

# Diagnostic de l'efficacité des STEP pour le traitement des microplastiques dans les eaux usées et devenir des microplastiques dans l'environnement

## MicroPlaSTEP

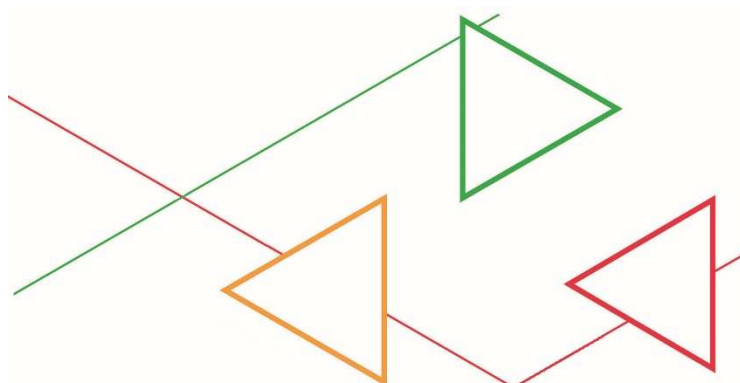
—

### RAPPORT FINAL

### Février 2026

Projet de recherche réalisé dans le cadre de l'application de l'article 117 de la Loi programme du 8 août 2003  
(article 275 alinéa 3 du Code sur l'impôt des revenus, mécanisme Moerman).

Rapport final n°966/2025 – MicroPlaSTEP  
Institut Scientifique de Service Public – [www.issep.be](http://www.issep.be)



# Diagnostic de l'efficacité des STEP pour le traitement des microplastiques dans les eaux usées et devenir des microplastiques dans l'environnement

## MicroPlaSTEP

Durée du projet	Du 1/07/2021 au 31/12/2024
Auteur(s)	Audrey JORIS Aymeric NAGANT
Autres membres d'équipe du projet	Laurence Haouche (Direction des laboratoires d'analyses)
Personne de contact	Audrey Joris – <a href="mailto:a.joris@issep.be">a.joris@issep.be</a>
Vérificateur	Laurence Haouche (Direction des laboratoires d'analyses)

# PRÉAMBULE

Le présent document a été réalisé dans le cadre du développement à la recherche et en particulier sur base des fonds de la loi de défiscalisation des institutions de recherches Moerman. La responsabilité de l'ISSeP ne peut pas être engagée, directement ou indirectement, du fait d'inexactitudes, d'omissions ou d'erreurs ou tous faits équivalents relatifs aux informations utilisées. L'exactitude de ce document doit être appréciée en fonction des connaissances disponibles et objectives et, le cas échéant, de la réglementation en vigueur à la date d'établissement du document. Par conséquent, l'ISSeP ne peut pas être tenu responsable en raison de l'évolution de ces éléments postérieurement à cette date. La mission ne comporte aucune obligation pour l'ISSeP d'actualiser ce document après cette date. Au vu des missions qui lui incombent, l'ISSeP n'est pas décideur. Les avis, recommandations, préconisations ou équivalents qui seraient proposés par l'ISSeP dans le cadre des missions qui lui sont confiées, ont uniquement pour objectif de conseiller le décideur dans sa prise de décision. Par conséquent, la responsabilité de l'ISSeP ne peut pas se substituer à celle du décideur qui est donc notamment seul responsable des interprétations qu'il pourrait réaliser sur la base de ce document. Ce rapport ne peut être reproduit sinon en entier. Il en est de même pour toute autre modification qui y serait apportée. L'ISSeP dégage également toute responsabilité pour chaque utilisation du document en dehors de l'objet de la mission.

En complément, nous tenons à attirer l'attention du lecteur sur plusieurs points qui induisent de la vigilance quant à l'interprétation/l'extrapolation et les généralités qui pourraient être faites à la lecture de résultats d'étude exploratoire telle que celle-ci :

1/ Les prélèvements en entrée et en sortie de STEP ont été réalisés le même jour. Par conséquent, le temps de séjour des MPs dans la STEP n'a pas été pris en compte. Le taux d'abattement calculé sur base des données recueillies ne correspond pas au taux d'abattement usuellement calculé par les gestionnaires de STEP, il donne uniquement une indication de la fluctuation des quantités de MPs des eaux transitant par des STEPs.

2/ Les prélèvements ont été réalisés sur un nombre restreint de STEPs et pour la majorité une seule fois lors du projet. Il est donc important de ne pas tirer des généralités sur le fonctionnement de l'ensemble des STEPs en Wallonie.

**Référencement :** ISSeP (2025), Diagnostic de l'efficacité des STEP pour le traitement des microplastiques dans les eaux usées et devenir des microplastiques dans l'environnement, numéro de rapport : 966/2025

# Résumé

La présence de microplastiques (MPs) dans l'environnement est devenue un problème environnemental mondial. Selon une estimation de 2014, 70 à 80 % des plastiques marins sont transportés par les rivières vers les océans (Wagner M, 2014). C'est dans ce cadre que le rôle des stations d'épuration des eaux usées (STEPs) dans la gestion des déchets plastiques devient primordial. Des études ont montré que la présence de MPs dans les eaux usées est en partie due aux microbilles en plastique contenues dans les produits de soins personnels et aux fibres de plastique libérées par le lavage des tissus synthétiques (Brown DM, 2001). Selon une étude de 2018 réalisée par Lares, environ 99 % des MPs présents dans les eaux usées passent dans les boues au cours du processus de traitement dans les stations d'épuration (Lares M, 2018). L'évaluation de l'efficacité des STEP wallonnes par rapport à la présence de MPs prend tout son sens.

