésium et très peu de potassium. L'épandage peut aussi augmenter le contenu en carbone organique du sol et sa capacité d'échange cationique<sup>9</sup>. Cependant, des éléments-traces y sont aussi retrouvés, surtout du fer, du cuivre, du zinc et du manganèse, potentiellement toxiques à de trop hautes concentrations. Des organismes pathogènes peuvent aussi être retrouvés. De plus, les eaux de surfaces et souterraines peuvent être contaminées lors d'amendements mal avisés. Le contact avec des personnes ou animaux est aussi fortement déconseillé. Enfin, il faut aussi faire attention au pH et à un trop grand apport en calcium et magnésium lors de l'utilisation de boues stérilisées par des agents alcalins. Les deux autres voies classiques sont l'incinération qui permet une valorisation énergétique et la mise en décharge (Andreoli et al., 2007).

---

<sup>8</sup> La stabilisation des boues consiste à réduire la fermentescibilité des boues d'épuration pour diminuer ou supprimer les mauvaises odeurs.

<sup>9</sup> La capacité d'échange cationique d'un sol est la quantité de cations qu'il peut retenir sur son complexe adsorbant à un pH donné. On l'utilise comme indicateur de fertilité.

De ces trois pratiques, d'après les rapports de plusieurs études ayant procédé à des évaluations de cycles de vie, cela reste l'épandage couplé à une digestion anaérobie<sup>10</sup> qui est le plus respectueux de l'environnement. Cela est dû à de faibles émissions et une faible consommation en énergie. L'incinération est l'alternative la plus gourmande en dioxyde de carbone et relâche du cadmium toxique ainsi que de l'acide sulfurique contribuant à l'acidification. La mise en décharge, plus difficile à évaluer car les boues sont souvent mises avec les déchets ménagers, est surtout néfaste à cause de ses émissions de méthane (Suh & Rousseaux, 2002). Cependant, si on prend en compte les avancées dans les traitements des gaz d'incinération et la récupération du biogaz produit en décharge, c'est l'incinération qui a le plus faible impact. Il est conseillé d'y ajouter une étape de digestion anaérobie et une étape de séchage. La mise en décharge reste la solution la moins conseillée, principalement à cause d'émission de mercure et de plomb (Xu et al., 2014).

### *2.6.3. Les STEP et le plastique*

Selon plusieurs études (Kalčíková et al., 2017 ; Ziajahromi et al., 2017; Talvitie et al., 2017), le flux de plastique serait bien moindre en aval qu'en amont de la station. Une réduction de 80% des microplastiques est constatée après passage dans la station belge de Destelbergen (Van Cauwenberghe, Van Echelpoel, et al., 2015). Malgré une plus grande importance du traitement primaire (Carr et al., 2016), une étude a montré une suppression de 52% du polyéthylène lors du traitement secondaire (Kalčíková et al., 2017).

Même si certains considèrent que les STEP délivrent un flux de microplastiques négligeable (Carr et al., 2016), d'autres pensent que ces flux continus laissent quand même passer des quantités qui méritent qu'on s'y attarde, directement dans nos rivières (Kalčíková et al., 2017 ; Ziajahromi et al., 2017; Talvitie et al., 2017). De plus, les microplastiques épurés en station se retrouvent dans les boues d'épurations, souvent déversées sur nos champs (Rillig, 2012). Jusqu'à une quinzaine de particules de plastique peut être trouvée par kilo de boue d'épuration, mais des traitements sont possibles pour

---

<sup>10</sup> La digestion anaérobie est un procédé naturel de transformation de la matière organique en énergie par des bactéries en l'absence d'oxygène. Il est réalisé à l'intérieur de digesteurs où les réactions de fermentation sont optimisées et sous contrôle. Cela conduit à la production de biogaz et à la réduction de la moitié de la matière organique. De plus, le digestat est stable, désodorisé et débarrassé en majeure partie des germes pathogènes (Couturier et al., 2007)

diminuer cette valeur (Mahon et al., 2017). Une cause importante de cette source de microplastiques est la quantité de fibres plastiques provenant des fibres textiles arrachées par le lave-linge. Ainsi, un seul vêtement peut produire jusqu'à 1900 fibres par lavage (Browne et al., 2011).

## 2.7. Les spectromètres

### 2.7.1. La Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (spectroscopie IRTF)

L'analyse peut être qualitative pour identifier un composé à partir de sa signature spectrale ou quantitative grâce à l'évolution de sa signature spectrale en fonction de la quantité de matière mesurée (Techniques de l'ingénieur, 2017a). La spectroscopie IRTF est particulièrement adaptée pour l'identification de petits microplastiques avec un nombre limité d'échantillons. Elle est aussi précise pour estimer l'abondance (Song et al., 2015).

<sup>11</sup> Le spectre d'une lumière correspond à l'ensemble des différentes longueurs d'ondes qu'elle contient. En traversant un milieu matériel, certaines longueurs d'ondes seront absorbées, donnant un spectre d'absorption.

<sup>12</sup> Un corps noir est un corps opaque et non réfléchissant. Il possède un spectre spécifique principalement situé dans l'infrarouge.

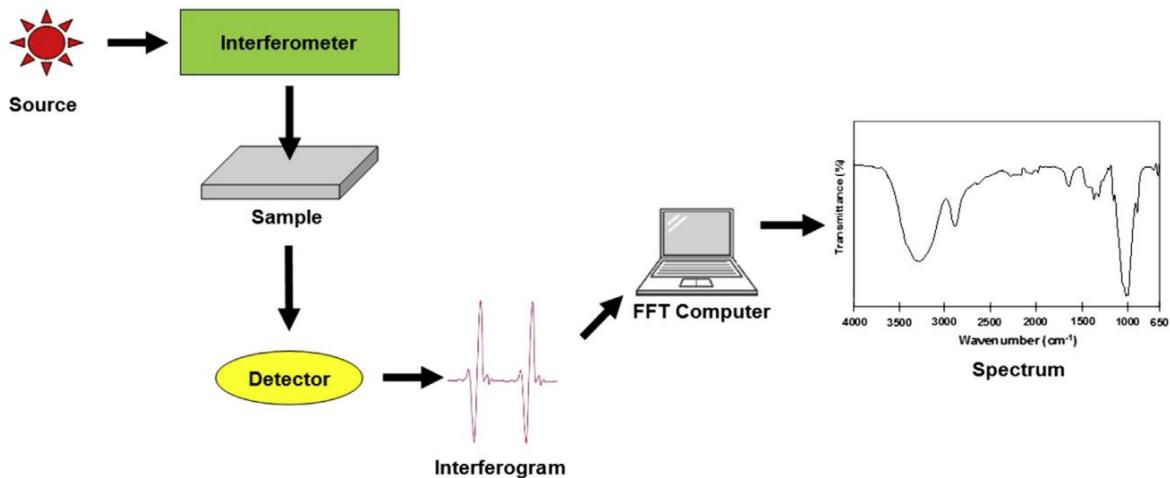


Figure 20. Schéma d'un spectromètre FTIR (Mohamed et al., 2017)

### 2.7.2. La spectrométrie Raman

La spectrométrie Raman se base sur l'effet Raman, découvert par l'auteur du même nom. Cela se base sur l'existence d'un spectre décalé en fréquence dans la lumière diffusée par un échantillon soumis à une illumination monochromatique, aujourd'hui émise grâce à un laser. Ce spectre, caractéristique de l'échantillon observé, est de très faible intensité. Il est lié aux vibrations des molécules constituant l'échantillon observé. On parle alors de spectroscopie de vibration. Elle permet la caractérisation non destructive d'échantillons solides, liquides ou gazeux et possède des applications en analyse qualitative et quantitative (Barbillat et al., 1999). Il faut cependant se méfier de la fluorescence, qui est une forte émission lumineuse provenant de l'échantillon et qui interfère grandement avec le faible effet Raman. Cependant, le risque qu'un échantillon inconnu soit fluorescent est fortement dépendant de la longueur d'onde du laser utilisé pour l'excitation et peut donc être évité en utilisant différentes émissions monochromatiques (Ecole des mines de Saint-Etienne, n.d.).

## 2.8. Résumé des principaux flux

Pour conclure ce chapitre consacré aux notions théoriques, un résumé des principaux flux cumulés est repris à la Figure 21<sup>13</sup>. Cette figure a été réalisée en se basant sur les chiffres de Geyer et al., 2017. Les plastiques arrivant en STEP sont compris dans les 79% de déchets plastiques se retrouvant en décharge ou dans l'environnement.

<sup>13</sup> L'abréviation PUR est utilisée pour désigner le polyuréthane, utilisé notamment pour la production de mousse isolantes.

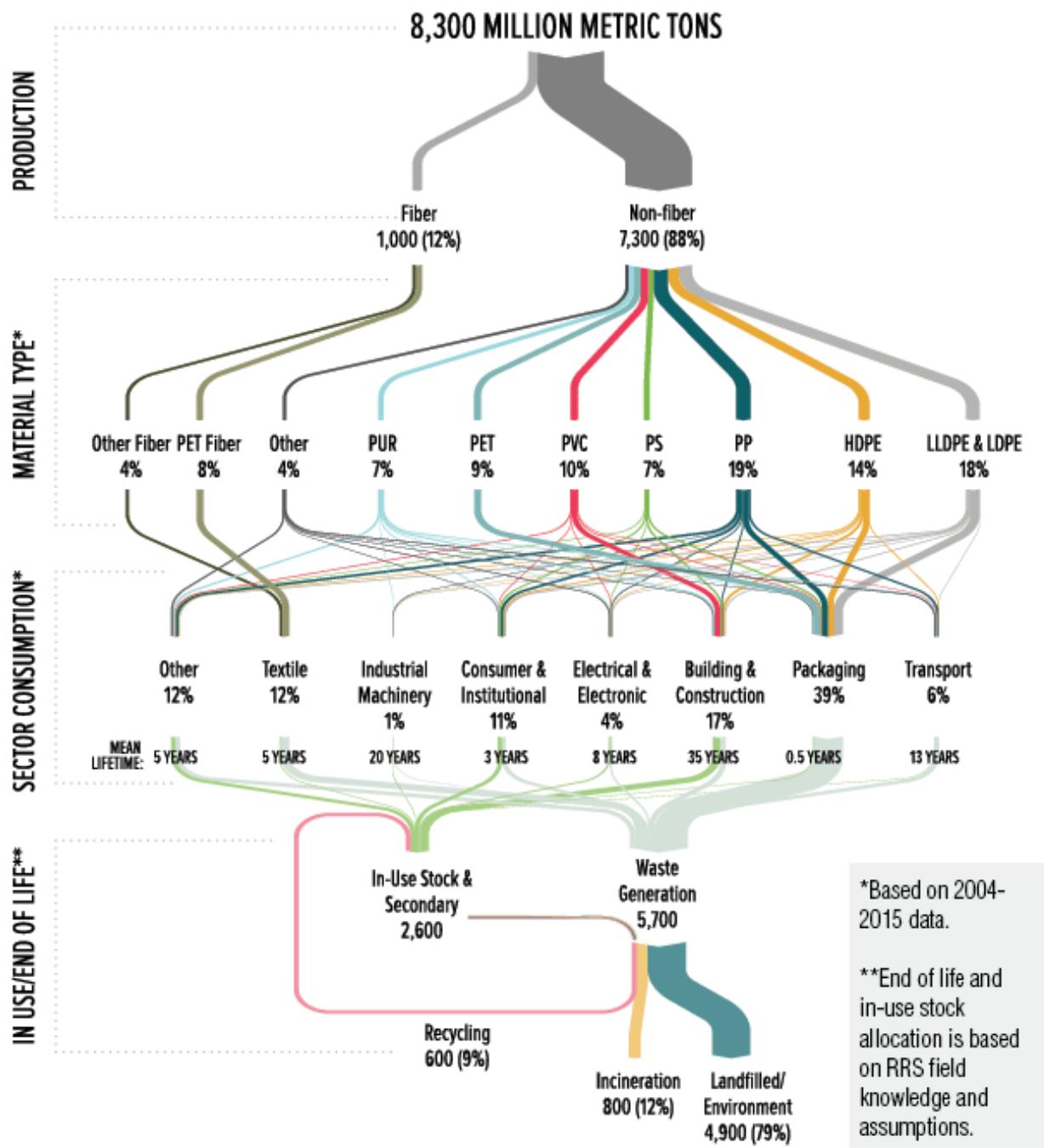


Figure 21. Flux cumulés du plastique dans le monde réalisé par la firme RRS sur base des chiffres de Geyer et al., 2017

### 3. Contexte

La problématique des déchets plastiques est au cœur de l'actualité, tant au niveau européen qu'au niveau régional. Il est donc important de bien fixer la vision de ces deux autorités pour cadrer au mieux cette étude et appuyer sa pertinence.

#### **3.1. La stratégie européenne** (European Commision, 2018)

La première stratégie européenne sur les matières plastiques a été adoptée le 16 janvier 2018 à Strasbourg. Selon cette stratégie, l'Europe cherche à préserver l'environnement tout en mettant en avant les intérêts économiques d'une économie circulaire<sup>14</sup> plus appuyée. Plusieurs engagements sont ici cités :

- Une meilleure rentabilisation du recyclage en améliorant la recyclabilité des produits, la demande en plastiques recyclés, le système de tri ainsi que le nombre et la qualité des installations de recyclage, notamment favorisé par l'obligation de recycler tous les emballages plastiques d'ici 2030.
- La réduction des déchets plastiques via des campagnes de sensibilisation et la réduction des plastiques à usage unique et microplastiques.
- L'élaboration de mesures pour éliminer le dépôt de déchets plastiques en mer.
- La stimulation des investissements et l'innovation dans le but de diminuer le flux de déchets plastiques à la source via de nombreux financements.
- L'encouragement d'un changement mondial via l'élaboration de normes internationales et un soutien envers les pays en besoin.

---

<sup>14</sup> L'économie circulaire représente la tentative la plus récente de conceptualiser l'intégration de l'activité économique et du bien-être environnemental de manière durable. C'est « un modèle économique dans lequel la planification, le ressourcement, l'approvisionnement, la production et le post-traitement sont conçus et gérés, à la fois comme processus et produits, afin de maximiser le fonctionnement de l'écosystème et le bien-être humain » (Murray et al., 2017).

### 3.2. La Belgique, une référence en Europe ?

Historiquement, la Belgique a très vite pris les devants en ce qui concerne la gestion des déchets. Ainsi, alors que la moyenne européenne de déchets ménagers recyclés était de 18% en 2000, la Belgique atteignait déjà les 35% en 1998 (European Commision, 2003). Aujourd’hui, la Belgique reste leader en matière de recyclage de déchets, mais pas en ce qui concerne les déchets plastiques où un effort reste encore possible. Ainsi, pour les déchets d’emballage, la Belgique en recycle 81,5% mais seulement 42,6% pour les emballages plastiques, qui étaient par ailleurs déjà à 43% en 2009 (Eurostat, 2018). Un graphique comparatif avec les autres pays d’Europe est repris à la Figure 22. Très peu de plastique sont encore mis en décharge en Belgique (PlasticsEurope, 2017).

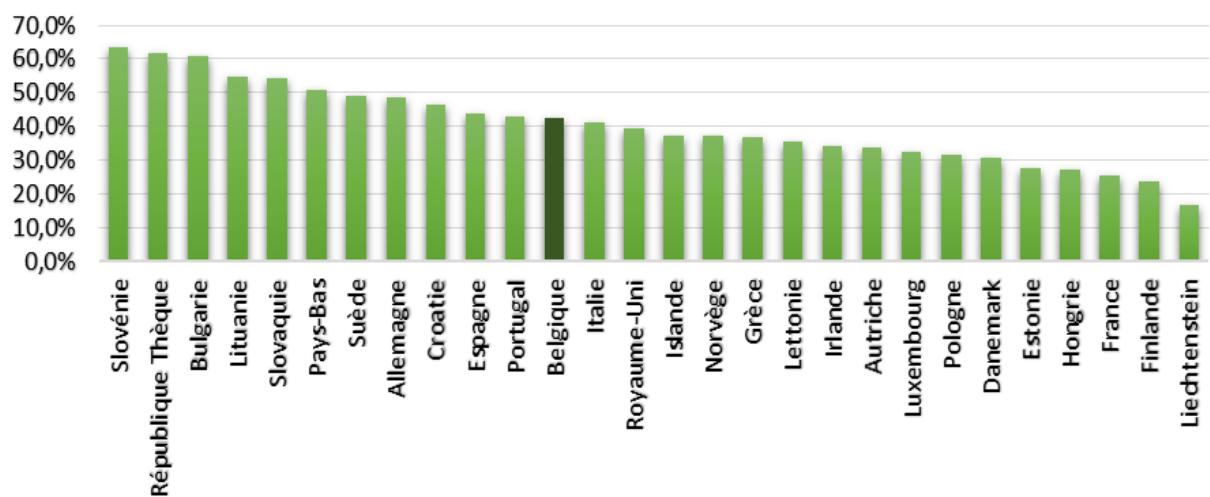


Figure 22 : Taux de recyclage des déchets d'emballage plastique en Europe (d'après Eurostat, 2018)

### 3.3. La stratégie Wallonne (Région wallonne, 2018a)

Le 22 mars 2018, le Plan Wallon des Déchets-Ressources (PWD-R) était adopté par le Gouvernement wallon. Comme pour la commission européenne, sa stratégie est basée sur une économie circulaire. Le deuxième cheval de bataille est le respect de la hiérarchisation des déchets selon l'échelle de Lansink (Figure 3). Dans cette optique a donc été mis en place une politique de prévention visant à diminuer le nombre et l'impact sur l'environnement ainsi que sur la santé de ces déchets, en phase avec la lutte contre le gaspillage alimentaire. La gestion des déchets alliant une hiérarchisation des déchets et une économie circulaire n'est pas incompatible puisque le réemploi et le recyclage permettent d'utiliser ces déchets comme des ressources. Le plan prévoit donc des outils politiques pour augmenter la qualité et la quantité relative de déchets plastiques

réutilisables et ainsi favoriser leur utilisation. L'émergence d'un ou certains gisements serait pour cela bénéfique. Ces mesures concernent principalement le tri, la collecte, la notion de déchet<sup>15</sup> ou l'élargissement de la gamme de déchets exploités. Les moyens mis en œuvre seront des moyens de communication et de formation mais aussi de nouvelles infrastructures et une optimisation logistique en harmonie avec la politique de développement durable.

Le développement de filières wallonnes innovantes, notamment dans la réutilisation et le recyclage des déchets de construction, des déchets électroniques ou des plastiques durs sont donc attendues. L'émergence d'une technologie générique permettant de dépolymériser le plastique pour en extraire des composants ou de modifier sa chimie pour lui trouver des applications nouvelles est, elle aussi, espérée. Enfin, la région wallonne aimerait aussi promouvoir les plastiques biosourcés.

Ces nouvelles industries devraient se manifester sous la forme de petites unités spécialisées par type de plastique. Elles devraient voir le jour dans un contexte extrêmement favorable étant donné le contexte politique propice et l'arrêt de l'exportation de certains plastiques vers la Chine.

Cette stratégie est dans la continuité des actions récentes menées en région wallonne. Selon l'asbl FostPlus<sup>16</sup>, depuis le 1er janvier 2016, 3 communes en Wallonie et 3 autres en Flandre testent l'élargissement de la collecte des PMC (bouteilles et flacons en Plastiques, emballages Métalliques et Cartons à boissons) à d'autres types d'emballages en plastique. Les emballages concernés sont, d'une part, ceux en plastique rigide (barquettes, raviers et pots) et, d'autre part, ceux en plastique souple (films, sacs et sachets). Les résultats sont concluants malgré certaines erreurs qui, on l'espère, seront corrigées par la sensibilisation. Ainsi, Fost Plus compte élargir les PMC en trois vagues entre 2019 et 2021. L'asbl prévoit ainsi d'atteindre un taux de recyclage de 64% (pour 38% actuellement). On peut aussi citer que depuis ce 1er décembre 2016, les sacs de caisse en plastique léger sont interdits en Wallonie ou par exemple que depuis le 2 janvier 2018, la Ville de Huy organise la collecte de déchets organiques par le biais de sacs biodégradables.

