

MICROPLASTIQUES DANS LES EAUX DE SURFACE CONTINENTALES

**Azziz ASSOUMANI
Marie-Pierre STRUB
Sophie LARDY-FONTAN
Enrica ALASONATI
François GALGANI**

Octobre 2020

En partenariat avec



Avec le soutien de :
**AGENCE FRANÇAISE
POUR LA BIODIVERSITÉ**
ÉTABLISSEMENT PUBLIC DE L'ÉTAT



Contexte de programmation et de réalisation

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2019 (convention AFB-INERIS) au titre de l'action FG « Nouveaux outils et connaissances pour optimiser les stratégies de surveillance ».

Auteurs

Azziz ASSOUMANI
INERIS

azziz.assoumani@ineris.fr

Marie-Pierre STRUB
INERIS

marie-pierre.strub@ineris.fr

Sophie LARDY-FONTAN
LNE

sophie.lardy-fontan@lne.fr

Enrica ALASONATI
LNE

enrica.alasonati@lne.fr

François GALGANI
Ifremer

francois.galgani@ifremer.fr

Vérification du document

Marina COQUERY (INRAE)

Approbation : Document approuvé le 16/03/2021 par DURIF MARC

Contact principal

Azziz ASSOUMANI (azziz.assoumani@ineris.fr)

Les correspondants

OFB : Pierre-François STAUB, pierre-francois.staub@ofb.gouv.fr

Référence du document : Azziz Assoumani, Marie-Pierre Strub, Sophie Lardy-Fontan, Enrica Alasonati, François Galgani - Microplastiques dans les eaux de surface continentales - Rapport AQUAREF 2019 - 63 p.

Droits d'usage :	<i>Accès libre</i>
Couverture géographique :	<i>National</i>
Niveau géographique :	<i>National</i>
Niveau de lecture :	<i>Experts</i>
Nature de la ressource :	<i>Document</i>

1. CONTEXTE GLOBAL ET OBJECTIFS DE LA VEILLE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE	9
1.1 Les plastiques et microplastiques	9
1.2 Contexte international	10
1.3 Contexte européen	11
1.3.1 Stratégie de l'Union Européenne sur les matières plastiques	11
1.3.2 Mesures spécifiques aux déchets et aux substances / produits	11
1.3.3 Mesures de protection des milieux aquatiques	13
1.3.4 Cas particuliers des eaux de boissons	14
1.4 Contexte français	14
1.5 Objectif de la veille scientifique et technique	15
2. ETAT DES CONNAISSANCES SUR L'OCCURENCE DES MICROPLASTIQUES DANS LES EAUX DE SURFACE CONTINENTALES	16
2.1 Qu'est-ce qu'un microplastique	17
2.2 Origine et transfert des microplastiques	18
2.2.1 Origine des microplastiques	18
2.2.2 Voies de transferts vers les milieux aquatiques	21
2.3 Occurrence et devenir dans les matrices eau, sédiments et biote	22
2.3.1 Matrice Eau	22
2.3.2 Sédiment	24
2.3.3 Biote	25
2.4 Effets écotoxicologiques	26
2.4.1 Devenir des microplastiques ingérés	26
2.4.2 Effets néfastes et détermination de valeurs seuil	27
2.5 Risques associés à la présence des microplastiques dans les eaux de surface continentales	27
2.5.2 Risque écotoxicologique	27
2.5.3 Vectorisation de substances chimiques	28
2.5.4 Vecteur d'espèces biologiques	29
3. METHODES D'ECHANTILLONNAGE EN EAUX DE SURFACE CONTINENTALES ET TECHNIQUES DE CARACTERISATION	31
3.1 Mesure des microplastiques dans l'eau	31
3.1.1 Définition des mesurandes	31
3.1.2 Impact des techniques de prélèvement sur le mesurande	32
3.1.3 Rendu des résultats	32
3.2 Apports méthodologiques provenant du milieu marin	32
3.3 Echantillonnage dans les eaux de surface en milieu continental	33
3.3.1 Méthodes d'échantillonnage	33
3.3.2 Comparabilité et représentativité des mesures en lien avec l'échantillonnage	35
3.4 Préparation des échantillons	36

3.4.1	Digestion de la matrice organique	36
3.4.2	Préconcentration	36
3.4.3	Techniques de séparation	38
3.5	Caractérisation de la taille et de la forme et méthodes d'identification	40
3.6	Enseignements de la surveillance des microplastiques en milieu marin pour construire une surveillance des eaux de surface continentales.....	43
3.7	Harmonisation des pratiques d'échantillonnage et d'analyse	44
3.7.1	Assurance qualité (échantillonnage et analyse).....	44
3.7.2	Normalisation.....	46
4.	ROLE D'AQUAREF DANS LA MISE EN PLACE D'UNE SURVEILLANCE MICROPLASTIQUES DANS LES MILIEUX AQUATIQUES CONTINENTAUX.	47
5.	CONCLUSION	49
6.	BIBLIOGRAPHIE.....	51

RESUME

Ce document présente une veille scientifique et technique sur les microplastiques dans les milieux aquatiques continentaux (eaux superficielles) sur le plan de leur occurrence, des techniques d'échantillonnage et de caractérisation, et identifie les besoins techniques et méthodologiques en vue de leur surveillance. L'une des propriétés à la source de l'essor des plastiques, leur très grande durabilité, est aussi à l'origine d'une pollution environnementale croissante et visible. Ces dernières années, la présence des microplastiques dans l'environnement suscite un intérêt grandissant auprès de la communauté scientifique, du grand public et des pouvoirs publics. Il s'agit de particules de taille inférieure à 5 mm résultant de la dislocation de déchets, de l'usure de produits contenant des polymères, ou d'origine intentionnelle dans des produits manufacturés ou comme matériau. Dans le milieu marin, les études et les données qui en résultent sont les plus anciennes et les plus nombreuses. Des protocoles standards d'échantillonnage sont disponibles pour la mise en œuvre de la surveillance des microplastiques dans les milieux marins et littoraux. Les études de la contamination des eaux de surface continentales (matrices eaux, sédiment et biote) sont plus récentes, plus rares et relèvent de la Recherche et Développement. Le manque de méthodes d'échantillonnage et de caractérisation harmonisées constitue un verrou majeur à l'évaluation robuste de l'exposition et du danger des microplastiques. Des méthodes de caractérisation sont en cours de normalisation aux échelles nationale et internationale, ce qui contribue à répondre à ce besoin d'harmonisation des pratiques.

Dans le cadre de la mise en place d'une surveillance des microplastiques dans les eaux de surface continentales, un premier panorama des propositions d'actions possibles d'AQUAREF en appui aux pouvoirs publics est également présenté dans ce rapport. Dans un premier temps, il sera nécessaire de :

- développer un système normalisé de classification et de quantification des microplastiques, et
- définir des objectifs opérationnels de surveillance en lien avec les besoins et la stratégie de mise en œuvre qui en découle.

Mots clés (thématique et géographique) :

Microplastiques, eaux de surface continentales, occurrence, échantillonnage, caractérisation, surveillance

ABSTRACT

This document presents a scientific and technical review on microplastics in continental surface waters regarding their occurrence, the sampling and characterization techniques, and identifies the technical and methodological needs for their monitoring. One of the properties behind the rise of plastics, their very high durability, is also the source of growing and visible environmental pollution. In the recent years, the presence of microplastics (particles smaller than 5 mm resulting from the dislocation of waste, wear of products containing polymers, or of intentional origin in manufactured products or as a material) in the environment arouses growing interest among the scientific community, the general public and public authorities. In the marine environment, the studies and the resulting data are the oldest and most numerous. Standard sampling protocols are available for the implementation of marine and coastal environment monitoring. Studies of the contamination of continental surface water (water, sediment and biota matrices) are more recent, rarer and fall within the scope of Research and Development. A major obstacle to the robust assessment of exposure and hazard of microplastics is the lack of harmonized sampling and characterization methods. Characterization methods are being standardized nationally and internationally, which helps meet this need for harmonization of practices.

As part of the implementation of microplastics monitoring in continental surface waters, a first overview of AQUAREF's possible support actions was presented. First, it will be necessary to:

- develop a standardized system for classifying and quantifying microplastics, and
- define operational monitoring objectives in line with the needs and the resulting implementation strategy.

Key words (thematic and geographical area):

Microplastics, continental surface waters, occurrence, sampling, characterization, monitoring

ABREVIATIONS

CIMER :	Comité interministériel de la mer
DALI :	Data Litter – Base de données relative au suivi des déchets marins
DCE :	Directive-cadre sur l'eau
DCSMM :	Directive-cadre sur la stratégie pour le milieu marin
DEI :	Directive sur les émissions industrielles
ECHA :	European Chemical Agency
EMODnet :	European Marine Observation and Data Network
ESC :	Eaux superficielles continentales
GESAMP :	Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection
IUCN :	International Union for Conservation of Nature
LDPE :	Low Density Polyethylene
MARPOL :	Marine Pollution
MES :	Matières en suspension
OCDE :	Organisation de coopération et de développement économiques
OMC :	Organisation mondiale du commerce
OMI :	Organisation maritime internationale
OSPAR :	Convention pour la protection du milieu marin de l'Atlantique du Nord-Est (« Oslo-Paris »)
PA :	Polyamide
PE :	Polyéthylène
PET :	Polyéthylène téréphtalate
PMMA :	Polyméthylméthacrylate
PNEC :	Predicted No Effect Concentration
POP :	Polluants organiques persistants
PP :	Polypropylène
PS :	Polystyrène
PS-E :	Polystyrène expansé
PTFE :	Polytétrafluoroéthylène
PU :	Polyuréthane
PVC :	Polychlorure de vinyle
RAC :	Committee of Risk Assessment
REACH :	Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals
SAM :	The Scientific Advice Mechanism Unit of the European Commission
SAPEA :	Science Advice for Policy by European Academies
STEU :	Station de traitement des eaux usées
UE :	Union européenne
UNCLOS :	United Nations Convention on the Law of the Sea
UNEP :	United Nations Environment Programme
Watch List :	Liste de vigilance
WFD-CIS :	Water Framework Directive Common Implementation Strategy

1. CONTEXTE GLOBAL ET OBJECTIFS DE LA VEILLE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE

1.1 LES PLASTIQUES ET MICROPLASTIQUES

Leurs propriétés multiples ont permis aux plastiques de conquérir le domaine domestique tout comme le domaine industriel. Parmi ces nombreuses propriétés, les principales sont la résistance (mécanique, thermique), la légèreté, la souplesse des formes (rigide, semi-rigide, souple), l'imperméabilité, la coloration aisée des matériaux et le faible coût de production. Selon leur domaine d'application, les polymères qui constituent les plastiques peuvent être séparés en trois catégories : les polymères de grande diffusion, les polymères techniques et les polymères spéciaux (Fontanille et Gnanou, 2014; Reyne, 1998). Les polymères de grande diffusion, également appelés polymères de commodité, regroupent le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polychlorure de vinyle (PVC), le polystyrène (PS) et le polystyrène expansé (PS-E), le polyéthylène téréphtalate (PET) et le polyuréthane (PUR). Ces six polymères (désignés plus communément « Big Six ») représentent 81 % de la demande totale de plastiques en Europe (PlasticsEurope, 2019).

La production mondiale de plastique a atteint 359 millions de tonnes en 2018 (PlasticsEurope, 2019). Cette valeur comprend une grande partie des matières plastiques (thermoplastiques dont les Big Six, thermodurcissables dont polyuréthanes, adhésifs et revêtements), mais pas les fibres (notamment les fibres polyacryliques et les polyamides). Le polyéthylène, qui est principalement utilisé dans les emballages, les jouets et le bâtiment, représente environ 30 % de la production. Les polymères les plus utilisés sont ensuite le polypropylène (packaging, automobile, billets de banque, etc.), le PVC (bâtiment...) et le polystyrène (emballages, montures de lunettes, et isolant thermique dans le bâtiment dans sa forme expansée). Ensemble, les quatre polymères cités représentent 66 % de la production ("PlasticsEurope," 2019). Au cours des quatre dernières années, l'augmentation de la production mondiale de plastique a été estimée à environ 3,7 % par an. Les principaux producteurs de matières plastiques (thermoplastiques et polyuréthane) sont la Chine, l'Amérique du Nord et l'Union européenne, contribuant respectivement à 30 %, 18 % et 17 % de la production totale (PlasticsEurope, 2019). En Europe, la demande totale en plastique (51,2 millions de tonnes) est dominée par six pays (69,6 % de la demande) : l'Allemagne (24,6 %), l'Italie (14,3 %), la France (9,6 %), l'Espagne (7,7 %), le Royaume-Uni et la Pologne (6,3 %). On estime que d'ici 2025, la demande en plastique doublera les niveaux actuels de production et qu'en 2050, la demande dépassera trois fois les niveaux actuels (World Economics Forum, 2016).

L'une des propriétés à la source de l'essor des plastiques, leur très grande durabilité, est aussi à l'origine d'une pollution environnementale croissante et visible car les déchets plastiques s'accumulent dans les eaux et sur les sols sans être dégradés. L'émergence d'études portant sur les microplastiques a fait voler en éclats le concept de la « pollution visuelle » des plastiques, car elles tendent à démontrer que ces particules de plastiques de moins de 5 mm – donc peu voire non visibles – sont présentes dans tous les compartiments de l'environnement, particulièrement dans les sols, les sédiments et les eaux, profondes et superficielles, marines (jusqu'à la zone arctique) et continentales. Les données quantitatives portant sur ces particules sont d'autant plus préoccupantes qu'elles peuvent être absorbées par les organismes (INERIS, 2014) et s'accumuler dans la chaîne alimentaire ; mais elles sont encore rares et peu conclusives parce que les études sont récentes, et les protocoles de mesure non harmonisés.

L'origine des microplastiques est généralement connue et triple :

- Ils peuvent résulter de l'usure de produits comportant des polymères durant leur phase d'usage, notamment les textiles synthétiques au cours de leurs lavages ou certaines peintures, les morceaux de filets de pêche dégradés, les films agricoles soumis aux intempéries ;
- Ils peuvent avoir une origine intentionnelle, soit comme matériau servant à produire des objets en plastique de plus grandes dimensions (granulés de plastiques), soit comme composants de produits de consommation ; leur usage comme agents exfoliants dans les cosmétiques est le plus connu, mais ils trouvent également un usage dans l'abrasion industrielle, en agriculture pour la vectorisation progressive de fertilisants, etc.

Dans ces deux premiers cas, on parlera de **microplastiques primaires**.

- Ils peuvent enfin être le fruit de la dislocation, en fragments de plus en plus petits de déchets plastiques échoués dans l'environnement, notamment en milieu marin, sous l'action de l'érosion, de la photodégradation ou d'une attaque biologique (Andrady, 2011; Browne, 2015).

Dans ce cas, on parlera de **microplastiques secondaires**.

Cette distinction favorise l'identification de certaines sources de microplastiques, permettant de pouvoir agir en amont en vue d'une réduction de leur présence dans l'environnement (Frère, 2017).

Des contraintes réglementaires apparaissent maintenant, notamment en France, mais aussi en Europe (restriction Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH) (CE, 2006) en cours d'instruction) et ailleurs dans le monde (cf. paragraphe 1.2) pour tenter de réduire les émissions de microplastiques dans l'environnement. Portant à l'origine systématiquement sur les microplastiques « intentionnels », pour des raisons opérationnelles évidentes (possible d'en définir précisément la source), elles commencent à s'étendre aux microplastiques résultant de l'usure en service des objets, par exemple les fibres libérées au cours du lavage des étoffes synthétiques.

1.2 CONTEXTE INTERNATIONAL

Plusieurs accords internationaux traitant de la pollution marine et terrestre incluent les plastiques dans leurs plans d'actions. C'est le cas de :

- la Convention des Nations Unies sur le droit de la mer (UNCLOS),
- la Convention de Londres sur la prévention de la pollution des mers résultant de l'immersion de déchets et autres matières,
- la Convention internationale pour la prévention de la pollution par les navires (MARPOL),
- la Convention de Stockholm sur les polluants organiques persistants,
- les conventions de mers régionales (OSPAR, Barcelone, Carthagène, Abidjan, Nairobi). Toutefois, ces initiatives régionales sont confrontées à des difficultés qui limitent leur efficacité, notamment un manque de moyens financiers et d'engagement du secteur privé.

On note également les travaux engagés sur le sujet au sein de l'Organisation maritime internationale (OMI), de l'OCDE, les engagements des États membres du G7 et du G20 ou encore les discussions engagées au sein de l'OMC. A l'occasion du G7 environnement organisé à Metz en mai 2019 les conclusions suivantes ont été formulées « *Nous prenons acte des conclusions de la Table ronde du G7 sur la coopération en matière d'avis scientifiques sur la pollution causée par les microplastiques qui s'est tenue à Washington (13 février 2019). La pollution liée aux microplastiques est un phénomène mondial. Il est nécessaire de mieux comprendre où se trouvent les microplastiques (y compris les nanoplastiques) dans*

l'environnement, comment ils se dégradent et se déplacent dans l'environnement et quels peuvent être leurs impacts, y compris sur les humains. Un point de départ est le dialogue international pour normaliser et harmoniser les protocoles d'échantillonnage et de quantification. Conscients que les données sur la pollution par les microplastiques sont inégalement réparties et disponibles, nous appelons la communauté scientifique à faciliter l'accès à des données normalisées et harmonisées, et à soutenir davantage de nouvelles évaluations toxicologiques et écotoxicologiques. Nous appelons également la communauté scientifique, et notamment les sciences sociales et comportementales, à nous aider à concevoir de meilleures politiques pour inverser la tendance des rejets de déchets plastiques dans l'environnement. Nous saluons l'initiative japonaise visant à lancer le "Projet d'harmonisation des méthodes de surveillance des microplastiques marins" pour normaliser et harmoniser les méthodes de surveillance des microplastiques. Nous nous félicitons en outre de l'offre de la France d'accueillir, sous sa présidence du G7, un atelier scientifique consacré à la normalisation de la surveillance des microplastiques, y compris la biosurveillance, et de la contribution potentielle des sciences du comportement à la conception de stratégies visant à réduire les microplastiques et la pollution liée au plastique »¹

1.3 CONTEXTE EUROPEEN

Les principaux éléments de ce paragraphe proviennent d'un document stratégique du Scientific Advice Mechanism publié en novembre 2018 intitulé « Microplastic Pollution The Policy Context - Background Paper » (SAM, 2018).

1.3.1 Stratégie de l'Union Européenne sur les matières plastiques

Le 16 janvier 2018, la Commission a adopté **la première stratégie sur les matières plastiques** qui a pour objectif de protéger l'environnement de la pollution par les plastiques tout en favorisant la croissance et l'innovation. A terme, cette nouvelle stratégie prévoit que tous les emballages en plastique sur le marché de l'UE seront recyclables d'ici à 2030, la consommation de plastiques à usage unique sera réduite, et l'utilisation intentionnelle de microplastiques sera limitée².

Cette stratégie englobe un large arsenal de mesures législatives et non législatives réparties en quatre groupes/objectifs :

- L'amélioration de la situation économique et de la qualité du recyclage des plastiques ;
- La limitation des déchets plastiques et des déchets au sens plus large ;
- Encourager l'innovation et l'investissement vers des solutions circulaires ;
- Agir à l'échelle mondiale.

Le détail de ces mesures est disponible dans l'annexe 1 de la COM 2018-28 (CE, 2018).

1.3.2 Mesures spécifiques aux déchets et aux substances / produits

Au niveau européen, les mesures relatives à la gestion des déchets plastiques sont incluses **dans la directive cadre sur les déchets (UE, 2018a) et la directive sur les emballages et les déchets d'emballage (UE, 2018b)** récemment révisées. Les objectifs de recyclage des déchets municipaux (65 % d'ici 2030) et des déchets d'emballages en plastique (55 % d'ici 2030) devraient accroître la capture des déchets plastiques. **La directive cadre sur les déchets révisée**, adoptée par le Conseil le 22 mai 2018, impose de gérer les déchets sans

¹ Communiqué à l'issue du G7 Environnement à Metz les 5 et 6 mai 2019 <https://www.ecologique-solidaire.gouv.fr/communique-lissue-du-g7-environnement-metz-5-et-6-mai-2019>

² d'après https://ec.europa.eu/commission/news/first-ever-europe-wide-strategy-plastics-2018-jan-16_fr

mettre en danger la santé humaine et sans risque pour l'eau, l'air, le sol, les plantes ou les animaux. Elle contient des objectifs généraux sur la prévention (c'est-à-dire l'option privilégiée) et la gestion des déchets. Elle met en œuvre les principes du "pollueur-payeur" et de la "responsabilité élargie du producteur" et impose aux États membres d'adopter des plans de gestion des déchets et des programmes de prévention des déchets. Les plastiques utilisés par l'agriculture sont également couverts par cette directive. **La directive révisée sur les emballages et les déchets d'emballages**, adoptée le 30 mai 2018, recentre les objectifs de prévention sur la réutilisation et envisage de nouvelles règles. Elle inclut notamment des mesures de réutilisation suggérées ; des objectifs minimaux pour le recyclage des déchets plastiques (50 % au 31 décembre 2025, 55 % d'ici 2030) ; l'interdiction de commercialisation, importation et exportation d'ustensiles en plastique à usage unique à partir de 2020 ; en enfin l'obligation que tous les emballages soient réutilisables ou facilement recyclables à partir de 2030.

Ces deux directives devaient être transposées par les États membres avant le 5 juillet 2020. En France, cela a été fait dans l'Ordonnance n° 2020-920 du 29 juillet 2020 relative à la prévention et à la gestion des déchets (JORF, 2020).

Concernant les matières plastiques et engins de pêche à usage unique, la Commission européenne a proposé en mai 2018 de nouvelles règles à l'échelle de l'UE. La **directive relative à la réduction de l'incidence de certains produits en plastique sur l'environnement** (UE, 2019) vise les dix produits plastiques à usage unique que l'on trouve le plus souvent sur les plages et les mers d'Europe, ainsi que les équipements de la pêche perdus et abandonnés. Les mesures comprennent : une interdiction des cotons-tiges, des couverts, des assiettes, des pailles, des agitateurs à boissons et des bâtons de ballon en plastique; des objectifs de réduction de la consommation ; des obligations de gestion et de nettoyage des déchets pour les producteurs ; l'obligation pour les États membres de collecter 90 % des bouteilles en plastique à usage unique d'ici 2025 ; une obligation d'étiquetage indiquant comment les déchets doivent être éliminés ; et des mesures de sensibilisation obligatoires. La mesure pour les engins de pêche est un régime de responsabilité élargie des producteurs pour les engins contenant du plastique, afin de garantir que le coût de gestion des engins de pêche en plastique, une fois arrivés à terre, est couvert par les producteurs d'engins de pêche en plastique. Les États membres doivent transposer la directive au plus tard le 3 juillet 2021.

Régulation chimique et microplastiques REACH

Dans le respect des procédures REACH visant à limiter les substances qui présentent un risque pour l'environnement ou la santé, la Commission a demandé à l'Agence Européenne des Produits Chimiques (ECHA)³ d'examiner les preuves scientifiques justifiant l'adoption de mesures réglementaires au niveau de l'UE sur les microplastiques ajoutés intentionnellement à des produits de tous types. A ce stade, la mise en œuvre d'éventuelles restrictions n'est pas prévue avant 2022 dans le cadre européen. Il est à noter, que plusieurs États membres ont d'ores et déjà adopté ou proposé des interdictions relatives à l'utilisation intentionnelle de microplastiques dans certains produits de consommation, principalement les «microbilles» dans les produits cosmétiques à rincer.

Émissions industrielles

La directive sur les émissions industrielles (DEI) (UE, 2010) vise à prévenir, contrôler et réduire l'impact des émissions industrielles sur l'environnement (air, eau et sol). Elle inclut la production de composés organiques comme les matériaux plastiques (polymères, fibres synthétiques). La libération de granulés de plastique tout au long de la chaîne

3 <https://echa.europa.eu/fr/hot-topics/microplastics> consulté le 16 octobre 2019

d'approvisionnement/de production industrielle, qui représente une fraction non négligeable des émissions de microplastiques, entre dans le champ d'application de la directive. La directive plastique indique la mise au point à partir de 2018 de mesures visant à réduire les pertes de granulés de plastique, telles qu'un système de certification tout au long de la chaîne d'approvisionnement en plastique et/ou un document de référence sur les meilleures techniques disponibles au titre de la directive.

Décharge

Les déchets enfouis doivent respecter les exigences de la directive (UE, 2018c) récemment révisée (adoptée le 30 mai 2018), qui vise à prévenir les incidences négatives des décharges sur les eaux souterraines, les eaux de surface et la santé humaine par le biais d'exigences techniques strictes. Les quantités de déchets plastiques pouvant être mises en décharge ne sont pas limitées, bien que plusieurs États membres aient introduit leurs propres limites. Elle devait être transposée par les États membres avant le 5 juillet 2020. En France, cela a été fait dans l'Ordonnance n° 2020-920 du 29 juillet 2020 relative à la prévention et à la gestion des déchets (JORF, 2020).