Dans un premier temps, une sélection de STEP wallonnes se voulant représentatives de ce qui est en fonctionnement en Wallonie a été réalisée. Cette sélection s'est basée sur plusieurs critères comme la capacité de traitement des eaux usées, la localisation géographique, le type de traitement, ... Les boues des STEP sélectionnées sont toutes destinées à la valorisation agricole. Dans un deuxième temps, un protocole de préparation des échantillons a été développé pour éliminer la matière organique (MO) et séparer les MPs par différence de densité. Ensuite, les STEP sélectionnées ont été caractérisées en termes de charge en MPs dans les eaux usées (IN), dans les effluents (OUT) et dans les boues. Deux techniques analytiques ont été utilisées pour évaluer le nombre de MPs en fonction de leur taille : la microscopie au Rouge du Nil pour les particules de 100  $\mu\text{m}$  à 1 mm, et la spectroscopie micro infrarouge à transformée de Fourier (microFTIR) pour les particules de 20  $\mu\text{m}$  à 200  $\mu\text{m}$ . De plus, la microFTIR a permis de déterminer la nature des plastiques identifiés comme le polytéréphtalate d'éthylène (PET), le polyamide (PA), le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP) ou le polystyrène (PS).

Ensuite, une comparaison des données obtenues en MPs dans les eaux usées (IN) et les effluents (OUT) a été réalisée. Un pourcentage de diminution du nombre de MPs dans l'effluent (OUT) par rapport au nombre de MPs observés dans l'eau brute (IN) a été établi. Ce pourcentage obtenu pour les MPs de taille inférieure à 100  $\mu\text{m}$  lors de l'évaluation des STEP wallonnes est de 53 à 89 %. Ce taux est proche de celui énoncé dans les publications reprises dans la recherche bibliographique réalisée par le Cebedeau dans le cadre de ce projet. Les mesures dans les boues ont confirmé une forte concentration de MPs avec une grande variété de formes et une décoloration observée des particules. Les données obtenues au microFTIR ont permis d'identifier la présence majoritairement de PET et de PA dans les trois types d'échantillons (IN, OUT et boue). Pour les boues, le PE, le PP et le PS ont également été identifiés. Ces 5 type de MPs sont les particules de plastique les plus couramment rencontrées dans l'environnement.

D'une manière générale, les résultats obtenus au niveau des STEP indiquent des rejets des MPs dans les eaux de surface et sur les sols respectivement via l'effluent et l'épandage des boues en agriculture.

En complément, une expérimentation de 18 mois dans des microcosmes a été mise en place pour évaluer le devenir des MPs dans les sols. Le suivi des MPs introduits dans les carrés potagers a montré une faible dégradation de ces derniers. De légères différences au niveau des spectres IR apparaissent

et peuvent engendrer des difficultés au niveau analytique. Une seconde constatation montre que les MPs ne sont pas restés simplement en surface et ont été observés à 50 cm de profondeur.

Pour terminer, nous rappelons que l'analyse des MPs reste actuellement compliquée, la phase préparatoire d'extraction des plastiques des matrices d'intérêt reste une étape critique. Pour cela la quantification est assortie d'une incertitude non négligeable qu'il faut garder à l'esprit à la lecture, l'interprétation et l'utilisation des résultats partagés dans ce rapport.

# Abstract

The presence of microplastics (MPs) in the environment has become a global environmental concern. According to a 2014 estimate, 70 to 80% of marine plastics are transported to the oceans by rivers (Wagner M, 2014). In this context, the role of wastewater treatment plants (WWTPs) in plastic waste management becomes paramount. Studies have shown that the presence of MPs in wastewater is partly due to plastic microbeads contained in personal care products and plastic fibers released during washing synthetic fabrics (Brown DM, 2001). According to a 2018 study by Lares, approximately 99% of MP present in wastewater are transferred to the sludge during the treatment process in WWTPs (Lares M, 2018). Assessing the effectiveness of Walloon WWTPs with regard to the presence of MP is therefore particularly relevant.

First, a selection of Walloon WWTPs was made to represent those operating in Wallonia. This selection was based on several criteria such as wastewater treatment capacity, geographical location, type of treatment, etc. The sludge from all selected WWTPs is intended for agricultural use.

Second, a sample preparation protocol was developed to remove organic matter (OM) and separate MPs based on density differences. The selected WWTPs were then characterised in terms of MPs load in wastewater (IN), effluent (OUT) and sludge. Two analytical techniques were used to assess the number of MPs according to their size: Nile Red microscopy for particles ranging from 100  $\mu\text{m}$  to 1 mm, and Fourier transform micro-infrared spectroscopy (microFTIR) for particles ranging from 20  $\mu\text{m}$  to 200  $\mu\text{m}$ . In addition, microFTIR was used to identify the polymer type of the detected plastics, namely polyethylene terephthalate (PET), polyamide (PA), polyethylene (PE), polypropylene (PP) or polystyrene (PS).

Next, a comparison was made between the data obtained for MPs in wastewater (IN) and effluent (OUT). The percentage reduction in the number of MPs in the effluent (OUT) was calculated relative to the number of MPs observed in the wastewater (IN). For MPs smaller than 100  $\mu\text{m}$ , the reduction efficiency observed in Walloon WWTPs ranged from 53 to 89%. This rate is consistent with values reported in the literature review conducted by Cebedeau as part of this project. Measurements in sludge confirmed a high concentration of MPs with a wide variety of shapes and noticeable particle discolouration. MicroFTIR analysis identified primarily PET and PA in the three types of samples (IN, OUT and sludge). In sludge, PE, PP and PS were also detected. These five types of MPs are among the most commonly found plastic particles in the environment.