---

<sup>15</sup> On accorde à ce qui était considéré comme déchet un statut de sous-produit ou de fin de statut de déchet, la principale différence étant que le sous-produit ne passe jamais par une étape où il est considéré comme déchet. Cela permet notamment une simplification administrative, une recherche d'exutoires plus facile et une meilleure image de la marchandise.

<sup>16</sup> FOST Plus est une asbl agréée qui prend en charge l'exécution de l'obligation de reprise des déchets d'emballages ménagers de ses adhérents (les responsables d'emballages).

En ce qui concerne les boues d'épuration, le plan stipule que les boues de qualité doivent faire l'objet d'une valorisation agricole. Les boues de moindre qualité doivent quant à elles pouvoir être valorisées énergétiquement, sous forme de chaleur et d'électricité, si possible en autoconsommation. Ces boues, contenant donc du plastique (voir 2.5.), font déjà l'objet d'une controverse car elles contiennent aussi des éléments indésirables tels que des micropolluants organiques ou des éléments traces métalliques. Des analyses sont cependant faites pour limiter l'épandage là où les concentrations en éléments traces sont déjà élevées (Vandeuren et al., 2014). En Wallonie en 2012, 45% des boues d'épuration étaient valorisées en agriculture et 55% étaient éliminées par oxydation thermique (Direction de la Protection des Sols du Service Public de Wallonie).

### 3.4. Les flux de plastiques en Wallonie

(Région wallonne, 2018a)

En 2013, environ 15.2 Mt de déchets plastiques ont été produits au total en Wallonie. Parmi ceux-ci, 2Mt proviennent des ménages et 13.2Mt de l'industrie.

Pour l'industrie, le flux le plus important est celui des emballages, avec 90 090 tonnes produites en 2013 selon VAL-I-PAC<sup>17</sup>. Vient ensuite le flux du secteur de la construction puis de l'automobile et enfin du secteur agricole. L'émergence des plastiques biobasés est aussi à noter. Actuellement, 20 à 25% des plastiques industriels sont recyclés selon les flux.

Pour les ménages, en 2013, le belge utilise 17 kg par habitant en emballages compris dans le sac PMC. En tenant compte du gisement potentiel et des erreurs de collecte, le taux de collecte du PMC s'élève à 74,5 %. Il représente 12,6% des ordures ménagères brutes.

---

<sup>17</sup> VAL-I-PAC est un organisme belge qui a pour mission de stimuler et de coordonner le recyclage d'emballages industriels.

## 4. Matériel et méthodes

### 4.1. Echantillonnage

Les échantillons proviennent d'une part de la province du Brabant wallon et d'autre part de celle du Hainaut, aux alentours de Charleroi. Ils sont tous séchés à 60 degrés jusqu'à poids constant à Gembloux aux laboratoires du bureau d'études environnement et analyses de Gembloux, le BEAGx.

Les boues de la province du Hainaut proviennent des STEP IGRETEC<sup>18</sup> de Montignies-sur-Sambre (Figure 23) et de Roselies.

La STEP de Montignies-sur-Sambre assure l'épuration des eaux usées d'une grande partie de l'agglomération de Charleroi. C'est une station 200.000 équivalents-habitants qui fonctionne selon le procédé de boues activées à faible charge avec décantation primaire. Elle est conforme aux normes européennes les plus contraignantes, notamment pour le traitement de l'azote et du phosphore. Située en milieu urbain dense, elle est munie d'ouvrages enterrés pour optimiser son intégration paysagère (Silan, 2009). Celle de Roselies fait 127.000 équivalents-habitants et a été rénovée en 2008.



Figure 23. Vue aérienne de la STEP de Montignies sur Sambre (Silan, 2009)

Les boues provenant du Brabant wallon viennent des STEP IBW<sup>19</sup> de la vallée de La Dyle (Wavre), Grez-Doiceau, la vallée du Hain, Tubize, Nivelles, Villers-La-Ville, Waterloo,

<sup>18</sup> IGRETEC est une intercommunale de la région de Charleroi pour la gestion et la réalisation d'études techniques et économiques

Genappe et Lives-sur-Meuse. Hormis Wavre avec ces 201.000 équivalents-habitants, ce sont des stations plus petites, la plus grande étant Nivelles avec 44.500 équivalents-habitants. Les effluents provenant de ces stations sont relativement homogènes car c'est une zone principalement résidentielle. Cependant, des différences de traitements pourront faire varier les échantillons. Le séchage à 200°C réalisé sur les échantillons provenant de la station de Wavre peut être tout particulièrement souligné. Sauf contamination exceptionnelle, toutes ces boues sont valorisées sur les champs (D'Ursel, 2018).

## 4.2. Choix de la méthode de référence

Plusieurs méthodes permettent de quantifier les plastiques. L'échantillonnage étant réalisé au préalable, aucune recherche n'a été menée sur ce point. Il peut être considéré comme représentatif étant donné que ces échantillons sont usuellement utilisés dans le cadre de certifications procurées par le BEAGx.

La préparation des échantillons peut s'effectuer (Hidalgo-Ruz et al., 2012) :

- Par densité : les sédiments sont en effet plus lourds que les microplastiques. Lorsqu'un échantillon de sédiments est mélangé avec une solution saturée en chlorure de sodium, par exemple, la couche flottante peut alors être récupérée. Du chlorure de calcium, du chlorure de zinc, de l'huile (Crichton et al., 2017) ou de l'iодure de sodium couplé à une centrifugation peuvent aussi être utilisés (Lecomte, 2015). L'utilisation d'une colonne d'élutriation est aussi envisagée<sup>20</sup> (Mahon et al., 2017). Il faut cependant tenir compte du fait que tous les plastiques ne seront pas systématiquement séparés étant donné leurs différences de densité et d'ajout d'additifs (Hidalgo-Ruz et al., 2012).
- Par filtration : généralement accompagnée d'un tamisage, la prévention de contamination est ici très importante. Les pores sont compris entre 1 et 2 micromètres.
- Par tri visuel.

---

<sup>19</sup> L'IBW est l'intercommunale du Brabant wallon.

<sup>20</sup> L'élutriation sépare les particules plus légères des particules plus lourdes par un écoulement ascendant de liquide et / ou de gaz

Ces étapes peuvent être combinées en fonction des moyens et de la nature de l'échantillon. Lors de la présence de matière organique, le peroxyde d'hydrogène est utilisé pour la digérer (Hanvey et al., 2017).

Leur quantification peut, elle aussi, se faire de différentes manières. Le plus souvent, les particules sont comptées visuellement ou avec un microscope. Ce n'est cependant pas la méthode la plus précise car il est aisément de confondre le plastique avec d'autres particules ou inversement. C'est pourquoi l'utilisation d'une spectrométrie telle que la spectroscopie IRTF est vivement conseillée (Hanvey et al., 2017). Il est aussi possible d'estimer le nombre de fibres en estimant le volume moyen et total de fibres dans un échantillon par microscopie électronique à balayage (Napper et al., 2016) ou en utilisant directement la spectroscopie IRTF grâce à l'évolution de la signature spectrale de l'échantillon (Techniques de l'ingénieur, 2017a).

Compte tenu de toutes ces méthodes, c'est celle proposée par Crichton et al., 2017 qui a été retenue et adaptée pour l'extraction des microplastiques. En effet, ce procédé tenant compte des propriétés oléophiles des plastiques permet d'obtenir de bons résultats à moindre coût, tout en utilisant des substances moins nocives que le chlorure de zinc ou l'iодure de sodium (Crichton et al., 2017).

## 4.3. Manipulations

Le protocole sur lequel ce TFE s'est basé (Crichton et al., 2017) a été réalisé sur des échantillons sableux provenant de plages situées au Canada. Il a donc fallu adapter plusieurs fois le protocole pour qu'il convienne aux boues d'épuration. La manipulation adaptée sera donc présentée en premier et un second point soulignera l'ensemble des changements nécessaires, opérés par différentes vagues d'essais, pour y arriver.

### 4.3.1. Manipulation optimale réalisée

10,0 g de boues séchées sont pesés dans un erlenmeyer de 250 ml à l'aide d'une balance analytique (modèle KERN ABJ-320-4NM). Les particules de taille supérieure à 10mm ont été légèrement broyées à l'aide d'un pilon. 15 ml de peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ) sont ajoutés en quatre fois pour digérer la matière organique pendant 5 heures à température ambiante. Ensuite, 200 ml d'eau distillée sont ajoutés ainsi que 15 ml d'huile de colza. Un échantillon sur deux provenant du même lot est dopé avec 10 microplastiques. Ils sont

découpés soigneusement dans un bouchon de bouteille en PE et ajoutés un à un pour vérifier la validité de la méthode. Les échantillons passent alors une heure dans un culbuteur pour être mélangés au mieux.

Après une première décantation des échantillons culbutés, le contenu est versé dans une ampoule à décanter. La partie aqueuse est jetée et la partie huileuse est filtrée à vide à l'aide d'un filtre en polycarbonate (Whatman : 1 µm de pore, 47 mm de diamètre et 11 µm d'épaisseur). L'rlenmeyer, son bouchon ainsi que l'ampoule à décanter ont été rincés deux fois au moyen d'eau distillée pour récupérer un maximum d'huile. Le filtre est alors incubé 10 minutes dans 10 ml d'alcool (90% éthanol, 5% méthanol, 5% isopropanol) pour que toute l'huile soit évacuée et n'interfère pas lors des analyses FTIR. L'alcool est ensuite filtré sous vide et le filtre reste à l'air libre 30 minutes pour laisser évacuer les vapeurs d'alcool. Des résultats types de filtres obtenus ainsi que le principal matériel utilisé sont illustrés à la Figure 24.



Figure 24. Filtres obtenus (gauche) ainsi que le principal matériel utilisé (droite)

#### 4.3.2. Historique, difficultés rencontrées et changements opérés

Dans un premier temps, le travail était réalisé sur des échantillons de 50 g. Si le protocole (Crichton et al., 2017) conseillait d'ajouter 100 ml d'eau aux 50 g de boues, 200 ml ont été préférés. En effet, les premières boues reçues provenant de Montignies-sur-Sambre possédaient un haut taux de matière organique et l'ajout de 100 ml était trop faible pour

par la suite obtenir une séparation de phase. 10 ml d'huile étaient alors ajoutés, conformément à ce que conseillait le protocole. La couche huileuse était prélevée au moyen d'une pipette pour être versée dans l'ampoule à décanter. En effet, le versement direct du contenu de l'rlenmeyer vers l'ampoule apportait trop de matières organiques dans l'ampoule et la colmatait. Le témoin utilisé était du PET provenant de bouteilles en plastique.

Les filtres étaient alors fort chargés et une deuxième vague d'essais a consisté à n'utiliser que 25 g de boues mais 15 ml d'huile. En effet, les 10 ml d'huile utilisés précédemment étaient très faibles et peinaient à constituer une couche homogène à la surface de l'rlenmeyer. Les échantillons provenaient alors du Brabant wallon. Si la séparation eau-huile était bien plus nette, la couche d'huile semblait quant à elle toujours très faible, sûrement en partie emprisonnée dans la matière organique. L'utilisation de la pipette pour transférer l'huile dans l'ampoule de décantation n'était alors plus nécessaire étant donné la présence de trois couches bien distinctes (l'huile, l'eau puis les sédiments). La pipette est en effet peu pratique pour prélever les particules de l'ordre du millimètre.

Une troisième vague a alors été réalisée avec une digestion à l'eau oxygénée ( $H_2O_2$ ). La quantité de 40 ml a été choisie par adaptation de Mikutta et al., 2005. Si le reste de la manipulation était plus aisé, les 40 ml d'eau oxygénée engendraient des débordements dans l'rlenmeyer, synonymes de pertes de matière. Il a donc été nécessaire de diminuer le poids des échantillons à 10 g. La quantité d' $H_2O_2$  a elle aussi été adaptée à 15 ml et l'ajout était réalisé en 4 fois (deux ajouts de 3,5 ml puis deux ajouts de 4 ml, chaque ajout se faisant après retombée de l'émulsion causée par l'ajout d'acide). C'est à partir de cette quatrième vague que les taux de récupérations ont été concluants.

Les vagues suivantes étaient destinées à tester différents témoins. Ainsi, les premiers échantillons étaient dopés avec du PET de bouteille en plastique. Cependant, cela s'est avéré peu pratique en raison de la transparence des témoins. Un second témoin en PE bleu, provenant de bouchons de bouteilles en plastique, a donc été utilisé. Face à une forte présence de fibres bleues, un témoin orange a ensuite été utilisé pour éviter le risque de contamination. Enfin, les derniers échantillons ont été dopés avec des vêtements en plastique synthétique. Quatre blancs ont été réalisés ainsi que quatre témoins. Les témoins ont été réalisés sans boues d'épuration mais ont été dopés, deux contenant un dopage en PE bleu et deux en PE orange.

## 4.4. Analyses

### 4.4.1. Analyses effectuées

Les analyses sont réalisées d'une part au moyen d'un microscope Leica DM2700P avec une fonction de capture d'image. Les filtres sont examinés minutieusement et les particules suspectées d'être composées de plastique sont photographiées. Un comptage est effectué pour les fibres de couleur, largement majoritaire dans les échantillons. Les fibres transparentes sont en effet trop proches de certains organismes végétaux.

D'autre part, les particules les plus présentes et les plus suspectes sont ensuite passées sous spectrométrie Raman. Pour cela, les particules concernées sont repérées au microscope et isolées au moyen d'une pince à épiler sur une lame de verre. Ensuite, elles sont soumises au spectromètre qui permet de cibler la particule voulue et de générer son spectre Raman qui sera ensuite retravaillé, analysé et soumis à la banque de données de spectres disponible à l'ULG pour déterminer sa nature grâce à sa correspondance avec les spectres existants.

### 4.4.2. Difficultés et remarques

L'utilisation du microscope a été rendue difficile par l'épaisseur des échantillons. D'une part, il était difficile de travailler par transparence. D'autre part, chaque zoom du microscope ne permettait d'observer qu'un « étage » de la couche d'échantillon.

La spectrométrie FTIR n'a pas été utilisée car les échantillons étaient trop petits (leur largeur excédait rarement 50 µm) pour une analyse correcte. La spectrométrie Raman a quant à elle connu des difficultés dues à la fluorescence des échantillons. Pour cela, différentes couleurs de laser ont été utilisées mais la fluorescence restait malgré tout un obstacle majeur.

## **4.5. Précautions**

La verrerie utilisée est lavée et essuyée à chaque utilisation. La blouse de laboratoire est exigée et l'attaque au peroxyde d'hydrogène se fait sous hotte avec des gants et des lunettes de laboratoire. Les échantillons sont conservés dans une boîte de pétri, dans la mesure du possible dans un frigo à 4°C.

## **4.6. Difficultés persistantes et pistes d'amélioration du protocole**

Les filtres sont encore fort chargés et pour une quantification optimale, la quantité de matière analysée par échantillon devrait être revue à la baisse pour faciliter les analyses au microscope. Cette quantité peut être adaptée en fonction de la provenance des boues. En effet, le traitement appliqué peut générer des échantillons forts différents.

Les échantillons provenaient de stations ayant des procédures de traitement parfois très variables. Ainsi, la présence changeante d'agents moussants, de flocculants ou même de chaux peut altérer le bon fonctionnement de la manipulation. Certains filtres n'ont d'ailleurs pas pu être comptés à cause d'un colmatage du filtre. Ce colmatage est sûrement dû aux agents coagulants. La présence de chaux diminue notamment le taux de matières organiques. La diversité des échantillons peut être observée à la Figure 25, où la présence de chaux peut être devinée là où des points blancs peuvent être observés.



**Figure 25 : Echantillons de boues d'épuration**

Si la variabilité des traitements peut gêner les manipulations, la variabilité géographique des stations peut quant à elle mener à une comparaison intéressante. Cette étude n'a cependant pas assez de répétitions que pour se permettre une discussion à ce sujet.

Un comptage de tous les échantillons n'a pas pu être effectué en raison du temps limité mais sera nécessaire lors d'analyses quantitatives. De même, le nombre d'échantillons devrait être plus important. Aussi, il ne sera plus nécessaire de réaliser un témoin tous les deux échantillons une fois la manipulation revalidée. La présence de témoin pourrait provoquer des contaminations ou cacher des fibres déjà présentes.

Les analyses au spectromètre auraient pu elles aussi être plus nombreuses. Une analyse avec un filtre de couleur bleue aurait pu être effectuée pour outrepasser la fluorescence mais demandait un temps considérable. L'utilisation de la spectroscopie infrarouge à réflectance totale atténuee<sup>21</sup> aurait aussi pu être envisagée.

---

<sup>21</sup> La la spectroscopie à réflectance totale atténuee est une spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier basée sur le principe optique de la réflectance.

## 5. Résultats

### 5.1. Résultats chiffrés

Le Tableau 1 reprend les résultats de l'entièreté des 65 échantillons observés. De gauche à droite on peut observer le numéro d'échantillon, le poids, le lieu de la station d'épuration où a été prélevé l'échantillon, si l'échantillon a été dopé par des témoins ou non, le nombre de témoins récupérés sur 10 et enfin le nombre de fibres bleues comptées. La légende en fin de tableau indique la couleur de fond utilisée en fonction de la nature et la couleur du témoin utilisé. La barre oblique indique une impossibilité de comptage et une case vide indique une donnée non vérifiée.

**Tableau 1. Résultats des échantillons observés**

No	poids (g)	Lieu	dopage	cote (/10)	fibres bleues comptées
1	50,01	Montignies-sur-Sambre	non		
2	50,00	Montignies-sur-Sambre	oui	0	
3	25,02	Montignies-sur-Sambre	non		
4	25,02	Tubize	non		
5	25,01	Tubize	oui	1	
6	25,00	Nivelles	non		
7	25,01	Nivelles	oui	5	
8	10,01	Genappe	non		
9	10,02	Genappe	oui	7	9
10	10,02	Wavre	non		
11	10,00	Wavre	oui	/	
12	10,01	Wavre	non		
13	10,01	Wavre	oui	10	
14	10,02	Vallée de Hainaut	non		5
15	10,00	Vallée de Hainaut	oui	9	
16	10,00	Lives-sur-Meuse	non		
17	9,98	Lives-sur-Meuse	oui	10	
18	9,99	Lives-sur-Meuse	non		9
19	10,01	Lives-sur-Meuse	oui	7	19
20	10,00	Wavre	non		
21	10,02	Wavre	oui	8	9+agglo
22	10,00	Wavre	non		9+agglo

23	10,01	Wavre	oui	10		18
24	9,98	Roselies	non			20
25	10,00	Roselies	oui	10		
26	10,01	Roselies	non			
27	9,99	Roselies	oui	10		8
28	10,01	Roselies	non			
29	10,00	Roselies	oui	9		9
30	10,01	Roselies	non			12
31	9,99	Roselies	oui	9		
32	10,00	Roselies	non			11
33	10,00	Roselies	oui	9		
34	10,02	Roselies	non			17
35	9,99	Roselies	oui	10		17
B	0,00	Roselies	non			1
B+	0,00	Roselies	oui	10		2
36	10,01	Roselies	non			
37	10,01	Roselies	oui	10		6
38	10,00	Roselies	non			
39	10,02	Roselies	oui	10		8
40	10,01	Roselies	non			11
41	10,00	Roselies	oui	10		
B2	0,00	Roselies	non			2
B2+	0,00	Roselies	oui	10		2
42	10,02	Roselies	non			
43	9,99	Roselies	oui	10		
44	10,00	Roselies	non			15
45	10,01	Roselies	oui	9		20
46	9,99	Roselies	non			6
47	10,02	Roselies	oui	7		2
48	10,00	Roselies	non			7
49	9,98	Roselies	oui	8		
50	10,00	Roselies	non			6
51	9,99	Roselies	oui	/		
52	10,00	Roselies	non			
53	10,02	Roselies	oui	/	?	
54	10,00	Roselies	non			5
55	10,02	Roselies	oui	10		
56	9,98	Roselies	non			8
57	10	Roselies	oui	10		
b3	0,00	Roselies	non			1
b3+	0,00	Roselies	oui	10		3
b4	0,00	Roselies	non			3
b4+	0,00	Roselies	oui	10		2

## 5.2. Photographies des différents types de particules observées

Les photographies reprises ici ne prennent en compte que les particules suspectées ou avérées de matière plastique. Les numéros indiqués correspondent à ceux de la première colonne du Tableau 1. Les quatre premières reprennent un exemple type de chaque fibre bleue observée. Cette couleur était de loin la plus courante. A la Figure 26, une fibre bleue isolée de la matrice de boue est observée. Elle est vraisemblablement en coton mais peu d'échantillons de ce type ont été trouvés. La Figure 27 représente une fibre bleue torsadée et la Figure 28 une fibre bleue épaisse. La matrice de boue que l'on retrouve typiquement y est visible. La Figure 29 est sûrement la plus représentée et représente une fibre bleue à l'aspect cylindrique. Ces trois dernières sont sûrement de matière plastique. Enfin, la Figure 30 représente un amas de fibres. Les amas, retrouvés au nombre de deux, n'ont pas été considérés dans le comptage des fibres.