1.3.3 Mesures de protection des milieux aquatiques

La **directive-cadre sur l'eau (DCE)** (UE, 2000) n'oblige pas les États membres à prendre des mesures pour lutter contre les déchets dans les eaux de surface, mais s'ils le font, ils devraient le signaler. Même si les microplastiques ne sont pas explicitement abordés dans la DCE, certains États membres affirment que les déchets de plastique sont déjà indirectement couverts par la DCE dans sa forme actuelle, étant donné (i) que les déchets - y compris les microplastiques - peuvent influencer sur la qualité de l'eau, (ii) qu'il est utile de déterminer le bon état écologique des systèmes d'eau douce et (iii) également par le fait qu'un certain nombre de substances prioritaires sont des constituants de matériaux plastiques (phtalates, alkylphénols). Au cours de la réunion du Water Framework Directive Common Implementation Strategy (WFD-CIS) de mai 2018⁴, les États membres ont exprimé que les microplastiques sont un domaine d'intérêt croissant qui nécessitera un renforcement des liens entre les travaux des groupes de travail européens sur la DCE relatifs à l'état chimique (WG chemicals) et à l'état écologique des eaux (WG ecostat) et qu'une coordination importante sera également nécessaire avec la mise en œuvre de la directive-cadre sur la stratégie pour le milieu marin (DCSMM), étant donné que des travaux sont en cours sur le mouvement des microplastiques par les fleuves et les masses d'eau de transition vers la mer. La possibilité de mise en œuvre d'un exercice du type liste de vigilance (Watch List) dédié aux microplastiques a également été proposée dans certaines instances européennes.

Après évaluation, la Commission Européenne a récemment décidé de ne pas réviser la DCE.

La **directive-cadre sur la stratégie pour le milieu marin (DCSMM) (CE, 2008)** est le seul instrument juridique de l'UE qui vise explicitement et directement les déchets marins. Elle impose aux États membres d'atteindre le bon état écologique d'ici à 2020 pour onze descripteurs de la DCSMM, dont l'un porte sur les déchets marins. Le bon état écologique est atteint lorsque "*les propriétés et les quantités de déchets marins ne nuisent pas à l'environnement marin et côtier*". L'absence de niveaux de référence ou de seuils convenus pour les déchets et les micro-déchets empêche le suivi des améliorations. En conséquence, selon une décision révisée de la Commission (avril 2017)⁵, le bon état écologique devra être déterminé sur la base de quantités, avec des valeurs seuils établies à l'échelle de l'Union ou à d'autres niveaux (régional/sous-régional) pour les déchets et les micro-déchets sur les plages/à la surface de la colonne d'eau/fond de la mer, pour la litière ingérée par les animaux

4 Meeting of the strategic co-ordination group for the WFD common implementation strategy 17 May 2018 <https://www.e-mic.org/Files/Documents/Minutes%20of%20the%20SCG%20meeting%20of%2017%20May%202018.pdf>

5 Commission Decision C(2017)2901 –e.g. for D10C2

marins et pour les effets néfastes (enchevêtrement, autres types de blessure ou de mortalité ou des effets sur la santé, de l'espèce en raison de la litière). Fixer des seuils pour les quantités de déchets et les impacts au niveau géographique approprié permettra également de fixer des objectifs et de suivre les progrès accomplis vers leur réalisation.

La **directive européenne sur le traitement des eaux résiduaires urbaines** (CE, 1991) concerne la collecte, le traitement et le rejet d'effluents domestiques ou de mélanges d'eaux usées domestiques et certaines eaux usées industrielles (voir annexe III de la directive) et/ou eaux pluviales afin de protéger l'environnement des effets néfastes des rejets d'eaux résiduaires urbaines et de certains secteurs industriels. La directive ne fixe aucune exigence en ce qui concerne la quantité de plastique dans les effluents. La directive est en cours d'évaluation, notamment, conformément à la stratégie pour le plastique, en ce qui concerne l'efficacité des systèmes de traitement des eaux résiduaires pour la capture et l'élimination des microplastiques. De nouvelles obligations de coordonner les mesures avec celles de la directive cadre sur les déchets (UE, 2018a) et la DCSMM devraient voir le jour. Des implications importantes pour la directive de 1986 (CE, 1986) réglementant l'utilisation agricole des boues d'épuration pourraient également être mises en place.

Recommandation n° 1 : élargir le champ d'application des politiques existantes en vue d'empêcher et de réduire la pollution par les microplastiques (SAM, 2019) : *« La Commission devrait tirer parti des dispositions actuelles figurant dans les instruments juridiques existants en vue d'empêcher et d'atténuer la présence de microplastiques dans l'eau, l'air et le sol. La pollution de l'air, de l'eau douce et du sol par les microplastiques devrait faire l'objet d'une politique de même vigueur que la pollution marine par ces substances. Il convient de mettre en place de nouvelles actions qui s'inscrivent dans la mesure du possible dans le cadre des instruments pertinents existants. En outre, des mesures volontaires, économiques ou de persuasion moins contraignantes devraient également être envisagées dans le but de promouvoir un changement responsable au moyen d'initiatives commerciales, sociales ou plus altruistes. ».*

1.3.4 Cas particuliers des eaux de boissons

La refonte de la Directive Eau Potable (CE, 1998) a été publiée le 16 décembre 2020 (UE, 2020). Elle stipule notamment qu'« *au plus tard le 12 janvier 2024, la Commission adopte [...] une méthode de mesure des microplastiques afin de les faire figurer sur la liste de vigilance visée au paragraphe 8 du présent article dès que les conditions énoncées audit paragraphe sont remplies* ».

1.4 CONTEXTE FRANÇAIS

La France fait partie des Etats membres qui ont engagé très en amont des actions pour limiter l'usage des plastiques et leurs impacts. Les objectifs fixés actuellement portent plutôt sur la prévention des déchets plastiques avec la loi pour la transition énergétique et la croissance verte du 18 août 2015 (JORF, 2015) et la loi pour la reconquête de la biodiversité, de la nature et des paysages du 8 août 2016 (JORF, 2016). Ces réglementations ont d'ores et déjà limité la mise sur le marché de certains produits, par exemple : emballages oxo-fragmentables, sacs de caisse à usage unique, cosmétiques rincés comportant des particules plastiques solides... Cette réglementation française devrait être renforcée par une directive européenne dite « sur les plastiques à usage unique » (SAM, 2019). La loi relative à la lutte contre le gaspillage et à l'économie circulaire⁶ du 10 février 2020 prévoit d'équiper les lave-linges de filtres à

⁶ LOI no 2020-105 du 10 février 2020 relative à la lutte contre le gaspillage et à l'économie circulaire

microparticules d'ici la fin 2024, afin de limiter la dissémination de microplastiques (principalement des microfibrilles d'origine textile) dans l'environnement aquatique.

Le plan biodiversité⁷ lancé le 4 juillet 2018 ambitionne de préserver, restaurer et reconquérir cette biodiversité. Dans son objectif 2.1, il décline l'objectif de « zéro plastique rejeté en mer » en 2025 au travers de 7 actions.

Le plan CIMER⁸ lancé le 15 novembre 2018 par le comité interministériel de la mer s'inscrit dans la démarche de la DCSMM (CE, 2008). Il prévoit 82 mesures selon 5 axes, dont un axe relatif aux voies de transfert (cours d'eau, eaux usées et eaux pluviales). On citera notamment la Mesure 48 : « *Le gouvernement prend l'engagement « zéro plastique à la mer en 2025 »*. Il met en place un plan de lutte contre les pollutions plastiques qui affectent gravement les océans et identifie un opérateur pour agir de façon transversale et cohérente à terre et en mer. Le Gouvernement accélère la mise en œuvre du volet marin du plan biodiversité et fait de la lutte contre les pollutions plastiques en mer une priorité environnementale. L'ADEME est identifiée pour accompagner et suivre la mise en œuvre de la stratégie de la lutte contre les déchets depuis la source jusqu'à la mer. « *Ces actions incluent notamment l'élaboration d'ici fin 2020 d'un plan de réduction de l'apport de macro-déchets et microplastiques à la mer à l'échelle de chaque bassin hydrographique (pilotage : préfet coordonnateur de bassin) et la mise en œuvre du plan à échéance de 2025* »⁹.

Le plan national micropolluants (2016-2021) fera l'objet prochainement d'une révision, et sera élargi aux microplastiques. Il sera question d'élaborer un cadre national pour la mesure des microplastiques dans l'environnement, notamment les milieux aquatiques, en appui à l'objectif national de « zéro plastique à la mer en 2025 ». Un groupe de travail a été constitué par le Ministère en charge de l'Ecologie et l'Office Français de la Biodiversité (OFB) afin de définir la stratégie de surveillance des microplastiques dans l'environnement aquatique et les actions à mettre en œuvre. AQUAREF fait partie de ce groupe de travail.

1.5 OBJECTIF DE LA VEILLE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE

L'objectif de ce document est de faire un état des lieux des connaissances de la présence des microplastiques dans les milieux aquatiques continentaux (eaux superficielles) sur le plan de leur occurrence, des techniques d'échantillonnage et de caractérisation, et d'identifier les besoins techniques et méthodologiques en vue de leur surveillance dans les eaux de surface continentales. Cette veille constitue une première étape de l'appui d'AQUAREF aux pouvoirs publics dans la mise en place de cette surveillance. Ce document émet également des propositions d'actions qu'AQUAREF pourra mettre en œuvre dans un second temps dans le cadre de cet appui.

⁷ <https://biodiversitetousvivants.fr/le-plan-biodiversite-pour-la-france-metropolitaine-et-loutre-mer>

⁸ Comité interministériel de la mer, 2018, dossier de presse, 32 pages.

https://www.gouvernement.fr/sites/default/files/document/document/2018/11/dossier_de_presse_-_comite_interministeriel_de_la_mer_-_15.11.2018.pdf

⁹ Réf. AMORCE EAT 01 Février 2019 <https://www.actu-environnement.com/media/pdf/news-33113-note.pdf>

2. ETAT DES CONNAISSANCES SUR L'OCCURENCE DES MICROPLASTIQUES DANS LES EAUX DE SURFACE CONTINENTALES

La Figure 1 présente l'évolution des connaissances sur les microplastiques dans l'environnement, au travers de l'évolution du nombre de publications annuelles au cours des 20 dernières années. On notera que l'environnement aquatique cristallise la production de connaissances depuis les premières marques d'intérêt pour le sujet des microplastiques. L'intérêt des équipes de recherche est en croissance constante depuis 2008, avec une accélération notable en 2015 et un emballement depuis 2017. Au sein de cette production scientifique, pour laquelle la projection *prorata temporis* de l'année 2020 laisse prévoir un corpus d'environ 6 800 publications, les eaux superficielles continentales (ESC) ont bénéficié d'un intérêt beaucoup plus tardif : la présence de microplastiques en rivière a été rapportée pour la première fois en 2011 (Akdogan et Guven, 2019), et jusqu'en 2013, le nombre de publications n'a pas dépassé une dizaine par an. Depuis cette date, la publication d'études relatives aux ESC s'est proportionnellement accrue jusqu'à deux fois plus vite que celle relative à l'ensemble des milieux aquatiques. Sanchez et al. publiaient en 2014 la première étude française relative à la contamination de goujons communs dans 11 rivières. Dris et al. publiaient en 2015 la première étude relative à l'occurrence de microplastiques dans une rivière française, la Seine. La proportion d'études dédiées aux eaux superficielles continentales est depuis sensiblement stable avec environ 25 % des études par rapport à l'ensemble des études sur les milieux aquatiques.

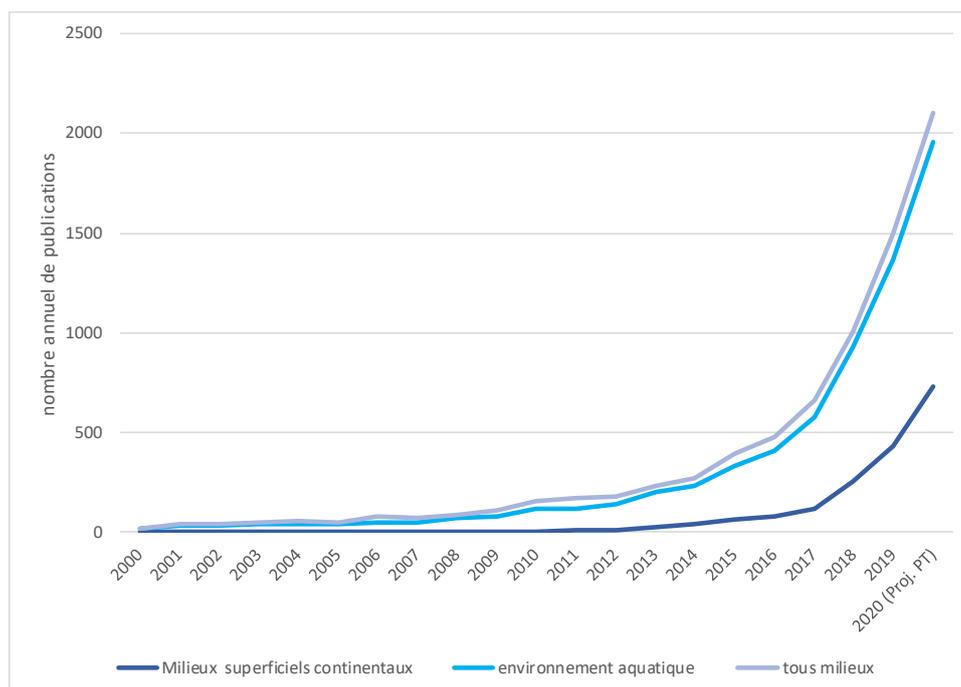


Figure 1. Evolution du nombre de publications relatives aux microplastiques dans les eaux de surface continentales, dans l'environnement aquatique, et dans tous les milieux. (Source : recherche sur Web of Science (<https://apps.webofknowledge.com/>) effectuée le 30/06/2020 ; mots clés : microplastiques, eaux continentales, autres eaux, autres milieux, environnement)

Même si les études dédiées aux eaux superficielles continentales représentent maintenant un corpus non négligeable, une forte proportion d'entre elles sont des articles de revue utilisant souvent les mêmes sources pour postuler des effets ou axes de développement.

2.1 QU'EST-CE QU'UN MICROPLASTIQUE

Il n'existe pas de définition communément acceptée des microplastiques¹⁰. « Microplastique » est actuellement une expression fourre-tout utilisée pour décrire des particules non minérales d'origine anthropique dont les tailles s'étendent sur six ordres de grandeur (0,1 à 5 000 µm), et la composition chimique varie grandement, selon que l'on considère la composition chimique du (co)polymère, ou également celle des additifs chimiques, des monomères résiduels, charges, catalyseurs, etc. Néanmoins, les microplastiques font toujours référence à des particules de plastique dont les dimensions sont réduites : le plus généralement, la taille de 5 mm est retenue pour la plus grande des dimensions des particules (Arthur et al., 2009), mais certaines études choisissent 1 mm comme dimension de référence (Bowner et Kershaw, 2010 ; Claessens et al., 2011 ; Vianello et al., 2013). Bien qu'aucune limite de taille inférieure n'ait jamais été clairement définie pour les microplastiques, il est communément admis que les particules inférieures à 0,1 µm correspondent à la classe des nanomatériaux (Frère, 2017).

Le terme « Plastique » fait, quant à lui, référence à la norme ISO 472 (ISO, 2013), dans laquelle il est défini comme « *matière contenant comme ingrédient essentiel un haut polymère et qui, à une certaine étape de sa transformation en produit fini, peut être mise en forme par fluage* ». Tacitement, il a longtemps été fait référence aux polymères produits par l'homme et dérivés du pétrole, dont les plus communément rencontrés sont référencés dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, excluant, comme le précise une note ajoutée à la définition ci-dessus, les élastomères, bien qu'étant également mis en forme par fluage.

Il existe une ambiguïté quant à l'intégration des élastomères, notamment des caoutchoucs synthétique et naturel utilisés pour la fabrication des pneus et tuyaux souples, parmi les sources de microplastiques. La majeure partie des études ne les intègre pas, mais ce n'est pas le cas de toutes (UICN, 2017). En revanche, les matières plastiques thermodurcies (époxy, résines phénoliques, résines à base de formol, polyuréthanes...) au cours d'un processus de mise en forme comportant une phase de fluage font bien partie des sources de microplastiques. Cependant, les études les intègrent rarement, comme elles n'intègrent pas non plus les copolymères (polymères fabriqués à partir de plusieurs monomères distincts), tels que les ABS (acrylonitrile-butadiène-styrène) ou les élastomères SBR (styrène-butadiène), qui ne peuvent pas être différenciés de mélanges d'homopolymères.

Lors de ses discussions les plus récentes¹¹, l'ECHA a adopté par consensus la définition suivante pour les microplastiques : « **particules contenant un polymère solide, auxquelles des additifs ou d'autres substances peuvent avoir été ajoutés, et où ≥ 1 % p/p de particules ont (i) toutes leurs dimensions ≤ 5 mm, ou (ii), pour les fibres, une longueur ≤ 15 mm, et rapport longueur / diamètre > 3** ».

L'absence de consensus sur une définition -avant celle adoptée par l'ECHA- et une catégorisation des débris plastiques a entraîné la circulation d'informations ambiguës et la production de données difficilement comparables. Bien que cette situation appelle inévitablement une harmonisation, nous devons garder à l'esprit les implications d'un tel cadre. La catégorisation des débris plastiques en différentes classes (par exemple, selon leur taille) suggère implicitement que les articles d'une même catégorie ont une certaine « ressemblance », tandis que les plastiques des différentes catégories sont en quelque sorte différents. Cela peut être perçu comme une similitude dans les propriétés dangereuses ou le comportement environnemental. Une telle connotation a émergé pour le terme

10 Un groupe de travail du comité technique ISO « plastiques », TC61/SC 14/WG 1, travaille actuellement à la définition des termes et l'ISO TC61/SC 14/WG 4, à celle des méthodologies de quantification.

11 53rd Meeting of the Committee for Risk Assessment (RAC-53), 1 au 12 juin 2020, en vue de l'adoption de la restriction microplastiques

microplastiques, utilisant depuis l'origine la taille comme caractéristique clé. À la base, cela peut orienter certaines recherches vers des propriétés non pertinentes et entraîner la négligence de caractéristiques potentiellement importantes. À titre de comparaison, la définition des nanomatériaux manufacturés est en cours depuis plus d'une décennie et fait encore l'objet de débats et de révisions continus. La recommandation sur une définition des nanomatériaux de la Commission européenne (UE, 2011) indique qu'« *une limite supérieure de 100 nm est couramment utilisée par consensus général, mais il n'y a aucune preuve scientifique pour étayer la pertinence de cette valeur* », et précise en outre que « *des limites [de taille] claires ont été introduites principalement dans un but réglementaire plutôt que pour des raisons scientifiques* ».

Les limites de taille ne sont pas scientifiquement justifiées mais plutôt fondées sur des raisons opérationnelles, par consensus général. Le comportement et la toxicité dépendant également de propriétés autres que la taille, une définition purement scientifique des nanomatériaux ne pourra jamais être obtenue, du moins pas si elle doit avoir une valeur pratique (Hartmann et al., 2019).

Tableau 1. Principaux polymères rencontrés dans les microplastiques¹² (Source : à partir de AFWEI, 2017), hors usure des pneumatiques

Polymère	Abréviation	N° CAS
Polyéthylène	PE	9002-88-4
Polypropylène	PP	9003-07-0
Polystyrène Expandé	PS-E	9003-53-6
Polyesters dont Polyéthylène Téréphtalate	PEST (PET)	25038-59-9
Polyméthylméthacrylate	PMMA	9011-14-7
Polytétrafluoroéthylène	PTFE	9002-84-0
Polyamide dont nylon	PA	63428-84-2
Polyuréthane	PU	9009-54-5 (polymères de type urée-formol)

On notera que sont exclus les (co)polymères dont la solubilité dans l'eau dépasse 1 mg/L à 20 °C. Ceci n'a pas de lien avec leur toxicité, qui est souvent inconnue, mais renvoie à l'impossibilité de les observer en tant qu'objets dans une matrice aqueuse.

2.2 ORIGINE ET TRANSFERT DES MICROPLASTIQUES

2.2.1 Origine des microplastiques

Par définition, les microplastiques sont produits par l'homme ou issus de la dégradation de plastiques produits par l'homme. Il n'existe donc pas de source naturelle de microplastiques. Comme indiqué plus haut, les microplastiques peuvent avoir été ajoutés intentionnellement à certains produits, ou être le résultat non intentionnel de l'usure d'objets en plastique de plus grandes dimensions.

- **Les microplastiques secondaires :**

L'usure peut intervenir en fin de vie, dans l'environnement, notamment du fait de l'érosion. Les microplastiques ainsi produits sont nommés microplastiques secondaires, et tous les déchets en plastique (sacs plastiques, emballages et objets divers, etc.) mal pris en charge sont

¹² Cette liste n'est pas exhaustive. Certains polymères courants tels que le PVC ou le polystyrène seraient de potentiels candidats, mais leur usage dans des microplastiques intentionnels n'est pas documenté.

potentiellement sources non intentionnelles de microplastiques. Ce phénomène d'usure a été mis en évidence tout d'abord en milieu marin, puis observé de manière systématique dans toutes les eaux superficielles. Plusieurs études font état de la contamination de masses d'eau réputées "vierges", dans des régions très peu urbanisées et sans industrie, corrélées à l'érosion et au transport aérien de débris, en l'absence de politique de gestion des déchets (Free et al., 2014).

- **Les microplastiques primaires ou à usage intentionnel :**

L'usure peut également intervenir durant la phase d'usage de produits comportant des pièces en plastique. Les sources les plus souvent citées sont les textiles synthétiques (source largement majoritaire dans cette catégorie avec 6 millions de fibres pour une charge de 5 kg de linge) (De Falco et al., 2018), les filets de pêche, et certaines peintures utilisées sur les navires ou en marquage routier. A cet inventaire, il est possible d'ajouter les microparticules de pneus issues de leur usure si l'on inclut les élastomères dans la définition des microplastiques. En termes de tonnages, ils constituent une source d'émission d'un ordre de grandeur équivalent à celui des fibres textiles (IUCN, 2017).

Dans le détail :

- Abrasion des textiles synthétiques :

Au cours des lavages dans les blanchisseries industrielles ou à domicile, l'abrasion des textiles est susceptible d'entraîner la perte de microfibrilles de plastiques transportées vers les eaux usées, puis les eaux de surface ou les sédiments et les sols (Browne et al., 2011; IUCN, 2017). A titre informatif, l'IUCN (2017) estime que les pertes de microplastiques s'élèvent à environ 900 mg/kg de textile synthétique à chaque cycle de lavage, ou encore à 2 % la perte de masse d'un textile synthétique au long de son cycle de vie. L'arrivée de fibres synthétiques en STEU semble être 10 fois plus importante que les apports cosmétiques (UNEP, 2016). Browne et al. (2011) ont montré que le lavage d'un seul vêtement synthétique peut relarguer plus de 1 900 fibres (polyester, acrylique, polyamide). S'y ajoute l'abrasion à sec des textiles d'ameublement (draps, rideaux, tapis et moquettes, housses d'assise...) qui pénètre les milieux environnementaux à l'occasion des échanges air intérieur - air extérieur et contribuent aux retombées atmosphériques.

- Abrasion des traçages routiers :

Réalisés le plus communément à partir de thermoplastiques, les traçages routiers sont susceptibles de s'éroder sous l'effet des contraintes climatiques et du passage des véhicules. Les microplastiques résultants sont ensuite dispersés dans l'environnement sous l'action du vent, ou via le lessivage des sols par les eaux de pluie.

- Pêche :

La dégradation de matériel de pêche est fréquemment citée comme une source de microplastiques dans les mers et les océans (Macfadyen et al., 2009), ainsi que dans les lacs de grande surface (Free et al., 2014), où les débris sont observés en eau libre. Dans les rivières, ils sont plutôt observés en estuaire ou comme éléments ingérés par les espèces aquatiques.

- Usure des pneus :

Il convient de garder en mémoire l'usure des pneus comme importante source d'émission vers l'environnement (IUCN, 2017).

Les microplastiques à usage intentionnel peuvent, quant à eux, être utilisés dans plusieurs domaines, répondant à plusieurs fonctions dont l'essentiel est exposé dans le Tableau 2.

Tableau 2. Exemples d'usages permis pour les microplastiques intentionnels solides et d'utilisations associées (extrait de AFWE, 2017)

Fonction	Exemples de domaines d'utilisation
Abrasif / Exfoliant	Hygiène et cosmétique, Détergents, Abrasion industrielle
Remplissage	Bâtiment (enduits, joints, etc.)
Vectorisation d'ingrédients	Pharmaceutique, Agriculture
Revêtement	Papeterie, Polissage
Résistance chimique et mécanique	Peinture, Revêtements de sols
Agent épaississant	Cosmétiques, Bâtiment (ciments), Peinture
Étanchéité	Agriculture
Agent opacifiant	Hygiène et cosmétiques
Esthétique	Maquillages colorés, paillettes

Ces usages engendrent des émissions anthropiques :

- Produits d'hygiène corporelle rincés contenant des microbilles de plastique :
 Dans le milieu domestique, les particules de plastiques (PE, PP) sont utilisées comme agents exfoliants et ont remplacé les produits naturels présents dans les cosmétiques et les dentifrices (noyaux d'abricots, pierre ponce, diatomite) (Frère, 2017). Certains de ces produits contiennent jusqu'à 10 % en masse de telles microbilles (IUCN, 2017). Napper et al. (2015) ont estimé, en se basant sur l'étude de six produits exfoliants pour le visage vendus au Royaume Uni, que des rejets de 4 600 à 94 500 microbilles d'environ 200 µm peuvent être observés à chaque rinçage¹³, correspondant à des émissions comprises entre 40,5 et 215 mg/jour/personne. Cheung et Fok (2017) font une estimation à hauteur de 210 milliards de particules (ou 307 tonnes) annuelles en Chine continentale. Ces microparticules sont destinées à entrer dans les stations d'épuration via les eaux usées. Du fait de leur très petite taille (souvent < 100 µm), elles passent potentiellement en totalité ou en partie au travers des différents traitements des stations avant de se retrouver dans les eaux de surface (Rachid Dris et al., 2015; Mason et al., 2016; Michielssen et al., 2016; Murphy et al., 2016), les sédiments et les sols via les boues d'épuration (50/50) (Hu et al., 2019).
 Pour les microplastiques de taille supérieure à 100 µm, plusieurs études retiennent pour les STEU des efficacités de rétention des microplastiques de l'ordre de 90 % (Hu et al., 2019), non pas en raison uniquement d'une ségrégation d'efficacité des traitements, mais de celle des techniques de prélèvement et d'analyse. Ces chiffres ont en partie été confirmés récemment sur le cours néerlandais de la Meuse, ainsi que sur une rivière plus rurale (Mintenig et al., 2020), qui met en évidence une concentration plus faible des microplastiques dans les eaux d'exhaure des STEU par rapport à l'amont de la rivière, et, par rapport à l'aval en milieu urbain, ou du même ordre en milieu périurbain. Cette dernière étude met particulièrement en évidence des facteurs de variabilité telles que la saisonnalité et la contribution des élastomères collectés via les réseaux non séparatifs et les bassins d'orage.
- Dispersion des granulés pour l'industrie (GPI) :
 Mesurant typiquement de 2 à 5 mm, ils peuvent être dispersés tout au long de la chaîne de valorisation (incidents sur les lieux de fabrication, dispersion au cours des transports, etc.).