Overall, the results obtained at WWTPs indicate that MPs are released into surface water and soil via effluent discharge and through the agricultural spreading of sludge, respectively.

In addition, an 18-month experiment in microcosm experiment was conducted to assess the fate of MPs in soil. Monitoring of MPs introduced into vegetable patches showed limited degradation over time. Slight differences in IR spectra were observed and may lead to analytical challenges. Furthermore, MPs were not confined to the surface but were observed at depths of up to 50 cm.

Finally, it should be noted that MPs analysis remains complex. The extraction of plastics from environmental matrices remains a critical step. As a result, quantification is associated with a significant degree of uncertainty, which should be considered when reading, interpreting and using the results presented in this report.

# SYNTHESE DU PROJET

## FINANCEMENT MOERMAN

**TITRE DU PROJET :** Diagnostic de l'efficacité des STEP pour le traitement

**BUDGET :** 538 000 €

**CHEF DE PROJET :** Audrey JORIS

## PARTENAIRES :

- ISSeP, Direction des activités et mesures de terrain, Département, Unité : J.Dumont
- ISSeP, Direction des risques chroniques, Cellule de minéralogie et microscopie : D. Bossiroy
- Cebedeau, Centre d'Expertise en Traitement et Gestion de l'eau, S. Nonnet et C. Daubresse
- SPGE, Société Publique de Gestion de l'Eau, R. Pype

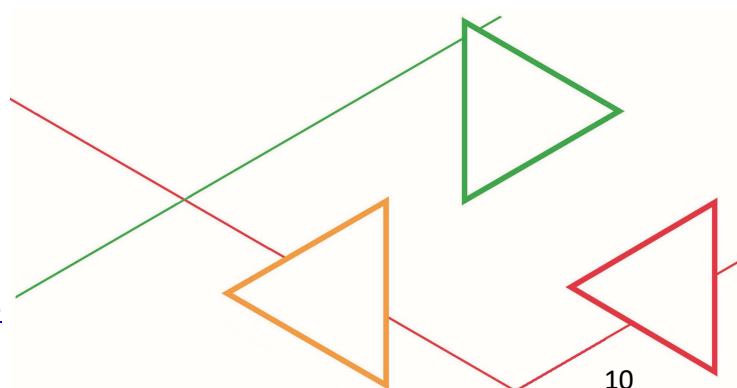
**DURÉE DU PROJET :** 36 MOIS + 6 MOIS SANS MODIFICATION DU BUDGET

**DATE DE DÉMARRAGE DU PROJET :** 01/07/2022

# Sommaire

1. Introduction.....	18
1.1. Généralités.....	18
1.2. Méthodes analytiques .....	22
1.3. Les MPs dans l’environnement .....	24
1.4. Objectifs .....	27
2. Méthodologie et mises au point .....	28
2.1. Méthode d’extraction des MPs.....	28
2.1.1. Protocole d’extraction Plasti-SOLS .....	28
2.1.2. Adaptation du protocole Plasti-SOLS à la matrice « eau » .....	29
2.1.3. Amélioration du protocole Plasti-SOLS pour la matrice « boue de STEP » .....	36
2.1.4. Amélioration du protocole Plasti-SOLS pour la matrice « sol ».....	38
2.1.5. Conclusion sur les différents protocoles d’extraction.....	39
2.2. Méthodes d’identification des MPs.....	39
2.2.1. Microscopie optique.....	39
2.2.2. Analyse par spectroscopie microFTIR.....	49
2.3. Plan d’échantillonnage des STEPs.....	53
2.4. Prélèvements IN, OUT et boues.....	56
2.5. Valorisation agricole des boues de STEP : essais par microcosme .....	61
3. Résultats.....	65
3.1. Analyses réalisées sur les échantillons des STEPs.....	65
3.2. Traitement des données des STEPs .....	65
3.2.1. Caractérisation des boues .....	66
3.2.2. Blancs échantillons .....	68
3.2.3. Eaux brutes (IN) .....	73
3.2.4. Effluents (OUT) .....	78
3.2.5. Boues .....	93
3.3. Bilan des STEPs.....	99
3.4. Résultats des essais en microcosme .....	112
3.4.1. Vieillessement des MPs .....	112

3.4.2. Migration des MPs.....	116
4. Discussions sur les résultats obtenus.....	121
Conclusions et Perspectives .....	124
Bibliographie.....	125
Annexes .....	129