Figure 26. Fibre bleue isolée de la matrice de boue, vraisemblablement en coton (No 9)



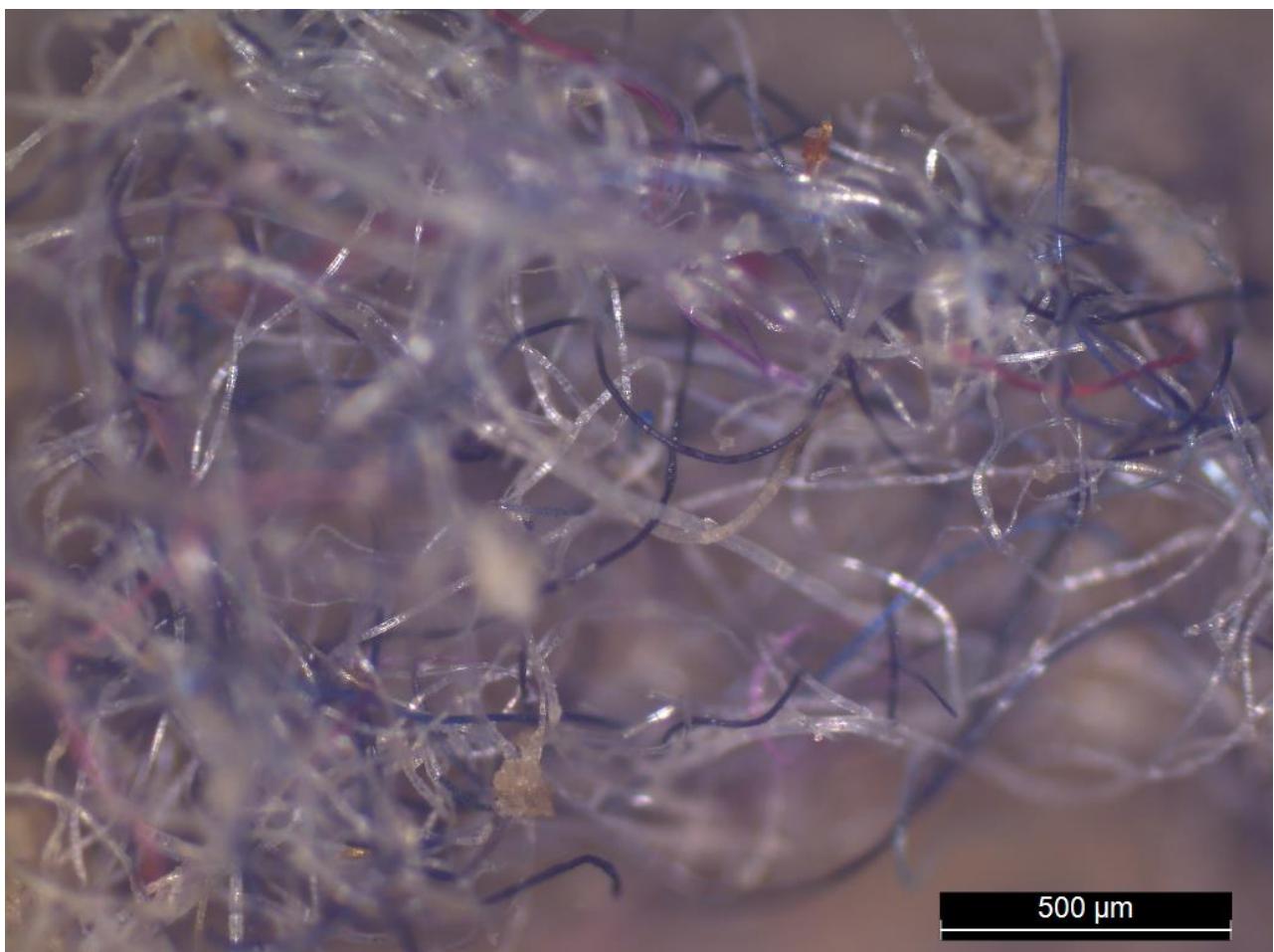
Figure 27. Fibre bleue torsadée (No 32)



Figure 28. Fibre bleue épaisse (No 37)



Figure 29. Fibre bleue cylindrique (No 27)



**Figure 30. Amas de fibres bleues et transparentes (No 22)**

Les photographies suivantes sont similaires à la Figure 29 mais se distinguent avec des couleurs différentes. Celles-ci ont des taux de fréquences bien moindres, sauf pour les fibres transparentes. La Figure 31 illustre ainsi une fibre rouge identifiée au spectromètre Raman comme une fibre de PET. Les autres fibres des Figure 32, Figure 33, Figure 34 et Figure 35, non identifiées avec certitude, sont respectivement jaune, transparente, orange et bicolore avec un bleu clair et un bleu foncé.



**Figure 31. Fibre rouge en PET (No 54)**



Figure 32. Fibre jaune (No 9)



Figure 33. Fibre transparente (No 26)



Figure 34. Fibre orange (No 17)

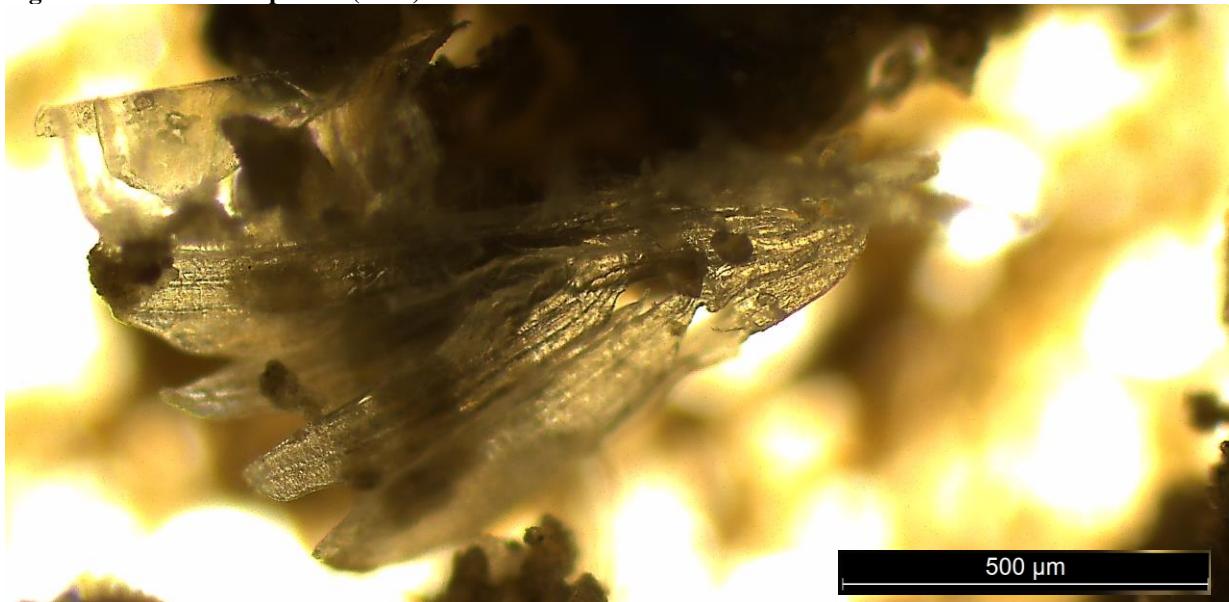


**Figure 35. Fibre bicolore torsadée (No 10)**

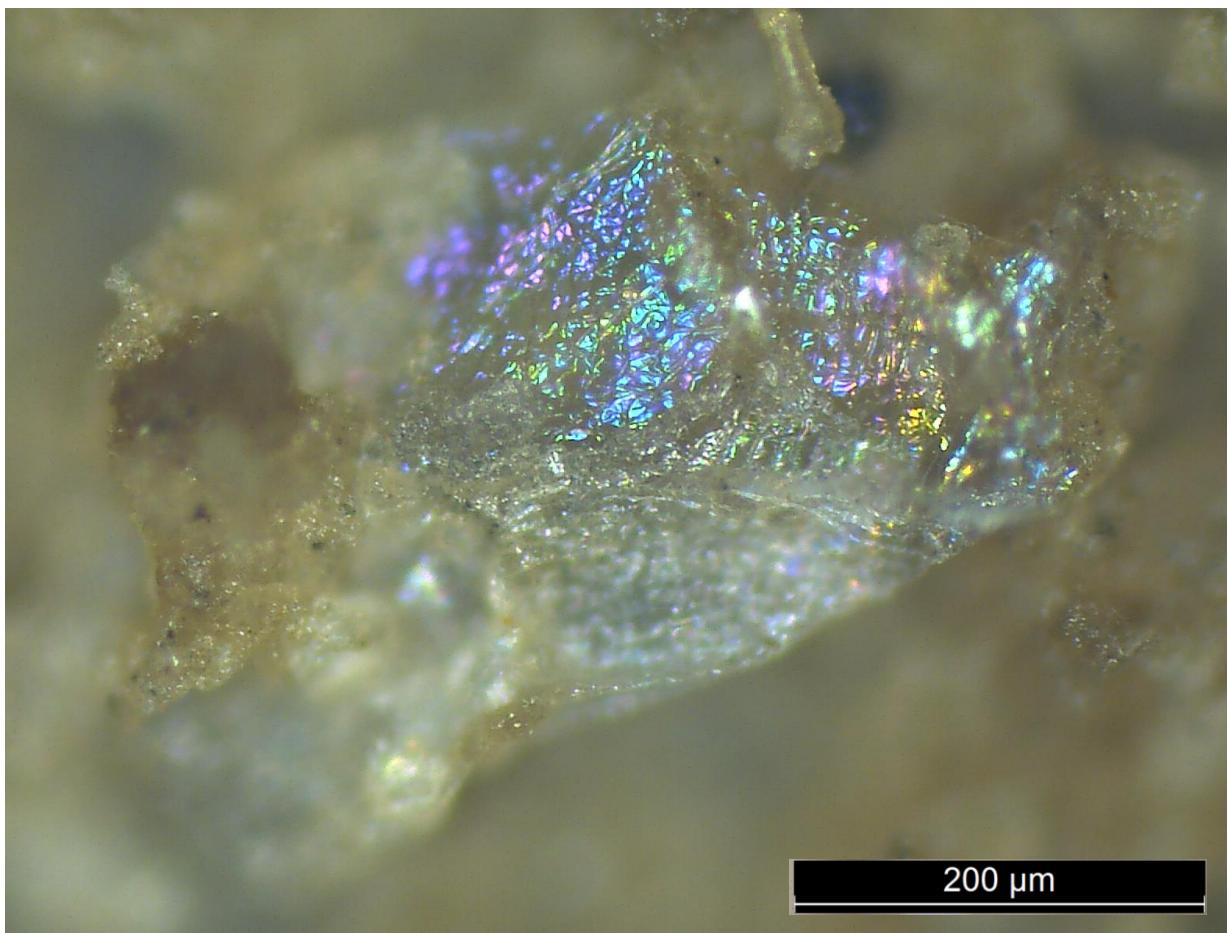
Les photographies suivantes ne sont pas des fibres mais des particules étant potentiellement en plastique. La Figure 36, la Figure 37 et la Figure 38 sont uniques alors que celles des Figure 39 et des Figure 40 ont été plusieurs fois repérées, notamment celle à droite de la figure 32. Les autres particules observées seront mises dans l'annexe 1. L'annexe 1 comprendra d'autres photographies de fibres, d'autres particules étant moins vraisemblablement du plastique ou étant proches de celles présentées dans ce paragraphe ainsi que les photographies des différents témoins ajoutés.



**Figure 36. Débris transparent (No 7)**



**Figure 37. Débris transparent (No 11)**



**Figure 38. Débris réfléchissant (No 22)**



Figure 39. Particules observées à l'échantillon No 30

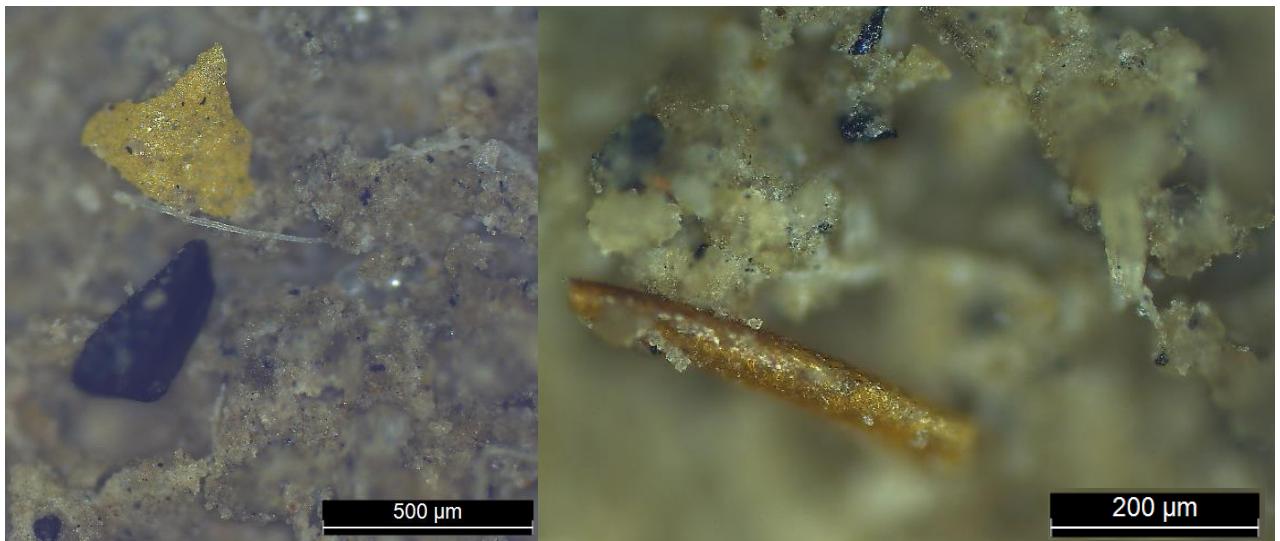
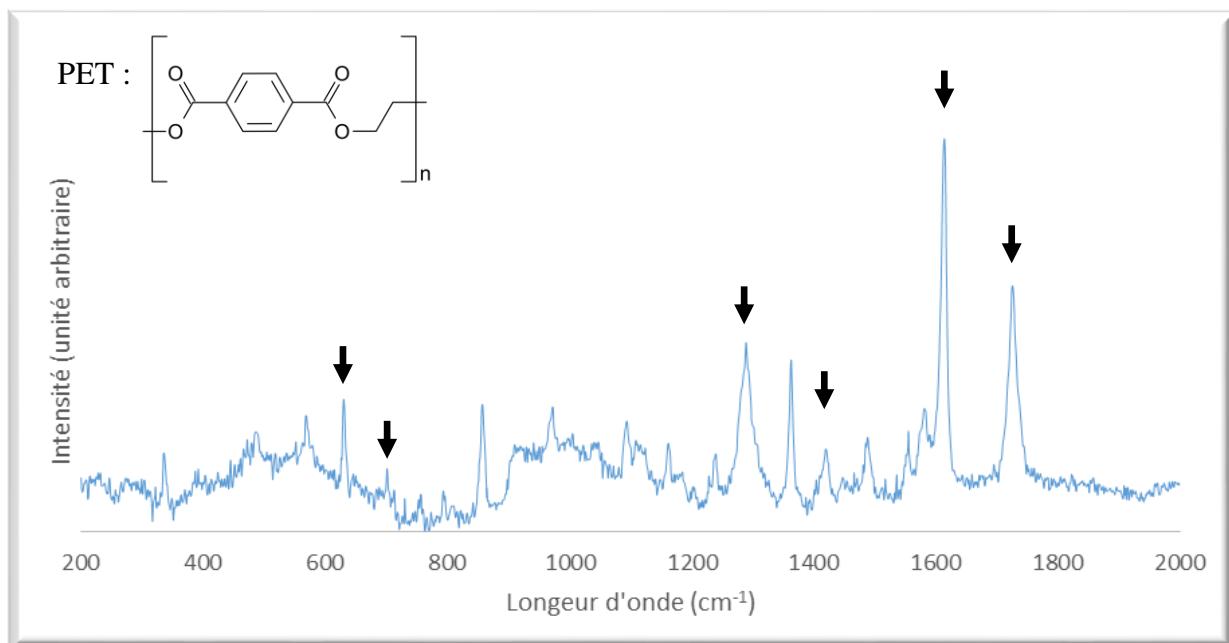


Figure 40. Particules observées à l'échantillon No 36

### 5.3. Résultats des analyses au spectromètre Raman

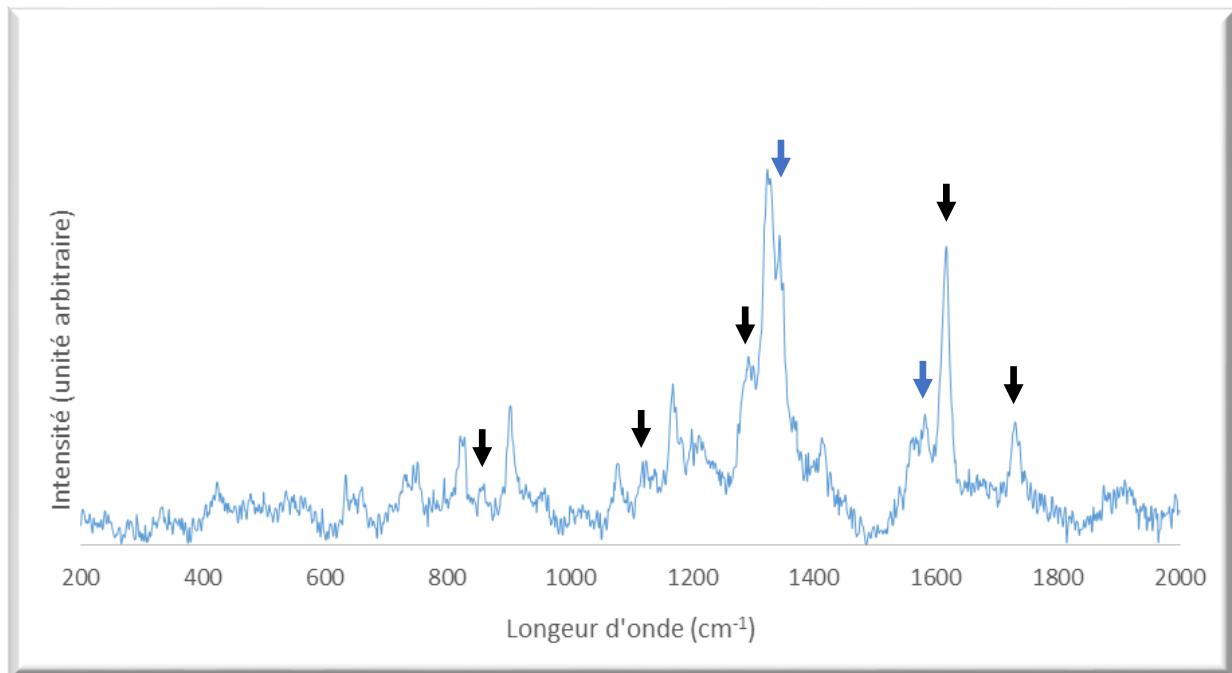
Sur les particules analysées, seulement 4 ont donné un spectre qui n'a pas été complètement masqué par la fluorescence et 3 ont donné un résultat correct. Les deux premières fibres s'avèrent être composées de PET. Le premier spectre correspond à 62% avec celui du PET et est celui avec la plus grande correspondance dans la bibliothèque de l'ULG. La Figure 41 nous renseigne sur la structure de la molécule de PET, la fibre analysée étant celle de la Figure 31. Les pics fléchés sont ceux correspondant avec le témoin PET de la base de données. Son spectre ne sera pas donné ici pour des raisons de droits d'auteurs. Les pics situés à  $1614$  et  $1725\text{ cm}^{-1}$  correspondent certainement au cycle

aromatique et au groupement C=O (carbonyle) de la molécule de PET (Horiba Jobin Yvon, 2017).