¹³ Ces produits, vendus par flacons de 125 à 150 mL contiennent de 137 000 à 2 800 000 microbilles de polyéthylène par flacon. En masse, ces flacons contiennent entre 1 et 8 g de polyéthylène pour 100 mL de produit.

- Peinture et revêtement des navires de transports fluviaux :
Utilisés sur la coque comme sur le pont des navires pour les protéger contre la corrosion ou l'encrassement, divers polymères, notamment le polyuréthane, sont susceptibles d'être émis dans l'environnement au moment de leur mise en place, au cours de phases d'entretiens ultérieures (lavage, etc.), ou sous l'effet de l'usure (IUCN, 2017).
- Agriculture :
Des microcapsules à base de plastiques dégradables sont épandues dans les champs afin de permettre une diffusion progressive des agents fertilisants. Des films en PE sont également utilisés pour recouvrir des terres agricoles ou des récoltes : en se détériorant ils deviennent émetteurs de microplastiques et contribuent aux émissions atmosphériques en milieu périurbain.
- Bâtiment :
Des matériaux (bétons, isolants thermiques et phoniques) contenant des microplastiques sont utilisés dans la construction. Le début et la fin du cycle de vie des édifices sont des périodes susceptibles de les disperser vers l'environnement.

- **Origine des microplastiques retrouvés dans l'air et les retombées atmosphériques**

Dans les zones urbaines, les microplastiques observés dans l'air sont très majoritairement des fibres, généralement attribuées à l'usure de textiles synthétiques. Cependant, Chubarenko et al. (2016) signalent la décomposition des sacs plastiques en fils et filaments, ce qui est la raison la plus probable pour laquelle ils sont signalés parmi les microplastiques non pas comme des films mais comme des fibres. Cette forme de décomposition explique également la sur-représentation des polyoléfines parmi les microfibrilles, peu compatible avec leur utilisation en textiles à usage grand public.

Dris et al. (2016a) ont mesuré les retombées atmosphériques de fibres microplastiques en deux sites de la région parisienne, et estiment que de 2 à 355 fibres se déposent par m²/jour. Dris et al. (2016a) proposent des mesures de concentrations dans l'air extérieur comprises entre 0,3 et 1,5 fibres par m³, dont un tiers serait d'origine pétrochimique. Des mesures ont également été faites en air intérieur, conduisant à des concentrations bien supérieures, de 1 à 60 fibres par m³ (INERIS, 2018). La contribution de la redéposition aérienne est également mise en évidence par Horton et al. (2017a) au travers de la présence de microplastiques en quantité supérieure dans les sédiments de la Tamise en aval des déversoirs d'orage. Les données quantifiées relatives au transport aérien des microplastiques restent rares.

2.2.2 Voies de transferts vers les milieux aquatiques

De nombreux matériaux plastiques qui pénètrent dans l'environnement restent mobiles : ils sont transportés entre les compartiments environnementaux (par exemple des sols à l'eau douce et de l'eau douce aux environnements marins), avec des temps de séjour variables dans chacun. Par exemple, le déplacement du milieu terrestre vers les hydrosystèmes dépend des conditions météorologiques dominantes, de la distance à un site fluvial spécifique et du type de couverture terrestre. Des déchets en plastique sont fréquemment observés en bordure de route, et les pratiques régulières de tonte des accotements routiers dans certains pays conduisent à leur désintégration rapide par le matériel de tonte (Lambert et al., 2014). Le ruissellement vers les fossés favorise le transfert des microplastiques vers les milieux aquatiques. De manière analogue, le ruissellement peut entraîner vers les cours d'eau des microplastiques apportés aux sols par des amendements de boues (Akdogan et Guven, 2019). La mobilité des microplastiques dans le système fluvial sera régie par son hydrologie (par exemple débit, saisonnalité) et la morphologie (par exemple, le schéma de végétation) d'un site fluvial spécifique qui aura un effet important sur leur transport.

Des modélisations du transfert des microplastiques entre compartiments (par exemple, terrestre et aquatique) commencent à apparaître, en fonction des scénarios d'émission et de différentes classes de tailles et de densité (Nizzetto et al., 2016). La distribution des microplastiques dans le cours d'eau dépend fortement du régime hydrologique comme cela a été étudié également sur les sédiments du Rhin (Klein et al., 2015).

L'évaluation de l'exposition et de l'impact des microplastiques est suggérée par Besseling et al. (2019) comme la façon la plus pertinente d'approcher la contamination de l'environnement aquatique par les microplastiques, les sources en étant trop multiples et diffuses.

La modélisation du devenir et du transport des microplastiques dans les eaux douces est discutée par Kooi et al (2018). Ces modèles peuvent s'appuyer sur des modèles de transport existants qui simulent d'autres types de particules dans les milieux aquatiques, en ne modifiant que les paramètres et caractéristiques spécifiques aux plastiques. En tant que matériau à modéliser, les microplastiques présentent les caractéristiques d'une large gamme de tailles, de formes et de densités. Ils peuvent s'agréger ou se fragmenter et se couvrir de biofilm, ce qui influence l'hydrodynamique et la distribution granulométrique des particules. Jusqu'à présent, les premiers modèles développés pour le transport du plastique dans les milieux aquatiques vont des modèles à émission ponctuelle de bilan massique aux modèles spatio-temporellement explicites. Cependant, ces modèles n'ont pas encore été validés en raison d'un manque de données interopérables. Il semble maintenant nécessaire, en préalable à toute étude de grande envergure, d'harmoniser les unités d'expression de l'abondance des microplastiques et les méthodes d'analyse afin d'augmenter l'utilisabilité des mesures.

La modélisation semble plus à portée, et plus riche en information, que l'approche envisagée par Driedger et al. (2015), qui envisage l'instrumentation de bouées ou véhicules télécommandés à l'aide de capteurs Raman pour une surveillance en temps réel des microplastiques dans les eaux superficielles et pélagiques de Grands Lacs nord-américains.

2.3 OCCURRENCE ET DEVENIR DANS LES MATRICES EAU, SEDIMENTS ET BIOTE

2.3.1 Matrice Eau

- *Occurrence et flux des microplastiques dans les fleuves*

Si de nombreuses évaluations concernant les quantités de microplastiques atteignant le milieu marin sont disponibles, elles sont rares concernant les eaux continentales. Si l'on évoque les plastiques en général, certaines études avancent le chiffre de 33 millions de tonnes, soit l'équivalent de 10 % de la production mondiale, qui se déverseraient annuellement dans les océans (Centre Suisse d'Ecotoxicologie Appliquée, 2015). Dans le même temps, l'IUCN (2017) estime de 5,6 à 15,2 millions de tonnes la quantité de microplastiques primaires et secondaires qui rejoindraient les océans chaque année, les microplastiques primaires comptant pour 1,8 à 5,0 Mt. Ces chiffres sont à interpréter comme des ordres de grandeur, tant les définitions des microplastiques peuvent varier d'une source bibliographique à une autre (prise en compte des caoutchoucs synthétiques ou naturels, dimensions inférieures à 1 ou à 5 mm, etc.).

Une partie importante des études entreprises pour quantifier les émissions de microplastiques vers les eaux s'intéresse en premier lieu aux quantités observées dans les océans, puis formulent des hypothèses pour en déduire la part passée par les rivières. Le chiffre de 70 à 80 % est généralement retenu (Andrady, 2011; Bowner et Kershaw, 2010), le reste des émissions provient principalement de l'industrie de la pêche.

Il existe quelques données de flux de microplastiques dans quelques rivières. Dris et al. (2016b) ont ainsi estimé à 0,34 tonnes (ou 1,57 fragments/m³, équivalents à environ 3 µg/m³)

la quantité de microplastiques sous forme de fragments transitant par la Seine dans l'agglomération parisienne chaque année, alors que la quantité de fibres pouvait quant à elle atteindre 45 tonnes (ou entre 5,7 et 398 particules/m³ soit environ 20 µg/m³) (Dris et al., 2018). Le Rhône transporterait en France 10 kg de microplastiques chaque jour (Centre Suisse d'Ecotoxicologie Appliquée, 2015). Dans le Rhin, des concentrations moyennes de 890 000 particules/km², et maximales de 3 900 000 particules/km² ont été observées dans les eaux de surface (Mani et al., 2015). L'étude du Danube dans sa partie autrichienne fait apparaître plus d'objets de type microplastiques que de larves de poissons (Lechner et al., 2014). L'étude de la rivière Ofanto (IT) (Campanale et al., 2020), en zone peu industrialisée, fait apparaître une typologie de répartition (forme, taille, quantité) des microplastiques observés notablement différente des études précédentes, se rapprochant plus de celle des lacs. Ces différences sont attribuées, hors profil sociogéographique, à la différence de stratégie et matériel d'échantillonnage.

La confrontation de ces informations semble indiquer que des études plus approfondies sont encore nécessaires pour caractériser l'occurrence des microplastiques dans les rivières.

- Accumulation des microplastiques dans les eaux de surfaces continentales

Les plastiques et les microplastiques les plus utilisés (PE, PS, PET) sont très résistants à la dégradation, ce qui en fait une source de pollution de long terme lorsqu'ils rejoignent l'environnement. Plusieurs études estiment ainsi qu'en dehors de la part incinérée, la majeure partie des plastiques qui ont été produits dans l'histoire sont encore présents dans l'environnement sous une forme ou une autre (Horton et al., 2017b). Ceci est notamment dû au fait que des polymères très utilisés tels que le PE ne se dépolymérisent pas avec le temps, mais, par le jeu de facteurs biotiques et abiotiques, se disloquent simplement, formant des fragments de plus petites tailles (et libérant alors les additifs). La variabilité temporelle (journalière ou saisonnière) semble moindre que la variabilité spatiale (Mintenig et al., 2020), même si, sur la Seine, elle n'a pu être corrélée ni au débit ni à la présence de matières en suspension (MES) (Rachid Dris et al., 2015). L'accumulation à long terme dépend des conditions hydrodynamiques des masses d'eau, mais aussi de la cinétique de dégradation des microplastiques.

- Distribution spatiale

La connaissance de la distribution des microplastiques est nécessaire afin d'estimer les potentielles menaces qu'ils représentent pour les biomes aquatiques continentaux. Les microplastiques sont présents dans les biomes dulcicoles comme les lacs (Faure et al., 2015; Fischer et al., 2016), les fleuves (Rachid Dris et al., 2015; McCormick et al., 2014) et les estuaires (Browne et al., 2010; Lima et al., 2014). En étudiant systématiquement les protocoles expérimentaux (notamment, la profondeur de l'échantillonnage), Horton et al. (2017b) ont cherché à convertir les résultats de plusieurs études dans une unité homogène. Avec les limites méthodologiques que cela implique, ils parviennent néanmoins à montrer que les niveaux de concentrations observés dans le monde, dans les lacs et les rivières, sont hétérogènes, de l'ordre de 10 à 300 particules par m³.

Une corrélation spatiale a été observée entre les types de microplastiques trouvés sur des sites particuliers (Lechner et al., 2014), les quantités présentes en nombre d'objets (Li et al., 2020; Mintenig et al., 2020) et les activités humaines de la zone géographique concernée. Les microplastiques primaires (intentionnels et d'usure) sont présents dans les zones urbaines, et leur accumulation est supérieure dans les masses d'eau à faible renouvellement telles que les lacs. Les microplastiques secondaires sont plus représentés dans les zones peu densément peuplées (Li et al., 2020). Les fortes variabilités intra-sites, ainsi que les différentes unités utilisées pour l'expression de la quantification des microplastiques compliquent la comparaison des concentrations microplastiques dans les systèmes aquatiques, comme souligné par (Wu et al., 2019).

- Processus de dégradation

La dégradation des polymères correspond à l'altération de leurs propriétés ou de leur structure moléculaire, ce qui peut engendrer une fragmentation, contrairement à la minéralisation qui est une dégradation ultime des polymères en petites molécules de dioxyde de carbone ou de méthane. Très peu de plastiques sont susceptibles de dégradation ultime dans l'environnement aquatique, les principaux représentants sont certains biopolymères et les polyesters aliphatiques (GESAMP, 2015).

La fragmentation des polymères intervient à la suite d'une fragilisation de leur intégrité structurale et génère des particules de plus petite taille dont les microplastiques (Browne et al., 2007; Weinstein et al., 2016). La fragmentation est dépendante de la nature des particules et de leur degré de cristallinité. Ce dernier est à l'origine de la surface spécifique des polymères, et influence ainsi leur stabilité en affectant leurs propriétés physiques et leur perméabilité à l'eau (Lambert and Wagner, 2016).

L'analyse plus approfondie des mécanismes réels ou potentiels de dégradation dans l'environnement est un champ d'étude encore mal exploré car il est difficile de reproduire expérimentalement la complexité des phénomènes en jeu : érosion lors de transferts entre compartiments environnementaux, interactions entre photo-, thermo- et biodégradation, formation de biofilms sur les particules de plastiques pouvant influencer sur la dégradation, influence de la dimension initiale des particules, etc. (Lambert et Wagner, 2018). La formation de biofilms associés aux MP a été étudiée pour le polyéthylène basse densité (LDPE) en rivière (Akdogan et Guven, 2019; Besseling et al., 2017). Cette formation de biofilms à la surface des microplastiques peut également limiter leur taux de dégradation car elle supprime l'exposition à la lumière. Les biofilms associés sont discutés par Harrison et al. (2018).

Inversement, la dégradation artificielle des polymères sous l'effet de certains organismes tels que des bactéries, des champignons ou des vers est un domaine de recherche en développement (Horton et al., 2017b).

La photodégradation, principale cause de dégradation des polymères présents à la surface de l'eau, est due à l'exposition aux rayonnements UV (Benítez et al., 2013; Cooper et Corcoran, 2010; Pegram et Andrady, 1989). Ce processus engendre des réactions d'oxydation, qui vont initier la destruction des liaisons chimiques C-H de la chaîne polymérique et la formation de radicaux libres, ainsi que d'autres réactions comme la déchloration dans le cas du PVC (Gewert et al., 2015). La vitesse de photodégradation peut être très variable d'un polymère à l'autre en raison de la complexité de la composition de leur formulation (type de polymère, additifs). Elle peut également varier selon les compartiments des systèmes aquatiques, relativement rapide en surface, et moindre dans la colonne d'eau. La présence d'additifs tels que les antioxydants et les stabilisants thermiques ou UV ralentit le processus (Gewert et al., 2015; Jakubowicz, 2003). De même, le développement d'un biofilm à la surface des polymères réduit les effets de dégradation en les protégeant des rayonnements UV (Weinstein et al., 2016) et/ou en augmentant leur densité, conduisant à leur sédimentation hors de la zone euphotique (Gregory et Andrady, 2003; Ye et Andrady, 1991). D'autres processus sont, dans une moindre mesure, à l'origine de la dégradation des polymères dont la biodégradation par microorganismes, l'hydrolyse et enfin l'érosion mécanique (Andrady, 2011; Costa et al., 2010; Eich et al., 2015; Shah et al., 2008; Yoshida et al., 2016). Ces dégradations altèrent la structure des polymères en entraînant une diminution de leur poids moléculaire, une perte de l'essentiel de leurs propriétés mécaniques, une altération de leurs propriétés de surface et une modification de leur signature spectrale (GESAMP, 2015).

2.3.2 Sédiment

Dans les sédiments du Rhin, des niveaux de plusieurs centaines à plusieurs milliers de particules/kg (ou entre 10 mg/kg et 1 g/kg) ont été mesurés (Klein et al., 2015). Des données du même ordre de grandeur ont été reportées pour la Tamise (Horton et al., 2017a). Des

échantillons de sédiments prélevés dans la rivière Kelvin à Glasgow montrent une abondance totale de 161–432 particules/kg de sédiments secs, avec comme type dominant des fibres, représentant plus de 88 % des dénombrements totaux. Néanmoins, les fibres dans les blancs suggèrent des contributions potentielles de la contamination atmosphérique. De plus, ces fibres se concentrent principalement dans la fraction inférieure à 0,09 mm, ce qui suggère que leur devenir peut être influencé par les facteurs de dynamique des sédiments fins dans les rivières (Blair et al., 2019). Une étude très complète sur le lac réservoir de Danjiangkou (DJK) (Di et al., 2019) confirme la présence dominante de fibres dans les sédiments (80 %), et celle des particules de taille inférieure à 2 mm, confirmant de multiples études antérieures.

Les microplastiques représentés dans les sédiments de rivière correspondent à ceux présents dans la colonne d'eau, avec une représentation proportionnellement plus importante pour les polymères les plus denses (Bordós et al., 2019). Aucune corrélation n'a pu être établie entre la teneur en argile des sédiments et la présence de microplastiques. En revanche, les études sur la région canadienne des Grands Lacs mettent en avant une continuité dans leur composition entre affluents, lacs et estuaires (Anderson et al., 2016). Comme pour le réservoir du DJK, la taille des particules plastiques diminue en s'éloignant des zones peuplées. En revanche, s'agissant d'un système ouvert, les microplastiques recueillis dans l'estuaire du Saint Laurent ont vu leur taille diminuée par l'effet mécanique des marées, alors que ceux de la zone du barrage du DJK sont ceux qui présentent les particules de plus grande taille.

Dans le milieu marin, une récente étude conduite dans la Grande Baie Australienne rapporte une concentration moyenne de 1,26 microparticules/g de sédiment sec à partir de 51 échantillons prélevés (Barrett et al., 2020), concentration du même ordre de grandeur que les niveaux retrouvés dans les sédiments du Rhin et de la Tamise (Horton et al., 2017a ; Klein et al., 2015). Sur la base de ces résultats, les auteurs ont estimé à 14 millions de tonnes la quantité de microplastiques dans les sédiments marins à l'échelle du globe. Ce chiffre est faible par rapport aux 8 millions de tonnes de plastiques qui rejoignent chaque année les mers et océans, et n'explique qu'une petite portion du « plastique manquant » en mer (Thompson et al. 2004).

2.3.3 Biote

Les microplastiques balayent une large gamme de taille et densité, ce qui leur permet d'occuper l'ensemble de la colonne d'eau et favorise leur biodisponibilité pour les organismes de tous les niveaux trophiques. Les microplastiques peuvent être assimilés par le biote aquatique de multiples façons : filtration, alimentation en suspension, inhalation à la surface air-eau, consommation de proies exposées aux microplastiques ou par ingestion directe. Le déficit de connaissances concernant l'effet et la présence de microplastiques est plus grand concernant le biote dulcicole que le biote marin.

La présence de microplastiques dans les organismes d'eau douce prélevés sur le terrain n'a pas encore été largement étudiée en Europe, mais leur indication dans différentes espèces de poissons du groupe des poissons blancs a été signalée dans plusieurs études :

- Une étude française qui a échantillonné dans 11 cours d'eau des goujons communs (*Gobio gobio*), un poisson qui est courant dans toute l'Europe, a trouvé des microplastiques dans 12 % des voies digestives étudiées (Sanchez et al., 2014) ;
- Plus récemment, Collard et al. (2018), dans le cadre de leur étude du chevesne (*Squalius cephalus*, espèce pélagique) dans la Marne et la Seine en région parisienne, dénombraient de l'ordre de 10 particules de microplastiques (principalement PP, PET et aussi PAN) dans le contenu stomacal de 18 % des poissons. La majorité des objets isolés du contenu de l'estomac étaient des fibres, ce qui est similaire aux résultats d'une étude précédente sur la contamination de ces rivières ;
- Au Royaume-Uni, 33 % des gardons (*Rutilus rutilus*) échantillonnés contenaient des microplastiques (Horton et al., 2018) ;

- Dans le lac Léman, les vandoises (*Leuciscus leuciscus*) et ablettes (*Alburnus alburnus*) présentaient également une contamination en microplastiques, comme huit oiseaux sur les neuf autopsiés dans le cadre de cette étude (Faure et al., 2015) ;
- Dans le bassin versant du lac Balaton (Hongrie), région caractérisée par la présence de nombreuses exploitations aquacoles, la comparaison entre occurrences et concentrations des microplastiques dans les eaux amont et aval, ainsi que dans les sédiments, laisse augurer une ingestion par les espèces présentes (Bordós et al., 2019) ;
- Au Brésil, 100 % des 82 spécimens prélevés avaient ingéré des microplastiques, quelles que soient leurs habitudes alimentaires (Pazos et al., 2017) : l'absence de relation entre le nombre de microplastiques ingérés et les habitudes alimentaires des poissons représentatifs de la totalité de la colonne d'eau indique que d'autres facteurs sont impliqués dans l'apport quantitatif de microplastiques des poissons ;

Le transfert trophique des microplastiques chez les consommateurs primaires en milieu marin a été mis en évidence sur des espèces variées : macrophytes (*Fucus vesiculosus*, (Gutow et al., 2016)) ingérés par le bigorneau (*Littorina littorea*), ainsi que chez les consommateurs secondaires (transfert de microbilles de PS chez des crabes (*Carcinus maenas*) à la suite de l'ingestion de moules bleues (*Mytilus edulis*) préalablement exposées aux microplastiques (Farrell et Nelson, 2013)). La biodisponibilité des particules peut être modifiée lorsqu'elles sont intégrées dans des agrégats de phytoplancton, facilitant ainsi leur transfert trophique (Lagarde et al., 2016; Long et al., 2015; Ward et Kach, 2009). Les microplastiques peuvent également être rendus biodisponibles pour les organismes coprophages une fois piégés dans les pelotes fécales après ingestion par le zooplancton (Cole et al., 2016).

L'ingestion de microplastiques représente donc une voie de transfert des contaminants vers la chaîne trophique, en plus des voies d'exposition déjà existantes comme le régime alimentaire, la matière organique, et l'eau. Une fois ingérés par les organismes aquatiques, les microplastiques peuvent s'accumuler dans le système digestif.

2.4 EFFETS ECOTOXICOLOGIQUES

2.4.1 Devenir des microplastiques ingérés

En milieu marin, de nombreuses études s'intéressant aux potentiels impacts de l'organisation biologique des organismes vivants après ingestion des microplastiques montrent une faible accumulation de microbilles dans l'organisme due à leur rapide excrétion via le système digestif (Cole et Galloway, 2015; Grossmann, 2014; Gutow et al., 2016; Hämer et al., 2014; Kaposi et al., 2014; Mazurais et al., 2015; Paul-Pont et al., 2016; Sjollega et al., 2016; Ugolini et al., 2013; Watts et al., 2016, 2014). Cependant ces particules lisses et sphériques, ne sont pas représentatives des microplastiques présents dans l'environnement aquatique et peuvent être évacués plus facilement que ces derniers (Mazurais et al., 2015).

En milieu dulcicole, une étude expérimentale a montré que le devenir des microplastiques dans l'organisme après avoir été ingérés peut être influencé par la forme des particules. En effet, l'exposition de l'amphipode *Daphnia magna* à différents types de microplastiques (particules et fibres) a montré que les microfibrilles de PP auraient des effets plus néfastes que les microparticules de PE, notamment dus à leur temps de résidence plus long dans le système digestif (Ogonowski et al., 2016). Ces résultats sont similaires à ceux observés en milieu marin après ingestion de fibres synthétiques par des langoustines communes (*Nephrops norvegicus*) collectées dans la mer de Clyde (Royaume-Uni) : celles-ci s'entremêlent et forment des nœuds et des pelotes qui s'accumulent et obstruent le système digestif (Murray et Cowie, 2011a). Browne et al. (2008) ont montré que les microbilles de plastiques de PS (3 et 9,6 µm) pouvaient être transloquées du système digestif au système circulatoire après trois jours d'exposition en milieu artificiel, et y persister plus de 48 h. Collard

et al. (2018) rendent compte de la première translocation observée en milieu dulcicole naturel, avec 18 % des spécimens ayant ingéré des microplastiques et 5 % des foies échantillonnés contenant des microplastiques. Aucun n'a en revanche été trouvé dans le tissu musculaire.