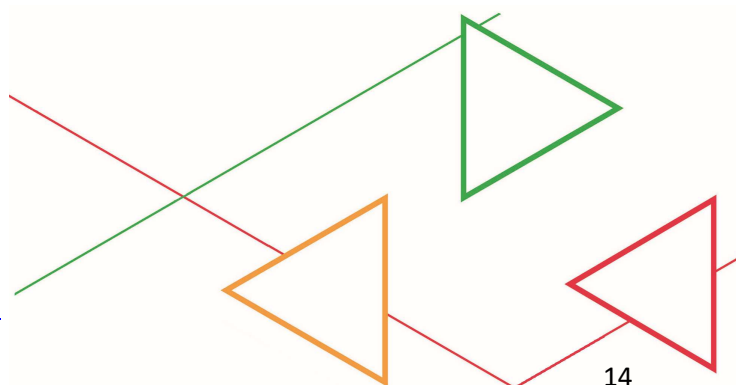
# Liste des Figures

Figure 1 : Définition des plastiques selon leur flux de dégradation et leur dimension (Gillibert, 2019)	18
Figure 2 : (OCDE, Scénarios d'action pour l'élimination de la pollution plastique à l'horizon 2040, 2024)	19
Figure 3 : Caractéristiques de microplastiques et des nanoplastiques à prendre en compte dans l'évaluation de l'exposition et du risque (WHO, 2022)	20
Figure 4 : Schéma résumant le mécanisme de transport des matières organiques et inorganiques à la surface des MPs (Rafa, 2024)	21
Figure 5 : (Ma, M. et al., 2022): Composition des Mps par catégorie de forme (a), de couleur (b) et de taille (c) dans une eau de surface (anneau intérieur) et dans un effluent de STEP (anneau extérieur)	22
Figure 6 : (Campanale, C. et al., 2020) : Les polymères les plus fréquents et leurs densités	23
Figure 7 : Transfers of microplastics in terrestrial ecosystems (soils and groundwater) and to humans (Missouri, 2019)	24
Figure 8 : Schéma représentant l'élimination des MPs dans une STEP (Sun et al.2019)	25
Figure 9 : état de l'environnement wallon, gestion des boues d'épuration collectives (STEP) en Wallonie (wallon, 2023)	26
Figure 10 : Protocole Plasti-SOLS étape par étape (Joris, 2019)	28
Figure 11 : Protocole de séparation des MP version 1(a. oxydation ; b. séparation par densité ; c.filtration ; d.filtre obtenu)	29
Figure 12 : Microbilles PE utilisées	30
Figure 13 : Filtre obtenu lors du protocole appliqué sur une eau de surface	33
Figure 14 : Protocole de séparation des MPs version 2 (a. oxydation ; b. séparation par densité ; c.filtration : filtre obtenu)	34
Figure 15 : filtres obtenus lors des essais de dopage du protocole révisé sur une eau brute (IN) et un effluent (out)	34
Figure 16 : Protocole de séparation des MP dans les boues (a. pré-oxydation ; b. oxydation ; c. séparation par densité ; d. filtration : filtre obtenu)	36
Figure 17 : Filtres obtenus après protocole d'extraction pour les boues AV (essais 5.1) ; Q (essai 2.2) ; W (essai 3.1) et WAS (essai 1.3)	37
Figure 18 : Filtres obtenus après protocole d'extraction pour les sols S (essais 6.2 ; 6.3 et 4.0)	38
Figure 19 : Rouge du Nil formule semi-développée	40
Figure 20 : Cellule de Mallet et choix des cellules observées	41
Figure 21 : Filtre obtenu après le protocole de séparation des MPs dans un effluent	41
Figure 22 : Filtres obtenus après application du protocole de séparation pour une eau brute (IN) (a) et d'un effluent (OUT) (b), tous deux dopés avec un mélange de MPs	43
Figure 23 : Images obtenues d'un filtre sous lumière blanche et sous fluorescence pour réaliser le dénombrement des MPs (effluent zoom x50)	45
Figure 24 : Dénombrement des particules fluorescentes avec le logiciel Image J	46

Figure 25 : Comparaison des images de particules superposées obtenues par le programme Image J avec les images du microscope en fluorescence et lumière blanche .....	47
Figure 26 : Images de particules qui fluorescent pour lesquelles il y a suspicion de faux positif.....	47
Figure 27 : spectres infrarouge des particules fluorescentes observées sur filtre une partie du filtre NIV eau brute .....	48
Figure 28 : Exemple d'analyse d'un effluent par microFTIR : Les particules rouges sont du PET, les vertes du PA. ....	50
Figure 29 : Carte des organismes d'assainissement des eaux en Wallonie (www.spge.be).....	54
Figure 30 : Carte des steps sélectionnées dans le plan d'échantillonnage MicroPlaSTEP .....	56
Figure 31 : Matériel de prélèvement, composé de gauche à droite d'une cruche, d'un entonnoir, d'une petite pelle, d'un sceau en inox et d'une corde en chanvre naturel .....	57
Figure 32 : Processus générale d'une STEP avec les points de prélèvements envisagés pour les eaux IN avant traitement secondaire et tertiaire en concordance avec la figure 6 Schéma représentant l'élimination des MPs dans une STEP (Sun et al.2019) mentionnée précédemment.....	58
Figure 33 : Répartition des points de prélèvement des eaux brutes (IN) .....	59
Figure 34 : Photos points de prélèvement pour la STEP MOU : eaux IN prélèvement dégrilleur et eaux OUT au niveau de la sortie .....	59
Figure 35 : Photos stockage de boue de STEPS AMA et WVR.....	60
Figure 36 : Répartition du traitement des boues stockées et prélevées pour le projet.....	60
Figure 37 : Répartition des prélèvements réalisés en période sèche, humide et orageuse pour les prélèvements saisonnier et ponctuel.....	61
Figure 38 : Plan d'expérience : vieillissement et migration des MPs.....	62
Figure 39 : Photos des bacs potager en cours d'installation et en cours de culture .....	62
Figure 40 : Contaminants retrouvés dans la terre utilisée dans les bacs potager .....	63
Figure 41 : représentation graphique de la variation de la matière sèche, du pH, de la conductivité, de la matière organique et du ratio C/N des boues prélevées .....	67
Figure 42 : Graphique de la fluctuation du taux de MO lors des prélèvements saisonniers des STEPs.....	68
Figure 43 : Répartition des MPs par tailles observées au microscope pour les blancs terrain.....	69
Figure 44 : Distribution des résultats des blancs terrain.....	70
Figure 45 : Répartition des MPs par formes observées par la méthode au microscope pour les blancs échantillons .....	70
Figure 46 : Répartition des MPs par couleur observées au microscope pour les blancs échantillons .	71
Figure 47 : Exemple d'observation sous lumière blanche et sous fluorescence de fibre et fragment jaune ou transparent.....	71
Figure 48 : nombre moyen de MPs des blancs laboratoire selon leurs natures et leurs tailles .....	72
Figure 49 : Distribution des résultats des MPs de taille > 100 µm dans les eaux brutes (IN) .....	74
Figure 50 : Résultats des MPs de taille > 100 µm dans les eaux brutes (IN).....	75
Figure 51 : Répartition des MPs > 100 µm par formes pour les eaux brutes (IN).....	75
Figure 52 : Répartition des MPs par couleur observées au microscope pour les eaux brutes.....	76
Figure 53 : Exemples de fibre et fragment gris ou transparent observés dans des extraits d'eau brute .....	76