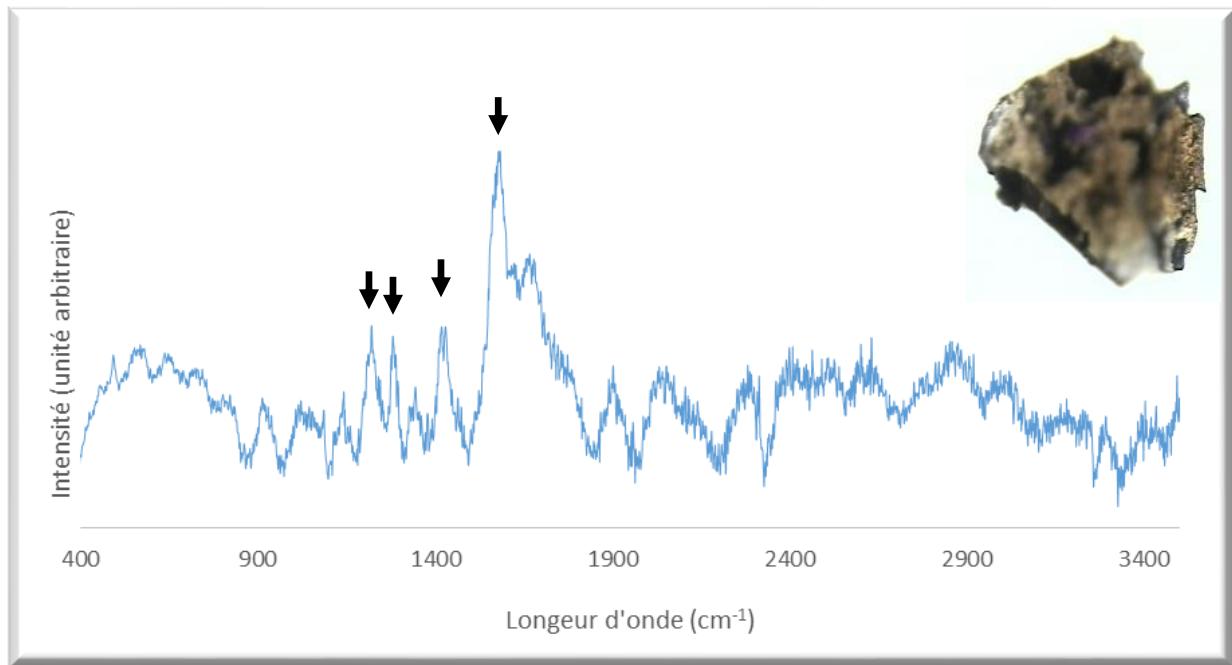


**Figure 41. Spectre Raman de la fibre de la Figure 31**

Le spectre de la Figure 42 provient de l'amas de fibres de la Figure 30. Ce spectre est similaire, caractéristique du PET. En effectuant une reconnaissance superposée, il est possible que certains pics proviennent du colorant bleu utilisé pour colorer ces fibres. Les pics relatifs au colorant sont pointés d'une flèche bleue. Enfin, la Figure 43 est probablement le spectre d'un fluorosurfactant, pris non pas sur une fibre mais sur une particule retrouvée dans les boues d'épuration et dont la photographie se situe en haut à droite du spectre.



**Figure 42. Spectre Raman de la fibre de la Figure 30**



**Figure 43. Spectre Raman d'une particule de boues d'épuration et sa photographie**

## 5.4. Synthèse des résultats obtenus

Sur 65 échantillons, 58 sont supposés valables, les 7 premiers ayant un taux de récupération toujours inférieur à 6/10.

Sur les 58 échantillons valables, 29 ont été dopés avec un témoin et 26 ont pu être comptés. La moyenne de récupération est de 9,3/10.

4 de ces 58 échantillons sont des blancs et 4 sont des témoins. Tous ont été comptés. La moyenne du taux de contamination est de 2 (2,25 pour les témoins et 1,75 pour les blancs).

Sur les 50 échantillons restants, 26 ont été comptés. La moyenne de fibres retrouvées dans ces échantillons est de 10,54 avec un maximum de 20 fibres par échantillon et un écart type de 5,13. En soustrayant la moyenne du taux de contamination, le résultat est alors de 8,54 fibres par échantillon. 2 amas de fibres ont été retrouvés mais n'ont pas été comptabilisés, le comptage de ces amas aurait été en effet beaucoup trop hasardeux.

De nombreuses photographies ont pu être prises. La plupart n'ont pas pu être rigoureusement identifiées mais 2 d'entre elles se sont avérées être du plastique après analyse au spectromètre Raman.

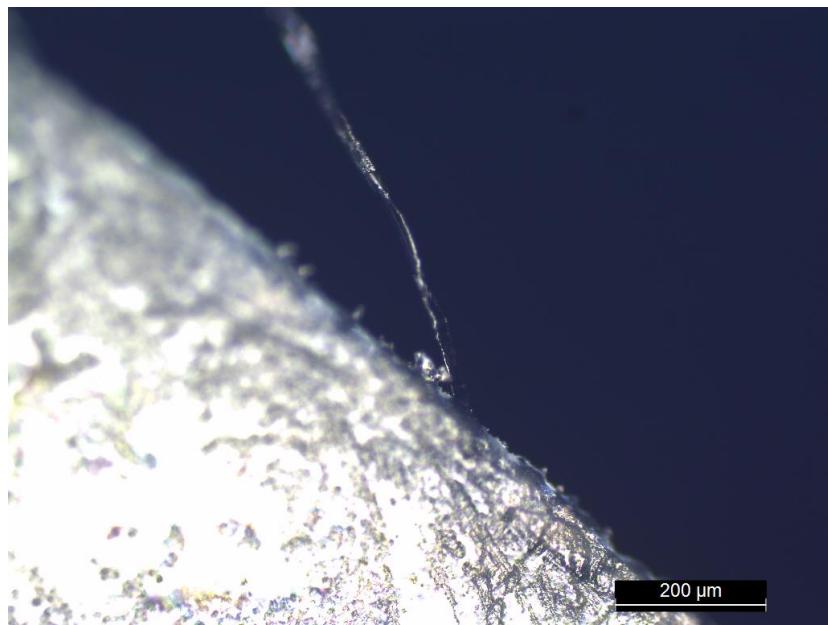
## 6. Discussion

Cette discussion commencera par débattre sur la validité de la méthode. Ensuite, les questions soulevées par les résultats seront pointées et des réponses ou pistes de réponses y seront apportées. Un point sera alors consacré aux réflexions à en tirer. Viendront ensuite deux parties plus théoriques concernant l'évolution probable de la quantité de microplastiques dans ces boues d'épuration et les solutions possibles pour remédier au problème.

### **6.1. Validité de la méthode**

Au vu des résultats obtenus auprès des témoins (9,3/10), la méthode peut être considérée comme fiable. Une attaque à l' $H_2O_2$  a aussi été effectuée sur des témoins pour valider la résistance du plastique face à ce type d'agresseur. De plus, son coût très faible et la non utilisation de produits toxiques peut s'avérer un atout majeur. Cependant, quelques biais peuvent altérer la précision de la manipulation :

Les blancs confirment qu'une contamination est possible mais avec un nombre de blancs suffisants, il est possible de soustraire l'excès moyen. Cette contamination peut potentiellement venir de l'air, de l'échantillon précédent (contamination possible du matériel, d'où la nécessité d'une vaisselle impeccable entre chaque utilisation), du témoin utilisé en cas de dégradation de celui-ci lors de sa découpe ou bien du filtre lui-même, comme illustré à la Figure 44.



**Figure 44: Fibre de polycarbonate se détachant du bord du filtre**

En opposition à ces contaminations, des pertes sont elles aussi possibles lors de la manipulation. Elles seraient principalement dues à l'adhésion de particules sur les différents ustensiles et verreries. Si ces pertes peuvent être estimées à 7% de par le taux de récupération de 9,3/10, cela reste une approximation car les fibres comptées sont bien plus petites que les témoins ajoutés et peuvent avoir des comportements différents. L'utilisation de fibres telles que celles comptées est envisageable mais ajouter un nombre précis de ces fibres s'avèrera d'une grande complexité. A cela s'ajoute la possibilité de les confondre avec les fibres déjà présentes.

Ensuite, une précision supplémentaire consisterait à effectuer les mesures sur plusieurs périodes de l'année. En effet, les gens portent plus de vêtements en hiver et les machines à laver marchent jusqu'à 7 fois plus en hiver qu'en été (Lecomte, 2015). Effectivement, il est estimé que pas loin de 500.000 fibres sont arrachées lors d'une machine de 6 kg avec des vêtements en polyester (Napper et al., 2016). La machine à laver est donc certainement la source majoritaire.

Enfin, si la grande majorité des plastiques est bel et bien hydrophobe, il existe des plastiques hydrophiles développés pour des applications particulières telles que dans le secteur pharmaceutique. Ces polymères, lorsqu'ils sont exposés à un milieu aqueux, développent une barrière de surface gélatineuse très visqueuse qui contrôle la libération du médicament immédiatement après hydratation (Reza et al., 2003). Ces plastiques, s'ils se retrouvent dans les boues d'épuration, ne seront pas capturés par cette méthode.

A titre de comparaison, une étude allemande a estimé le nombre de particules de microplastiques entre 1,041 et 24,129 par kilo de boue sèche (Mintenig et al., 2014). Cette étude les estime à 854, ce qui indique une possible sous-estimation des résultats.

## 6.2. Discussion des résultats

Malgré le haut pourcentage de témoins récupérés, certains résultats méritent cependant d'être discutés. Ainsi, la présence affolante de fibres bleu foncé est difficilement explicable. Si une grande présence de bleu peut être expliquée par son utilisation courante dans l'industrie textile, on parle ici d'au moins trois-quarts des fibres comptabilisées. Les pistes d'explication sont :

- Une contamination pendant le traitement des boues. Cela surestimerait la quantité de fibres provenant notamment des machines à laver mais ne changerait rien aux résultats.
- Une contamination lors des manipulations, ce qui est très peu probable étant donné les blancs et l'absence d'utilisation récurrente de tout objet pouvant servir de source de fibre bleue. Cette piste conduirait à une grande surestimation des résultats.
- Une coloration de certaines fibres lors du traitement des eaux usées.
- La présence de fibres non plastiques de couleur bleu foncé et n'ayant pas été analysées. Cette piste conduirait à une grande surestimation des résultats.
- La décoloration de certaines fibres lors du traitement des eaux usées. Cela sous-estimerait grandement les résultats car les fibres transparentes n'ont pas été comptées.
- La détection plus difficile de fibres jaune pâle, vertes ou rouges dans une matrice verdâtre. Cette piste ne peut cependant expliquer à elle seule la différence.
- Les fibres se retrouvant dans les boues pourraient provenir en grande partie des jeans pré-arrachés, souvent de couleur bleue.

Une autre question peut venir des boues de la station d'épuration de Wavre. En effet, la station sèche ses boues à 200°C. Si certaines fibres comme celles en polyester ont une température de fusion de 220°C, celles en propylène est d'environ 165°C (Syntech Fibres, 2013). Celles-ci pourront cependant résister au séchage étant donné que les boues sortent à 115°C maximum (D'Ursel, 2018). Une augmentation du temps ou de la

température de séchage paraît peu probable étant donné la demande énergétique supplémentaire engendrée.

Ensuite, pourquoi ne retrouve-t-on principalement que ce type de plastique? Premièrement, le dégrillage et le déshuileage empêchent les macroplastiques de se retrouver dans les boues d'épuration. Le déshuileage peut lui aussi emporter une partie des microplastiques, dont certaines fibres. Il ne les emporte pas tous car les fibres sont vraisemblablement accrochées à des particules plus lourdes, notamment avec la matière organique qui empêche une bonne récupération des plastiques dans les échantillons non attaqués à l'acide. Enfin, la plupart des déchets plastiques récupérés par les stations sont des déchets récents qui n'ont pas encore subi de dégradations menant à la formation de microplastiques.

La présence possible de fluorosurfactant, outre le fait qu'elle peut expliquer la grande fluorescence des échantillons, est difficilement dégradable et est toxique pour l'environnement. Des recherches sont cependant faites pour les rendre moins nocifs et plus biodégradables (Nair et al., 2015).

### 6.3. Réflexions

En extrapolant les 8,54 fibres trouvées par échantillon de 10 g aux 45% de 55.000 tonnes de boues épandues sur nos champs, cela représenterait plus de 21 milliards de fibres plastiques (21.136.500.000) déversées sur nos champs chaque année. Ce chiffre peut paraître immense mais peut aussi être relativisé. Ainsi, outre le fait que cette étude ne vise pas une quantification précise, un milligramme de fibres représente par exemple environ 760.000 fibres en acrylique, 476.000 fibres de polyester ou 330.000 fibres pour un mélange coton-polyester (Napper et al., 2016). De plus, les fibres étudiées sont en moyenne bien moins longues que celles mesurées dans Napper et al., 2016. Si on prend le polyester comme référence, cela représente 44kg de fibres épandues sur une surface agricole utile de 731.570 hectares en Wallonie (Wallonie agriculture SPW, 2018), soit environ 6mg/m<sup>2</sup>/an.

Quoi qu'il en soit, ces chiffres témoignent de l'importance de continuer les recherches sur cette problématique. D'une part pour établir une qualification et une quantification plus

précise mais aussi d'autre part pour déterminer les impacts de ces fibres sur l'environnement et la santé. Un dernier point à méditer est l'apport de ces 6 mg en comparaison à la contamination aérienne naturelle tout au long de l'année par ces fibres se retrouvent aujourd'hui un peu partout.

## 6.4. Evolution probable de la quantité de microplastiques dans les boues d'épuration

En ce qui concerne les boues d'épuration en Wallonie, celles-ci ont presque quadruplé depuis 1994 pour atteindre une production de 50.000 tonnes de matières sèches en 2015. Cette évolution est principalement due à l'augmentation du taux d'équipement<sup>22</sup> en station d'épuration qui est passé de 31 à 91% sur la même période. Entre 2010 et 2015, ce ne sont pas moins de 51 STEP qui ont été mises en service. Pour être en ordre vis-à-vis de l'Europe, la production devrait augmenter jusqu'à 55.000 tonnes de matières sèches. La part épandue est actuellement encouragée par les autorités wallonnes car elle est prioritaire vis-à-vis de la hiérarchisation des déchets et moins coûteuse (une différence de 120€/tonne de matière sèche est évoquée). Cependant, la voie énergétique est plus utilisée étant donné les exigences réglementaires concernant la qualité des boues mais aussi celle du sol récepteur. Un graphique regroupant ces informations est repris à la Figure 45 (Région wallonne, 2018b).

---

<sup>22</sup> Le taux d'équipement en station d'épuration est le rapport entre la capacité des stations d'épuration et la capacité totale d'eaux usées à traiter.

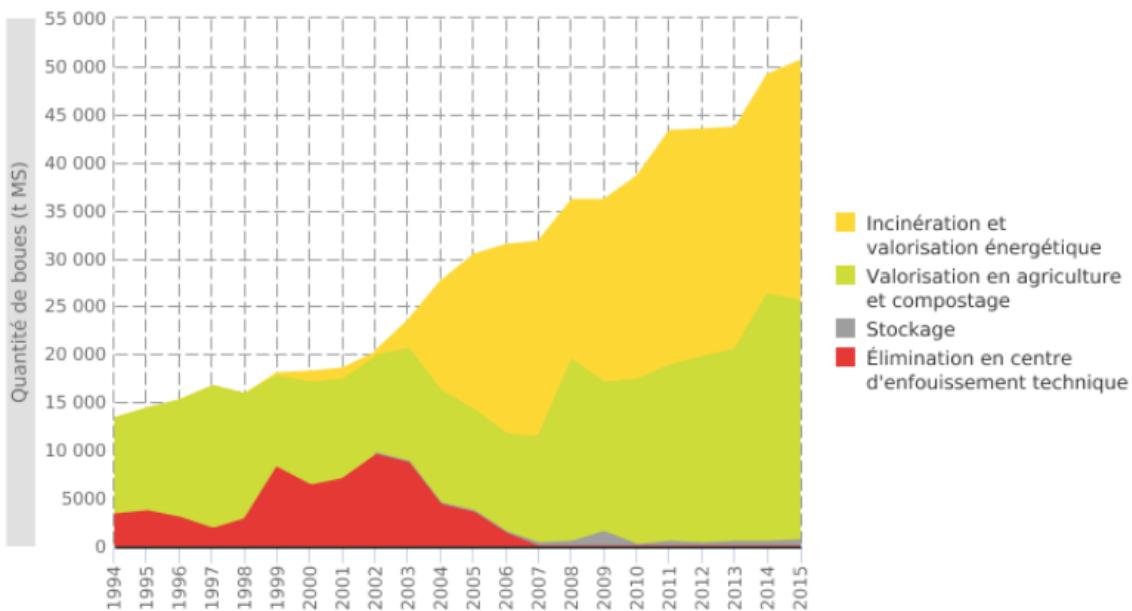


Figure 45. Gestion des boues de STEP en Wallonie (Région Wallonne, 2018)

La quantité de plastique utilisée en Wallonie, approximée via la demande en plastique pour la Belgique et le Luxembourg, est en évolution croissante depuis 2013. Proche des 3 millions de tonnes en 2007, cette demande a considérablement diminué avec la crise de 2008. Elle atteindra son point le plus bas en 2010, un peu plus de 2 millions de tonnes, pour ensuite remonter petit à petit presque chaque année. En 2016, cette demande s'élevait environ à 2,25 millions de tonnes. La tendance est la même pour l'Europe avec une demande de 49,9 millions de tonnes de plastique en 2016. Une hausse était d'ailleurs prévue pour 2017 (PlasticsEurope, 2007, 2008, 2009, 2010, 2011, 2012, 2013, 2014, 2015, 2016, 2017).

Si la quantité de boues d'épuration et de plastiques est prévue à la hausse, la quantité de plastiques se retrouvant dans les boues est plus difficile à estimer. En effet, la diminution des plastiques à usage unique, de leur utilisation dans des produits tels que les cosmétiques ou les détergents ainsi qu'une sensibilisation accrue laissent espérer qu'une part plus faible du plastique produit se retrouvera dans la nature et dans les boues d'épuration (European Commision, 2018). Des pilotes tentent aussi de réaliser des filtrations poussées pour mieux retenir le plastique en STEP. Selon que le résidu de ces filtrations se retrouve ou non dans les boues, l'émergence d'un tel projet aurait des répercussions importantes sur la quantité de plastiques retrouvés dans les boues (Combe, 2016).

## 6.5. Propositions d'alternatives

Plusieurs voies pour empêcher cette quantité de plastiques de se retrouver sur nos champs sont envisagées. Une première possibilité serait l'utilisation de produits biobasés et biodégradables. Une seconde consisterait à utiliser des microorganismes spécialisés dans la dégradation du plastique. Une troisième solution serait de valoriser les boues d'épuration autrement afin d'en tirer un meilleur parti sans risquer de pollution. Une quatrième pourrait être de limiter le rejet de fibres à la sortie des machines à laver.

### 6.5.1. *Les polymères biobasés et biodégradables*

Outre une moins grande dépendance au pétrole, les polymères biobasés permettent de confectionner des produits durables, c'est-à-dire dont le renouvellement des ressources est inférieur à la durée de vie du produit, ce qui n'est évidemment pas le cas des plastiques traditionnels (Lecomte & Das, 2018). La problématique liée aux déchets plastiques se retrouvant dans la nature serait aussi fortement amoindrie grâce aux plastiques biodégradables.