2.4.2 Effets néfastes et détermination de valeurs seuil

Des différences de contamination entre espèces pélagiques, benthiques et coprophages ne sont pas encore tranchées. Les résultats des expériences en laboratoire sont rares, mais certains tests ont été effectués avec *Daphnia magna* (Canniff et Hoang, 2018; Kokalj et al., 2018), démontrant des effets néfastes, et sur *Danio rerio*, qui ont développé un stress oxydatif après 7 jours d'exposition à des microbilles de PS (Lu et al., 2016).

Dans leur étude pour évaluer le risque écotoxicologique associé à la présence des microplastiques et des nanoplastiques dans l'eau, Besseling et al. (2019) ont déterminé des valeurs seuil à partir de données bibliographiques. Les effets néfastes sur le taux de survie, la reproduction et le taux de croissance ont été considérés. Le seuil de 1015 microparticules par litre a été déterminé. Il correspond à la quantité de microplastiques par litre pour laquelle des effets ont été observés sur 5 % de la population. Un intervalle de confiance à 95 % entre 101 et 10223 particules/L a été associé à cette valeur. Adam et al. (2019) ont déterminé une valeur seuil de microplastiques dans les eaux en utilisant une approche probabiliste. Des effets néfastes sur le taux de survie, la croissance, la reproduction et la photosynthèse ont été considérés. Une valeur de PNEC de $7,4 \times 10^5$ particules par m^3 (soit 740 particules par litre) a été déterminée, avec les 25^e et 75^e percentiles à $6,1 \times 10^5$ et $1,3 \times 10^6$ particules par m^3 respectivement. Ce chiffre est en accord avec celui déterminé par Besseling et al. (2019).

D'autres études destinées à déterminer des valeurs seuil de microplastiques dans l'eau sont nécessaires, parallèlement aux discussions au sein de la communauté scientifique actuellement en cours sur ce qui doit être considéré comme un effet des microparticules de plastiques sur les organismes.

2.5 RISQUES ASSOCIES A LA PRESENCE DES MICROPLASTIQUES DANS LES EAUX DE SURFACE CONTINENTALES

2.5.2 Risque écotoxicologique

Nous ne traiterons pas ici des risques à l'échelle cellulaire liés à la présence de nanoplastiques (Zhang et Chen, 2020), les méthodes de prélèvement et d'analyse de ceux-ci en étant encore à leur balbutiements (Wu et al., 2019).

Adam et al. (2019) ont évalué, par une approche probabiliste basée sur la mortalité et la reproduction, le risque écotoxicologique associé à la présence de microplastiques, à partir de données concentrations de microplastiques en Europe, Asie et Amérique du Nord, et de 53 valeurs d'écotoxicité obtenues sur 14 espèces d'eaux douces. Le risque écotoxicologique a été évalué à partir du ratio des distributions des concentrations de microplastiques et des valeurs de PNEC. Sur l'ensemble des données, 0,12 % des valeurs de ratio étaient supérieures à 1, c'est-à-dire que dans 0,12 % des cas, les concentrations de microplastiques étaient supérieures aux PNEC prises en compte dans l'étude (cf. § 2.4.2). Dans le détail, ces valeurs de ratios étaient systématiquement inférieures à 1 en Europe et en Amérique du Nord, où les concentrations de microplastiques prises en compte étaient les plus basses. En Asie, où les concentrations de microplastiques étaient les plus élevées, les valeurs de ratios étaient supérieures à 1 dans 0,4 % des cas. Ces valeurs sont très faibles ; ce qui montre un risque écotoxicologique très limité pour l'Asie, bien qu'il ne puisse être totalement exclu.

Kooi et al. (2018), ayant comparé plusieurs modèles récents, concluent qu'afin de mener une évaluation appropriée des risques inhérents aux microplastiques et de leurs sources, et compte tenu de la rareté des données, la modélisation est une méthode complémentaire utile pour l'évaluation de l'exposition.

2.5.3 Vectorisation de substances chimiques

La vectorisation de polluants organiques persistants (POP) via les microplastiques est également un sujet d'interrogation. Elle peut intervenir via les additifs présents dans la formulation des microplastiques primaires ou celle des objets conduisant aux microplastiques secondaires. Quelques catégories d'additifs sont référencées dans le 0.

Tableau 3. Exemples de catégories d'additifs présents dans les plastiques (Lambert et Wagner, 2018)

Catégorie	Fonction
Plastifiant	Rend le matériau souple
Retardateur de flamme	Réduit l'inflammabilité
Antioxydants et autres stabilisateurs	Accroît la durée de vie
Pigments	Ajoute de la couleur
Additif liant (cross-linking)	Permet de lier des chaînes polymères
Sensitisers	Permet d'accélérer la dégradation du matériau

La vectorisation d'éléments minéraux est inhérente aux matières plastiques, au travers des charges, pigments et résidus de catalyseurs qu'ils véhiculent. Barboza et al. (2018) ont mis en évidence la potentialisation de la bioaccumulation de mercure (Hg) dans le muscle et le cerveau de jeunes bars (*Dicentrarchus labrax*) en présence de microplastiques. Bien qu'il s'agisse d'une espèce marine, des effets similaires sur des espèces dulcicoles ne peuvent être écartés. D'autres éléments non essentiels, tels que le cadmium (Cd) ou le plomb (Pb), peuvent représenter un risque en cas de forte dose ou de chronicité d'exposition à de faibles doses (Wu et al., 2016). Leur biodisponibilité sera fonction de leur type de liaison avec le polymère (adsorption ou formulation), ainsi que de la surface spécifique et du type de polymère (Brennecke et al., 2016).

Si l'adsorption des POP sur les microplastiques est largement admise sinon totalement expliquée, en revanche leur biodisponibilité fait encore largement débat. Pour Beckingham et Ghosh (2017), la biodisponibilité des POP adsorbés sur les microplastiques est plus faible que celles adsorbées sur sédiments, pour des vers présents dans le sédiment. Pour Hu et al. (2019), cette constatation est à tempérer selon le type de POP : les POP « historiques » (HAP, PCB) ont des solubilités, ou des coefficients de partition, qui ne favorisent pas leur désorption. En revanche, certains résidus pharmaceutiques ont été transférés à des microalgues (Prata, 2018) ou à des bivalves (Guilhermino et al., 2018), ouvrant la possibilité à une accumulation le long de la chaîne trophique.

Rochman et al. (2014, 2013) ont démontré une toxicité hépatique après exposition à des microplastiques avec des contaminants adsorbés, et ont également signalé une altération du système endocrinien lorsque les poissons étaient exposés en laboratoire à des concentrations de microplastiques pertinentes pour l'environnement. Cependant, en ce qui concerne les poissons sauvages, la contribution des microplastiques à la charge corporelle des contaminants reste à démontrer, car les poissons sont également exposés au mélange complexe de contaminants présents dans l'eau. Bakir et al. (2016) ne considèrent pas les microplastiques comme des contributeurs majeurs du flux d'exposition du biote marin aux POP : la masse de microplastiques est faible par rapport à d'autres phases solides (MES)

auxquelles les contaminants sont potentiellement associés ; et les flux de contaminants associés aux microplastiques sont donc plus faibles.

La présence de matière organique et de micro-organismes sur les microplastiques peut aussi influencer les processus de sorption des contaminants chimiques sur ces derniers, bien que ces processus restent encore peu étudiés (Horton et al., 2017a). En effet, des caractéristiques comme la porosité, la surface spécifique, la polarité de particules, la température, le biofouling influencent l'adsorption d'un même POP. Ceci, combiné à la variété des substances présentes dans le milieu en compétition pour l'adsorption, résulte en une myriade de cas conduisant à une énorme variabilité inter-microplastiques, spatiale et temporelle de la vectorisation des POP par les microplastiques (Endo et al., 2005), qui ne peut être abordée qu'au prix d'une priorisation de l'ensemble des facteurs.

2.5.4 Vecteur d'espèces biologiques

Les propriétés intrinsèques des plastiques (flottabilité, persistance) ainsi que leur caractère ubiquitaire favorisent leur colonisation par de nombreux organismes, et leur capacité d'être transportés sur de longues distances augmente le risque d'introduction d'organismes toxiques et/ou invasifs dans de nouveaux milieux (Goldstein et al., 2012).

En résumé

Il n'existe pas de définition communément acceptée des microplastiques. Néanmoins, les dernières discussions à l'échelle européenne s'accordent sur la définition suivante : des particules solides de taille inférieure à 5 mm, ou des fibres de longueur inférieure à 15 mm et un rapport longueur/diamètre supérieur à 3. Leur présence dans l'environnement aquatique peut provenir de l'utilisation de produits contenant des microplastiques, ou de l'usure ou la dégradation de produits plastiques de plus grande taille. Différents types de polymères peuvent être retrouvés sous forme de microplastiques ; les élastomères (pneus de voiture) sont pour l'instant exclus de la liste des polymères rencontrés sous forme de microplastiques dans la majorité des études.

Les microplastiques que l'on retrouve dans les eaux de surface continentales ont des sources nombreuses et variées, allant des produits cosmétiques à l'agriculture. De plus, il est difficile d'estimer la quantité des microplastiques qui rejoignent chaque année les océans, principalement transportés par les rivières mais également par voies aériennes. Les recherches en modélisation contribuent à l'amélioration des connaissances sur le devenir et le transport des microplastiques dans les eaux douces et marines. En matière d'occurrence, de nombreuses études ont confirmé le caractère ubiquitaire et abondant de la contamination causée par les microplastiques dans les eaux de surface continentales, le sédiment et le biote.

S'agissant de l'impact écotoxicologique, il semble que la forme des microplastiques joue un rôle. En effet, les microfibrilles semblent plus avoir des effets plus néfastes que les microbilles. Outre la forme, les contaminants chimiques initialement présents ou adsorbés sur les particules, et les organismes qui colonisent leur surface représentent également un danger potentiel associé à la présence de microplastiques dans les eaux.

Compte tenu des quantités de microparticules de pneus déposées chaque jour sur les routes, il conviendrait de prendre en compte les élastomères dans le décompte des microplastiques présents dans l'environnement.

L'harmonisation des méthodes d'échantillonnage et de caractérisation permettrait notamment de comparer, voire d'agrèger, les résultats de plusieurs études. Ceci permettrait d'obtenir une vue plus globale de l'occurrence des microplastiques, de mieux identifier les sources et les voies de transfert, et relier de façon plus aisée les résultats d'exposition aux études d'impact.

La variabilité spatio-temporelle de la contamination des eaux par les microplastiques doit être évaluée et prise en compte dans les stratégies d'échantillonnage afin notamment d'obtenir des points zéro fiables.

Enfin, la modélisation pourrait être utilisée en premier lieu pour l'évaluation de l'occurrence des microplastiques à grande échelle. Les études de terrain, plus coûteuses, serviraient alors à caler ces modèles.

3. METHODES D'ECHANTILLONNAGE EN EAUX DE SURFACE CONTINENTALES ET TECHNIQUES DE CARACTERISATION

Le consortium SAPEA (2019) a mis en avant que le nombre exponentiel d'études sur les microplastiques ne s'accompagnait pas d'une augmentation proportionnelle des connaissances. La redondance, la marginalité et surtout le manque de qualité de certaines études publiées étaient avancés comme des points particulièrement critiques. Ces conclusions sont notamment supportées par les récents travaux de Koelmans et al. (2019) qui ont conduit une analyse critique de 50 études récemment publiées sur les microplastiques dans les eaux douces et l'eau potable et concluent que seules quatre études présenteraient une qualité et une fiabilité suffisantes. On notera que leurs critères de notation des 9 critères de qualité retenus¹⁴ sont particulièrement stricts et mériteraient d'être discutés. Parmi les éléments qui peuvent être avancés pour expliquer ces conclusions, l'absence de définition harmonisée du mesurande (définition des microplastiques et des unités de mesure) est le principal.

3.1 MESURE DES MICROPLASTIQUES DANS L'EAU

3.1.1 Définition des mesurandes

La bonne définition du mesurande étant la base de la signification de la mesure, la diversité des approches envisagées pour la caractérisation de cette classe d'analytes a abouti à ce jour à l'application de différentes méthodologies analytiques. Les microplastiques sont généralement définis par leur **taille** (base de leur définition), leur **forme** et, parfois, leur couleur. Cette dernière caractéristique, parfois considérée comme utile pour identifier les sources potentielles ainsi que les contaminations potentielles lors de la préparation des échantillons, peut être biaisée car les couleurs plus vives sont plus faciles à repérer lors d'une inspection visuelle. En revanche, les particules sombres, transparentes ou translucides peuvent être sous-représentées. De plus, une décoloration peut se produire pendant l'exposition environnementale et la préparation des échantillons. C'est pourquoi cette caractéristique ne semble pas cruciale, à l'exception d'études dans un contexte d'effet biologique où, selon les préférences alimentaires d'un organisme, certains objets en plastique colorés peuvent être plus ou moins susceptibles d'être confondus avec de la nourriture (Collard et al., 2018; Ory et al., 2017).

Les définitions diffèrent selon les équipes de recherche, cependant cinq catégories sont généralement utilisées pour décrire la forme des microplastiques : fragments, sphères, fibres, granulés plastiques industriels (GPI ou « pellets » en anglais), et mousses (ou « foam » en anglais) désignant les fragments de polystyrène expansé ou autres polymères présentant une structure cellulaire.

À la taille et la forme s'ajoute la **nature** du polymère ou des monomères composant un copolymère (par exemple, PE, PP ou PS-E).

Néanmoins ces trois caractéristiques intrinsèques à chaque particule (taille, forme et nature) ne suffisent pas à définir un mesurande : en effet, la mesure dans l'eau peut signifier le nombre d'objets dans un échantillon d'eau, leur masse totale, leur répartition en fonction de classes de taille, ou d'une ou plusieurs des catégories de forme évoquées ci-dessus. C'est pourquoi une seule technique analytique est en général insuffisante pour apporter la réponse souhaitée.

¹⁴ Méthode d'échantillonnage, taille de l'échantillon; gestion et condition de conservation de l'échantillon, précautions avant traitement de l'échantillons, qualité de l'air intérieur, blancs méthode, contrôles dopage, traitement de l'échantillon, identification du type de polymère

Il est donc fondamental de définir le mesurande en amont de tout plan d'étude, afin de s'assurer de la disponibilité des méthodes adéquates et d'échantillons prélevés en nombre suffisant et de manière adaptée.

3.1.2 Impact des techniques de prélèvement sur le mesurande

Les techniques de prélèvement en eaux superficielles continentales reposent sur l'utilisation de filets à plancton, ou filet Manta, dont l'ouverture de maille, la profondeur et la durée d'exposition, vont largement contribuer à définir le mesurande et orienter le résultat de la mesure, de manière analogue aux eaux marines, comme le signalaient déjà Chubarenko et al. (2016). Un filet dont l'ouverture de maille est de 330 μm est l'option la plus souvent choisie. Cependant, dans une étude récente, Dris et al. (2018) ont utilisé un filet à mailles de 80 μm (dans des conditions identiques à celles appliquées à un filet à mailles de 330 μm dans une précédente étude) et ont multiplié le nombre de fibres collectées par 250 environ (voir aussi : (Brugé et al., 2020; Ryan et al., 2020)).

En outre ce mode de prélèvement ne différencie pas les objets prélevés : des particules d'origine naturelle sont prélevées de manière concomitante aux microplastiques, rendant nécessaire un traitement biologique, chimique et physique des échantillons avant toute mesure de caractérisation.

3.1.3 Rendu des résultats

À la taille de la maille et l'ouverture du filet, il faut ajouter, pour rendre les données produites interopérables, des métadonnées telles que les éléments de la stratégie d'échantillonnage, incluant la vitesse d'écoulement (libre ou par traction du filet), la durée d'exposition permettant le calcul du volume filtré, la profondeur d'échantillonnage et la distance aux berges.

De plus, l'unité d'expression du résultat ne doit pas être biaisée par l'extrapolation des quantités prélevées : si Rios Mendoza et Balcer (2019) recommandent une expression de l'occurrence des microplastiques basée exclusivement sur le nombre d'objets, ils soulignent l'absence de possibilité d'extension homothétique des concentrations observées, qui restent liées à la stratégie de prélèvement et à l'objectif poursuivi. La concentration de microplastiques des échantillons prélevés sous forme d'une quantité d'eau filtrée en totalité devraient être rapportée par litre, tandis que celle des échantillons chalutés par m^3 . Si l'objectif de l'étude est lié à la géographie de la masse d'eau considérée, alors les valeurs devraient être exprimées en nombre/1 000 m^2 , et non en nombre/ km^2 , car le km^2 est une extrapolation rarement compatible avec les données brutes.

3.2 APPORTS METHODOLOGIQUES PROVENANT DU MILIEU MARIN

La méthode de chalutage utilisant le filet Manta¹⁵ est la plus courante dans le milieu marin, même si les travaux de recherche utilisent aussi des prélèvements d'eau suivi de filtration, notamment pour les plus petites particules. L'utilisation du filet Manta s'explique par la nécessité de prélever les particules à la surface de l'eau où se trouvent les plus grandes quantités, notamment en mer, à cause de la salinité, et une meilleure représentativité des échantillons à l'échelle de l'océan (quelques milliers de mètres carrés pour quelques litres à quelques mètres cubes pour les échantillons d'eau). Ces avantages ne semblent pas nécessairement justifiés en eaux douces, particulièrement dans les petits cours d'eau, en

¹⁵ <https://www.jove.com/v/55161/protocol-for-microplastics-sampling-on-sea-surface-sample>

raison de surfaces et volumes moindres, d'une turbulence plus élevée, et d'une densité du milieu plus faible.

Les méthodes de référence pour l'utilisation d'un filet Manta (maille 330 µm) existent en milieu marin notamment dans le cadre de la DCSMM (CE, 2008). Le manuel des méthodes de référence a été publié en 2013¹⁶ et fait actuellement l'objet d'une mise à jour pour publication en 2021. Par ailleurs l'expérience acquise en milieu marin sur la stratégie d'échantillonnage, les protocoles les plus adaptés et les méthodes d'extraction et de caractérisation sont largement décrites dans le document de référence du groupe GESAMP sur la pollution plastique de la commission Océanographique internationale (GESAMP, 2019). Les différentes méthodes de comptage ont fait l'objet d'exercices d'inter-calibration en Méditerranée (Cadiou et al., 2020). La méthode de caractérisation au rouge Nil¹⁷ s'utilise de plus en plus, car plus simple (des travaux sont en cours pour simplifier la mesure des microplastiques jusqu'à 10 µm). Mais il faut veiller à bien éliminer la matière organique des échantillons afin d'éviter les faux positifs. Enfin, l'expérience acquise dans le milieu marin pourrait concerner la bancarisation des données, la première base européenne ayant été créée récemment dans le cadre d'EMODnet (Molina Jack et al., 2019), sur la base des procédures de la base de données DALI de l'Ifremer, incluant des procédures de validation des données à des fins d'harmonisation. Le module microplastiques développé dans la base IFREMER/DALI¹⁸ pourrait avantageusement servir à une base dédiée aux microplastiques en eaux douces.

3.3 ECHANTILLONNAGE DANS LES EAUX DE SURFACE EN MILIEU CONTINENTAL

En premier point, à notre connaissance, aucune étude ne s'est attachée à discuter la stratégie d'échantillonnage pour surveiller les microplastiques dans les eaux de surface, ce qui n'est pas sans conséquence sur la représentativité des données d'occurrence qui sont publiées dans la littérature. On notera cependant quelques études qui ont réalisé des échantillonnages dans une rivière à différentes profondeurs de la colonne d'eau (Rodrigues et al., 2018), mais le manque de qualité associée à ces études limite l'interprétation de ces données. Koelmans et al. (2019) insistent sur le besoin que la profondeur d'échantillonnage dans la colonne d'eau soit systématiquement notée et associée au résultat. Il apparaît critique d'engager des études sur la distribution verticale des microplastiques dans la colonne d'eau, notamment dans les grands cours d'eau et plans d'eau, afin de pouvoir établir des recommandations adaptées. Certains éléments décrits dans les paragraphes suivants complètent ces premiers constats.

3.3.1 Méthodes d'échantillonnage

La recherche de microplastiques dans les matrices aqueuses nécessite généralement un grand volume d'eau en raison de la concentration relativement faible de ces particules. Les approches généralement utilisées sont le pompage, le chalutage (utilisation de différents filets), ou le remplissage de bouteilles ou de seaux (Li et al., 2018). La Figure 2 présente une répartition des méthodes d'échantillonnage de microplastiques en eaux de surface continentales.

¹⁶ <https://mcc.jrc.ec.europa.eu/documents/201702074014.pdf>

¹⁷ Pour le comptage, le rouge Nil permet de marquer les microplastiques et de les détecter plus facilement des matrices environnementales

¹⁸ https://www.ifremer.fr/quadrige2_support/DALI

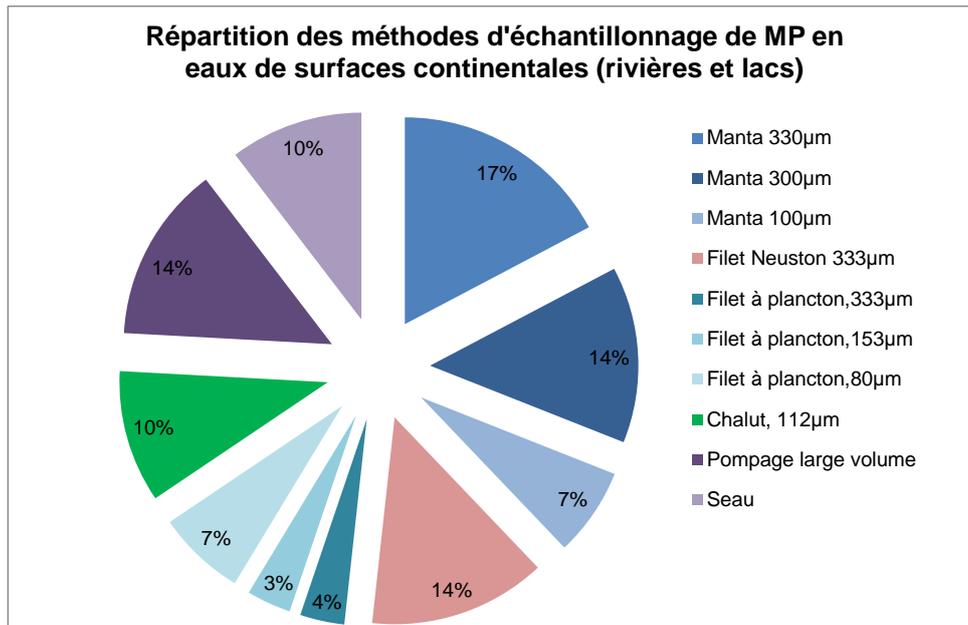


Figure 2. Répartition des méthodes d'échantillonnage de microplastiques en eaux de surface continentales (d'après la revue de Koelmans et al. (2019))

Les approches d'échantillonnage par chalutage sont généralement réalisées à l'aide des filets à nectons ou de chalut de type Manta généralement avec une taille de maille de 330 µm ou 300 µm. Selon les études, des étapes de tamisage et/ou de filtration supplémentaires sont réalisées sur les échantillons stabilisés en solvant ou bruts. Les temps de déploiement des filets peuvent aller de quelques dizaines de minutes à plusieurs heures. Rarement, les systèmes sont équipés de compteur de volume d'eau permettant ainsi de remonter à une quantité de microplastiques par litre d'eau. Dans la majorité des cas, les dénombrements sont exprimés par unité de surface.

Ces filets de plancton de chalutage de surface sont généralement constitués de mailles de nylon, certains flacons de collecte sont en polyéthylène ce qui n'est pas sans poser question vis-à-vis des risques de contamination des échantillons et de poser des problèmes lors de l'analyse. Ceci est d'autant plus problématique que la très grande majorité des travaux n'inclut pas de contrôle qualité sur le terrain ou que leur prise en compte dans les résultats exprimés est peu explicite. De plus, le manque d'utilisation normalisée des filets à plancton et les différents maillages empêchent la comparabilité des données quantitatives sur les concentrations de microplastiques.

En réalité, beaucoup de ces approches d'échantillonnage ont été transposées des pratiques d'échantillonnage utilisées depuis de nombreuses années pour le milieu marin. La question de leur pertinence/applicabilité pour la surveillance des eaux de surface continentales doit également être posée en raison des différences d'hydrodynamisme (débits, vitesse d'eau, hauteurs d'eau) (Li et al., 2018).

Les approches par pompage ou échantillonnages ponctuels à l'aide de seau sont également rencontrées dans la bibliographie mais dans une proportion moindre (Figure 2). Les volumes échantillonnés sont extrêmement variables, allant du litre à la centaine de litres.

En raison des faibles concentrations à atteindre, Koelmans et al. (2019) recommandent un volume d'échantillonnage minimal de 500 L pour les eaux de surface, quelle que soit l'approche d'échantillonnage choisie. Pour l'échantillonnage par filet Manta, le volume d'eau peut être calculé à partir de l'aire de la section d'ouverture du filet, du courant du cours d'eau et de la durée de déploiement du filet.

3.3.2 Comparabilité et représentativité des mesures en lien avec l'échantillonnage

La mise en œuvre de blancs sur le terrain est souvent mentionnée mais la question sur la véracité et l'adéquation vis-à-vis du protocole d'échantillonnage peut être posée. En effet, ce sont plus généralement des procédures de nettoyage des différents éléments du système d'échantillonnage qui sont rapportées sans que la preuve de leur efficacité ne soit apportée ; mais il est évident que selon les techniques d'échantillonnage choisies les difficultés opérationnelles peuvent être critiques.