Figure 54 : Distribution des résultats de MPs dans les eaux brutes de 5 STEPs .....	78
Figure 55 : Distribution des résultats des MPs de taille > 100 µm dans les effluents (IN).....	79
Figure 56 : Résultats des MPs de taille > 100 µm dans les effluents (OUT) .....	80
Figure 57 : Répartition des MPs > 100 µm par leur forme pour les effluents (out).....	80
Figure 58 : Exemple de fibre bleue et fragment rouge non fluorescents observés dans un extrait d'effluent .....	81
Figure 59 : Répartition des MPs par couleur observées au microscope pour les effluents (out).....	81
Figure 60 : Comparaison des couleurs observées des MPs dans les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT) .....	82
Figure 61 : Distribution des résultats de MPs dans les effluents de l'ensemble des échantillons analysés échelle 0 à 350 et échelle de 0 à 50.....	83
Figure 62 : Résultats du nombre de MPs des effluents (OUT) analysés par microFTIR selon leur taille de 20 à 200 µm.....	83
Figure 63 : Représentation des MPs des effluents des STEPs selon leurs natures .....	84
Figure 64 : Distribution des résultats de MPs dans les effluents de 14 STEPs échelle 0 à 250 et échelle de 0 à 30 .....	86
Figure 65 : Résultats des MPs de taille de 20 à 200 µm dans les effluents (OUT) pour les prélèvements ponctuels avec valeur moyenne et valeur médiane .....	86
Figure 66 : Distribution des résultats de MPs dans les effluents de 10 STEPs prélevée de manière saisonnière échelle 0 à 600 et échelle de 0 à 100.....	89
Figure 67 : Résultats des MPs de taille de 20 à 200 µm dans les effluents (OUT) pour les prélèvements saisonniers.....	90
Figure 68 : Résultats des MPs dans les effluents de 3 STEPs prélevées de manière saisonniers avec mise en évidence des conditions météorologiques du jour de prélèvement.....	91
Figure 69 : Distribution des résultats des MPs de taille > 100 µm dans les boues .....	94
Figure 70 : Résultats des MPs de taille > 100 µm dans les boues .....	94
Figure 71 : Répartition des MPs par formes observées par la méthode au microscope pour les boues .....	95
Figure 72 : Répartition des MPs par couleur observées au microscope pour les boues .....	95
Figure 73 : Exemple d'une fibre rouge non fluorescente et de fragments transparents fluorescents observés dans un extrait de boue .....	96
Figure 74 : Distribution des résultats de MPs dans les boues de 4 STEPs.....	97
Figure 75 : Résultats du nombre de MPs dans les boues analysées selon leur taille de 20 à 200 µm .	97
Figure 76 : Représentation des MPs des boues selon leurs nature .....	98
Figure 77 : nombre de MPs supérieurs à 100 µm observés au microscope pour l'eau brute (IN) et l'effluent (OUT) pour les échantillons prélevés à la STEP de GEN.....	101
Figure 78 : Distribution des résultats du taux d'abattement pour le bilan saisonnier de la STEP de GEN > 100µm.....	101
Figure 79 : Distribution des résultats du taux d'abattement pour le bilan saisonnier de la STEP de GEN selon leur forme .....	102

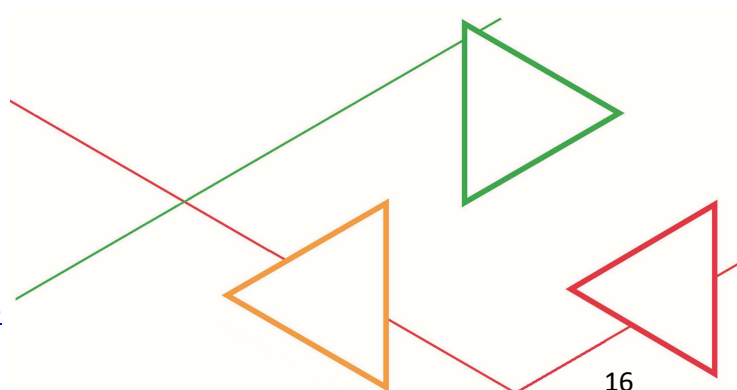
Figure 80 : nombre de MPs supérieurs à 100 µm observés au microscope pour l'eau brute (IN) et l'effluent (OUT) pour les échantillons de 5 STEPs (prélèvement ponctuel).....	105
Figure 81 : Distribution des résultats du taux d'abattement pour le bilan ponctuel de 5 STEPs selon leur forme.....	107
Figure 82 : nombre de MPs supérieurs à 100 µm observés au microscope pour l'eau brute (IN), les effluents (OUT) et les boues pour les échantillons de 5 STEPs (prélèvement ponctuel).....	109
Figure 83 : répartition des MPs selon leurs formes observées au microscope pour l'eau brute (IN), l'effluent (OUT) et la boue pour les échantillons de 5 STEPs (prélèvement ponctuel) et les échantillons de GEN (prélèvement saisonnier) .....	110
Figure 84 : répartition des MPs selon leurs formes observées au microscope sans la proportion de fragment pour l'eau brute (IN), l'effluent (OUT) et la boue pour les échantillons de 5 STEPs (prélèvement ponctuel) et les échantillons de GEN (prélèvement saisonnier) .....	110
Figure 85 : comparaison des couleurs observées des MPs dans les eaux brutes (IN), les effluents (OUT) et les boues .....	111
Figure 86 : Photos du bas nylon extrait du sol après 18 mois.....	112
Figure 87 : Comparaison au microscope sous lumière blanche des MPs isolés des échantillons de sol avec les MPs témoins. ....	113
Figure 88 : spectres infrarouge des microbilles de PE bleu avant (trait bleu) et après 18 mois d'enfouissement (trait noir) pour le regroupement des 3 bacs.....	114
Figure 89 : spectres infrarouge des microbilles de PE orange avant (trait orange) et après 18 mois d'enfouissement (trait noir) pour le regroupement des 3 bacs.....	115
Figure 90 : spectres infrarouge du PEHD avant (trait vert) et après 18 mois d'enfouissement (trait noir) pour les 3 bacs .....	115
Figure 91 spectres infrarouge du PP avant (trait rouge) et après 18 mois d'enfouissement (trait noir) pour les 3 bacs.....	116
Figure 92 : plan de prélèvements pour la migration des MPs .....	117
Figure 93 : Photos des prélèvements à l'aide de la gouge et fractionnement de la carotte obtenue	117
Figure 94 : pourcentage de MPs par niveau dans les bacs 7-8-9 .....	118
Figure 95 : pourcentage de fragments par niveau dans les bacs 7-8-9.....	119
Figure 96 : pourcentage de billes par niveau dans les bacs 7-8-9.....	119