Cependant, malgré une progression attendue, ces plastiques peinent à percer dans le secteur (Lapointe, 2013). En voici les raisons, dont certaines ont déjà été évoquées plus tôt dans le point 2.4.6 sur les plastiques biobasés :

Tout d'abord, le coût est bien entendu un des freins majeurs à ce développement (Valbiom, 2010), avec par exemple des pellets biobasés Mirel vendus trois fois plus chers que leurs équivalents en polypropylène (DiGregorio, 2009). De plus, malgré ces prix plus importants, ils présentent aussi des performances moindres (Yu & Chen, 2009). La confusion vis-à-vis du terme bioplastique pose aussi problème, surtout lors du tri. En effet, les plastiques biodégradables ne sont pas adaptés au recyclage des plastiques biobasés et peuvent contaminer la filière. Une meilleure compréhension via des campagnes de sensibilisation peut cependant remédier au problème. Même pour les plastiques biobasés correctement triés, les filières de recyclage actuelles ne sont pas adaptées. Il ne faut pas oublier non plus qu'ils tirent leurs ressources en défaveur de denrées alimentaires. Cependant, la surface agricole requise est bien plus faible que celle requise pour les biocarburants (Lapointe, 2013). On peut aussi noter que le nombre limité et peu coordonné d'acteurs industriels peine à faire face à l'industrie pétrochimique déjà bien installée (Valbiom, 2010). Enfin, malgré que certains additifs soient biodégradables

ou permettent même d'accélérer la dégradation, ils restent nocifs et grandement employés dans les plastiques biosourcés. L'utilisation de plastifiants alternatifs pourrait en partie remédier à ce problème (Gélinas, 2013).

La filière reste malgré tout attendue au tournant, notamment en Wallonie où les produits biobasés ont le soutien de la commission européenne et de la région wallonne. Ils pourront aussi bénéficier de l'expansion de la culture du chanvre, une image de plus en plus positive de la chimie verte. De plus, la Wallonie a déjà une position forte dans le secteur des biotechnologies, un potentiel important de recherche et un enseignement de qualité dans ces domaines. Des projets sont d'ailleurs déjà lancés dans la région (Valbiom, 2010).

### *6.5.2. L'utilisation des microorganismes*

Les recherches menées en microbiologie montrent de plus en plus de bactéries dégradant chacune un, voire deux types de plastiques (Delacuvellerie, 2017). Par exemple, des chercheurs ont récemment trouvé une bactérie utilisant le PET comme source majeure d'énergie et de carbone pour ainsi le dégrader en 6 semaines (Yoshida et al., 2016). Cependant, malgré un nombre important de rapports démontrant le potentiel des microbes dégradant le plastique, aucun d'entre eux ne trouve d'application pratique (Kale et al., 2015).

En station, on peut noter la découverte de bactéries capables de dégrader certains plastiques, le poly (3-hydroxybutyrate) et le poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate), qui ont été isolées à partir de boues d'épuration (Shah et al., 2007). Cependant, aucune autre étude n'a encore réellement étudié les bactéries provenant de STEP et se développant sur le plastique. Celles-ci présentent pourtant des capacités pour le dégrader (Delacuvellerie, 2017). Cette voie est donc envisageable mais demandera encore de nombreuses recherches avant de proposer un procédé viable.

### *6.5.3. Une valorisation alternative des boues d'épuration*

Cette solution se justifie par le fait que les boues d'épuration sont sources de différents produits à valeur ajoutée. Il est possible d'en faire du biogaz, des biocarburants liquides,

matériaux de construction (briques ou ciment par exemple), certaines protéines et enzymes hydrolytiques<sup>23</sup>, des bioengrais, des biosorbants<sup>24</sup>, des biopesticides, de l'électricité à partir de piles microbiennes<sup>25</sup>, des nutriments (azote et phosphore<sup>26</sup>), des métaux lourds et pour finir elles peuvent aussi être source de bioplastiques. Pour cela, les principales technologies utilisées sont la digestion anaérobie, l'incinération, la pyrolyse, la gazéification, l'oxydation de l'air humide, l'oxydation à l'eau supercritique<sup>27</sup> et le traitement hydrothermal<sup>28</sup> (Tyagi & Lo, 2013).

La récupération du bio-méthane pour produire électricité et chaleur dans des STEP est déjà bien connue mais l'hydrolyse lente des boues résiduaires est un inconvénient majeur. Cet inconvénient peut être surmonté en appliquant une étape de prétraitement physique, chimique, thermique ou mécanique. La récupération du phosphore et de l'azote est une autre façon de réutiliser la valeur fertilisante des boues résiduaires. La plus prometteuse est celle du phosphore (Belboom & Léonard, 2011) qui comprend d'ailleurs de nombreuses techniques d'extraction possibles incluant entre autres des techniques de précipitation ou de lixiviation à partir des cendres mais aussi directement à partir de boues d'épuration séchées (Pfennig & Shariff, 2017). Sa récupération est d'autant plus importante qu'en plus d'être indispensable à la vie et fortement utilisé dans les engrains, il est aussi en voie d'épuisement car il est à 90% prélevé de roches phosphatées (Léonard, 2016). Les métaux lourds présents dans les boues sont le zinc, le cuivre, le nickel, le cadmium, le plomb, le mercure et le chrome. Une extraction courante est la digestion acide assistée par micro-onde (Tyagi & Lo, 2013), l'énergie contenue dans les ondes permettant de diminuer le temps d'extraction (Pérez-Cid et al., 1999). Cependant, les rendements économiquement plus faibles, le stade de la petite enfance des méthodes de récupération, le manque de recherche, le facteur coût et la gestion de la chaîne d'approvisionnement sont les principaux facteurs restrictifs. La plupart de ces méthodes

---

<sup>23</sup> Les bactéries hydrolytiques dégradent la matière organique afin d'optimiser l'hydrolyse, c'est-à-dire la rupture d'un composé chimique par l'eau.

<sup>24</sup> Les biosorbants sont des microorganismes permettant l'absorption de pollution ou de métaux.

<sup>25</sup> Les piles microbiennes sont basées sur le principe des piles à combustible. La cathode est alimentée en oxygène et l'anode est constituée d'une électrode placée au sein d'une chambre contenant un biofilm de bactéries et de quoi les nourrir.

<sup>26</sup> La récupération d'azote et de phosphore est largement présente dans les boues d'épuration, elle se fait par fragmentation et solubilisation de la biomasse pour leur conversion ultérieure en ammoniac et en phosphates (Tyagi & Lo, 2013).

<sup>27</sup> L'eau dans son état supercritique joue le rôle de superoxydant (lorsqu'un fluide est chauffé au-delà de sa température critique et comprimé au-dessus de sa pression critique), efficace pour se débarrasser de la matière organique.

<sup>28</sup> Le traitement hydrothermal est un procédé de traitement des déchets organiques permettant leur minéralisation dans l'eau supercritique. Il est particulièrement adapté pour le traitement de substances réfractaires, pour le traitement de substances organiques dangereuses ou toxiques présentes isolément, dans des effluents industriels, ou des eaux usées urbaines (Techniques de l'ingénieur, 2017b).

en restent pour l'instant au stade expérimental mais possèdent néanmoins un potentiel certain pour la valorisation des boues d'épuration (Tyagi & Lo, 2013).

La production de plastiques biosourcés et biodégradables à partir des boues d'épuration mérite cependant qu'on s'y attarde un peu plus dans le cadre de ce travail. Les plastiques produits ici sont des PHA (Tyagi & Lo, 2013). Certaines bactéries peuvent accumuler le PHA qui leur sert de réserve d'énergie, de carbone et/ou de source de réduction (Lee, 1996). Si les coûts très élevés de production ont fortement compromis la filière classique, l'utilisation des boues d'épuration comme substrat à la place de cultures bactériennes permet de réduire ces coûts ainsi que de réduire le volume des boues (Khardenavis et al., 2007). La réaction se fait en conditions aérobie et anaérobiose et ce procédé peut être boosté en ajoutant de l'oxygène dans les zones anaérobies (Satoh et al., 1998). Malgré cela, un point majeur freinant le succès de cette voie prometteuse reste son prix élevé (Brar et al., 2009).

D'autres études proposent par exemple la production de pellets destinés majoritairement au secteur de la construction par céramisation de boues séchées (Cusidó & Soriano, 2011). Des matériaux semblables peuvent aussi être obtenus via un processus modulable comprenant pour étapes principales une digestion anaérobiose permettant de récupérer de l'énergie pour la seconde, le séchage<sup>29</sup>, nécessaire à la troisième, la pyrolyse, où les matériaux utiles sont récupérés (Spinosa et al., 2011). Cette dernière étude était d'ailleurs en partie menée par l'université de Liège.

#### *6.5.4. Une diminution à la source*

Si la grande majorité des fibres provient effectivement des stations d'épuration, il peut être intéressant d'agir directement à cette source. Premièrement, la conception des vêtements, y compris le type de tissu utilisé, peut influencer la libération des fibres. Ainsi, un tissu fabriqué à partir d'une combinaison synthétique-naturelle libère environ 80% moins de fibres que l'acrylique (Napper et al., 2016).

Il serait aussi possible de construire un filtre interne dans une machine à laver et de développer et traiter des textiles et des détergents pour éviter la libération de fibres pendant le lavage (Mermaids Organisation, 2015).

---

<sup>29</sup> Le séchage occupe une place de plus en plus importante dans le traitement des boues mais reste cependant encore mal maîtrisé à cause de la complexité des boues d'épuration. Il peut apporter une plus-value tant en épandage qu'en valorisation énergétique (Léonard, 2016).

## 7. Conclusions

Dans le cadre d'une problématique au cœur des préoccupations, ce travail a permis l'adaptation et la mise en avant des difficultés et pistes d'amélioration d'un protocole pour permettre l'extraction à l'huile de microplastiques en boues d'épuration. Cette extraction a rendu possible une première quantification au microscope et qualification au spectromètre Raman qui ont mis en évidence une quantité non négligeable de fibres en plastique dans les boues.

Cette quantité est suffisante pour susciter l'intérêt d'études ultérieures, d'autant plus qu'elle est probablement sous-estimée. D'une part pour réaliser une quantification et une qualification plus précise, plus conséquente et répartie sur une plus longue période. D'autre part pour mieux comprendre les impacts de ces fibres aujourd'hui tout autour de nous. D'autres questions sont aussi soulevées comme la présence majoritaire de fibres bleu foncé ou la quantité que représente les amas de fibres.

Dans l'optique d'un développement durable, les solutions alternatives proposées remplissent les critères sociaux et environnementaux mais pas encore les critères économiques. Les solutions les plus prometteuses au moyen terme sont une valorisation différente des boues et la promotion des plastiques biosourcés et biodégradables. L'utilisation de microorganismes pour éliminer les plastiques dans les boues d'épuration nécessite quant à elle de plus amples recherches mais pourrait s'avérer un atout majeur par la suite. Un effort plus immédiat pourrait cependant être réalisé sur une diminution des fibres relâchée par les machines à laver.

## 8. Bibliographie

- Aeschelmann F. & Carus M., 2014. Bio-based Building Blocks and Polymers in the World Capacities , Production and Applications : Status Quo and Trends towards 2020.
- Al-Salem S.M., 2009. Establishing an integrated databank for plastic manufacturers and converters in Kuwait. *Waste Manag.* **29**(1), 479–484.
- Ali W., Khan R.S.A., Farooq M., Shah M.S.-D., Zia M.A., Khan I.U. & Habib M., 2016. Biotechnology : past , present and future : a review (June).
- Andrady A.L., 2011. Microplastics in the marine environment. *Mar. Pollut. Bull.* **62**(8), 1596–1605.
- Andreoli C.V., von Sperling M. & Fernandes F., 2007. *Sludge Treatment and Disposal*.
- Arthur C. & Joel B., 2010. Proceedings of the Second Research Workshop on Microplastic Marine Debris. *NOAA Tech. Memo.* (November), 54.
- Barbillat J., Bougeard D., Buntinx G., Delhaye M. & Dhamelincourt P., 1999. Spectrométrie Raman. *Tech. l'ingénieur*.
- Barnes D.K.A., Galgani F., Thompson R.C. & Barlaz M., 2009. Accumulation and fragmentation of plastic debris in global environments. *Philos. Trans. R. Soc. B Biol. Sci.* **364**(1526), 1985–1998.
- Belboom S. & Léonard A., 2011. Impact environnemental des procédés de valorisation des boues : revue des ACV publiées. 1–14.
- Biron, M., 2012. Thermoplastics and Thermoplastic Composites. 2nd ed., Burlington: Elsevier Science.
- Bowmer, T.; Kershaw P., 2010. Proceedings of the GESAMP International Workshop on Microplastic Particles as a Vector in Transporting Persistent, Bioaccumulating and Toxic Substances in the Oceans. *UNESCO-IOC, Paris. GESAMP Reports Stud.* 82.
- Brar S.K., Verma M., Tyagi R.D. & Surampalli R.Y., 2009. Value Addition of Wastewater Sludge : Future Course in Sludge Reutilization. *Pract. Period. Hazardous, Toxic, Radioact. Waste Manag.* **13**(January), 59–74.
- Briassoulis D. & Dejean C., 2010. Critical review of norms and standards for biodegradable agricultural plastics part I. Biodegradation in soil. *J. Polym. Environ.* **18**(3), 384–400.
- Browne M.A., Crump P., Niven S.J., Teuten E., Tonkin A., Galloway T. & Thompson R., 2011. Accumulation of microplastic on shorelines worldwide: Sources and sinks. *Environ. Sci. Technol.* **45**(21), 9175–9179.

- Brula P. & Thoumelin P., 2007. Risques sanitaires engendrés par la valorisation des déchets ( recyclage et réutilisation ).
- Carrega, M. et al., 2012. Matières plastiques : propriétés, mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères. 3e éd.., Paris: Dunod L'usine nouvelle.
- Carr S.A., Liu J. & Tesoro A.G., 2016. Transport and fate of microplastic particles in wastewater treatment plants. *Water Res.* **91**, 174–182.
- Cercle national du recyclage, 1999. Les emballages plastiques : de la fabrication a la valorisation.
- Chung C.I., 2000. *Extrusion of Polymers*, Theory and Practice.
- Cole M., Lindeque P., Fileman E., Halsband C., Goodhead R., Moger J. & Galloway T.S., 2013. Microplastic ingestion by zooplankton. *Environ. Sci. Technol.* **47**(12), 6646–6655.
- Combe M., 2016. Pollution des micro-plastiques : quelles solutions ?  
<https://www.techniques-ingenieur.fr/actualite/articles/pollution-micro-plastiques-32900/>
- Cooper D.R. & Gutowski T.G., 2017. The Environmental Impacts of Reuse: A Review. *J. Ind. Ecol.* **21**(1), 38–56.
- Couturier C., Berger S. & Meiffren I., 2007. La digestion anaérobiose: état des lieux, état de l'art 1–36.
- Crichton E.M., Noël M., Gies E.A. & Ross P.S., 2017. A novel, density-independent and FTIR-compatible approach for the rapid extraction of microplastics from aquatic sediments. *Anal. Methods* **9**(9), 1419–1428.
- Cusidó J.A. & Soriano C., 2011. Valorization of pellets from municipal WWTP sludge in lightweight clay ceramics. *Waste Manag.* **31**(6), 1372–1380.
- D'Ursel F., 2018. *Entretien avec Drançois D'Ursel, responsable compost et valorisation des boues à l'IBW, réalisé le 20 juin 2018.*
- Delacuvellerie A., 2017. Capacité des communautés bactériennes à former des biofilms et à dégrader des plastiques.
- Delavelle C. & Caevel B. DE, 2015. Recyclage chimique des déchets plastiques : Situation et perspectives Etat de l'art et avis d'experts 1–9.
- DiGregorio B.E., 2009. Biobased Performance Bioplastic: Mirel. *Chem. Biol.* **16**(1), 1–2.
- Direction de la Protection des Sols du Service Public de Wallonie, n.d. epuWalo.  
<http://dps.environnement.wallonie.be/home/matieres/boues-depuration.html>

Dris R., Gasperi J., Saad M., Mirande C. & Tassin B., 2016. Synthetic fibers in atmospheric fallout: A source of microplastics in the environment? *Mar. Pollut. Bull.* **104**(1–2), 290–293.

Ecole des mines de Saint-Etienne, n.d. Spectroscopie Raman 1–28.

Eriksen M., Lebreton L.C.M., Carson H.S., Thiel M., Moore C.J., Borerro J.C., Galgani F. & Ryan P.G., 2014. Plastic Pollution in the World's Oceans: More than 5 Trillion Plastic Pieces Weighing over 250,000 Tons Afloat at Sea 1–15.

European Commission, 2003. *Waste generated and treated in Europe*, Environment.

European Commission, 2018. A European Strategy for Plastics in a Circular Economy.

European IPPC Bureau, 2006. Reference document on the Best Available Techniques for Waste Incineration. *Integr. Pollut. Prev. Control* 638.

Eurostat, 2018. Recycling rate of packaging waste by type of packaging.

[http://ec.europa.eu/eurostat/tgm/table.do?tab=table&init=1&plugin=1&language=en&pcode=cei\\_wm020](http://ec.europa.eu/eurostat/tgm/table.do?tab=table&init=1&plugin=1&language=en&pcode=cei_wm020)

Florian Faure & Felipe De Alencastro, 2016. Situation dans les eaux de surface en suisse 72–77.

Gaïd A., 2013. Traitement des eaux résiduaires **33**(0), 1–31.

Gélinas L., 2013. Plastiques Biosourcés : Étude De Leur Performance Environnementale Comparativement Aux Plastiques Pétrochimiques 111.

Geyer R., Jambeck J.R. & Law K.L., 2017. Production, use, and fate of all plastics ever made (July), 25–29.

Greenpeace, 2018. Microplastics and persistent fluorinated chemicals in the Antarctic 20.

Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection, 2016. Sources, Fate and Effects of Microplastics in the Marine Environment – Part Two of a Global Assessment.

Hanvey J.S., Lewis P.J., Lavers J.L., Crosbie N.D., Pozo K. & Clarke B.O., 2017. A review of analytical techniques for quantifying microplastics in sediments. *Anal. Methods* **9**(9), 1369–1383.

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. *Environ. Sci. Technol.* **46**(6), 3060–3075.

Horiba Jobin Yvon, 2017. Raman Spectroscopy for Analysis and Monitoring. *Raman data Anal.* 1–2.

INRS, 2017. Polyéthylène téraphthalate 1–4.

- Joel, F. R., 1995, Introduction to polymer science, Polymer Science and Technology
- Kalčíková G., Alič B., Skalar T., Bundschuh M. & Gotvajn A.Ž., 2017. Wastewater treatment plant effluents as source of cosmetic polyethylene microbeads to freshwater. *Chemosphere* **188**, 25–31.
- Kale S.K., Deshmukh A.G., Dudhare M.S. & Patil V.B., 2015. Microbial degradation of pesticide: A review.
- Khardenavis A.A., Suresh Kumar M., Mudliar S.N. & Chakrabarti T., 2007. Biotechnological conversion of agro-industrial wastewaters into biodegradable plastic, poly β-hydroxybutyrate. *Bioresour. Technol.* **98**(18), 3579–3584.
- Krueger M.C., Harms H. & Schlosser D., 2015. Prospects for microbiological solutions to environmental pollution with plastics. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* **99**(21), 8857–8874.
- Lapointe R., 2013. Bioplastiques biodégradables, compostables et biosourcés pour l'emballage alimentaire, distinctions subtiles mais significatives. *J. Chem. Inf. Model.*
- Lazarevic D., Aoustin E., Buclet N. & Brandt N., 2010. Plastic waste management in the context of a European recycling society: Comparing results and uncertainties in a life cycle perspective. *Resour. Conserv. Recycl.* **55**(2), 246–259.
- Lecomte M., 2015. De verwijdering van microplastics in rioolwaterzuiveringsinstallaties: een case-study voor Vlaanderen 24–26.
- Lecomte P. & Das K., 2018. Printemps des sciences: Microplastiques et océan.
- Lee S.Y., 1996. Bacterial Polyb ydroxyalkanoates. *Biotechnol. Bioeng.* **49**, 1–14.
- Léonard A., 2016. Evolution des pratiques associées à la gestion des boues d ' épuration dans le contexte d ' une économie circulaire .
- Leveque C., 2018. *Entretien avec Madame Christine Leveque, Director Business Innovation chez Suez, réalisé le 23 février 2018.*
- Linda K. & Nait-Ali, 2008. Le PET recyclé en emballages alimentaires : approche expérimentale et modélisation.
- Mahiout S., 2014. Mettre en valeur ou bannir le polystyrène - approches dans un cadre de développement durable.
- Mahon A.M., O'Connell B., Healy M.G., O'Connor I., Officer R., Nash R. & Morrison L., 2017. Microplastics in sewage sludge: Effects of treatment. *Environ. Sci. Technol.* **51**(2), 810–818.
- Marquet A. & Jacquot Y., 2013. Faut-il avoir peur du bisphénol A ? (November 2013), 11–19.