Les études publiées mettent en œuvre des répliqués (duplicats) lorsque les approches d'échantillonnage par chalutage sont mises en œuvre. Cable et al. (2017) ont discuté la représentativité d'un trait unique d'échantillonnage. Des triplicats d'échantillons de surface ont été collectés dans 38 stations à l'aide d'un chalut Manta. Seuls les microplastiques d'une taille supérieure à 106 μm ont été quantifiés. Selon les stations, une variation des abondances de microplastiques comprise entre 0 à 3 a été observée. Pour compléter, Estahbanati et Fahrenfeld (2016) ont également rapporté que la variabilité entre répliqués dépendait de la taille des microplastiques : 44,9 % pour la fraction 63 μm , 19,8 % pour la fraction 125 μm , 26,2 % pour la fraction 250 μm et 27,4 % pour la fraction 500 μm .

Trop peu d'études se sont attachées à discuter **de la comparabilité et la représentativité** des mesures obtenues par différentes approches d'échantillonnage ou stratégies d'échantillonnage. On notera les travaux de :

- Vermaire et al. (2017) qui comparent le nombre et la distribution de microparticules par échantillonnage en bouteille large volume (100 L) et chalut Manta pour un même seuil à 100 μm . Les estimations des concentrations basées sur le chalut Manta sont systématiquement inférieures à celles basées sur la méthode d'échantillonnage en bouteille. Ceci pourrait s'expliquer par des différences de points d'échantillonnage (milieu de rivière pour chalut Manta par rapport à bord de rivière pour échantillonnage bouteille) ou de méthodologies d'échantillonnage (petits volumes d'échantillons (bouteille) versus large volume (chalut Manta)). En utilisant la méthode d'échantillonnage par bouteille, plus de 95 % des fragments de plastique récupérés étaient des microfibrilles, le reste de l'échantillon étant constitué de microbilles et de fragments de plastique non identifiés. L'échantillonnage au filet Manta était également dominé par les microfibrilles de plastique mais avec une moyenne de 73 % des particules de plastique et une proportion de microbilles (moyenne de 7 %) et celle d'autres fragments de plastique (moyenne de 20 % de fragments de plastique) plus importantes.
- Dris et al. (2015) ont conduit sur la Seine un important travail méthodologique sur l'impact de différents paramètres clés : type de chalutage (seuil de coupure à 80 μm versus 330 μm), temps de chalutage (1 minute versus 3 minutes), variabilité latitudinale (centre et rives) et variabilité dans la colonne d'eau (subsurface, 1 m et 2 m) sur la détermination de fibres. Pour un temps d'exposition de 1 min, un coefficient de variation de 45 % ($n = 6$) est observé. Cette variabilité décroît à 26 % pour un temps d'exposition de 3 min. L'étude met en avant un effet d'hétérogénéité latitudinale (la concentration sur les rives est supérieure à la concentration au centre de la rivière) en lien probable avec un trafic fluvial intense. La variabilité verticale apparaît comme négligeable dans ce système turbulent. L'utilisation d'un maillage de 80 μm au lieu de 330 μm multiplie le nombre de fibres échantillonnées par 250. Des fibres présentant un diamètre moyen de 25 μm , c'est-à-dire inférieur au maillage de 80 μm , ont été observées. Les auteurs concluent que la représentativité de l'échantillonnage dépend du seuil de coupure ainsi que de la présence de débris à l'intérieur du filet, et que des études complémentaires sont nécessaires pour évaluer précisément l'impact du seuil de coupure sur cette représentativité.

3.4 PREPARATION DES ECHANTILLONS

Pour les échantillons d'eau et pour les échantillons de solides (sol, sédiments, par exemple) collectés sur le terrain, des traitements sont réalisés au laboratoire pour isoler les particules à caractériser. Tout d'abord, pour les échantillons solides et les échantillons d'eau brute chargés, il est nécessaire d'éliminer la matière organique. Des procédés de traitement pour éliminer la matrice organique sont proposés pour tous les types de méthodes de détection par spectroscopie (cette étape n'est pas toujours décrite pour les méthodes thermoanalytiques). Là encore, la diversité des méthodologies est notable. Ensuite, une étape de concentration est nécessaire pour obtenir les particules dans un volume restreint ou sur un filtre. Enfin, pour les particules de petite taille ($< 100 \mu\text{m}$), une étape de séparation peut être employée.

3.4.1 Digestion de la matrice organique

Une multitude d'approches pour la digestion de la matrice organique ont été appliquées, notamment : le **traitement acide**, généralement 65 % d'acide nitrique (Lu et al., 2016 ; Rist et al., 2017), parfois en combinaison avec 30 % de peroxyde d'hydrogène (Correia et Loeschner, 2018a ; Ding et al., 2018) ; et le traitement **alcalin** à l'hydroxyde de sodium (Chen et al., 2017 ; Rist et al., 2017 ; Zhu et al., 2018). Cependant ces approches ont tendance à causer l'agrégation des particules, probablement en raison de la forte variation de la force ionique de la solution (Rist et al., 2017). Des **protocoles enzymatiques** de digestion des tissus par utilisation de la protéinase K ont aussi été proposés (Correia et Loeschner, 2018b ; Rist et al., 2017) lesquels ne provoquent pas ou moins d'agrégation de particules. En fonction de l'objectif du travail, si l'état d'agrégation et la morphologie des particules sont visés, il est très important de trouver un protocole suffisamment doux pour ne pas modifier les particules de plastique et les stabiliser contre l'agrégation. Dans de nombreuses études une validation correcte de la digestion fait défaut (Schwaferts et al., 2019).

3.4.2 Préconcentration

Pour la plupart des types d'échantillons et des techniques de caractérisation/identification utilisées, l'étape de préconcentration est inévitable. Parmi les méthodes les plus utilisées, on trouve la filtration sur membrane, l'ultrafiltration, la dialyse, l'ultracentrifugation, l'ultracentrifugation analytique, et l'évaporation. Le Tableau 4 adapté de Schwaferts et al. (2019) illustre les principales méthodes de préconcentration et séparation, leur domaine d'application et leurs avantages/inconvénients.

Tableau 4. Méthodes de préconcentration et de séparation des microplastiques de petite taille et des nanoplastiques (Schwaferts et al., 2019)

Task	Technique	Range	Advantages	Disadvantages
Preconcentration	Membrane filtration	>10 nm	<ul style="list-style-type: none"> • Easily available • Cheap 	<ul style="list-style-type: none"> – Low flow rates with small pores – Small volumes
	UF	10–100 kDa ca. 5–50 nm	<ul style="list-style-type: none"> • Large volumes • Little sample damage/aggregation • Little membrane clogging/fouling 	<ul style="list-style-type: none"> – Interaction with membrane – Setup not plastic free
	Dialysis	Similar to UF	<ul style="list-style-type: none"> • Mild conditions 	<ul style="list-style-type: none"> – Slow – Large volume of counter dialyzing medium
	UC	Any	<ul style="list-style-type: none"> • Simple • Washing of particles with centrifugation and redispersing 	<ul style="list-style-type: none"> – Risk of microbial contamination – Harsh conditions – No separation from particulate matrix – Difficult to obtain complete separation
	AUC	1 nm–1 µm	<ul style="list-style-type: none"> • High resolution • Can provide many information • Multiple detectors • Cheap, easy 	<ul style="list-style-type: none"> – Best for small particles (1–10 nm)
Separation	Evaporation of solvent	Any	<ul style="list-style-type: none"> • Cheap, easy 	<ul style="list-style-type: none"> – Does not remove dissolved matter – Superheating
	AF4	1 nm–1 µm	<ul style="list-style-type: none"> • No stationary phase • Sample focusing • Online coupling 	<ul style="list-style-type: none"> – Operation difficult – Interaction with membrane – Steric inversion
	HDC	5 nm–1.2 µm	<ul style="list-style-type: none"> • Less interaction with stationary phase • Coupled detectors 	<ul style="list-style-type: none"> – Little used
	SEC	1 nm–100 nm	<ul style="list-style-type: none"> • Coupled detectors 	<ul style="list-style-type: none"> – Stationary phase – Small range
	HPLC	1 nm–40 nm	<ul style="list-style-type: none"> • Coupled detectors 	<ul style="list-style-type: none"> – Stationary phase – Small size range
	CE	5 nm–500 nm	<ul style="list-style-type: none"> • High separation resolution • Coupled detectors • Fast 	<ul style="list-style-type: none"> – Charge required – Electrolyte/surface modification – Interaction with capillary/clogging – Might damage sample – Complex matrices difficult

Le processus de **filtration** est très courant pour l'analyse des microplastiques : membranes de différents matériaux (oxyde d'aluminium, céramique, polycarbonate...) sont disponibles dans le commerce avec des tailles de pores entre 0,01 µm et plusieurs µm. A noter que la taille du filtrat est généralement plus petite que la taille nominale des pores. Les filtres inférieurs à 0,1 µm présentent des débits très faibles, ce qui affecte le volume d'échantillon qui peut être filtré de manière réaliste. Ce volume diminue avec la diminution de la taille des pores, par exemple 250 mL avec une membrane de 0,4 µm (Oßmann et al., 2018) ou 0,1 mL avec 0,01 µm (Hernandez et al., 2017). Cela doit être pris en compte lors de la décision du protocole à suivre pour la préconcentration d'un grand volume d'échantillon. Des aspects négatifs de cette approche sont l'interaction échantillon-membrane et les possibles contaminations dues à la présence de plastique dans le système de filtration.

L'**ultrafiltration (UF)** utilise des membranes nanoporeuses de 10-100 kDa (5-50 nm) dans une cellule agitée (Ter Halle et al., 2017), un champ de centrifugation (Pitt et al., 2018) ou en mode d'écoulement tangentiel (Mintenig et al., 2017). Par opposition à la méthodologie de dialyse (Laborda et al., 2016; Vauthier et Bouchemal, 2009), la filtration est effectuée en appliquant une pression pour faciliter l'écoulement du filtrat, ce qui augmente la vitesse du processus. L'UF tangentielle est une méthode à fort potentiel pour le traitement des échantillons environnementaux, car capable de traiter de gros volumes d'eau, jusqu'au m³, tout en minimisant la perte de particules et l'altération de l'échantillon ou l'agrégation (Laborda et al., 2016; Pansare et al., 2017).

La centrifugation et l'ultracentrifugation (UC) peuvent être utilisées pour préconcentrer les particules en suspension. En UC, des forces centrifuges élevées de l'ordre de 105 g sont nécessaires pour affecter les plus petites particules de plastique dont la masse volumique est proche de celle de l'eau. Cette technique est facilement disponible et simple à utiliser pour des petits volumes (10-100 mL) ce qui limite son applicabilité pour les échantillons d'eau. La technique présente deux désavantages : (i) pas de séparation des particules récoltées qu'elles soient en plastique ou proviennent de la matrice environnementale inorganique ou organique ; (ii) possible altération (agglomération ou endommagement) des particules due aux forces

centrifuges élevées ou à la re-dispersion du culot (Laborda et al., 2016; Sharp et Beard, 1950; Vauthier et Bouchemal, 2009). A noter que ces aspects ne sont pas contraignants dans le cas de l'identification des échantillons comme dans le cas de l'analyse par pyrolyse couplée à la chromatographie en phase gazeuse et à la spectrométrie de masse (Py-GC-MS), qui est une technique destructive.

Dans l'**ultracentrifugation analytique (AUC)**, le profil de sédimentation d'un échantillon est surveillé en temps réel par un système de détection optique. De nombreux paramètres tels que les distributions de taille, la morphologie et les changements conformationnels des macromolécules peuvent ainsi être obtenus. La technique permet aussi le fractionnement des échantillons (Cölfen, 2006; Planken et Cölfen, 2010).

Certaines préparations d'échantillons spécifiques aux techniques d'identification/caractérisation sont évoquées avec les techniques respectives dans les paragraphes suivants.

3.4.3 Techniques de séparation

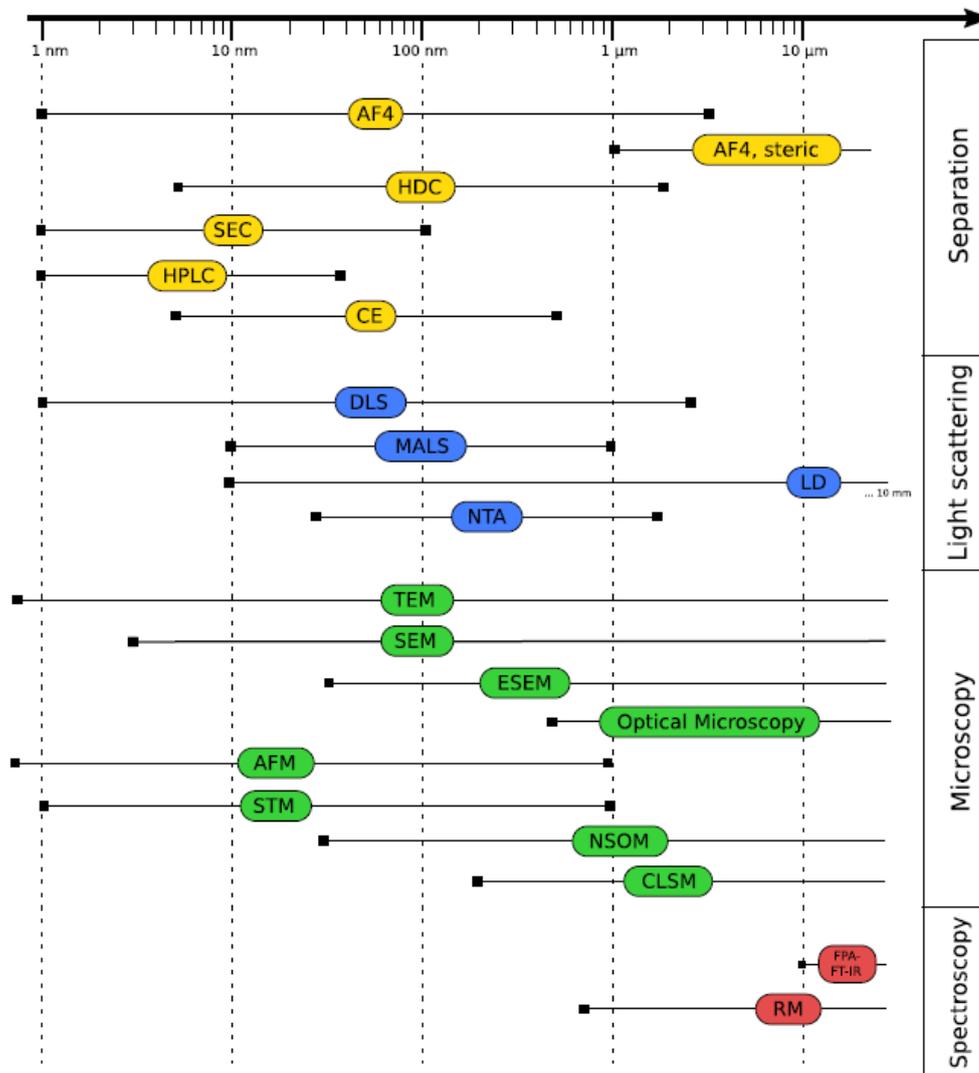
Pour isoler les plastiques des matrices environnementales complexes, il est nécessaire d'exploiter les propriétés spécifiques des plastiques qui diffèrent du milieu : de manière générale, les plastiques ont tendance à être moins denses et plus hydrophobes. De plus, lorsque la teneur en solides est faible dans les matrices, les plastiques peuvent être séparés par taille.

Pour la séparation en taille des particules, les méthodes de préconcentration décrites au paragraphe 3.4.2 sont aussi utilisées pour fractionner les échantillons, en particulier la filtration et l'ultrafiltration analytique. Certaines techniques comme la **chromatographie liquide haute performance en phase inverse (HPLC)** (Soto-Alvaredo et al., 2013), la **chromatographie d'exclusion stérique (SEC)** (Zhou et al., 2014) et l'**électrophorèse capillaire (CE)** (Adam et Vaculovicova, 2017) ont été appliquées pour la séparation de nanoparticules manufacturées dans les échantillons environnementaux et peuvent également être applicables à la séparation de nanoplastiques, mais leur fenêtre analytique n'est pas adaptée à la caractérisation de microplastiques.

D'autres méthodes de séparation populaires pour la caractérisation des nanoparticules telles que le **fractionnement par couplage flux-force (FFF)** (Gigault et al., 2017) et la **chromatographie hydrodynamique (HDC)** (Tiede et al., 2009) peuvent être adaptées, le défi étant la présence de la fraction particulaire > 1 µm. Dans le **fractionnement asymétrique par couplage flux-force (A4F)**, les objets sont séparés en fonction de leur coefficient de diffusion uniquement par interaction de l'échantillon avec un champ physique externe, sans phase stationnaire. Devenue ces dernières années une méthode séparative de choix pour la caractérisation des nanoparticules dans des matrices complexes (Baalousha et al., 2011), la technique a été appliquée aux microplastiques dans quelques études pionnières. La méthode FFF couplée à la diffusion de lumière (MALS) et à la pyrolyse a été appliquée pour distinguer différents types de plastique dans des échantillons d'eaux de surface dopés (Bouwmeester et al., 2015). Des particules de polystyrène avec une taille allant de 1 à 800 nm, couvrant l'ensemble de la distribution de taille colloïdale ont été analysées par FFF-UV-MALS dans le but de démontrer la faisabilité de l'utilisation de la FFF pour la séparation et la caractérisation des nanoplastiques (Gigault et al., 2017). Le potentiel séparatif de la technique s'étend à l'échelle micrométrique (environ 20 µm) (AF4 : *Asymmetric Flow Field Flow Fractionation*, AFM : *Atomic Force Microscopy*, CE : *Capillary Electrophoresis*, CLSM : *Confocal Laser Scanning Microscope*, DLS : *Dynamic Light Scattering*, ESEM : *Environmental Scanning Electron Microscopy*, FPA-FT-IR : *Focal Plane Array FT-IR*, HDC : *Hydrodynamic Chromatography*, HPLC : *High Performance Liquid Chromatography*, LD : *Laser Diffraction*, MALS : *Multi Angle Light Scattering*, NTA : *Nanoparticle Tracking Analysis*, NSOM : *Near-field Scanning Optical Microscopy*, RM : *Raman Microspectroscopy*, SEC : *Size Exclusion Chromatography*, SEM : *Scanning Electron Microscopy*, STM : *Scanning Tunneling Microscopy*, TEM : *Transmission Electron Microscopy*

Figure 3).

Les fractions séparées de l'échantillon peuvent par ailleurs être collectées et analysées « off-line » par des techniques complémentaires, telles que la microscopie électronique à balayage (MEB), la microscopie électronique à transmission (MET) ou Py-GC-MS qui apportent de nouvelles informations sur la forme des particules et leur composition chimique. Cependant, la plupart des méthodes de séparation requièrent des concentrations élevées de microplastiques (faible sensibilité du système de détection) et un développement spécifique échantillon/matrice.



AF4 : Asymmetric Flow Field Flow Fractionation, AFM : Atomic Force Microscopy, CE : Capillary Electrophoresis, CLSM : Confocal Laser Scanning Microscope, DLS : Dynamic Light Scattering, ESEM : Environmental Scanning Electron Microscopy, FPA-FT-IR : Focal Plane Array FT-IR, HDC : Hydrodynamic Chromatography, HPLC : High Performance Liquid Chromatography, LD : Laser Diffraction, MALS : Multi Angle Light Scattering, NTA : Nanoparticle Tracking Analysis, NSOM : Near-field Scanning Optical Microscopy, RM : Raman Microspectroscopy, SEC : Size Exclusion Chromatography, SEM : Scanning Electron Microscopy, STM : Scanning Tunneling Microscopy, TEM : Transmission Electron Microscopy

Figure 3. Fenêtres analytiques des différentes techniques utilisées pour la séparation et la caractérisation des nano/microplastiques selon leur taille (Schwaferts et al., 2019)

3.5 CARACTERISATION DE LA TAILLE ET DE LA FORME ET METHODES D'IDENTIFICATION

Les méthodes de détection disponibles diffèrent dans leurs performances méthodologiques et leur faisabilité. Cela inclut la masse ou le nombre de particules d'échantillon analysables dans une mesure, les limites de détection en taille et en masse des particules, la préparation de l'échantillon nécessaire et préalable à la mesure, et le temps d'analyse et d'exploitation des données mesurés¹⁹. Un exemple des types de résultats pouvant être générés avec différentes méthodes de détection a été présenté dans la ISO/TC 61/SC 14/WG 4¹⁹ (Tableau 5).

La caractérisation visuelle a été utilisée comme première étape pour les microplastiques dans les échantillons environnementaux. Cette technique consiste à identifier les caractéristiques physiques des plastiques qui composent les particules (c.-à-d. morphologie, couleur, etc.). Cette approche convient pour les particules supérieures à ~500 µm qui sont observées à l'œil nu ou par microscopie optique (Nguyen et al., 2019). Dès lors que l'on s'attache à des microplastiques plus petits, les techniques les plus utilisées pour la caractérisation et l'identification du type de plastique sont généralement les **spectroscopies infra-rouge (IR)** (Foekema et al., 2013 ; Li et al., 2015 ; Lusher et al., 2013 ; Mintenig et al., 2020) et **Raman** (Karami et al., 2017; Murray et Cowie, 2011b; Schymanski et al., 2018; Van Cauwenberghe et Janssen, 2014). La spectroscopie micro IR à transformée de Fourier (**µFT-IR**) permet de détecter des particules jusqu'à 10 µm (Figure 3), alors que la spectroscopie µ-Raman présente une meilleure résolution (< 1 µm) qui permet de visualiser de plus petites particules de microplastiques de l'ordre de 5 µm voire moins pour les instruments les plus récents (Ivleva et al., 2017; Käßler et al., 2016). D'autres techniques utilisées sont la microscopie optique et l'obscurcissement, appelé aussi détection optique des particules simples (SPOS) (« laser obscuration » en anglais) (Hüffer et al., 2017).

Pour l'identification des microplastiques, une des techniques utilisées est la **Py-GC-MS** (Fries et al., 2013 ; Nuelle et al., 2014). Elle permet d'obtenir des informations structurales sur les macromolécules en effectuant une analyse GC-MS des produits de dégradation thermique. L'identification est effectuée par comparaison avec des pyrogrammes caractéristiques des différents polymères connus. Cependant, cette méthode est préconisée pour l'analyse de particules de microplastiques de faible taille (< 0,5 mm³). Pour des analyses représentatives fiables, un enrichissement ou une réduction préalable de la matrice environnementale naturelle est alors nécessaire.

En alternative, l'extraction-désorption thermique couplée à la chromatographie gazeuse et à la spectrométrie de masse (**TED-GC-MS**) peut être utilisée, combinaison de l'analyse thermogravimétrique (TGA) et d'une unité de désorption thermique (TDU) couplée à la GC-MS (Duemichen et al., 2019). L'échantillon est d'abord pyrolysé dans le TGA, les produits de décomposition sont collectés sur l'adsorbeur en phase solide puis analysés avec le système TDU-GC-MS. Avec cette méthode, une partie représentative des gaz de décomposition est analysée et une masse d'échantillon plus élevée et donc plus représentative peut être analysée en un temps raisonnable. Pour les échantillons d'eau, aucune préparation d'échantillon n'est nécessaire, car les produits de décomposition du contenu organique pyrolysable formeront des produits de décomposition différents par rapport aux microplastiques et le contenu inorganique n'influencera pas le signal. Si les échantillons ont une teneur élevée en acides gras (par exemple, biote), une étape d'extraction à base de

¹⁹ ISO/TC 61/SC 14/WG 4 « Characterization of plastics leaked into the environment (including microplastics) and quality control criteria of respective method »

solvant est nécessaire avant l'analyse instrumentale. Dans les échantillons de sédiment, aucun traitement d'échantillon n'est nécessaire quand une teneur élevée en microplastiques est attendue. Lorsque la teneur est inférieure au niveau $\mu\text{g}/\text{mg}$, une séparation par densité peut s'avérer nécessaire.

Les techniques de détection pour l'analyse des nanoparticules organiques (détermination de la teneur en carbone) ne sont pas directement transférables à l'analyse de nanoplastiques en raison d'une ionisation insuffisante de la matrice polymère (Hüffer et al., 2017).

La stratégie analytique applicable à la caractérisation des nanomatériaux peut s'appliquer aussi aux nano- et microplastiques. La caractérisation de nanoplastiques et de polymères nanoparticulaires dans des matrices simples a été reportée par **MET** (Velzeboer et al., 2014) et chromatographie hydrodynamique (HDC) couplée à l'UV (Striegel et Brewer, 2012). Le **NTA** (Nanoparticle Tracking Analysis) a été utilisé dans des études de laboratoire sur la dégradation du polystyrène en particules nanométriques (Lambert et Wagner, 2016). La **MEB** couplée à la spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie (**EDX**) a également été utilisée pour confirmer la présence de nanoplastiques dans des expériences d'abrasion (Bouwmeester et al., 2015).

Le couplage **FFF-UV-MALS-Raman** récemment développé est une technique de séparation/caractérisation qui a permis l'identification de particules de différents matériaux (polymères et inorganiques) dans la plage de tailles de 200 nm à 5 μm , avec des concentrations de l'ordre de 1 mg/L (10^9 particules/L) (Schwaferts et al., 2020).

Des études réalisées pour détecter la présence de microplastiques dans les eaux de consommation humaine (Eerkes-Medrano et al., 2019; Oßmann et al., 2018; Schymanski et al., 2018) sont aussi d'intérêt d'un point de vue méthodologique puisque les concentrations y sont très faibles.