# Liste des Tableaux

Tableau 1 : Rendement de récupération en masse de microbilles récupérées dans les eaux brutes (IN)	31
Tableau 2 : Rendement de récupération en nombre de microbilles récupérées dans les eaux brutes (IN)	32
Tableau 3 : Rendement de récupération en masse de microbilles récupérées dans les eaux de surface	33
Tableau 4 : Rendement de récupération en nombre de microbilles récupérées dans les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT) selon le protocole révisé	35
Tableau 5 : rendement de récupération en masse de microbilles récupérées (valeur moyenne et valeur médiane)	38
Tableau 6 : rendement de récupération en masse de microbilles récupérées (moyenne et valeur médiane)	39
Tableau 7 : Observation des MPs colorés au Rouge du Nil, sous lumière blanche et fluorescente	42
Tableau 8 : observation des filtres colorés au Rouge du Nil, sous lumière blanche et fluorescente	44
Tableau 9 : Exemple d'analyse d'un effluent par microFTIR : tableau des données obtenues	50
Tableau 10 : Description des échantillons du DE17-2024	50
Tableau 11 : Liste des phtalates avec leurs numéros de cas et leurs acronymes	55
Tableau 12 : Caractérisation de la terre des bacs	63
Tableau 13 : Caractérisation de la boue d'amendement	64
Tableau 14 : Nombre de MPs contenus dans les blancs terrain observés au microscope	69
Tableau 15 : Nombre de MPs moyens contenus dans les blancs laboratoires analysés par microFTIR	72
Tableau 16 : Nombre de MPs observés dans les eaux brutes de 8 STEPs	74
Tableau 17 : Nombre de MPs de 20 à 200 µm détecté dans les eaux brutes	77
Tableau 18 : Nombre de MPs observés dans les effluents de 9 STEPs	79
Tableau 19 : Nombre de MPs détecté (de 20 à 200 µm) dans les effluents par STEP prélevée ponctuellement	85
Tableau 20 : Nombre de MPs détecté (de 20 à 200 µm) dans les effluents par STEP prélevée de manière saisonnière	87
Tableau 21 : Nombre de MPs détectés (de 20 à 200 µm) dans les effluents par STEP prélevée de manière saisonnière selon leur nature	88
Tableau 22 : Nombre de MPs observés dans les boues de 8 STEPs	93
Tableau 23 : Nombre de MPs de 20 à 200 µm détecté dans les boues	96
Tableau 24 : Données de Prélèvement pour la STEP GEN (bilan saisonnier)	99
Tableau 25 : Taux d'abattement en MPs des prélèvements saisonnier de GEN	100
Tableau 26 : Taux d'abattement des MPs des prélèvements saisonniers de GEN selon leur forme	102
Tableau 27 : Données de Prélèvement des STEPs sélectionnées (bilan ponctuel : MPs > 100 µm)	103
Tableau 28 : Taux d'abattement en MPs de 5 prélèvements ponctuels	105
Tableau 29 : Taux d'abattement des MPs de 5 prélèvements ponctuels selon leur forme	107

Tableau 30 : Nombre de MPs de taille supérieure à 100 µm observés dans les eaux brutes (IN), les effluents (OUT) et les boues de 5 STEPs..... 108  
Tableau 31 : Répartition des MPs (données brutes) par forme et par niveau dans les bacs 7-8-9 .... 118  
Tableau 32 : Répartition des MPs en pourcentage par forme et par niveau dans les bacs 7-8-9 ..... 118