McDonald S. & Ball R., 1998. Public participation in plastics recycling schemes. *Resour. Conserv. Recycl.* **22**(3–4), 123–141.

Mermaids Organisation, 2015. Newsletter 2 Life+ProjectMermaids. <http://life-mermaids.eu/en/newsletter-2-life-mermaids/>

Michaud J.-C., Farrant L., Jan O., Kjær B. & Bakas I., 2010. Environmental benefits of recycling - 2010 update. *Waste Resour. action Program. WRAP* (March), 1–252.

Mikutta R., Kleber M., Kaiser K. & Jahn R., 2005. Review : Organic Matter Removal from Soils using Hydrogen Peroxide ,. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **69**, 120–135.

Mintenig S., Int-Veen I., Löder M. & Gerdts G., 2014. Mikroplastik in ausgewählten Kläranlagen des Oldenburgisch- Ostfriesischen.

Mohamed M.A., Jaafar J., Ismail A.F., Othman M.H.D. & Rahman M.A., 2017. *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy*, Membrane Characterization, Elsevier B.V., 3-29.

Murray A., Skene K. & Haynes K., 2017. The Circular Economy: An Interdisciplinary Exploration of the Concept and Application in a Global Context. *J. Bus. Ethics* **140**(3), 369–380.

Nair H.K., Zhai Y., Poss A.J., Singh R.R. & Nalewajek D., 2015. Fluorosurfactants having improved biodegradability.

Napper I.E. & Thompson R.C., 2016. Release of synthetic microplastic plastic fibres from domestic washing machines: Effects of fabric type and washing conditions. *Mar. Pollut. Bull.* **112**(1–2), 39–45.

OVAM, 2017. Identificeren van product(groep)en met kunststofrecyclaat (recycled content) en product(groep)en met potentieel voor het inzetten van kunststofrecyclaat, 0-78.

Pérez-Cid B., Lavilla I. & Bendicho C., 1999. Application of microwave extraction for partitioning of heavy metals in sewage sludge. *Anal. Chim. Acta* **378**(1–3), 201–210.

Pfennig A. & Shariff Z.A., 2017. Phosphorous from Sludge : Extraction Expertise at ULiège.

PlasticsEurope, 2007. The Compelling Facts About Plastics 2006.

PlasticsEurope, 2008. The Compelling Facts About Plastics 2007 (October), zu finden unter [www.plasticseurope.de/informations](http://www.plasticseurope.de/informations).

PlasticsEurope, 2009. The Compelling Facts About Plastics 2009 zu finden unter [www.plasticseurope.de/informations](http://www.plasticseurope.de/informations).

- PlasticsEurope, 2010. Plastics - the facts 2010: An analysis of European plastics production, demand and recovery for 2009. *PlasticsEurope* 1–30.
- PlasticsEurope, 2011. Plastics - the facts 2011: An analysis of European plastics production, demand and waste data. *PlasticsEurope* 1–34.
- PlasticsEurope, 2012. Plastics - the facts 2012: An analysis of European plastics production, demand and waste data. *PlasticsEurope* 1–34.
- PlasticsEurope, 2013. Plastics-The Facts 2013: An analysis of European latest plastics production, demand and waste data. <http://www.plasticseurope.org/Document/plastics-the-facts-2013.aspx> 1–40.
- PlasticsEurope, 2014. Plastics - the facts 2014: An analysis of European plastics production, demand and waste data. *PlasticsEurope* 1–34.
- PlasticsEurope, 2015. Plastics - the facts 2015: An analysis of European plastics production, demand and waste data. *PlasticsEurope* 1–34.
- PlasticsEurope, 2016. Plastics – the Facts 2016. An analysis of European plastics production, demand and waste Data.
- PlasticsEurope, 2017. Plastics – the Facts 2017 An Analysis of European Latest Plastics Production, Demand and Waste Data.
- Pospíšil J. & Nešpůrek S., 1997. Highlights in chemistry and physics of polymer stabilization. *Macromol. Symp.* **115**, 143–163.
- Ragaert K., Delva L. & Van Geem K., 2017. Mechanical and chemical recycling of solid plastic waste. *Waste Manag.* **69**, 24–58.
- Ramadevi M.K. & Manju M.R., 2012. Experimental Investigation on the Properties of Concrete With Plastic PET ( Bottle ) Fibres as Fine Aggregates **2**(6), 42–46.
- Reddy C.S.K., Ghai R., Rashmi & Kalia V.C., 2003. Polyhydroxyalkanoates: An overview. *Bioresour. Technol.* **87**(2), 137–146.
- Région wallonne, 2018a. Plan wallon des déchets-ressources.
- Région wallonne, 2018b. Gestion des boues de stations d'épuration.  
<http://etat.environnement.wallonie.be/contents/indicatorsheets/DECHETS8.html?thematic=b1275a06-3531-44d0-a8d4-42d3d9ddb93c>
- Reza M.S., Quadir M.A. & Haider S.S., 2003. Comparative evaluation of plastic, hydrophobic and hydrophilic polymers as matrices for controlled-release drug delivery. *J. Pharm. Pharm. Sci.* **6**(2), 282–291.
- Rillig M.C., 2012. Microplastic in terrestrial ecosystems and the soil? *Environ. Sci.*

*Technol.* **46**(12), 6453–6454.

Rillig M.C., 2018. Microplastic Disguising As Soil Carbon Storage. *Environ. Sci. Technol.* **52**(11), 6079–6080.

Rochman C.M., Browne M.A., Halpern B.S., Hentschel B.T., Hoh E., Karapanagioti H.K., Rios-Mendoza L.M., Takada H., Teh S. & Thompson R.C., 2013. Classify plastic waste as hazardous. *Nature* **494**(7436), 169–170.

Rustagi N., Pradhan S.K. & Singh R., 2011. Public health impact of plastics : An overview **15**(3), 100–102.

S.M. Al-Salem, Lettieri P. & Baeyens J., 2009. Recycling and recovery routes of plastic solid waste ( PSW ): A review. *Waste Manag.* **29**(10), 2625–2643.

Sadat-shojaei M. & Bakhshandeh G., 2017. Recycling of PVC wastes. *Polym. Degrad. Stab.* **96**(4), 404–415.

Satoh H., Iwamoto Y., Mino T. & Matsuo T., 1998. Activated sludge as a possible source of biodegradable plastic. *Water Sci. Technol.* **38**(2 pt 2), 103–109.

Schymanski D., Goldbeck C., Humpf H.U. & Fürst P., 2018. Analysis of microplastics in water by micro-Raman spectroscopy: Release of plastic particles from different packaging into mineral water. *Water Res.* **129**, 154–162.

Shah A.A., Hasan F., Hameed A. & Ahmed S., 2007. Isolation and characterization of poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) degrading bacteria and purification of PHBV depolymerase from newly isolated *Bacillus* sp. AF3. *Int. Biodegrad. Biodegrad.* **60**(2), 109–115.

Shah A.A., Hasan F., Hameed A. & Ahmed S., 2008. Biological degradation of plastics: A comprehensive review. *Biotechnol. Adv.* **26**(3), 246–265.

Sheng H.P., 2004. Liquid mixture separators.

Shivam P., 2016. Recent Developments on biodegradable polymers and their future trends **4**(1), 17–26.

Silan J., 2009. Les stations d'épuration des eaux résiduaires urbaines, un nouvel objet urbanistique en Wallonie.

Singh B. & Sharma N., 2008. Mechanistic implications of plastic degradation. *Polym. Degrad. Stab.* **93**(3), 561–584.

Song Y.K., Hong S.H., Jang M., Han G.M., Rani M., Lee J. & Shim W.J., 2015. A comparison of microscopic and spectroscopic identification methods for analysis of microplastics in environmental samples. *Mar. Pollut. Bull.* **93**(1–2), 202–209.

- Spinosa L., Ayol A., Baudez J.-C., Canziani R., Jenicek P., Leonard A., Rulkens W., Xu G. & Van Dijk L., 2011. Sustainable and Innovative Solutions for Sewage Sludge Management. *Water* **3**(4), 702–717.
- Subramanian Senthilkannan Muthu (Ed.), 2017. *Textiles and Clothing Sustainability Recycled and Upcycled Textiles and Fashion*, Springer.
- Suh Y.J. & Rousseaux P., 2002. An LCA of alternative wastewater sludge treatment scenarios. *Resour. Conserv. Recycl.* **35**(3), 191–200.
- Sulyman M., Haponiuk J. & Formela K., 2016. Utilization of Recycled Polyethylene Terephthalate ( PET ) in Engineering Materials : A Review **7**(2).
- Syntech Fibres, 2013. Properties of Polypropylene Fibres.  
<http://syntechfibres.com/polypropylene/properties-of-polypropylene-fibres/>
- Talvitie J., Mikola A., Koistinen A. & Setälä O., 2017. Solutions to microplastic pollution – Removal of microplastics from wastewater effluent with advanced wastewater treatment technologies. *Water Res.* **123**, 401–407.
- Techniques de l'ingénieur, 2017a. *Spectrométries*.
- Techniques de l'ingénieur, 2017b. Chimie verte et nouvelle gestion des déchets.
- Themelis N.J. & Ulloa P.A., 2007. Methane generation in landfills. *Renew. Energy* **32**(7), 1243–1257.
- Thompson R.C. & Swan, Shanna H Moore, Charles J Saal F.S., 2009. Our plastic age 1973–1976.
- Tyagi V.K. & Lo S.L., 2013. Sludge: A waste or renewable source for energy and resources recovery? *Renew. Sustain. Energy Rev.* **25**(71), 708–728.
- Usha R., Sangeetha T. & Palaniswamy M., 2011. Screening of Polyethylene Degrading Microorganisms from Garbage Soil. *Libyan Agric. Res. Cent. J. Int.* **2**(4), 200–2004.
- Valbiom, 2010. Les produits biobasés : un marché porteur pour la Région wallonne. *Culture* (2007), 1–4.
- Van Cauwenbergh L., Claessens M., Vandegehuchte M.B. & Janssen C.R., 2015. Microplastics are taken up by mussels (*Mytilus edulis*) and lugworms (*Arenicola marina*) living in natural habitats. *Environ. Pollut.* **199**, 10–17.
- Van Cauwenbergh L., Van Echelpoel W., De Gussem K., De Gueldre G., Vandegehuchte M. & R. Janssen C., 2015. Unraveling the sources of marine microplastics, your daily contribution?
- Van Cauwenbergh L., Vanreusel A., Mees J. & Janssen C.R., 2013. Microplastic pollution in deep-sea sediments. *Environ. Pollut.* **182**, 495–499.

Vandeuren A., Pereira B. & Sonnet P., 2014. Cartographie de l' aptitude des sols à recevoir l ' épandage de boues de STEP selon les normes (July 2015).

Wallonie agriculture SPW, 2018. L'agriculture wallonne en chiffres.

Welle F., 2011. Resources , Conservation and Recycling Twenty years of PET bottle to bottle recycling — An overview. *"Resources, Conserv. Recycl.* **55**(11), 865–875.

Wertz J.-L., 2016. Polymères biobasés : amidon, PLA, PHA, PE et PET, 1-54.

Wright S.L., Thompson R.C. & Galloway T.S., 2013. The physical impacts of microplastics on marine organisms: A review. *Environ. Pollut.* **178**, 483–492.

Xu C., Chen W. & Hong J., 2014. Life-cycle environmental and economic assessment of sewage sludge treatment in China. *J. Clean. Prod.* **67**, 79–87.

Yoshida S., Hiraga K., Takanaha T., Taniguchi I., Yamaji H., Maeda Y., Toyohara K., Miyamoto K., Kimura Y. & Oda K., 2016. A bacterium that degrades and assimilates poly(ethyleneterephthalate). *Science (80-)*. **351**(6278), 1196–1199.

Yu L. & Chen L., 2009. Polymeric Materials from Renewable Resources. *Biodegrad. Polym. Blends Compos. from Renew. Resour.* 1–15.

Ziajahromi S., Neale P.A., Rintoul L. & Leusch F.D.L., 2017. Wastewater treatment plants as a pathway for microplastics: Development of a new approach to sample wastewater-based microplastics. *Water Res.* **112**, 93–99.

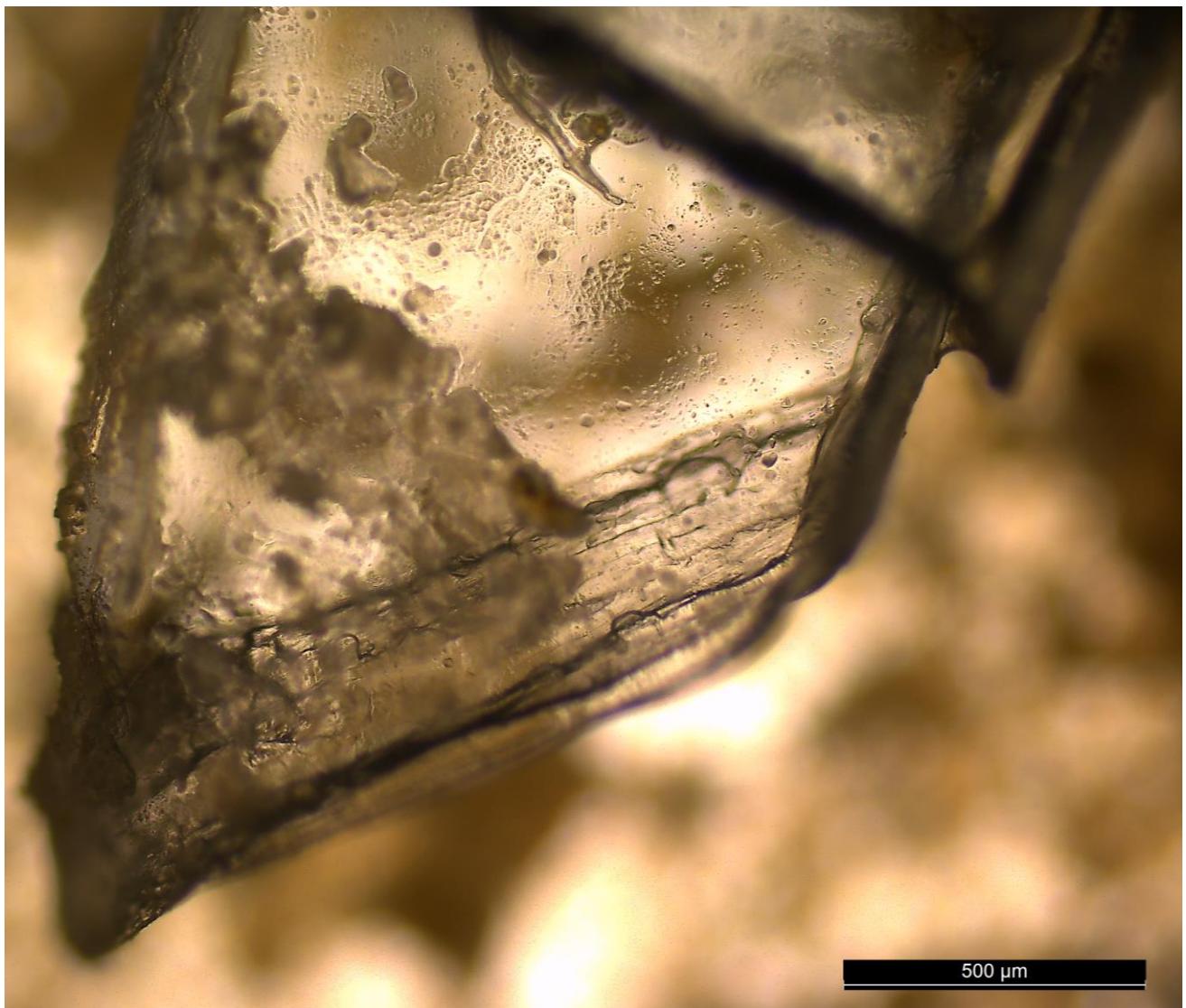
## 9. Annexes

### 9.1. Annexe 1 : Photographies complémentaires

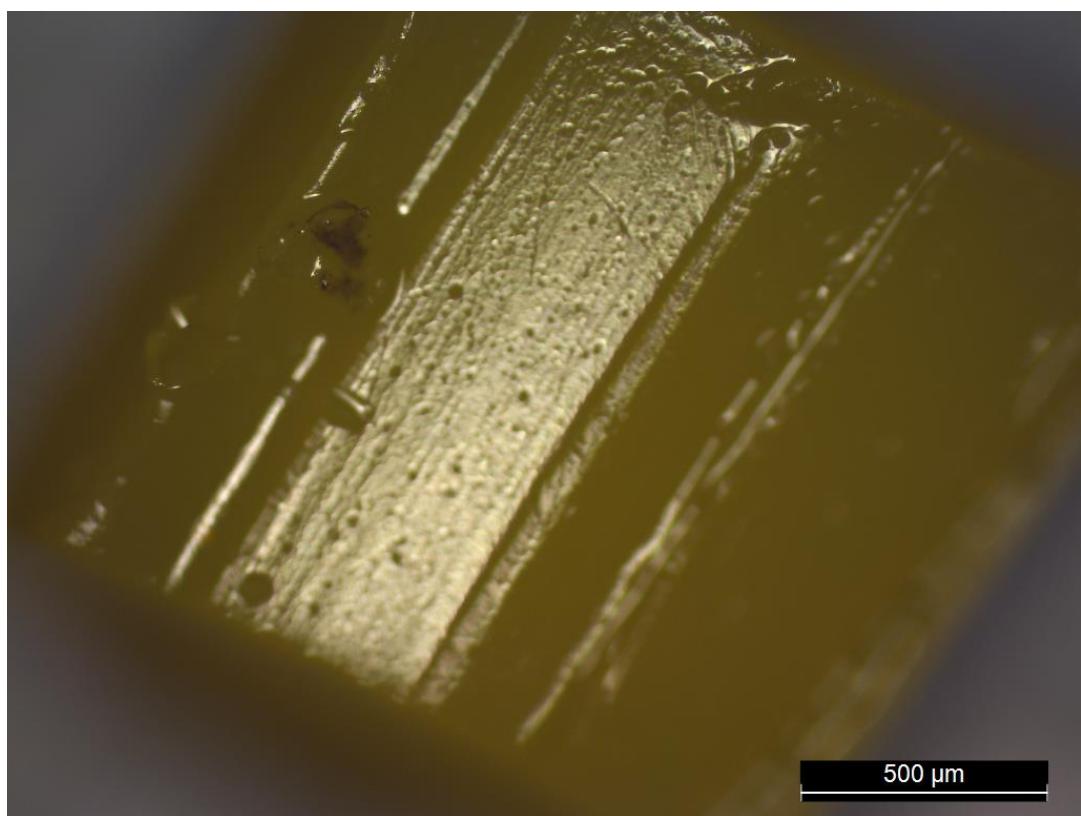
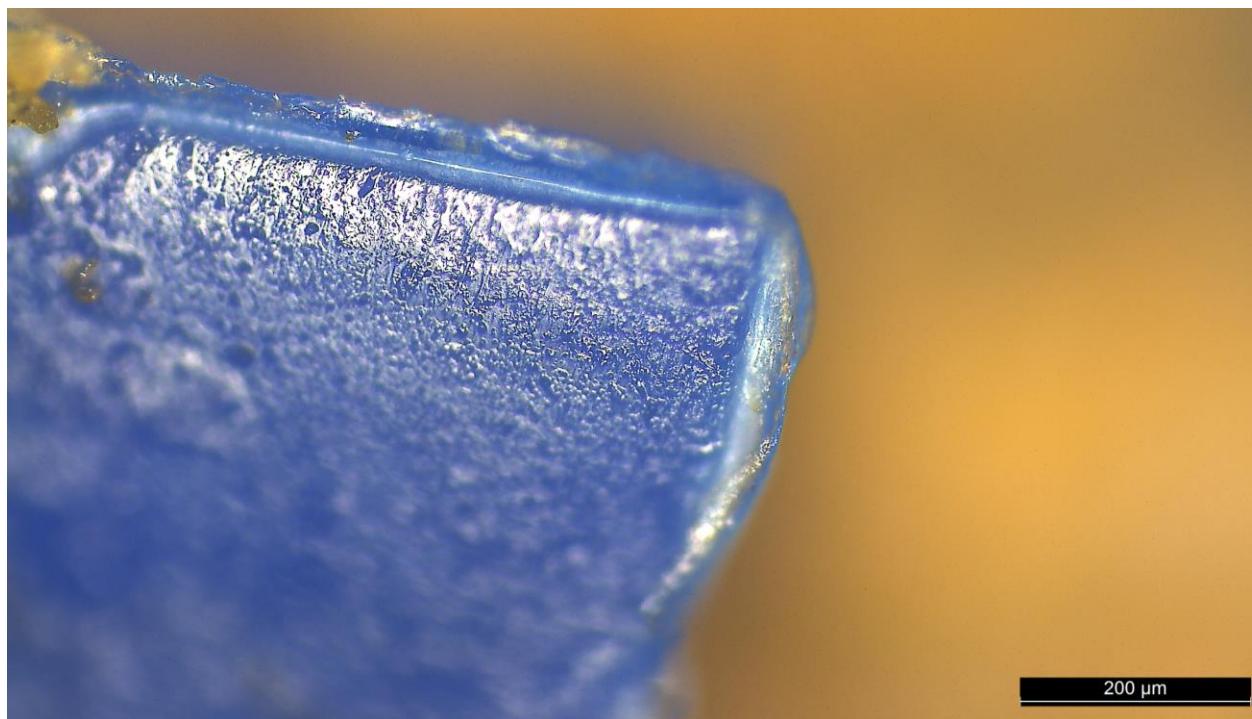
Cet annexe comprend d'autres photographies des fibres, d'autres particules étant moins vraisemblablement du plastique ou étant proches de celles présentées dans ce paragraphe ainsi que les photographies des différents témoins ajoutés.