Tableau 5. Exemples de types de résultats pouvant être générés avec différentes méthodes de détection, adapté du projet de norme ISO/CD 24187:2020.

Caractéristiques	Méthodes spectroscopiques					Méthodes thermoanalytiques				Méthodes chimiques
	μRaman	(FT)IR (μ/FPAtrans)	μATR-(FT)IR	ATR-(FT)IR	NIR/Imagerie hyper spectrale	Py-GC-MS	Py-GC-MS modifiée	TED-GC-MS	DSC ^(b)	ICP-MS ^(c)
Type de polymère	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Seulement PE, PP	Seulement pour plastiques avec composante inorganique
Additifs détectables	Pigments	Non	Non	Non	Non	Oui	Non	Non	Non	Non
Surface des particules (chimique)	Oui	Non	Non	Oui	Oui	Non	Non	Non	Non	Non
État de dégradation^(a)	Oxydation de surface	Non	Oxydation de surface	Oxydation de surface	Non	Oxydation	Non	Non	Masse moléculaire	Non
Concentration en nombre, taille, forme, surface et morphologie des particules	Oui	Oui	Oui	Non	Non	Non	Non	Non	Non	Non
Bilans massiques	Non	Non	Non	Non	Non	Non	Oui	Oui	Oui	Oui

ATR : attenuated total reflectance, FPA : Focal Plane Array, NIR : Near Infrared Reflectance

- (a) Tout changement physique ou chimique du polymère résultant de facteurs environnementaux, tels que la lumière, la chaleur, l'humidité, les conditions chimiques ou l'activité biologique.
- (b) Calorimétrie différentielle à balayage
- (c) Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif

3.6 ENSEIGNEMENTS DE LA SURVEILLANCE DES MICROPLASTIQUES EN MILIEU MARIN POUR CONSTRUIRE UNE SURVEILLANCE DES EAUX DE SURFACE CONTINENTALES

Les méthodes d'échantillonnage mises en œuvre en milieu marin sont d'ordre réglementaire et répondent à des protocoles standards. En revanche, en milieu continental, les méthodes présentées relèvent encore de la Recherche & Développement, et nécessitent d'être éprouvées dans ce contexte. L'expérience acquise dans le cadre de la surveillance des microplastiques dans les milieux littoraux et marins doit être considérée dans une démarche de mise en place d'activités de surveillance des microplastiques dans les eaux de surface continentales. Il convient ici de rappeler les points suivants basés sur les recommandations des groupes techniques experts (GESAMP 2019, CE 2008, OMC²⁰):

- La définition des objectifs de la surveillance doit précéder toute sélection de protocoles et a des conséquences pour la décision de ce qu'il faut mesurer, où et quand surveiller, et le nombre de répétitions à prendre en compte. Rappelons ici que les principaux besoins/objectifs de surveillance en milieu marin (MSCG / 10/2013 / 5rev²¹) sont : 1) Évaluation de l'atteinte ou du maintien du bon état de l'environnement et de l'amélioration, stabilisation ou détérioration de ce dernier; 2) l'évaluation des progrès accomplis vers l'atteinte des objectifs environnementaux (JRC, 2013). Le descripteur 10 de la DCSMM (CE, 2008, UE, 2017) précise ainsi le Critère D10C2 – Micro-déchets : la composition, la quantité et la répartition spatiale des microdéchets sur le littoral, à la surface de la colonne d'eau et dans les sédiments des fonds marins sont à des niveaux qui ne nuisent pas à l'environnement côtier et marin. L'indicateur utilisé est à ce stade le suivant « micro-déchets flottants » : nombre d'unités et masse de micro-déchets, dont microplastiques (particules inférieures à 5 mm). En conséquence, l'ensemble des approches de surveillance déployées en milieu marin répondent à ces objectifs.

- La maturité des protocoles de surveillance varie et la surveillance doit être organisée sur cette considération parce que les programmes de surveillance devraient capturer tout le spectre de tailles des microplastiques, là où il n'existe pas de référence, une surveillance exploratoire de recherche doit être entreprise. C'est cette démarche qui a guidé la mise en place d'activités de surveillance des microplastiques dans les milieux marins.

- Les eaux de surface continentales sont plus diversifiées (fleuves, rivières, lacs, etc.) que les eaux marines, et caractérisées par des conditions hydrodynamiques différentes (crues, étiages) qui influencent le transport des microplastiques et leur distribution. Par conséquent, les stratégies et moyens d'échantillonnage doivent être adaptés aux conditions spécifiques du site et la comparabilité des mesures obtenues reste encore à démontrer.

- Les eaux de surface continentales présentent également des teneurs en matières organiques particulières (par exemple, feuilles, branches, matières en suspension) plus élevées que les eaux marines. Dans les rivières et les lacs, ces matériaux sont fraîchement recrutés sur les rives, alors que dans le milieu marin, ils sont généralement déjà décomposés. Les stratégies et moyens d'échantillonnage doivent être adaptés aux conditions spécifiques du site.

- A priori, une approche d'échantillonnage unique (par exemple Filet Manta, paragraphe 3.2) ne permettra pas de répondre aux questions d'occurrence de microplastiques dans les eaux de surface continentales.

- La question de l'évaluation des flux de microplastiques vers le milieu marin est centrale. Les estuaires et deltas représentent donc une zone de surveillance critique.

²⁰ Communiqué à l'issue du G7 Environnement à Metz les 5 et 6 mai 2019 <https://www.ecologique-solidaire.gouv.fr/communique-lissue-du-g7-environnement-metz-5-et-6-mai-2019>
²¹ <https://circabc.europa.eu/sd/a/3d2983c4-5ff6-4803-8457-e5919bf51a14/MSCG-2013%20Draft%20Minutes%20v1%20CIRCA%20BC%20rev%20TC.docx>

Malheureusement, la plupart des méthodes de dénombrement et quantification de microplastiques disponibles ne sont pas adaptées par exemple pour les estuaires qui sont ces milieux saumâtres complexes caractérisés par de très fortes charges particulaires et organiques et forts gradients de salinité/conductivité (ex : bouchons vaseux).

- Pour engager une surveillance pertinente des microplastiques, il est recommandé de choisir la limite de taille inférieure, considérant les protocoles d'échantillonnage les plus matures, selon des protocoles largement publiés pour faciliter la comparabilité des données. Mais, la maîtrise de la qualité de la donnée est d'autant plus complexe que l'on s'adresse à des microplastiques de petites tailles. Les recherches actuelles montrent que la prévention complète de toute contamination est pratiquement impossible (par exemple, Koelmans et al., 2019). Il est donc critique de pouvoir renseigner, maîtriser et contrôler cette contamination dans des conditions de routine, ce qui, à l'heure actuelle, est considéré comme un frein majeur dans les programmes de surveillance en milieu marin. De plus, si le contrôle du flux transmis au milieu marin est l'objectif, alors il faut aligner les tailles de mailles pour avoir au moins une des variables (ou métadonnées) fixée.

- L'utilisation d'outils de contrôle et d'assurance qualité, telles que les comparaisons interlaboratoires, l'utilisation de matériaux de référence le cas échéant, et la formation des opérateurs aux protocoles devrait accompagner la mise en œuvre de la surveillance. Ces approches devraient être développées dans le cadre d'une recherche dédiée (cf. essais interlaboratoires en cours QUASIMEME pour le milieu marin).

Considérant l'ensemble des éléments rappelés ci-dessus, les méthodes et méthodologies qui ont été éprouvées dans le cadre de la surveillance en milieu marin devront faire l'objet d'une analyse poussée afin d'évaluer leur pertinence et transférabilité à la surveillance des eaux de surface continentales, en lien avec le ou les objectif(s) établi(s) pour la surveillance des milieux continentaux. À l'heure actuelle, il n'apparaît pas approprié de recommander une approche (comme le filet Manta à 300 µm pour le milieu marin, cf. guides GESAMP et DCSMM) sur toutes les autres, du fait de la très grande diversité des contextes de surveillance en milieu continental.

3.7 HARMONISATION DES PRATIQUES D'ÉCHANTILLONNAGE ET D'ANALYSE

3.7.1 Assurance qualité (échantillonnage et analyse)

Un certain nombre de points liés à l'assurance qualité pour l'échantillonnage de l'eau pour la mesure des microplastiques ont déjà été présentés dans le paragraphe 3.3. La Figure 4 présente l'évaluation, selon 9 critères, de la qualité de méthodes de mesure appliquées dans des études de surveillance des eaux de surface (Koelmans et al., (2019).

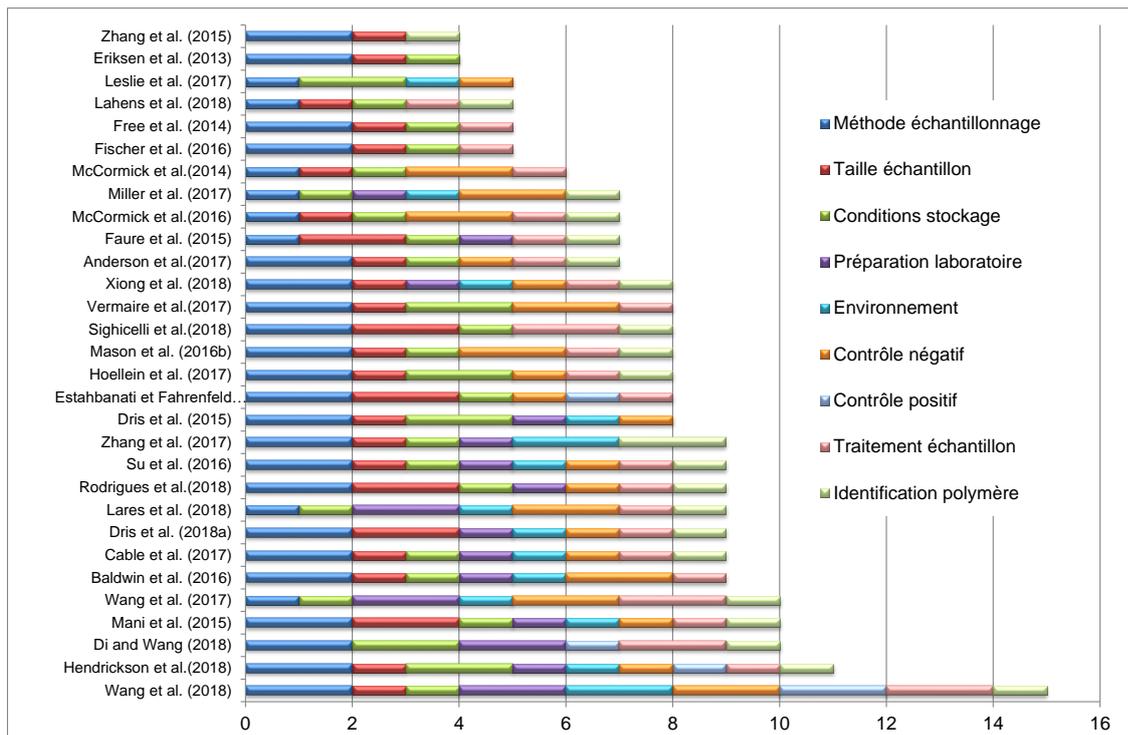


Figure 4. Evaluation selon 9 critères de la qualité des méthodes de mesure appliquées dans des études de surveillance des microplastiques dans les eaux de surface, d'après Koelmans et al. (2019)

Le système de notation de chacun des neuf critères (2, 1 ou 0) est décrit dans la publication de Koelmans et al. (2019). Même si ces critères de notation peuvent, pour certains, être discutés, notamment celui du volume d'échantillon prélevé dont la notation est basée sur la mise en œuvre d'un échantillonnage de 500 L, cette analyse amène une image représentative de l'état de maîtrise par la communauté de recherche et souligne de nouveau le besoin d'harmonisation et de mise en œuvre de recommandations sur les contrôles qualité nécessaires à la production de données comparables et fiables.

Les points qui apparaissent les plus critiques et qui ont été soulevés au travers de plusieurs revues analytiques (Akdogan et Guven, 2019 ; Stock et al., 2019) mais également dans des groupes de travail experts sont :

- les enjeux des contaminations par les matériels, les opérateurs et les ambiances de travail, très critiques pour la caractérisation des microplastiques de très petite taille, leur contrôle et maîtrise, leur prise en compte dans l'expression des résultats.
- la démonstration de la maîtrise des processus de mesure notamment à minima en termes de rendement et de fidélité sur l'ensemble des gammes de taille et de nature de microplastiques revendiquées par les méthodes mises en œuvre.
- la démonstration de l'équivalence des mesures obtenues par des stratégies de mesures différentes.

Pour répondre à ces besoins, l'absence des éléments suivants est un verrou important :

- Matériaux de référence certifiés (MRC) étalons (c'est-à-dire des microplastiques seuls) pour démontrer la traçabilité des mesures et l'exactitude des étalonnages,
- MRC à matrice (c'est-à-dire, des microplastiques dans une matrice) pour démontrer l'exactitude des méthodes de mesure, incluant la phase de traitement de l'échantillon,
- Comparaisons interlaboratoires (échantillonnage et analyse).

Des initiatives ont été engagées par Quasimeme et le JRC Ispra en lien avec le BAM mais les difficultés méthodologiques à lever sont importantes.

3.7.2 Normalisation

Les besoins de normalisation étendus ont été identifiés comme critiques et en particulier pour :

- une définition communément acceptée des microplastiques ;
- l'élaboration de stratégies d'échantillonnage harmonisées, de protocoles de traitement des échantillons et de méthodes de caractérisation (exposition et danger) capables de rendre les résultats de la recherche plus comparables et pertinents pour l'évaluation des risques ;
- la définition de métadonnées harmonisées pour rendre les résultats de la recherche dans différents compartiments plus interopérables et comparables.

En effet, l'équipe ENVironmental monitorinig strategy du CEN/SABE recommande, dans leur note de position (CEN, 2019) de développer un guide pour la définition de métadonnées harmonisées pour produire des résultats de recherche plus interopérables et comparables. De plus, dans le but de définir les paramètres pertinents à mesurer, un travail préparatoire pour la normalisation doit d'ores et déjà être entrepris dans les domaines suivants :

- Méthodes d'échantillonnage et d'analyse (qualitative et quantitative),
- Guide pour la définition des métadonnées,
- Caractérisation du danger et de l'exposition,
- Biodégradabilité.

Un certain nombre d'initiatives ont ainsi été initiées dans différents comités techniques normatifs à l'échelle internationale (ISO/CEN) et également nationale (AFNOR/DIN). Ces initiatives concernent la caractérisation des microplastiques, aucune n'est relative à l'échantillonnage. Face à cela, le besoin de coordination est devenu impérieux pour éviter la duplication inutile de travaux, engager des travaux respectant les domaines d'expertise de ces différents comités techniques, permettre une interopérabilité des travaux en lien avec les besoins des utilisateurs finaux, notamment l'évaluation des risques sanitaires et environnementaux. Ainsi à l'occasion de l'ISO organisée en 2019 au Japon et sur une forte initiative française, un certain nombre de résolutions ont été prises en ce sens, notamment, avec la création d'un groupe mixte ISO TC 147/SC 2 (qualité de l'eau : méthodes d'analyses physicochimiques) et ISO TC 61/SC 14 (Plastiques/aspects environnementaux).

En France, un groupe mixte T91M (qualité des eaux : micropolluants organiques) et BNPP/T50A (Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie/Plastique) a été créé en 2017 dans le cadre d'un projet de norme d'analyse des microplastiques dans les eaux : « Analyse des microplastiques dans les eaux de consommation humaine et les eaux souterraines » :

- Partie 1 - Qualité de l'eau- analyse de microplastiques – méthodes utilisant la spectroscopie vibrationnelle
- Partie 2 - Qualité de l'eau- analyse de microplastiques – méthode par Py/GC/MS après microscopie

4. ROLE D'AQUAREF DANS LA MISE EN PLACE D'UNE SURVEILLANCE MICROPLASTIQUES DANS LES MILIEUX AQUATIQUES CONTINENTAUX

Bien qu'ayant une expertise limitée en matière d'échantillonnage et de caractérisation des microplastiques – seul l'Ifremer possède une expérience pratique – et dans le calendrier contraint associé à l'objectif de « zéro plastique à la mer en 2025 », AQUAREF est en mesure d'apporter un appui aux pouvoirs publics à la mise en place d'une surveillance des microplastiques dans les eaux de surface continentales. En effet, l'appui proposé par AQUAREF vis-à-vis de la surveillance des microplastiques pourrait être semblable, dans sa structure, à celui déjà apporté pour d'autres types de contamination de l'environnement aquatique (par exemple, les micropolluants). AQUAREF saura en outre s'appuyer sur des données bibliographiques et des avis d'experts nationaux et européens pour les questions les plus techniques selon les besoins.

Les objectifs et la stratégie de mise en œuvre de la surveillance des microplastiques dans les eaux de surface continentales conditionneront les types d'actions d'appui apportées par AQUAREF. Ces points ne sont pour l'instant pas définis ; ils seront le fruit de discussions au sein du groupe de travail constitué par le Ministère en charge de l'Ecologie et l'OFB, auquel AQUAREF participe et sera force de propositions. AQUAREF pourra engager des réflexions, notamment avec les opérateurs de la surveillance des eaux de surface, et des travaux méthodologiques pour définir des stratégies d'échantillonnage adaptées aux objectifs opérationnels de surveillance. Dans l'hypothèse d'un suivi des microplastiques semblable à celui mis en place pour les micropolluants (substances prioritaires, SPAS, PSEE), l'appui d'AQUAREF peut être envisagé de la manière suivante :

Appui sur anticipation de la surveillance :

Thème FG :

Plusieurs types d'actions pourront être proposées. Des discussions pourront être conduites sur la mise en place d'une campagne prospective de mesure des microplastiques dans les eaux de surface et/ou sédiment/biote, par exemple en appui au Réseau national de Surveillance Prospective. Dans ce cadre, différentes stratégies de mesure parmi les plus prometteuses pourront être testées pour en vérifier l'efficacité et la pertinence à plus large échelle et dans des environnements/sites/conditions variés.

Une veille pourra être conduite sur :

- la mesure des nanoplastiques,
- l'échantillonnage, la mesure et les risques liés aux microplastiques dans le sédiment et dans le biote,
- l'évolution des guides d'échantillonnage en milieu marin afin d'identifier de nouvelles pratiques potentiellement applicables au milieu continental,
- la part des microplastiques provenant de l'agriculture.

Thème H :

Plusieurs travaux de normalisation sont conduits aux niveaux national (AFNOR) et international (ISO) (cf. paragraphe 3.7.3). Une norme française portant sur la caractérisation des microplastiques dans les eaux de boisson et les eaux souterraines selon des méthodes utilisant les spectroscopies vibratoires est en cours d'élaboration par un groupe d'experts au sein de la commission T91M, auquel AQUAREF participe. La publication de cette norme est envisagée pour fin 2021. AQUAREF maintiendra dans la mesure du possible son implication dans la conduite de la rédaction de cette norme, et sera attentif à l'émergence de futurs travaux, notamment ceux relatifs aux eaux de surface continentales et aux méthodes d'échantillonnage.

Appui à la mise en place de la surveillance :

Thème C :

AQUAREF pourra, sur la base de données bibliographiques, de normes, et/ou d'avis d'experts nationaux et/ou européens, produire des guides techniques relatifs à l'échantillonnage et la caractérisation des microplastiques dans les eaux, notamment à l'attention des Agences de l'Eau, des préleveurs et des laboratoires d'analyse. Les questions relatives à la détermination du mesurande (définition des microplastiques et des unités de mesure), aux critères de validation de méthode, et aux contrôles qualité seront notamment discutées.

AQUAREF pourra également proposer une action d'échantillonnage de microplastiques dans les eaux de surface continentales. Par exemple, différentes méthodes pourraient être appliquées et comparées vis-à-vis des particules récoltées. Des comparaisons interlaboratoires pourraient également être conduites sur les volets échantillonnage et caractérisation.

Thème E :

AQUAREF pourra traiter ou échanger avec les interlocuteurs indiqués sur les questions relatives aux matériaux de référence, appuyer le SANDRE pour la mise en place de scénarios d'échanges des données notamment par l'identification des données et métadonnées en vue de la bancarisation (en lien avec les Thèmes C et D). Sur ce dernier point, un travail conséquent est à prévoir afin de garantir une bancarisation efficace des données et métadonnées pertinentes. La base de données DALI de l'Ifremer pourra être prise en compte dans ces réflexions.

Appui à la mise en œuvre de la surveillance :

Thème A :

Outre sa participation au groupe de travail sur la mesure des microplastiques, AQUAREF pourra :

- apporter un appui au Ministère en charge de l'Ecologie sur la rédaction de textes réglementaires ou de guides techniques, si besoin, concernant la mise en place et la mise en œuvre de la surveillance des microplastiques ;
- en soutien à l'OFB, échanger avec les Agences de l'Eau et Offices de l'Eau sur les modalités de la surveillance, leur apporter un appui pour la rédaction de leurs cahiers des charges pour les appels d'offre relatifs à l'échantillonnage et l'analyse des microplastiques, et pour la mise en place et la mise en œuvre de la surveillance ;
- informer les laboratoires en charge des analyses de ces nouveaux paramètres à suivre et des modalités pour l'accréditation et l'agrément ;
- en soutien à l'OFB, échanger avec les laboratoires et le COFRAC sur les questions d'accréditation et d'agrément

Compte tenu du calendrier contraint relatif à la mise en place de la surveillance des microplastiques dans les eaux de surface continentales, plusieurs de ces actions seront à conduire de façon simultanée. La connaissance de l'avancement des actions et le partage des informations entre les différents acteurs AQUAREF d'une part, et entre les différentes entités d'autre part (AQUAREF, OFB, Ministères, Agences de l'Eau, laboratoires, etc.) seront cruciaux quant à l'atteinte dans le temps imparti de l'objectif de mise en place de la surveillance. De façon similaire à ce qui a été fait pour la mise en place de la surveillance du biote, un correspondant AQUAREF pourrait être identifié afin d'organiser ce partage nécessaire des informations.

5. CONCLUSION

La présence des microplastiques dans l'environnement suscite un intérêt grandissant ces dernières années auprès de la communauté scientifique, du grand public et des pouvoirs publics. En France comme en Europe et à l'international, des lois et directives sont mises en place pour réduire la production et l'utilisation de plastiques, principalement ceux à usage unique, promouvoir leur réutilisation, et améliorer leur collecte et leur recyclage afin de réduire leur dissémination dans l'environnement. En France, dans le cadre de la révision du plan micropolluants 2016-2021 et de l'objectif « zéro plastique en mer en 2025 », un cadre national de surveillance des microplastiques dans les eaux de surface continentales est en cours d'élaboration.

C'est dans ce contexte qu'AQUAREF a réalisé, au cours de son programme 2019, cette veille scientifique et technique, première étape dans la construction de son rôle d'appui aux pouvoirs publics. Des études ont montré le caractère ubiquitaire et abondant de la contamination causée par les microplastiques. C'est dans le milieu marin que les études et les données qui en résultent sont les plus anciennes et les plus nombreuses. Les études de la contamination des eaux de surface continentales (matrices eaux, sédiment et biote) sont plus récentes et plus rares. Leur nombre est voué à une très forte expansion dans un avenir très proche, compte tenu du fait que les rivières et cours d'eau constituent une voie très majoritaire de transfert en mer de plastiques et microplastiques. De plus, quelques études se concentrent sur l'évaluation des effets écotoxicologiques des microplastiques, et fournissent les ordres de grandeurs de valeurs seuil.

Au sein de la communauté scientifique, le besoin de méthodes d'échantillonnage et de caractérisation harmonisées des microplastiques, notamment dans les eaux de surface continentales, est largement reconnu et attendu afin de faciliter la comparabilité des résultats d'occurrence et à terme l'évaluation des mesures de réduction. Des méthodes d'échantillonnage et de caractérisation harmonisées sont également nécessaires pour l'évaluation des effets écotoxicologiques des microplastiques, nécessaire à la détermination de valeurs seuil. De plus, une réflexion sur les stratégies et méthodes d'échantillonnage et de caractérisation, et sur le besoin de les adapter ou de les améliorer ne pourra être engagée que sur la base de données robustes et comparables. Des méthodes de caractérisation sont en cours de normalisation, ce qui constitue une première réponse à ce besoin d'harmonisation des pratiques.

Un premier panorama des actions à développer pour l'appui à la mise en place de la surveillance des microplastiques dans les eaux de surface continentales est présenté. Dans un premier temps, il sera nécessaire de :

- développer un système normalisé de classification et de quantification des microplastiques, si possible en lien avec le milieu marin et en conformité avec les réflexions au niveau européen et
- définir des objectifs opérationnels de surveillance nationale en lien avec les besoins.

Par la suite, AQUAREF propose de contribuer à des réflexions et engager des travaux méthodologiques pour définir des stratégies d'échantillonnage et de caractérisation adaptées aux objectifs opérationnels de surveillance dans les eaux de surface continentales, en gardant à l'esprit la notion de continuum continental-marin, qui nécessite une comparabilité des données des deux milieux.

Il est prévu dans le cadre du programme 2020-2021, après échanges avec le Ministère en charge de l'Ecologie et l'OFB, de rédiger une feuille de route détaillée de l'appui proposé par AQUAREF.