# Liste des abréviations

MO : matière organique

MPs : microplastiques

Micro FTIR : microspectrométrie infra rouge à transformée de Fourier

LQ : limite de quantification

OAA : organisme d'assainissement agréé

OCDE : l'Organisation de coopération et de développement économiques

PA : polyamide

PE : polyéthylène

PeHD : polyéthylène haute densité

PET : polytéréphtalate d'éthylène

PMMA : Polyméthacrylate de méthyle

PP : polypropylène

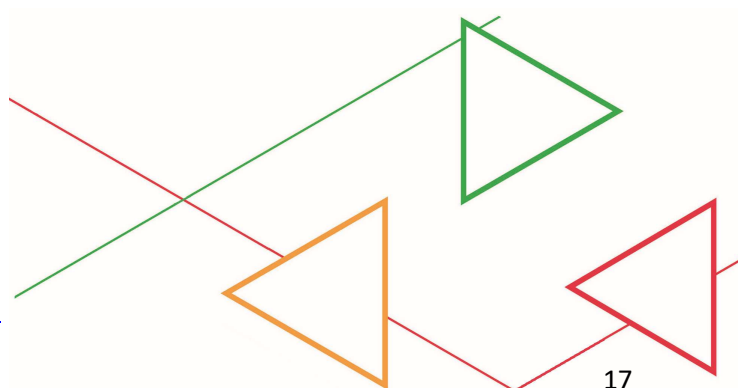
PS : polystyrène

PVC : polychlorure de vinyle

Pyrolyse-GC/MS : Pyrolyse-chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse

SPGE : Société Publique de Gestion de l'Eau

STEP : station d'épuration



# 1. Introduction

## 1.1. Généralités

Selon la norme ISO/TER 21960 : 2020 relative à Plastics – Environmental aspects – State of knowledge and methodologies (ISO, 2020), un macroplastique correspond à une particule ou objet solide en matière plastique insoluble dans l'eau dont la dimension est supérieure à 5 mm. Le microplastique est défini comme toute particule ou objet solide en matière plastique insoluble dans l'eau dont la dimension se trouve entre 1 µm et 5000 µm. Le nanoplastique est lui inférieur à 1 µm. Ces définitions sont illustrées par la Figure 1 (Gillibert, 2019).

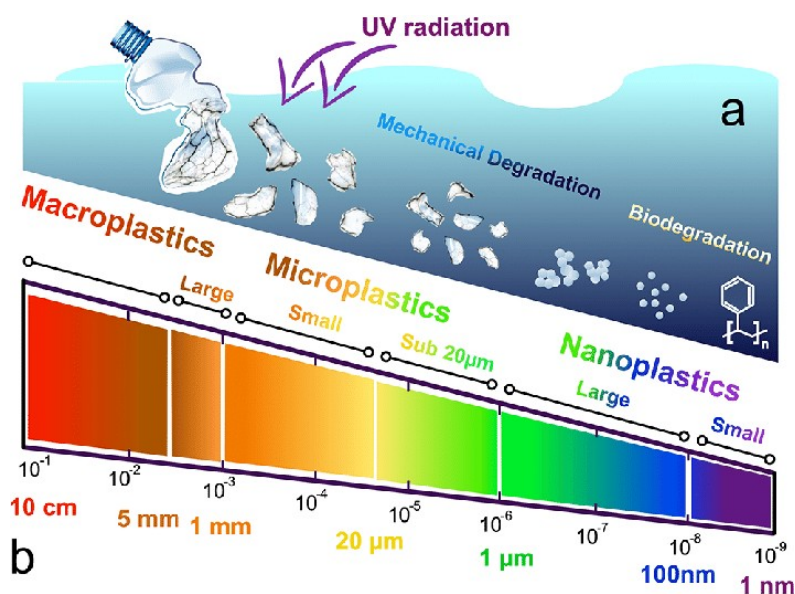
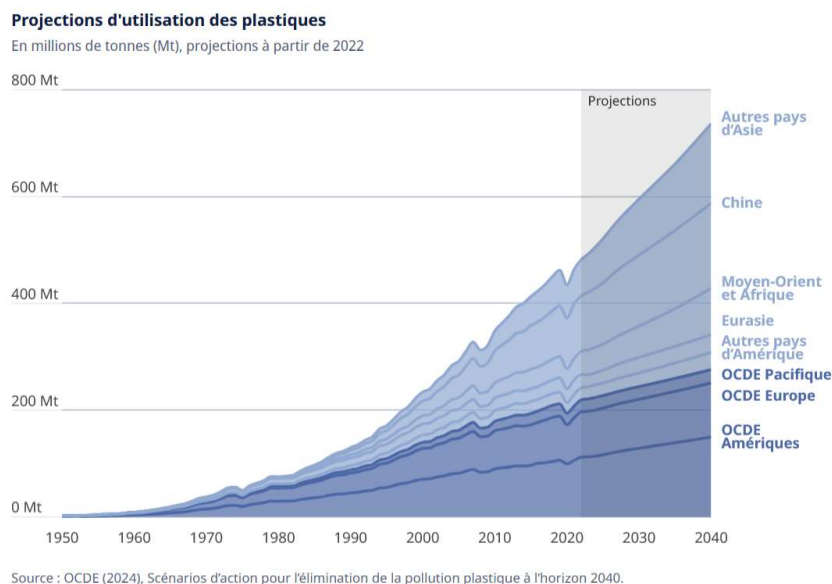


FIGURE 1 : DÉFINITION DES PLASTIQUES SELON LEUR FLUX DE DÉGRADATION ET LEUR DIMENSION (GILLIBERT, 2019)

Selon le rapport de l'Organisation de coopération et de développement économiques (OCDE, Scénarios d'action pour l'élimination de la pollution plastique à l'horizon 2040, 2024), la production mondiale de matières plastiques a doublé entre 2000 et 2019, passant de 234 à 460 millions de tonnes. Sans des mesures plus ambitieuses de restriction d'usage des plastiques, elle continuera de croître en volume. Au train où vont les choses, 736 millions de tonnes seront produites et utilisées en 2040, soit 70 % de plus que les 435 millions de tonnes enregistrées en 2020. Ce volume augmentera plus vite que la population mondiale, sous l'effet d'une demande qui, d'après les prévisions, restera forte et en hausse dans les pays de l'OCDE. Une croissance rapide de l'utilisation de plastique est également attendue dans les économies émergentes de l'Asie, de l'Afrique subsaharienne et de l'Amérique latine.