#### 9.1.1. *Les témoins*

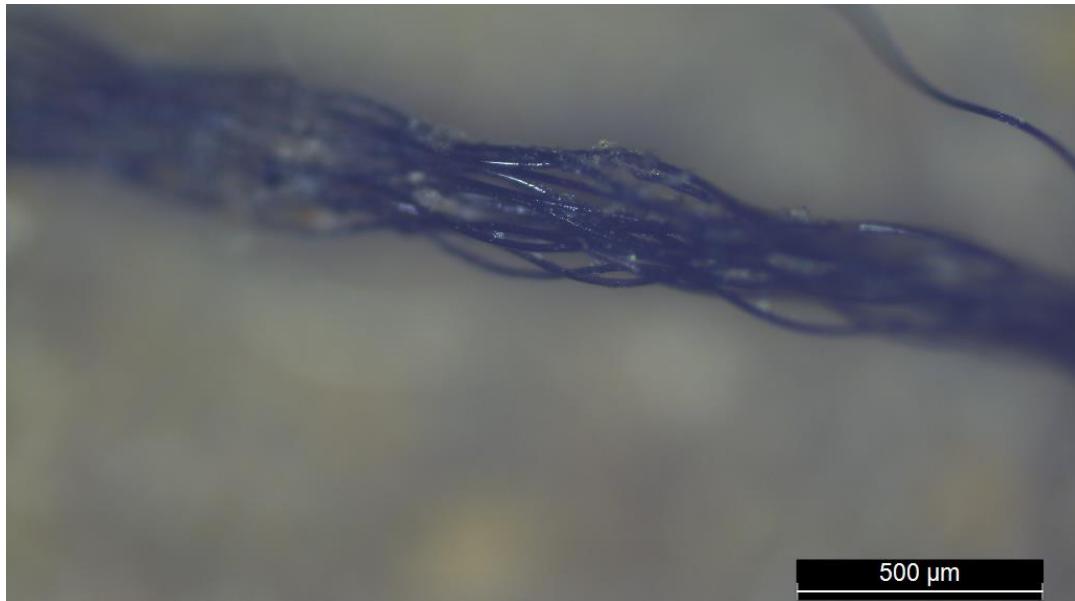
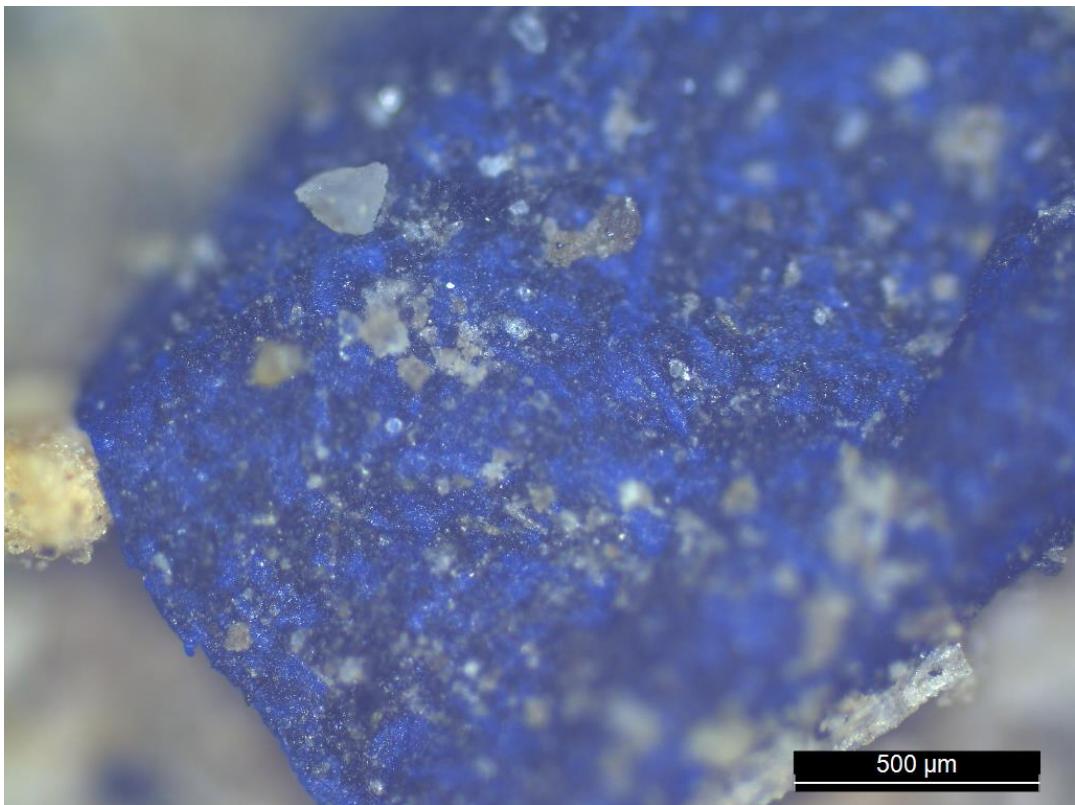
##### 8.1.1.1 *Le témoin PET*



#### 8.1.1.2 Les témoins PE

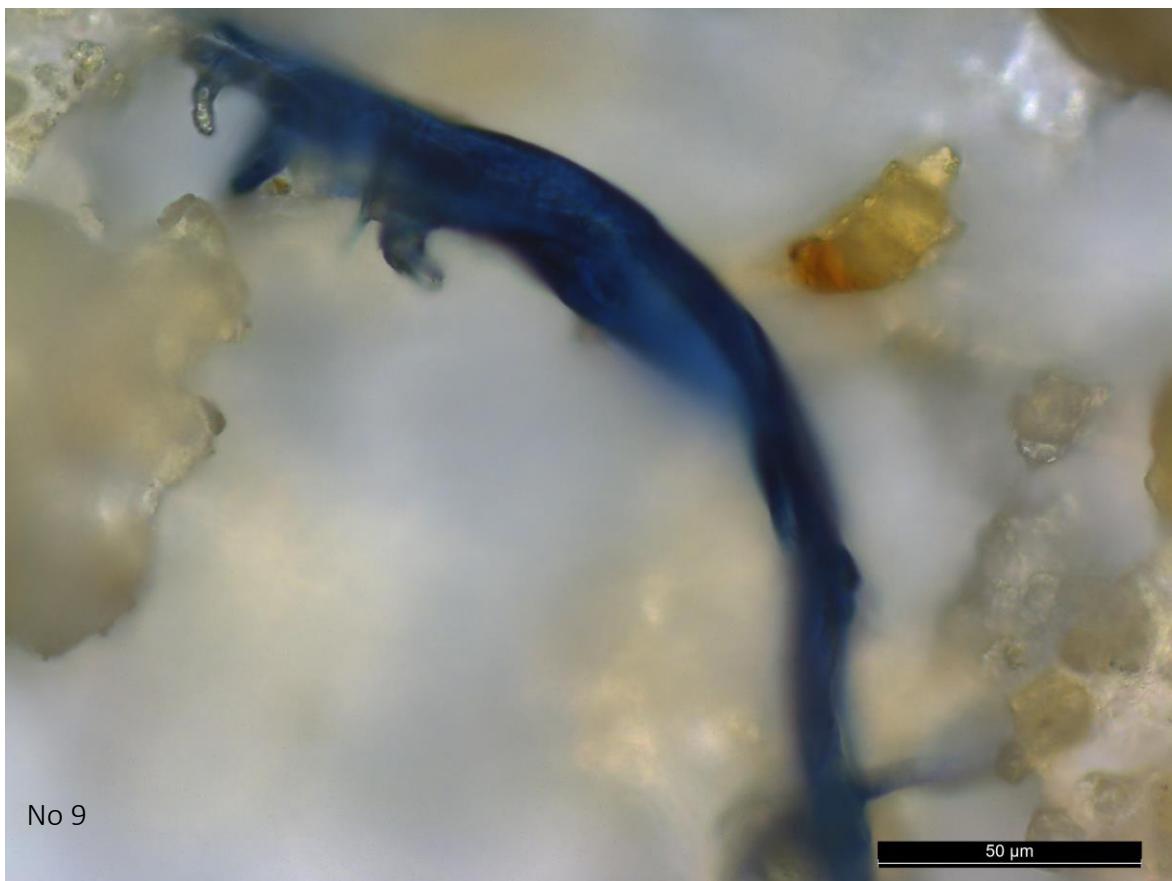


*8.1.1.2 Les témoins en vêtements faits de plastiques synthétiques (cuir puis doudoune)*