6. **BIBLIOGRAPHIE**

- Adam, V., Vaculovicova, M., 2017. Capillary electrophoresis and nanomaterials – Part I: Capillary electrophoresis of nanomaterials. *Electrophoresis* 38, 2389–2404. <https://doi.org/10.1002/elps.201700097>
- Adam, V., Yang, T., Nowack, B., 2019. Toward an ecotoxicological risk assessment of microplastics: Comparison of available hazard and exposure data in freshwaters. *Environmental Toxicology and Chemistry* 38, 436–447. <https://doi.org/10.1002/etc.4323>
- AFWEI, 2017. Amec Foster Wheeler Environment& Infrastructure - Intentionally Added Microplastics in Products <https://ec.europa.eu/environment/chemicals/reach/pdf/39168%20Intentionally%20added%20microplastics%20-%20Final%20report%2020171020.pdf>
- Akdogan, Z., Guven, B., 2019. Microplastics in the environment: A critical review of current understanding and identification of future research needs. *Environmental Pollution* 254, 113011. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.113011>
- Anderson, J.C., Park, B.J., Palace, V.P., 2016. Microplastics in aquatic environments: Implications for Canadian ecosystems. *Environmental Pollution* 218, 269–280. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.06.074>
- Andrady, A.L., 2011. Microplastics in the marine environment. *Marine Pollution Bulletin* 62, 1596–1605. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.05.030>
- Arthur, C., Baker, J., Bamford, H., 2009. Proceedings of the International Research Workshop on the Occurrence, Effects and Fate of Microplastic Marine Debris. Sept 9-11, 2008. https://repository.library.noaa.gov/view/noaa/2509/noaa_2509_DS1.pdf
- Baalousha, M., Stolpe, B., Lead, J.R., 2011. Flow field-flow fractionation for the analysis and characterization of natural colloids and manufactured nanoparticles in environmental systems: A critical review. *Journal of Chromatography A* 1218, 4078–4103. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2011.04.063>
- Bakir, A., O'Connor, I.A., Rowland, S.J., Hendriks, A.J., Thompson, R.C., 2016. Relative importance of microplastics as a pathway for the transfer of hydrophobic organic chemicals to marine life. *Environmental Pollution* 219, 56–65. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.09.046>
- Barboza, L.G.A., Vieira, L.R., Branco, V., Carvalho, C., Guilhermino, L., 2018. Microplastics increase mercury bioconcentration in gills and bioaccumulation in the liver, and cause oxidative stress and damage in *Dicentrarchus labrax* juveniles. *Scientific Reports* 8, 15655. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-34125-z>
- Barrett, J., Chase, Z., Zhang, J., Holl, M.M.B., Willis, K., Williams, A., Hardesty, B.D., Wilcox, C., 2020. Microplastic Pollution in Deep-Sea Sediments From the Great Australian Bight. *Frontiers in Marine Science* 7, 808. <https://doi.org/10.3389/fmars.2020.576170>
- Beckingham, B., Ghosh, U., 2017. Differential bioavailability of polychlorinated biphenyls associated with environmental particles: Microplastic in comparison to wood, coal and biochar. *Environmental Pollution* 220, 150–158. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.09.033>
- Benítez, A., Sánchez, J.J., Arnal, M.L., Müller, A.J., Rodríguez, O., Morales, G., 2013. Abiotic degradation of LDPE and LLDPE formulated with a pro-oxidant additive. *Polymer Degradation and Stability* 98, 490–501. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.12.011>
- Besseling, E., Quik, J.T.K., Sun, M., Koelmans, A.A., 2017. Fate of nano- and microplastic in freshwater systems: A modeling study. *Environmental Pollution* 220, 540–548. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.10.001>

- Besseling, E., Redondo-Hasselerharm, P., Foekema, E.M., Koelmans, A.A., 2019. Quantifying ecological risks of aquatic micro- and nanoplastic. *Environmental Science and Pollution Research* 49, 32–80. <https://doi.org/10.1080/10643389.2018.1531688>
- Blair, R.M., Waldron, S., Phoenix, V.R., Gauchotte-Lindsay, C., 2019. Microscopy and elemental analysis characterisation of microplastics in sediment of a freshwater urban river in Scotland, UK. *Environmental Science and Pollution Research* 26, 12491–12504. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-04678-1>
- Bordós, G., Urbányi, B., Micsinai, A., Kriszt, B., Palotai, Z., Szabó, I., Hantosi, Z., Szoboszlay, S., 2019. Identification of microplastics in fish ponds and natural freshwater environments of the Carpathian basin, Europe. *Chemosphere* 216, 110–116. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.10.110>
- Bouwmeester, H., Hollman, P.C.H., Peters, R.J.B., 2015. Potential Health Impact of Environmentally Released Micro- and Nanoplastics in the Human Food Production Chain: Experiences from Nanotoxicology. *Environ. Sci. Technol.* 49, 8932–8947. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b01090>
- Bowner, T., Kershaw, P., 2010. Proceedings of the GESAMP international workshop on micro-plastic particles as a vector in transporting persistent, bioaccumulating and toxic substances in the oceans (UNESCO-IOC), GESAMP Reports & Studies. GESAMP (Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection), Paris.
- Brennecke, D., Duarte, B., Paiva, F., Caçador, I., Canning-Clode, J., 2016. Microplastics as vector for heavy metal contamination from the marine environment. *Estuarine, Coastal and Shelf Science* 178, 189–195. <https://doi.org/10.1016/j.ecss.2015.12.003>
- Browne, M.A., 2015. Sources and Pathways of Microplastics to Habitats, in: Bergmann, M., Gutow, L., Klages, M. (Eds.), *Marine Anthropogenic Litter*. Springer International Publishing, Cham, pp. 229–244. https://doi.org/10.1007/978-3-319-16510-3_9
- 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, 9175–9179. <https://doi.org/10.1021/es201811s>
- Browne, M.A., Dissanayake, A., Galloway, T.S., Lowe, D.M., Thompson, R.C., 2008. Ingested Microscopic Plastic Translocates to the Circulatory System of the Mussel, *Mytilus edulis* (L.). *Environ. Sci. Technol.* 42, 5026–5031. <https://doi.org/10.1021/es800249a>
- Browne, M.A., Galloway, T., Thompson, R., 2007. Microplastic—an emerging contaminant of potential concern? *Integrated Environmental Assessment and Management* 3, 559–561. <https://doi.org/10.1002/ieam.5630030412>
- Browne, M.A., Galloway, T.S., Thompson, R.C., 2010. Spatial Patterns of Plastic Debris along Estuarine Shorelines. *Environ. Sci. Technol.* 44, 3404–3409. <https://doi.org/10.1021/es903784e>
- Bruge, A., Dhamelincourt, M., Lancelur, L., Monperrus, M., Gasperi, J., Tassin, B., 2020. A first estimation of uncertainties related to microplastic sampling in rivers. *Science of The Total Environment* 718, 137319. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.137319>
- Cable, R.N., Beletsky, D., Beletsky, R., Wigginton, K., Locke, B.W., Duhaime, M.B., 2017. Distribution and Modeled Transport of Plastic Pollution in the Great Lakes, the World's Largest Freshwater Resource. *Frontiers in Environmental Science* 5, 45. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2017.00045>
- Cadiou, J.-F., Gerigny, O., Koren, Š., Zeri, C., Kaberi, H., Alomar, C., Panti, C., Fossi, M.C., Adamopoulou, A., Digka, N., Deudero, S., Concato, M., Carbonell, A., Baini, M., Galli, M., Galgani, F., 2020. Lessons learned from an intercalibration exercise on the quantification and characterisation of microplastic particles in sediment and water samples. *Marine Pollution Bulletin* 154, 111097. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111097>

- Campanale, C., Stock, F., Massarelli, C., Kochleus, C., Bagnuolo, G., Reifferscheid, G., Uricchio, V.F., 2020. Microplastics and their possible sources: The example of Ofanto river in southeast Italy. *Environmental Pollution* 258, 113284. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.113284>
- Canniff, P.M., Hoang, T.C., 2018. Microplastic ingestion by *Daphnia magna* and its enhancement on algal growth. *Science of The Total Environment* 633, 500–507. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.03.176>
- CE, 1986. Directive 86/278/CEE du Conseil du 12 juin 1986 relative à la protection de l'environnement et notamment des sols, lors de l'utilisation des boues d'épuration en agriculture
- CE, 1991. Directive 91/271/CEE du Conseil, du 21 mai 1991, relative au traitement des eaux urbaines résiduaires *Journal officiel* n° L 135 du 30/05/1991 p. 0040 - 0052
- CE, 2006. CE 1907/2006 du Parlement européen et du Conseil du 18 décembre 2006 concernant l'enregistrement, l'évaluation et l'autorisation des substances chimiques, ainsi que les restrictions applicables à ces substances (REACH)
- CE, 2008. Directive 2008/56/CE du Parlement Européen et du Conseil du 17 juin 2008 établissant un cadre d'action communautaire dans le domaine de la politique pour le milieu marin (directive-cadre stratégie pour le milieu marin)
- CE, 2018. 28 final Communication de la Commission au Parlement Européen, au Conseil Economique et Social Européen et au Comité des Régions - Une stratégie européenne sur les matières plastiques dans une économie circulaire. <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/FR/TXT/HTML/?uri=CELEX:52018DC0028&from=EN>
- Centre Suisse d'Ecotoxicologie Appliquée, 2015. Les microplastiques dans l'environnement – fiche d'information. Office fédéral de l'environnement OFEV, Eawag-EPFL. https://www.centreecotox.ch/media/25544/2015_mikroplastik_fr.pdf
- Chen, Q., Gundlach, M., Yang, S., Jiang, J., Velki, M., Yin, D., Hollert, H., 2017. Quantitative investigation of the mechanisms of microplastics and nanoplastics toward zebrafish larvae locomotor activity. *Science of The Total Environment* 584–585, 1022–1031. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.01.156>
- Cheung, P.K., Fok, L., 2017. Characterisation of plastic microbeads in facial scrubs and their estimated emissions in Mainland China. *Water Research* 122, 53–61. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.05.053>
- Chubarenko, I., Bagaev, A., Zobkov, M., Esiukova, E., 2016. On some physical and dynamical properties of microplastic particles in marine environment. *Marine Pollution Bulletin* 108, 105–112. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.04.048>
- Claessens, M., Meester, S.D., Landuyt, L.V., Clerck, K.D., Janssen, C.R., 2011. Occurrence and distribution of microplastics in marine sediments along the Belgian coast. *Marine Pollution Bulletin* 62, 2199–2204. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.06.030>
- Cole, M., Galloway, T.S., 2015. Ingestion of Nanoplastics and Microplastics by Pacific Oyster Larvae. *Environ. Sci. Technol.* 49, 14625–14632. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b04099>
- Cole, M., Lindeque, P.K., Fileman, E., Clark, J., Lewis, C., Halsband, C., Galloway, T.S., 2016. Microplastics Alter the Properties and Sinking Rates of Zooplankton Faecal Pellets. *Environ. Sci. Technol.* 50, 3239–3246. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b05905>
- Cölfen, H., 2006. W. Mächtle and L. Börger (Eds.) Analytical Ultracentrifugation of Polymers and Nanoparticles. *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 385, 795–796. <https://doi.org/10.1007/s00216-006-0491-5>
- Collard, F., Gasperi, J., Gilbert, B., Eppe, G., Azimi, S., Rocher, V., Tassin, B., 2018. Anthropogenic particles in the stomach contents and liver of the freshwater fish *Squalius cephalus*. *Science of The Total Environment* 643, 1257–1264. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.06.313>

- Cooper, D.A., Corcoran, P.L., 2010. Effects of mechanical and chemical processes on the degradation of plastic beach debris on the island of Kauai, Hawaii. *Marine Pollution Bulletin* 60, 650–654. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2009.12.026>
- Correia, M., Loeschner, K., 2018a. Detection of nanoplastics in food by asymmetric flow field-flow fractionation coupled to multi-angle light scattering: possibilities, challenges and analytical limitations. *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 410, 5603–5615. <https://doi.org/10.1007/s00216-018-0919-8>
- Correia, M., Loeschner, K., 2018b. Detection of nanoplastics in food by asymmetric flow field-flow fractionation coupled to multi-angle light scattering: possibilities, challenges and analytical limitations. *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 410, 5603–5615. <https://doi.org/10.1007/s00216-018-0919-8>
- Costa, M.F., Ivar do Sul, J.A., Silva-Cavalcanti, J.S., Araújo, M.C.B., Spengler, A., Tourinho, P.S., 2010. On the importance of size of plastic fragments and pellets on the strandline: a snapshot of a Brazilian beach. *Environmental monitoring and assessment* 168, 299–304. <https://doi.org/10.1007/s10661-009-1113-4>
- De Falco, F., Gullo, M.P., Gentile, G., Di Pace, E., Cocca, M., Gelabert, L., Brouta-Agnésa, M., Rovira, A., Escudero, R., Villalba, R., Mossotti, R., Montarsolo, A., Gavignano, S., Tonin, C., Avella, M., 2018. Evaluation of microplastic release caused by textile washing processes of synthetic fabrics. *Environmental Pollution* 236, 916–925. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.10.057>
- Di, M., Liu, X., Wang, W., Wang, J., 2019. Manuscript prepared for submission to environmental toxicology and pharmacology pollution in drinking water source areas: Microplastics in the Danjiangkou Reservoir, China. *Environmental Toxicology and Pharmacology* 65, 82–89. <https://doi.org/10.1016/j.etap.2018.12.009>
- Ding, J., Zhang, S., Razanajatovo, R.M., Zou, H., Zhu, W., 2018. Accumulation, tissue distribution, and biochemical effects of polystyrene microplastics in the freshwater fish red tilapia (*Oreochromis niloticus*). *Environmental Pollution* 238, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.03.001>
- Driedger, A.G.J., Dürr, H.H., Mitchell, K., Van Cappellen, P., 2015. Plastic debris in the Laurentian Great Lakes: A review. *Journal of Great Lakes Research* 41, 9–19. <https://doi.org/10.1016/j.jglr.2014.12.020>
- Dris, Rachid, Gasperi, J., Rocher, V., Saad, M., Renault, N., Tassin, B., 2015. Microplastic contamination in an urban area: a case study in Greater Paris. *Environ. Chem.* 12, 592–599.
- Dris, R., Gasperi, J., Rocher, V., Saad, M., Tassin, B., 2015. Premières investigations sur la contamination en microplastiques d'une zone urbaine - Cas de l'agglomération parisienne. *Techniques Sciences et Méthodes* 25–39.
- Dris, R., Gasperi, J., Saad, M., Mirande, C., Tassin, B., 2016a. Synthetic fibers in atmospheric fallout: A source of microplastics in the environment? *Marine Pollution Bulletin* 104, 290–293. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.01.006>
- Dris, R., Lahens, L., Rocher, V., Gasperi, J., Tassin, B., 2016b. Premières investigations sur les microplastiques en Seine, PIREN-Seine – phase VII – rapport 2016, https://www.piren-seine.fr/sites/default/files/PIREN_documents/phase_7/rapports_annuels/2016/a1b4_1_Dris_PIREN2016.pdf
- Dris, R., Gasperi, J., Tassin, B., 2018. Sources and Fate of Microplastics in Urban Areas: A Focus on Paris Megacity, in: Wagner, M., Lambert, S. (Eds.), *Freshwater Microplastics: Emerging Environmental Contaminants?* Springer International Publishing, Cham, pp. 69–83. https://doi.org/10.1007/978-3-319-61615-5_4
- Duemichen, E., Eisentraut, P., Celina, M., Braun, U., 2019. Automated thermal extraction-desorption gas chromatography mass spectrometry: A multifunctional tool for comprehensive characterization of polymers and their degradation products. *Journal of Chromatography A* 1592, 133–142. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2019.01.033>

- Eerkes-Medrano, D., Leslie, H.A., Quinn, B., 2019. Microplastics in drinking water: A review and assessment. *Current Opinion in Environmental Science & Health* 7, 69–75. <https://doi.org/10.1016/j.coesh.2018.12.001>
- Eich, A., Mildenerberger, T., Laforsch, C., Weber, M., 2015. Biofilm and Diatom Succession on Polyethylene (PE) and Biodegradable Plastic Bags in Two Marine Habitats: Early Signs of Degradation in the Pelagic and Benthic Zone? *PLOS ONE* 10, e0137201. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0137201>
- Endo, S., Takizawa, R., Okuda, K., Takada, H., Chiba, K., Kanehiro, H., Ogi, H., Yamashita, R., Date, T., 2005. Concentration of polychlorinated biphenyls (PCBs) in beached resin pellets: Variability among individual particles and regional differences. *Marine Pollution Bulletin* 50, 1103–1114. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2005.04.030>
- Estahbanati, S., Fahrenfeld, N.L., 2016. Influence of wastewater treatment plant discharges on microplastic concentrations in surface water. *Chemosphere* 162, 277–284. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.07.083>
- Farrell, P., Nelson, K., 2013. Trophic level transfer of microplastic: *Mytilus edulis* (L.) to *Carcinus maenas* (L.). *Environmental Pollution* 177, 1–3. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2013.01.046>
- Faure, F., Demars, C., Wieser, O., Kunz, M., de Alencastro, L.F., 2015. Plastic pollution in Swiss surface waters: nature and concentrations, interaction with pollutants. *Environ. Chem.* 12, 582–591.
- Fischer, E.K., Paglialonga, L., Czech, E., Tamminga, M., 2016. Microplastic pollution in lakes and lake shoreline sediments – A case study on Lake Bolsena and Lake Chiusi (central Italy). *Environmental Pollution* 213, 648–657. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.03.012>
- Foekema, E.M., De Grijter, C., Mergia, M.T., van Franeker, J.A., Murk, A.J., Koelmans, A.A., 2013. Plastic in North Sea Fish. *Environ. Sci. Technol.* 47, 8818–8824. <https://doi.org/10.1021/es400931b>
- Fontanille, M., Gnanou, Y., 2014. *Chimie et physico-chimie des polymères*, Dunod. ed.
- Free, C.M., Jensen, O.P., Mason, S.A., Eriksen, M., Williamson, N.J., Boldgiv, B., 2014. High-levels of microplastic pollution in a large, remote, mountain lake. *Marine Pollution Bulletin* 85, 156–163. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.06.001>
- Frère, L., 2017. *Les microplastiques : une menace en rade de Brest ?* Sciences de la Terre. Université de Bretagne occidentale, Brest.
- Fries, E., Dekiff, J.H., Willmeyer, J., Nuelle, M.-T., Ebert, M., Remy, D., 2013. Identification of polymer types and additives in marine microplastic particles using pyrolysis-GC/MS and scanning electron microscopy. *Environ. Sci.: Processes Impacts* 15, 1949–1956. <https://doi.org/10.1039/C3EM00214D>
- GESAMP, 2015. Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment: a global assessment, Rep. Stud. GESAMP No. 90, 96 p. <http://www.gesamp.org/site/assets/files/1720/rs90e.pdf>
- GESAMP, 2019. Guidelines for the monitoring and assessment of plastic litter and microplastics in the ocean, No. Rep. Stud. GESAMP No. 99, 123 p. <http://www.gesamp.org/publications/guidelines-for-the-monitoring-and-assessment-of-plastic-litter-in-the-ocean>
- Gewert, B., Plassmann, M.M., MacLeod, M., 2015. Pathways for degradation of plastic polymers floating in the marine environment. *Environ. Sci.: Processes Impacts* 17, 1513–1521. <https://doi.org/10.1039/C5EM00207A>
- Gigault, J., El Hadri, H., Reynaud, S., Deniau, E., Grassl, B., 2017. Asymmetrical flow field flow fractionation methods to characterize submicron particles: application to carbon-based aggregates and nanoplastics. *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 409, 6761–6769. <https://doi.org/10.1007/s00216-017-0629-7>
- Goldstein, M.C., Rosenberg, M., Cheng, L., 2012. Increased oceanic microplastic debris enhances oviposition in an endemic pelagic insect. *Biol Lett* 8, 817–820. <https://doi.org/10.1098/rsbl.2012.0298>
- Gregory, M.R., Andrady, A.L., 2003. *Plastics and the Environment*, John Wiley & Sons. ed.

- Grossmann, J., 2014. Evaluating the potential of microplastics ingestion to harm the sea cucumber *Holothuria sanctori* - Results and implications of a feeding experiment conducted on Madeira Island. Master thesis. University of Hamburg.
- Guilhermino, L., Vieira, L.R., Ribeiro, D., Tavares, A.S., Cardoso, V., Alves, A., Almeida, J.M., 2018. Uptake and effects of the antimicrobial florfenicol, microplastics and their mixtures on freshwater exotic invasive bivalve *Corbicula fluminea*. *Science of The Total Environment* 622–623, 1131–1142. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.12.020>
- Gutow, L., Eckerlebe, A., Giménez, L., Saborowski, R., 2016. Experimental Evaluation of Seaweeds as a Vector for Microplastics into Marine Food Webs. *Environ. Sci. Technol.* 50, 915–923. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b02431>
- Hämer, J., Gutow, L., Köhler, A., Saborowski, R., 2014. Fate of Microplastics in the Marine Isopod *Idotea emarginata*. *Environ. Sci. Technol.* 48, 13451–13458. <https://doi.org/10.1021/es501385y>
- Harrison, J.P., Hoellein, T.J., Sapp, M., Tagg, A.S., Ju-Nam, Y., Ojeda, J.J., 2018. Microplastic-Associated Biofilms: A Comparison of Freshwater and Marine Environments, in: Wagner, M., Lambert, S. (Eds.), *Freshwater Microplastics: Emerging Environmental Contaminants?* Springer International Publishing, Cham, pp. 181–201. https://doi.org/10.1007/978-3-319-61615-5_9
- Hartmann, N.B., Hüffer, T., Thompson, R.C., Hassellöv, M., Verschoor, A., Daugaard, A.E., Rist, S., Karlsson, T., Brennholt, N., Cole, M., Herrling, M.P., Hess, M.C., Ivleva, N.P., Lusher, A.L., Wagner, M., 2019. Are We Speaking the Same Language? Recommendations for a Definition and Categorization Framework for Plastic Debris. *Environ. Sci. Technol.* 53, 1039–1047. <https://doi.org/10.1021/acs.est.8b05297>
- Hernandez, L.M., Yousefi, N., Tufenkji, N., 2017. Are There Nanoplastics in Your Personal Care Products? *Environ. Sci. Technol. Lett.* 4, 280–285. <https://doi.org/10.1021/acs.estlett.7b00187>
- Horton, A.A., Jürgens, M.D., Lahive, E., van Bodegom, P.M., Vijver, M.G., 2018. The influence of exposure and physiology on microplastic ingestion by the freshwater fish *Rutilus rutilus* (roach) in the River Thames, UK. *Environmental Pollution* 236, 188–194. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.01.044>
- Horton, A.A., Svendsen, C., Williams, R.J., Spurgeon, D.J., Lahive, E., 2017a. Large microplastic particles in sediments of tributaries of the River Thames, UK – Abundance, sources and methods for effective quantification. *Marine Pollution Bulletin* 114, 218–226. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.09.004>
- Horton, A.A., Walton, A., Spurgeon, D.J., Lahive, E., Svendsen, C., 2017b. Microplastics in freshwater and terrestrial environments: Evaluating the current understanding to identify the knowledge gaps and future research priorities. *Science of The Total Environment* 586, 127–141. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.01.190>
- Hu, Y., Gong, M., Wang, J., Bassi, A., 2019. Current research trends on microplastic pollution from wastewater systems: a critical review. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology* 18, 207–230. <https://doi.org/10.1007/s11157-019-09498-w>
- Hüffer, T., Praetorius, A., Wagner, S., von der Kammer, F., Hofmann, T., 2017. Microplastic Exposure Assessment in Aquatic Environments: Learning from Similarities and Differences to Engineered Nanoparticles. *Environ. Sci. Technol.* 51, 2499–2507. <https://doi.org/10.1021/acs.est.6b04054>
- INERIS, 2018. Données technico-économiques sur les substances chimiques en France : Microplastiques (No. DRC-18-158744-01541A).
- INERIS, 2014. Surveillance environnementale : la contamination des poissons d'eau douce aux microplastiques (Rapport Scientifique 2013-2014).
- ISO, 2013. NF EN ISO 472 - Plastiques - Vocabulaire
- IUCN, 2017. Annual report. International Union for Conservation of Nature, Gland, Switzerland.