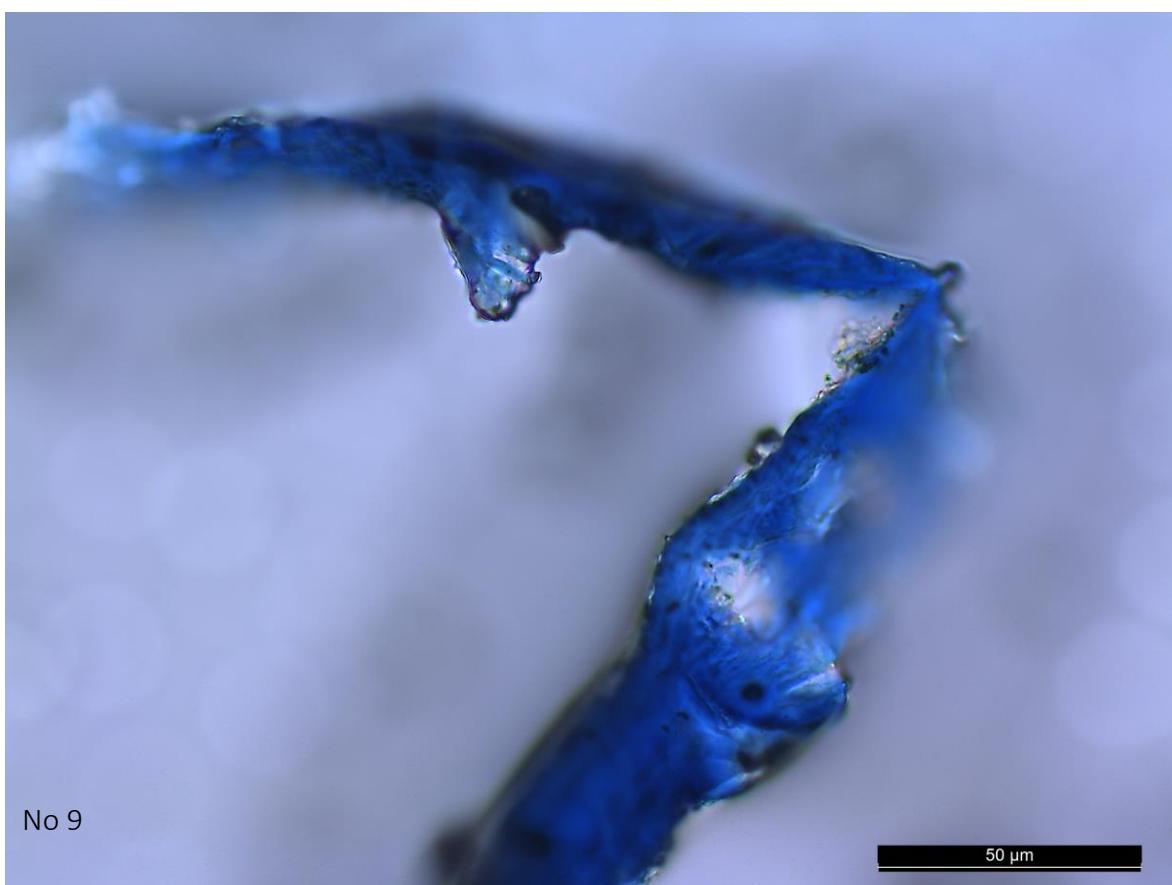
### 9.1.2. *Les fibres*





No 9

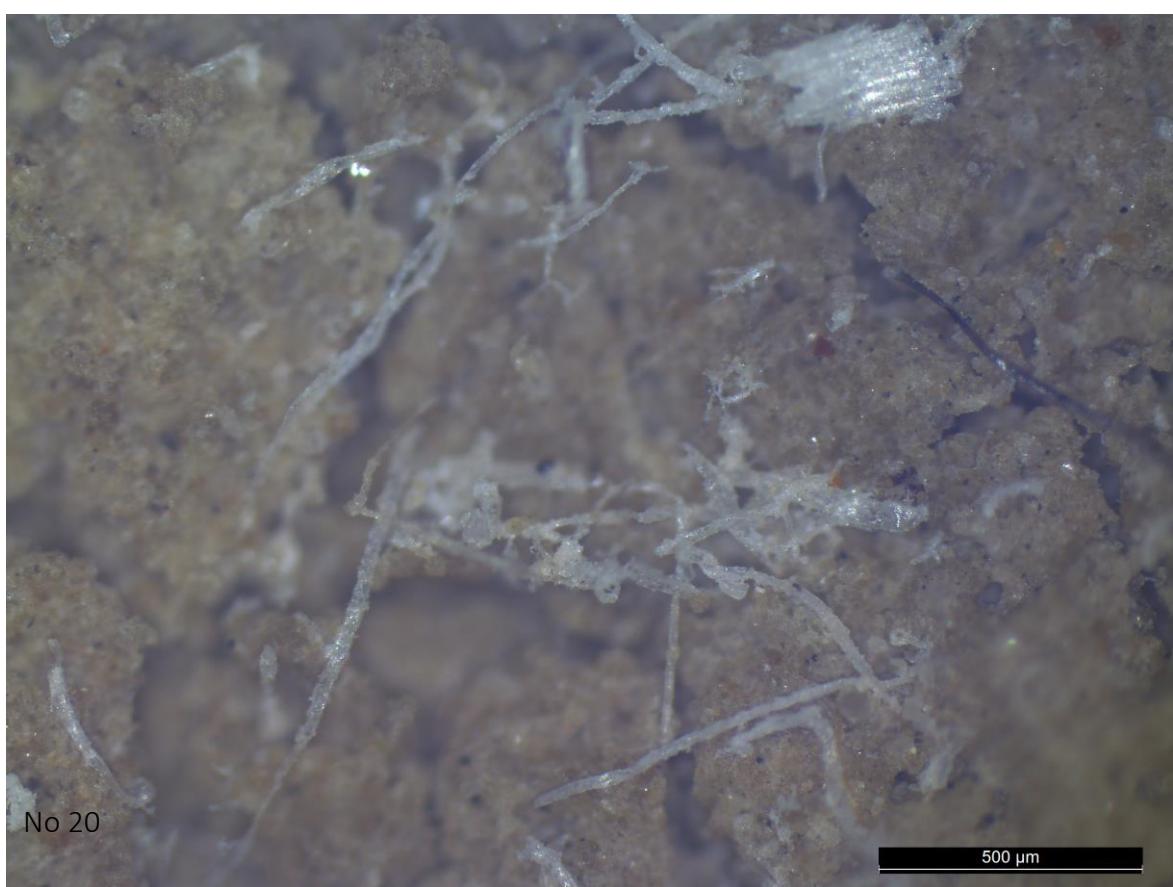
50 µm



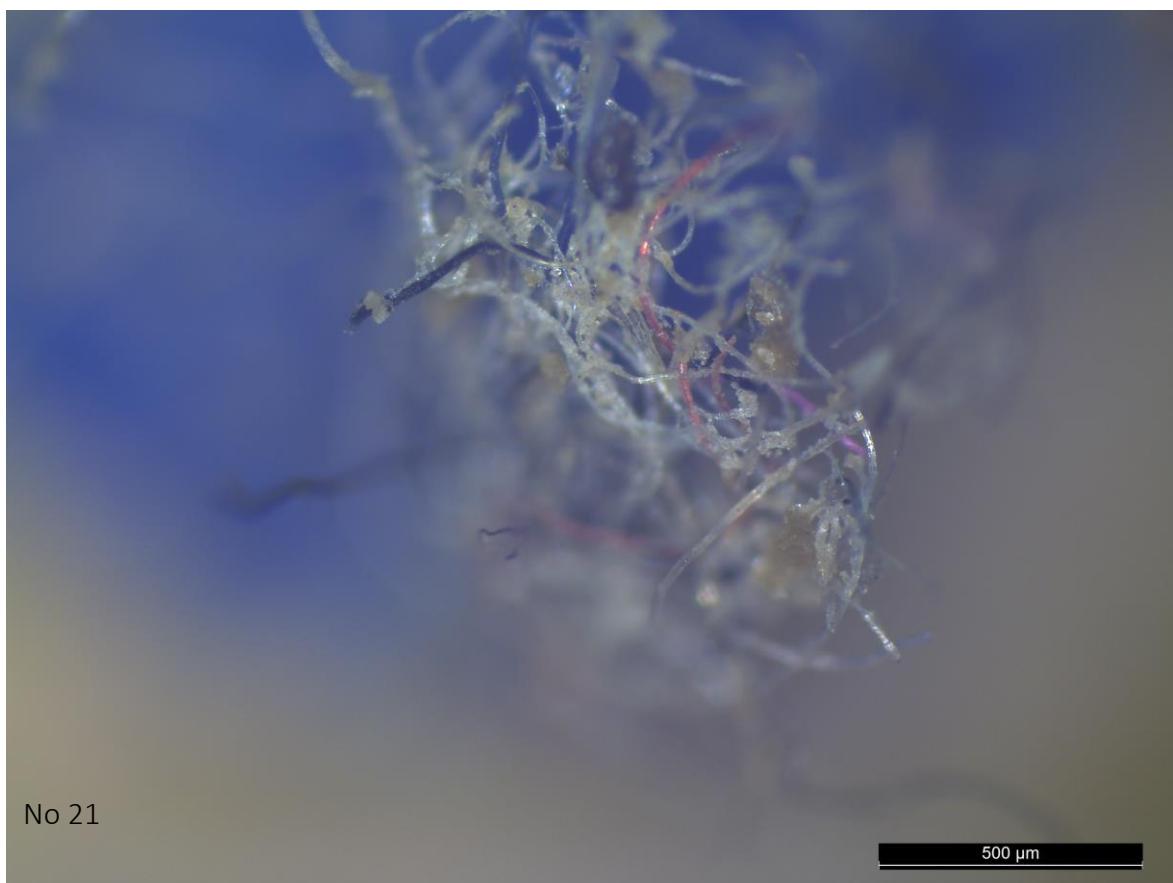
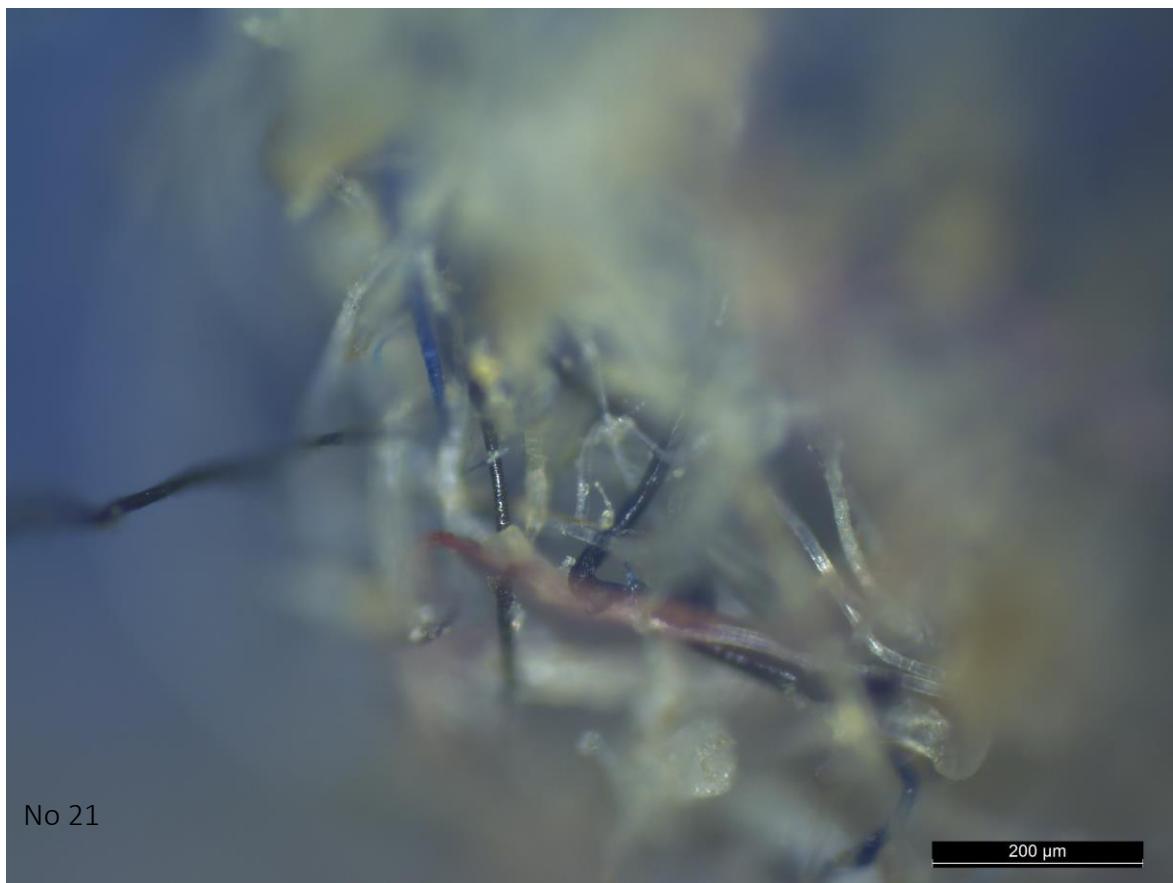
No 9

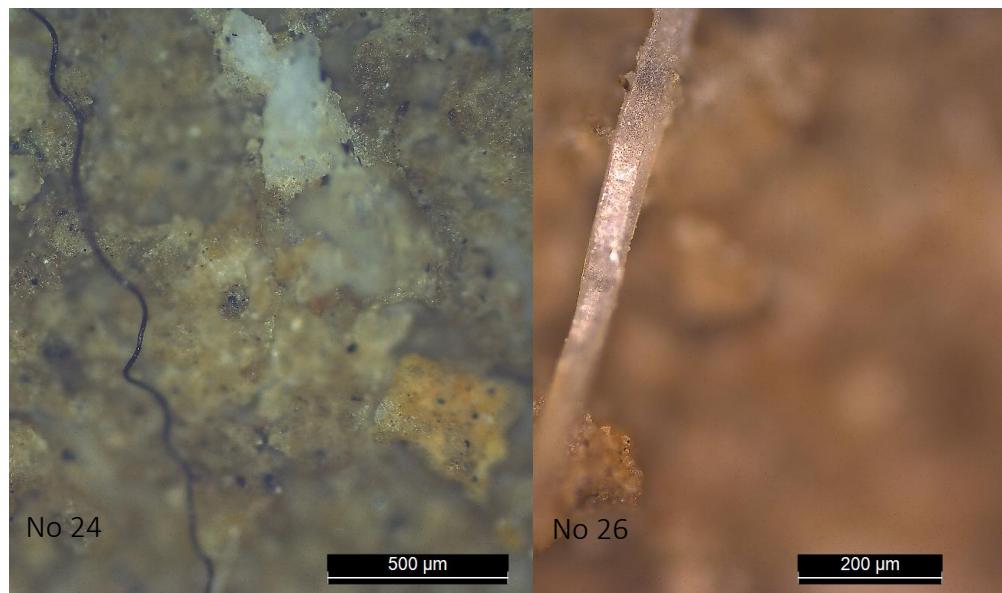
50 µm

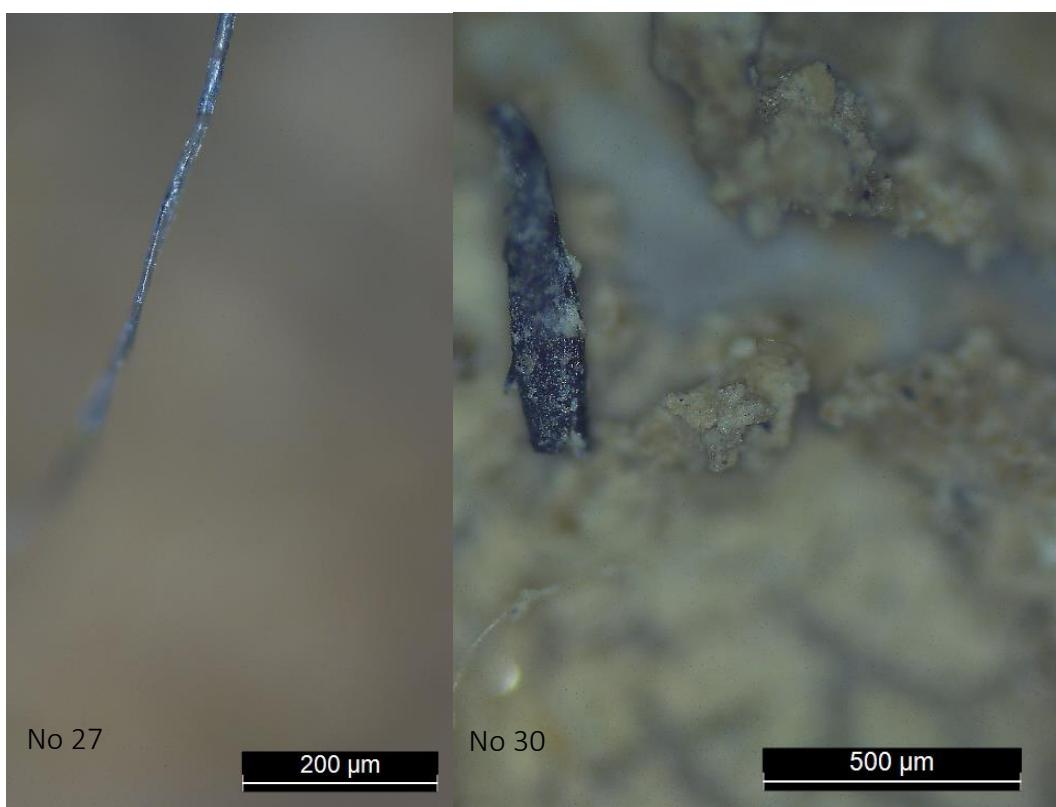
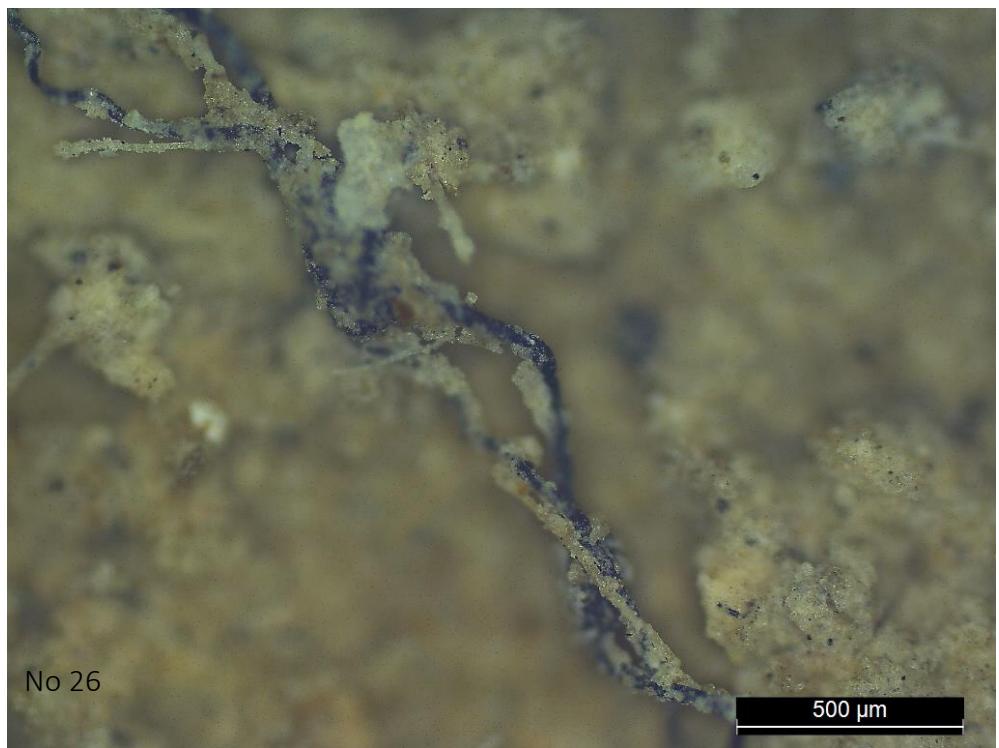


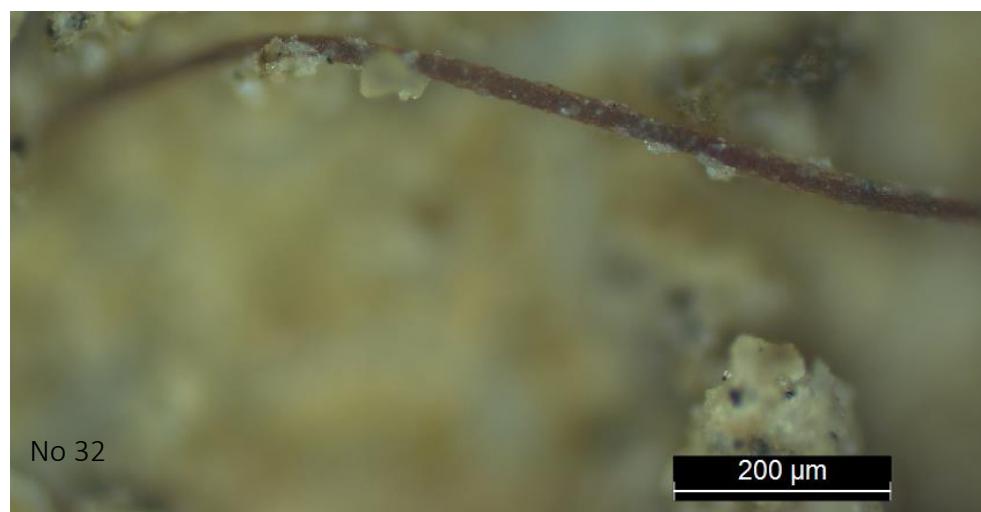
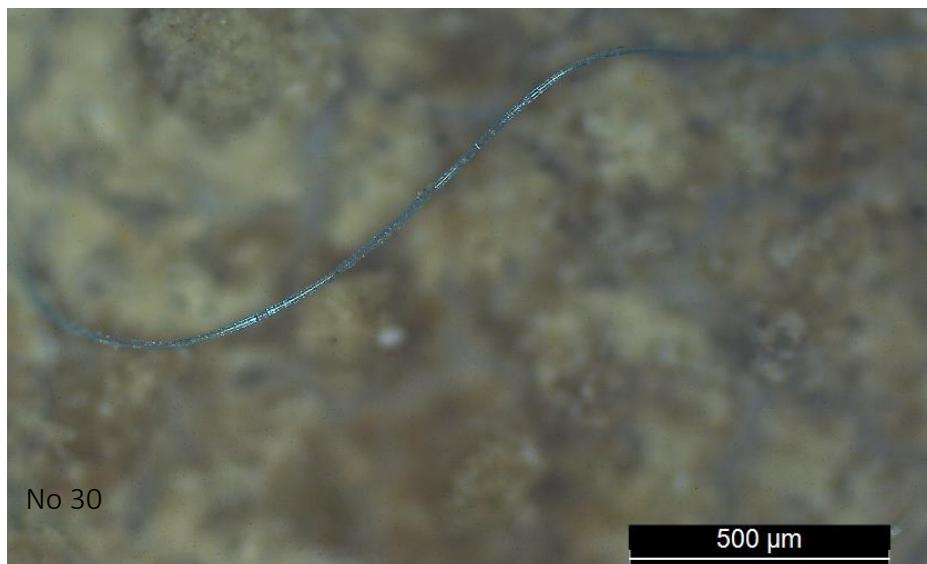


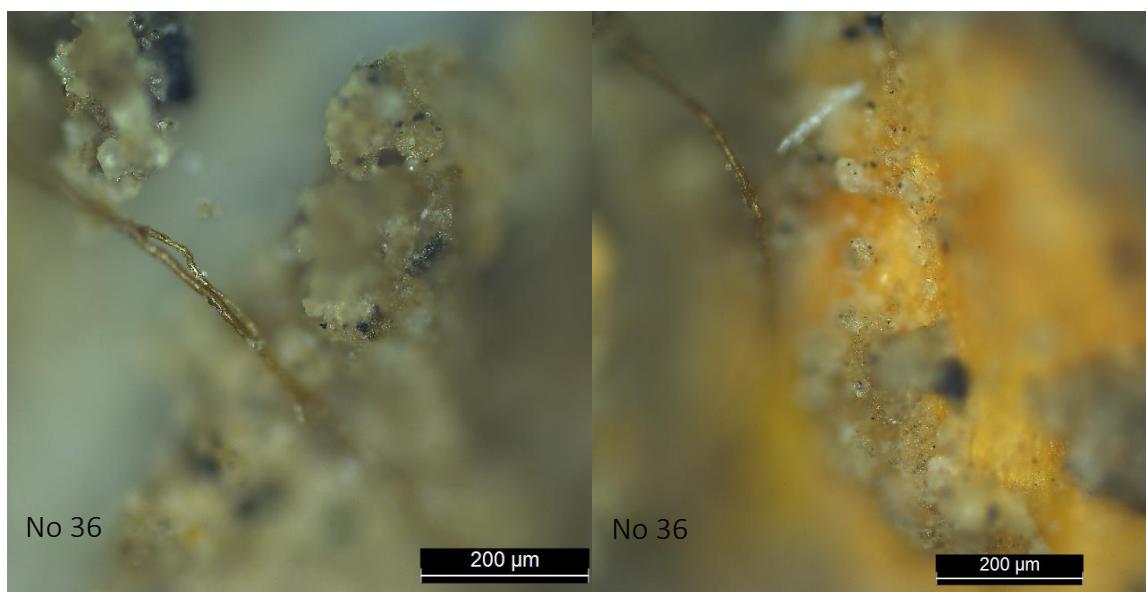
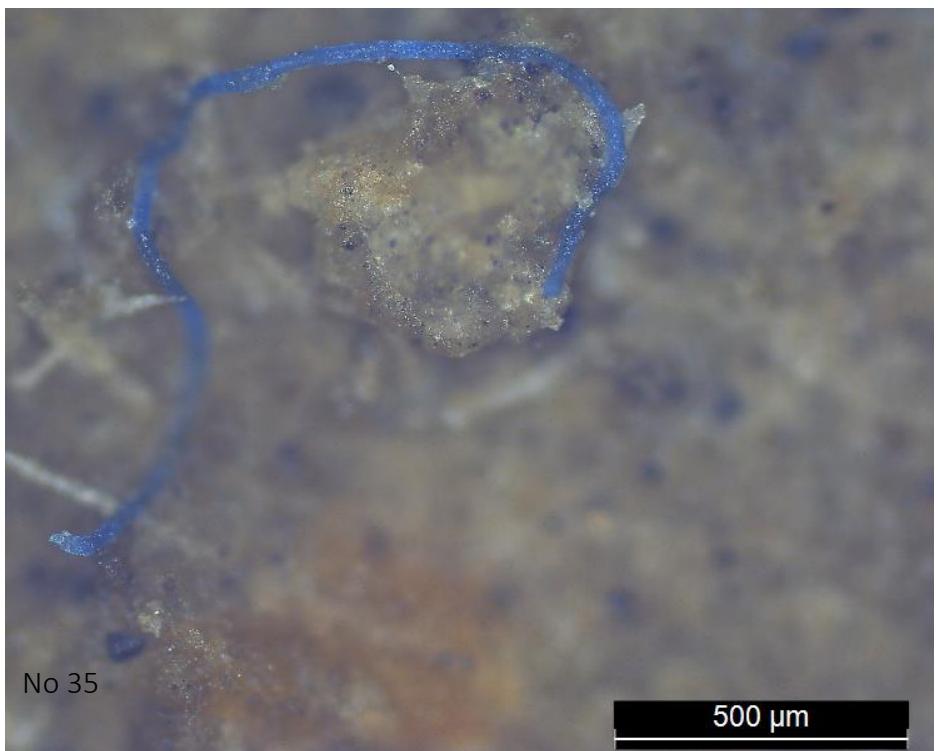


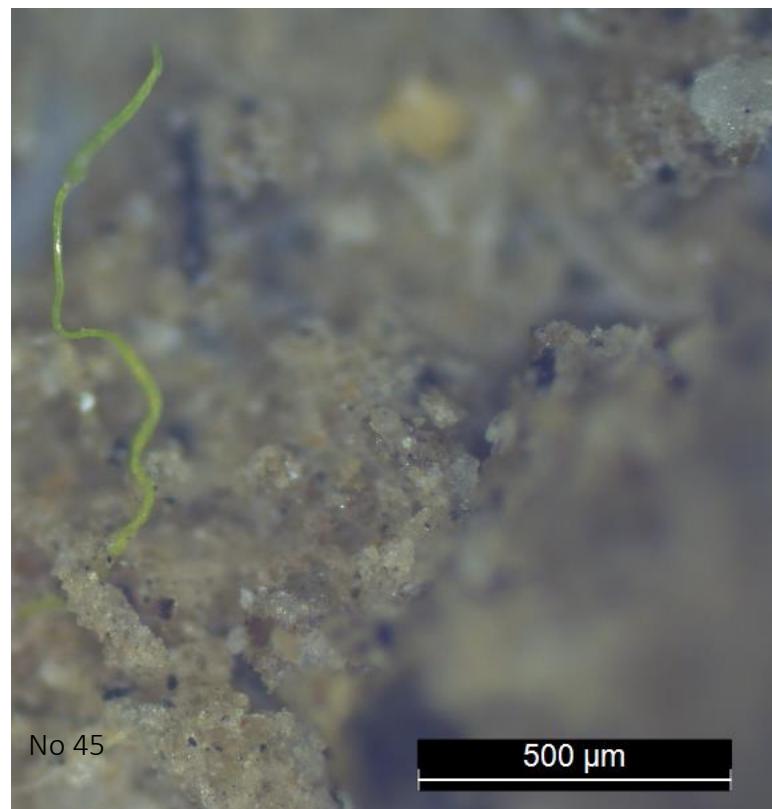












### 9.1.3. *Les autres*