- Ivleva, N.P., Wiesheu, A.C., Niessner, R., 2017. Microplastic in Aquatic Ecosystems. *Angewandte Chemie International Edition* 56, 1720–1739. <https://doi.org/10.1002/anie.201606957>
- Jakubowicz, I., 2003. Evaluation of degradability of biodegradable polyethylene (PE). *Polymer Degradation and Stability* 80, 39–43. [https://doi.org/10.1016/S0141-3910\(02\)00380-4](https://doi.org/10.1016/S0141-3910(02)00380-4)
- JORF, 2015. LOI n° 2015-992 du 17 août 2015 relative à la transition énergétique pour la croissance verte + - NOR : DEVX1413992L
- JORF, 2016. LOI n° 2016-1087 du 8 août 2016 pour la reconquête de la biodiversité, de la nature et des paysages (1) - NOR : DEVL1400720L
- JORF, 2020. Ordonnance n° 2020-920 du 29 juillet 2020 relative à la prévention et à la gestion des déchets, NOR : TREP2013741R <https://www.legifrance.gouv.fr/eli/ordonnance/2020/7/29/2020-920/jo/texte>
- JRC, 2013. Guidance on Monitoring of Marine Litter in European Seas - A guidance document within the Common Implementation Strategy for the Marine Strategy Framework Directive. Report EUR 26113 EN
- Kaposi, K.L., Mos, B., Kelaher, B.P., Dworjanyn, S.A., 2014. Ingestion of Microplastic Has Limited Impact on a Marine Larva. *Environ. Sci. Technol.* 48, 1638–1645. <https://doi.org/10.1021/es404295e>
- Käppler, A., Fischer, D., Oberbeckmann, S., Schernewski, G., Labrenz, M., Eichhorn, K.-J., Voit, B., 2016. Analysis of environmental microplastics by vibrational microspectroscopy: FTIR, Raman or both? *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 408, 8377–8391. <https://doi.org/10.1007/s00216-016-9956-3>
- Karami, A., Golieskardi, A., Keong Choo, C., Larat, V., Galloway, T.S., Salamatinia, B., 2017. The presence of microplastics in commercial salts from different countries. *Scientific Reports* 7, 46173.
- Klein, S., Worch, E., Knepper, T.P., 2015. Occurrence and Spatial Distribution of Microplastics in River Shore Sediments of the Rhine-Main Area in Germany. *Environ. Sci. Technol.* 49, 6070–6076. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b00492>
- Koelmans, A.A., Mohamed Nor, N.H., Hermsen, E., Kooi, M., Mintenig, S.M., De France, J., 2019. Microplastics in freshwaters and drinking water: Critical review and assessment of data quality. *Water Research* 155, 410–422. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2019.02.054>
- Kokalj, A.J., Kunej, U., Skalar, T., 2018. Screening study of four environmentally relevant microplastic pollutants: Uptake and effects on *Daphnia magna* and *Artemia franciscana*. *Chemosphere* 208, 522–529. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.05.172>
- Kooi, M., Besseling, E., Kroeze, C., van Wezel, A.P., Koelmans, A.A., 2018. Modeling the Fate and Transport of Plastic Debris in Freshwaters: Review and Guidance, in: Wagner, M., Lambert, S. (Eds.), *Freshwater Microplastics : Emerging Environmental Contaminants?* Springer International Publishing, Cham, pp. 125–152. https://doi.org/10.1007/978-3-319-61615-5_7
- Kooi, M., Koelmans, A.A., 2019. Simplifying Microplastic via Continuous Probability Distributions for Size, Shape, and Density. *Environ. Sci. Technol. Lett.* 6, 551–557. <https://doi.org/10.1021/acs.estlett.9b00379>
- Laborda, F., Bolea, E., Cepriá, G., Gómez, M.T., Jiménez, M.S., Pérez-Arantegui, J., Castillo, J.R., 2016. Detection, characterization and quantification of inorganic engineered nanomaterials: A review of techniques and methodological approaches for the analysis of complex samples. *Analytica Chimica Acta* 904, 10–32. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2015.11.008>
- Lagarde, F., Olivier, O., Zanella, M., Daniel, P., Hiard, S., Caruso, A., 2016. Microplastic interactions with freshwater microalgae: Hetero-aggregation and changes in plastic density appear strongly dependent on polymer type. *Environmental Pollution* 215, 331–339. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.05.006>

- Lambert, S., Sinclair, C., Boxall, A., 2014. Occurrence, Degradation, and Effect of Polymer-Based Materials in the Environment, in: Whitacre, D.M. (Ed.), *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology*, Volume 227. Springer International Publishing, Cham, pp. 1–53. https://doi.org/10.1007/978-3-319-01327-5_1
- Lambert, S., Wagner, M., 2018. Microplastics Are Contaminants of Emerging Concern in Freshwater Environments: An Overview, in: Wagner, M., Lambert, S. (Eds.), *Freshwater Microplastics: Emerging Environmental Contaminants?* Springer International Publishing, Cham, pp. 1–23. https://doi.org/10.1007/978-3-319-61615-5_1
- Lambert, S., Wagner, M., 2016. Formation of microscopic particles during the degradation of different polymers. *Chemosphere* 161, 510–517. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.07.042>
- Lechner, A., Keckeis, H., Lumesberger-Loisl, F., Zens, B., Krusch, R., Tritthart, M., Glas, M., Schludermann, E., 2014. The Danube so colourful: A potpourri of plastic litter outnumbers fish larvae in Europe's second largest river. *Environmental Pollution* 188, 177–181. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2014.02.006>
- Li, C., Busquets, R., Campos, L.C., 2020. Assessment of microplastics in freshwater systems: A review. *Science of The Total Environment* 707, 135578. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135578>
- Li, J., Liu, H., Paul Chen, J., 2018. Microplastics in freshwater systems: A review on occurrence, environmental effects, and methods for microplastics detection. *Water Research* 137, 362–374. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.12.056>
- Li, J., Yang, D., Li, L., Jabeen, K., Shi, H., 2015. Microplastics in commercial bivalves from China. *Environmental Pollution* 207, 190–195. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2015.09.018>
- Lima, A.R.A., Costa, M.F., Barletta, M., 2014. Distribution patterns of microplastics within the plankton of a tropical estuary. *Environmental Research* 132, 146–155. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2014.03.031>
- Long, M., Moriceau, B., Gallinari, M., Lambert, C., Huvet, A., Raffray, J., Soudant, P., 2015. Interactions between microplastics and phytoplankton aggregates: Impact on their respective fates. *Marine Chemistry* 175, 39–46. <https://doi.org/10.1016/j.marchem.2015.04.003>
- Lu, Y., Zhang, Y., Deng, Y., Jiang, W., Zhao, Y., Geng, J., Ding, L., Ren, H., 2016. Uptake and Accumulation of Polystyrene Microplastics in Zebrafish (*Danio rerio*) and Toxic Effects in Liver. *Environ. Sci. Technol.* 50, 4054–4060. <https://doi.org/10.1021/acs.est.6b00183>
- Lusher, A.L., McHugh, M., Thompson, R.C., 2013. Occurrence of microplastics in the gastrointestinal tract of pelagic and demersal fish from the English Channel. *Marine Pollution Bulletin* 67, 94–99. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2012.11.028>
- Macfadyen, G., Huntington, T., Cappell, R., 2009. Abandoned, lost or otherwise discarded fishing gear (Fisheries and Aquaculture Technical paper No. 523, UNEP Regional Seas Reports and Studies 185). FAO.
- Mani, T., Hauk, A., Walter, U., Burkhardt-Holm, P., 2015. Microplastics profile along the Rhine River. *Scientific Reports* 5, 17988. <https://doi.org/10.1038/srep17988>
- Mason, S.A., Garneau, D., Sutton, R., Chu, Y., Ehmann, K., Barnes, J., Fink, P., Papazissimos, D., Rogers, D.L., 2016. Microplastic pollution is widely detected in US municipal wastewater treatment plant effluent. *Environmental Pollution* 218, 1045–1054. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.08.056>
- Mazurais, D., Ernande, B., Quazuguel, P., Severe, A., Huelvan, C., Madec, L., Mouchel, O., Soudant, P., Robbens, J., Huvet, A., Zambonino-Infante, J., 2015. Evaluation of the impact of polyethylene microbeads ingestion in European sea bass (*Dicentrarchus labrax*) larvae. *Marine Environmental Research* 112, 78–85. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2015.09.009>

- McCormick, A., Hoellein, T.J., Mason, S.A., Schlupe, J., Kelly, J.J., 2014. Microplastic is an Abundant and Distinct Microbial Habitat in an Urban River. *Environ. Sci. Technol.* 48, 11863–11871. <https://doi.org/10.1021/es503610r>
- Michielssen, M.R., Michielssen, E.R., Ni, J., Duhaime, M.B., 2016. Fate of microplastics and other small anthropogenic litter (SAL) in wastewater treatment plants depends on unit processes employed. *Environ. Sci.: Water Res. Technol.* 2, 1064–1073. <https://doi.org/10.1039/C6EW00207B>
- Mintenig, S.M., Int-Veen, I., Löder, M.G.J., Primpke, S., Gerdt, G., 2017. Identification of microplastic in effluents of waste water treatment plants using focal plane array-based micro-Fourier-transform infrared imaging. *Water Research* 108, 365–372. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2016.11.015>
- Mintenig, S.M., Kooi, M., Erich, M.W., Primpke, S., Redondo-Hasselerharm, P.E., Dekker, S.C., Koelmans, A.A., van Wezel, A.P., 2020. A systems approach to understand microplastic occurrence and variability in Dutch riverine surface waters. *Water Research* 176, 115723. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.115723>
- Molina Jack, M.E., Chaves Montero, M. del M., Galgani, F., Giorgetti, A., Vinci, M., Le Moigne, M., Brosich, A., 2019. EMODnet marine litter data management at pan-European scale. *Ocean & Coastal Management* 181, 104930. <https://doi.org/10.1016/j.ocecoaman.2019.104930>
- Murphy, F., Ewins, C., Carbonnier, F., Quinn, B., 2016. Wastewater Treatment Works (WwTW) as a Source of Microplastics in the Aquatic Environment. *Environ. Sci. Technol.* 50, 5800–5808. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b05416>
- Murray, F., Cowie, P.R., 2011a. Plastic contamination in the decapod crustacean *Nephrops norvegicus* (Linnaeus, 1758). *Marine Pollution Bulletin* 62, 1207–1217. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.03.032>
- Murray, F., Cowie, P.R., 2011b. Plastic contamination in the decapod crustacean *Nephrops norvegicus* (Linnaeus, 1758). *Marine Pollution Bulletin* 62, 1207–1217. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.03.032>
- Napper, I.E., Bakir, A., Rowland, S.J., Thompson, R.C., 2015. Characterisation, quantity and sorptive properties of microplastics extracted from cosmetics. *Marine Pollution Bulletin* 99, 178–185. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.07.029>
- Nguyen, B., Claveau-Mallet, D., Hernandez, L.M., Xu, E.G., Farner, J.M., Tufenkji, N., 2019. Separation and Analysis of Microplastics and Nanoplastics in Complex Environmental Samples. *Acc. Chem. Res.* 52, 858–866. <https://doi.org/10.1021/acs.accounts.8b00602>
- Nizzetto, L., Bussi, G., Futter, M.N., Butterfield, D., Whitehead, P.G., 2016. A theoretical assessment of microplastic transport in river catchments and their retention by soils and river sediments. *Environ. Sci.: Processes Impacts* 18, 1050–1059. <https://doi.org/10.1039/C6EM00206D>
- Nuelle, M.-T., Dekiff, J.H., Remy, D., Fries, E., 2014. A new analytical approach for monitoring microplastics in marine sediments. *Environmental Pollution* 184, 161–169. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2013.07.027>
- Ogonowski, M., Schür, C., Jarsén, Å., Gorokhova, E., 2016. The Effects of Natural and Anthropogenic Microparticles on Individual Fitness in *Daphnia magna*. *PLOS ONE* 11, e0155063. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0155063>
- Ory, N.C., Sobral, P., Ferreira, J.L., Thiel, M., 2017. Amberstripe scad *Decapterus muroadsi* (Carangidae) fish ingest blue microplastics resembling their copepod prey along the coast of Rapa Nui (Easter Island) in the South Pacific subtropical gyre. *Science of The Total Environment* 586, 430–437. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.01.175>
- Oßmann, B.E., Sarau, G., Holtmannspötter, H., Pischetsrieder, M., Christiansen, S.H., Dicke, W., 2018. Small-sized microplastics and pigmented particles in bottled mineral water. *Water Research* 141, 307–316. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.05.027>

- Pansare, V.J., Tien, D., Thoniyot, P., Prud'homme, R.K., 2017. Ultrafiltration of nanoparticle colloids. *Journal of Membrane Science* 538, 41–49. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2017.03.041>
- Paul-Pont, I., Lacroix, C., González Fernández, C., Hégaret, H., Lambert, C., Le Goïc, N., Frère, L., Cassone, A.-L., Sussarellu, R., Fabioux, C., Guyomarch, J., Albertosa, M., Huvet, A., Soudant, P., 2016. Exposure of marine mussels *Mytilus* spp. to polystyrene microplastics: Toxicity and influence on fluoranthene bioaccumulation. *Environmental Pollution* 216, 724–737. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.06.039>
- Pazos, R.S., Maiztegui, T., Colautti, D.C., Paracampo, A.H., Gómez, N., 2017. Microplastics in gut contents of coastal freshwater fish from Río de la Plata estuary. *Marine Pollution Bulletin* 122, 85–90. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.06.007>
- Pegram, J.E., Andrady, A.L., 1989. Outdoor weathering of selected polymeric materials under marine exposure conditions. *Polymer Degradation and Stability* 26, 333–345. [https://doi.org/10.1016/0141-3910\(89\)90112-2](https://doi.org/10.1016/0141-3910(89)90112-2)
- Pitt, J.A., Trevisan, R., Massarsky, A., Kozal, J.S., Levin, E.D., Di Giulio, R.T., 2018. Maternal transfer of nanoplastics to offspring in zebrafish (*Danio rerio*): A case study with nanopolystyrene. *Science of The Total Environment* 643, 324–334. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.06.186>
- Planken, K.L., Cölfen, H., 2010. Analytical ultracentrifugation of colloids. *Nanoscale* 2, 1849–1869. <https://doi.org/10.1039/C0NR00215A>
- PlasticsEurope, 2019. URL <https://www.plasticseurope.org/fr/resources/publications/1804-plastics-facts-2019>
- Prata, J.C., 2018. Airborne microplastics: Consequences to human health? *Environmental Pollution* 234, 115–126. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.11.043>
- Reyne, M., 1998. Aspects technico-économiques de l'utilisation des plastiques. *Techniques de l'Ingénieur*.
- Rios Mendoza, L.M., Balcer, M., 2019. Microplastics in freshwater environments: A review of quantification assessment. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 113, 402–408. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.10.020>
- Rist, S., Baun, A., Hartmann, N.B., 2017. Ingestion of micro- and nanoplastics in *Daphnia magna* – Quantification of body burdens and assessment of feeding rates and reproduction. *Environmental Pollution* 228, 398–407. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.05.048>
- Rochman, C.M., Hoh, E., Kurobe, T., Teh, S.J., 2013. Ingested plastic transfers hazardous chemicals to fish and induces hepatic stress. *Scientific Reports* 3, 3263. <https://doi.org/10.1038/srep03263>
- Rochman, C.M., Kurobe, T., Flores, I., Teh, S.J., 2014. Early warning signs of endocrine disruption in adult fish from the ingestion of polyethylene with and without sorbed chemical pollutants from the marine environment. *Science of The Total Environment* 493, 656–661. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2014.06.051>
- Rodrigues, M.O., Abrantes, N., Gonçalves, F.J.M., Nogueira, H., Marques, J.C., Gonçalves, A.M.M., 2018. Spatial and temporal distribution of microplastics in water and sediments of a freshwater system (Antuã River, Portugal). *Science of The Total Environment* 633, 1549–1559. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.03.233>
- Ryan, P.G., Suaria, G., Perold, V., Pierucci, A., Bornman, T.G., Aliani, S., 2020. Sampling microfibrils at the sea surface: The effects of mesh size, sample volume and water depth. *Environmental Pollution* 258, 113413. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.113413>
- SAM, 2018. Microplastic Pollution: The Policy Context - Background Paper', 68 p. web version doi: 10.2777/998601
- SAM, 2019. Mécanisme de conseil scientifique (SAM) Conseils Scientifiques Indépendants en vue de l'élaboration des politiques - Les risques de la pollution par les microplastiques pour l'environnement et la santé Groupe des conseillers scientifiques principaux Avis scientifique n° 6/2019 doi: 10.2777/65378

- Sanchez, W., Bender, C., Porcher, J.-M., 2014. Wild gudgeons (*Gobio gobio*) from French rivers are contaminated by microplastics: Preliminary study and first evidence. *Environmental Research* 128, 98–100. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2013.11.004>
- SAPEA, 2019. A Scientific Perspective on Microplastics in Nature and Society» (Perspective scientifique sur les microplastiques dans la nature et la société) – janvier 2019; <https://www.sapea.info/topics/microplastics/>
- Schwaferts, C., Niessner, R., Elsner, M., Ivleva, N.P., 2019. Methods for the analysis of submicrometer- and nanoplastic particles in the environment. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 112, 52–65. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.12.014>
- Schwaferts, C., Sogne, V., Welz, R., Meier, F., Klein, T., Niessner, R., Elsner, M., Ivleva, N.P., 2020. Nanoplastic Analysis by Online Coupling of Raman Microscopy and Field-Flow Fractionation Enabled by Optical Tweezers. *Anal. Chem.* 92, 5813–5820. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.9b05336>
- 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 Research* 129, 154–162. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.11.011>
- Shah, A.A., Hasan, F., Hameed, A., Ahmed, S., 2008. Biological degradation of plastics: A comprehensive review. *Biotechnology Advances* 26, 246–265. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2007.12.005>
- Sharp, D.G., Beard, J.W., 1950. Size and density of polystyrene particles measure by. *The Journal of biological chemistry* 185, 247–253.
- Sjollema, S.B., Redondo-Hasselerharm, P., Leslie, H.A., Kraak, M.H.S., Vethaak, A.D., 2016. Do plastic particles affect microalgal photosynthesis and growth? *Aquatic Toxicology* 170, 259–261. <https://doi.org/10.1016/j.aquatox.2015.12.002>
- Soto-Alvaredo, J., Montes-Bayón, M., Bettmer, J., 2013. Speciation of Silver Nanoparticles and Silver(I) by Reversed-Phase Liquid Chromatography Coupled to ICPMS. *Anal. Chem.* 85, 1316–1321. <https://doi.org/10.1021/ac302851d>
- Stock, V., Böhmert, L., Lisicki, E., Block, R., Cara-Carmona, J., Pack, L.K., Selb, R., Lichtenstein, D., Voss, L., Henderson, C.J., Zabinsky, E., Sieg, H., Braeuning, A., Lampen, A., 2019. Uptake and effects of orally ingested polystyrene microplastic particles in vitro and in vivo. *Archives of Toxicology* 93, 1817–1833. <https://doi.org/10.1007/s00204-019-02478-7>
- Striegel, A.M., Brewer, A.K., 2012. Hydrodynamic Chromatography. *Annual Rev. Anal. Chem.* 5, 15–34. <https://doi.org/10.1146/annurev-anchem-062011-143107>
- Ter Halle, A., Jeanneau, L., Martignac, M., Jardé, E., Pedrono, B., Brach, L., Gigault, J., 2017. Nanoplastic in the North Atlantic Subtropical Gyre. *Environ. Sci. Technol.* 51, 13689–13697. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b03667>
- Thompson, R. C., Olsen, Y., Mitchell, R. P., Davis, A., Rowland, S. J., John, A. W. G., McGonigle, D., Russell, A., E., 2004. Lost at sea: Where is all the plastic? *Science* 304, 838–838. doi: 10.1126/science.1094559
- Tiede, K., Boxall, A.B.A., Tiede, D., Tear, S.P., David, H., Lewis, J., 2009. A robust size-characterisation methodology for studying nanoparticle behaviour in ‘real’ environmental samples, using hydrodynamic chromatography coupled to ICP-MS. *J. Anal. At. Spectrom.* 24, 964–972. <https://doi.org/10.1039/B822409A>
- UE, 2000. Directive n° 2000/60/CE du 23/10/00 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau
- UE, 2010. Directive 2010/75/UE du 24 novembre 2010 relative aux émissions industrielles (prévention et réduction intégrées de la pollution)
- UE, 2011. Recommandation de la commission du 18 octobre 2011 relative à la définition des nanomatériaux (2011/696/UE)
- UE, 2017. Décision (UE) n° 2017/848 de la Commission du 17 mai 2017 établissant des critères et des normes méthodologiques applicables au bon état écologique des eaux marines ainsi que des spécifications et des méthodes normalisées de surveillance et d'évaluation, et abrogeant la directive 2010/477/UE

- UE, 2018a. Directive (UE) n° 2018/851 du 30/05/18 modifiant la directive 2008/98/CE relative aux déchets
- UE, 2018b. Directive (UE) n° 2018/852 du 30/05/18 modifiant la directive 94/62/CE relative aux emballages et aux déchets d'emballages
- UE, 2018c. Directive (UE) n° 2018/850 du 30 mai 2018 modifiant la directive 1999/31/CE concernant la mise en décharge des déchets
- UE, 2019. Directive (UE) n° 2019/904 du 5 juin 2019 relative à la réduction de l'incidence de certains produits en plastique sur l'environnement
- UE, 2020. Directive (UE) n° 2020/2184 du 16 décembre 2020 relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine
- UICN, 2017. Union Internationale pour la conservation de la nature, Rapport Annuel 2017, <https://portals.iucn.org/library/sites/library/files/documents/2018-007-Fr.pdf>
- Ugolini, A., Ungherese, G., Ciofini, M., Lapucci, A., Camaiti, M., 2013. Microplastic debris in sandhoppers. *Estuarine, Coastal and Shelf Science* 129, 19–22. <https://doi.org/10.1016/j.ecss.2013.05.026>
- UNEP, 2016. Tackling plastic pollution should begin at the source. *Microplastics*.
- Van Cauwenberghe, L., Janssen, C.R., 2014. Microplastics in bivalves cultured for human consumption. *Environmental Pollution* 193, 65–70. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2014.06.010>
- Vauthier, C., Bouchemal, K., 2009. Methods for the Preparation and Manufacture of Polymeric Nanoparticles. *Pharmaceutical Research* 26, 1025–1058. <https://doi.org/10.1007/s11095-008-9800-3>
- Velzeboer, I., Quik, J.T.K., van de Meent, D., Koelmans, A.A., 2014. Rapid settling of nanoparticles due to heteroaggregation with suspended sediment. *Environmental Toxicology and Chemistry* 33, 1766–1773. <https://doi.org/10.1002/etc.2611>
- Vermaire, J.C., Pomeroy, C., Herczegh, S.M., Haggart, O., Murphy, M., Schindler, D.E., 2017. Microplastic abundance and distribution in the open water and sediment of the Ottawa River, Canada, and its tributaries. *FACETS* 2, 301–314. <https://doi.org/10.1139/facets-2016-0070>
- Vianello, A., Boldrin, A., Guerriero, P., Moschino, V., Rella, R., Sturaro, A., Da Ros, L., 2013. Microplastic particles in sediments of Lagoon of Venice, Italy: First observations on occurrence, spatial patterns and identification. *Estuarine, Coastal and Shelf Science* 130, 54–61. <https://doi.org/10.1016/j.ecss.2013.03.022>
- Ward, J.E., Kach, D.J., 2009. Marine aggregates facilitate ingestion of nanoparticles by suspension-feeding bivalves. *Marine Environmental Research* 68, 137–142. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2009.05.002>
- Watts, A.J.R., Lewis, C., Goodhead, R.M., Beckett, S.J., Moger, J., Tyler, C.R., Galloway, T.S., 2014. Uptake and Retention of Microplastics by the Shore Crab *Carcinus maenas*. *Environ. Sci. Technol.* 48, 8823–8830. <https://doi.org/10.1021/es501090e>
- Watts, A.J.R., Urbina, M.A., Goodhead, R., Moger, J., Lewis, C., Galloway, T.S., 2016. Effect of Microplastic on the Gills of the Shore Crab *Carcinus maenas*. *Environ. Sci. Technol.* 50, 5364–5369. <https://doi.org/10.1021/acs.est.6b01187>
- Weinstein, J.E., Crocker, B.K., Gray, A.D., 2016. From macroplastic to microplastic: Degradation of high-density polyethylene, polypropylene, and polystyrene in a salt marsh habitat. *Environmental Toxicology and Chemistry* 35, 1632–1640. <https://doi.org/10.1002/etc.3432>
- World Economics Forum, 2016. The New Plastics Economy- Rethinking the future of plastics. http://www3.weforum.org/docs/WEF_The_New_Plastics_Economy.pdf
- Wu, P., Huang, J., Zheng, Y., Yang, Y., Zhang, Y., He, F., Chen, H., Quan, G., Yan, J., Li, T., Gao, B., 2019. Environmental occurrences, fate, and impacts of microplastics. *Ecotoxicology and environmental safety* 184, 109612. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2019.109612>
- Wu, X., Cobbina, S.J., Mao, G., Xu, H., Zhang, Z., Yang, L., 2016. A review of toxicity and mechanisms of individual and mixtures of heavy metals in the environment.

- Environmental Science and Pollution Research 23, 8244–8259.
<https://doi.org/10.1007/s11356-016-6333-x>
- Ye, S., Andrady, A.L., 1991. Fouling of floating plastic debris under Biscayne Bay exposure conditions. *Marine Pollution Bulletin* 22, 608–613. [https://doi.org/10.1016/0025-326X\(91\)90249-R](https://doi.org/10.1016/0025-326X(91)90249-R)
- Yoshida, S., Hiraga, K., Takehana, T., Taniguchi, I., Yamaji, H., Maeda, Y., Toyohara, K., Miyamoto, K., Kimura, Y., Oda, K., 2016. A bacterium that degrades and assimilates poly(ethylene terephthalate). *Science* 351, 1196.
<https://doi.org/10.1126/science.aad6359>
- Zhang, Z., Chen, Y., 2020. Effects of microplastics on wastewater and sewage sludge treatment and their removal: A review. *Chemical Engineering Journal* 382, 122955.
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.122955>
- Zhou, X.-X., Liu, R., Liu, J.-F., 2014. Rapid Chromatographic Separation of Dissoluble Ag(I) and Silver-Containing Nanoparticles of 1–100 Nanometer in Antibacterial Products and Environmental Waters. *Environ. Sci. Technol.* 48, 14516–14524.
<https://doi.org/10.1021/es504088e>
- Zhu, B.-K., Fang, Y.-M., Zhu, D., Christie, P., Ke, X., Zhu, Y.-G., 2018. Exposure to nanoplastics disturbs the gut microbiome in the soil oligochaete *Enchytraeus crypticus*. *Environmental Pollution* 239, 408–415.
<https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.04.017>