Cette évolution est illustrée par la Figure 2. Parallèlement à l'explosion des volumes de plastique, les quantités de déchets non traités auront augmenté de 47 % et celles des rejets de plastique de 50 % (par rapport aux niveaux de 2020), ce qui mettra en péril les écosystèmes et les populations qui en dépendent.



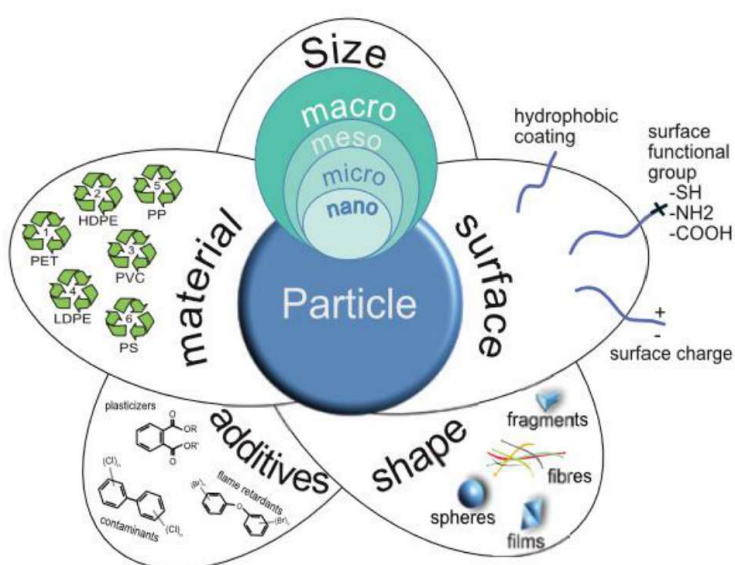
**FIGURE 2 : (OCDE, SCÉNARIOS D'ACTION POUR L'ÉLIMINATION DE LA POLLUTION PLASTIQUE À L'HORIZON 2040, 2024)**

En complément de ces informations sur la production, un précédent rapport de l'OCDE datant de 2022 (OCDE, Rapport de l'Organisation de coopération et de développement économique, 2022) mentionnait déjà que près des deux tiers de déchets plastiques proviennent de produits plastiques dont la durée de vie est inférieure à cinq ans : emballages (40 %), biens de consommation (12 %), vêtements et textiles (11 %). Seuls 9 % des déchets plastiques sont recyclés (15 % sont collectés pour l'être, mais 40 % d'entre eux deviennent des résidus de recyclage) ; 19 % sont incinérés, 50 % sont mis en décharge et 22 % échappent aux systèmes de gestion des déchets pour être abandonnés dans des décharges sauvages, brûlés à ciel ouvert ou rejetés dans les milieux terrestres ou aquatiques, en particulier dans les pays pauvres. En 2019, 6.1 Mt de déchets plastiques ont été rejetés dans les milieux aquatiques et 1.7 Mt ont été entraînés dans les océans par les cours d'eau. D'après les estimations, 30 Mt de déchets plastiques se sont désormais accumulés dans les mers et les océans, et 109 Mt dans les cours d'eau. Ces plastiques présents dans les cours d'eau continueront de se déverser dans la mer pendant des décennies, même à supposer que l'on parvienne à réduire sensiblement la quantité de déchets plastiques non traités.

En conséquence de l'usage des plastiques, des études montrent que des particules de plastiques de taille inférieure à 5 mm sont plus abondantes à la surface des mers que les particules de plastiques de taille supérieure à 5 mm (Erni-Cassola G., 2017). Ces particules sont soit des MPs dits primaires qui sont spécialement conçus pour des applications variées, soit des MPs dits secondaires qui résultent de

la dégradation des macroplastiques causée par radiation UV, abrasion mécanique, dégradation biologique et désintégration (Dris R, 2015).

Les MPs sont des particules complexes par leurs compositions, leurs tailles, leurs formes mais aussi par leurs couleurs qui varient d'une particule à une autre selon leur mode de fabrication ou leurs caractéristiques souhaitées. Comme l'illustre la Figure 3, ce sont des particules très hétérogènes, les additifs qu'elles contiennent ou qui se trouvent à leurs surfaces peuvent être de nature différente en fonction des propriétés souhaitées du plastique d'origine et de son application. De ce fait, les propriétés de surface des MPs peuvent entraîner des phénomènes d'adsorption d'autres polluants présents dans l'environnement comme des métaux lourds ou des composés organiques comme les PFAs (Freilinger J, 2025). Ces phénomènes engendrent une bioaccumulation dans les écosystèmes marins et terrestres.



**FIGURE 3 : CARACTÉRISTIQUES DE MICROPLASTIQUES ET DES NANOPLASTIQUES À PRENDRE EN COMPTE DANS L'ÉVALUATION DE L'EXPOSITION ET DU RISQUE (WHO, 2022)**

L'étude de Rafa en 2024 (Rafa, 2024) met en évidence que les propriétés physico-chimiques des MPs telles que leur taille, leur structure et leurs groupes fonctionnels ainsi que les propriétés du milieu environnemental, telles que le pH, la température et la salinité, influencent la sorption (absorption, adsorption ou désorption) des polluants par les MPs. Les interactions hydrophobes s'avèrent être le mécanisme de sorption prédominant, en particulier pour les polluants organiques, bien que les forces électrostatiques, les forces de van der Waals, les liaisons hydrogène et les interactions  $\pi$ - $\pi$  soient également dignes d'intérêt comme l'illustre la Figure 4.

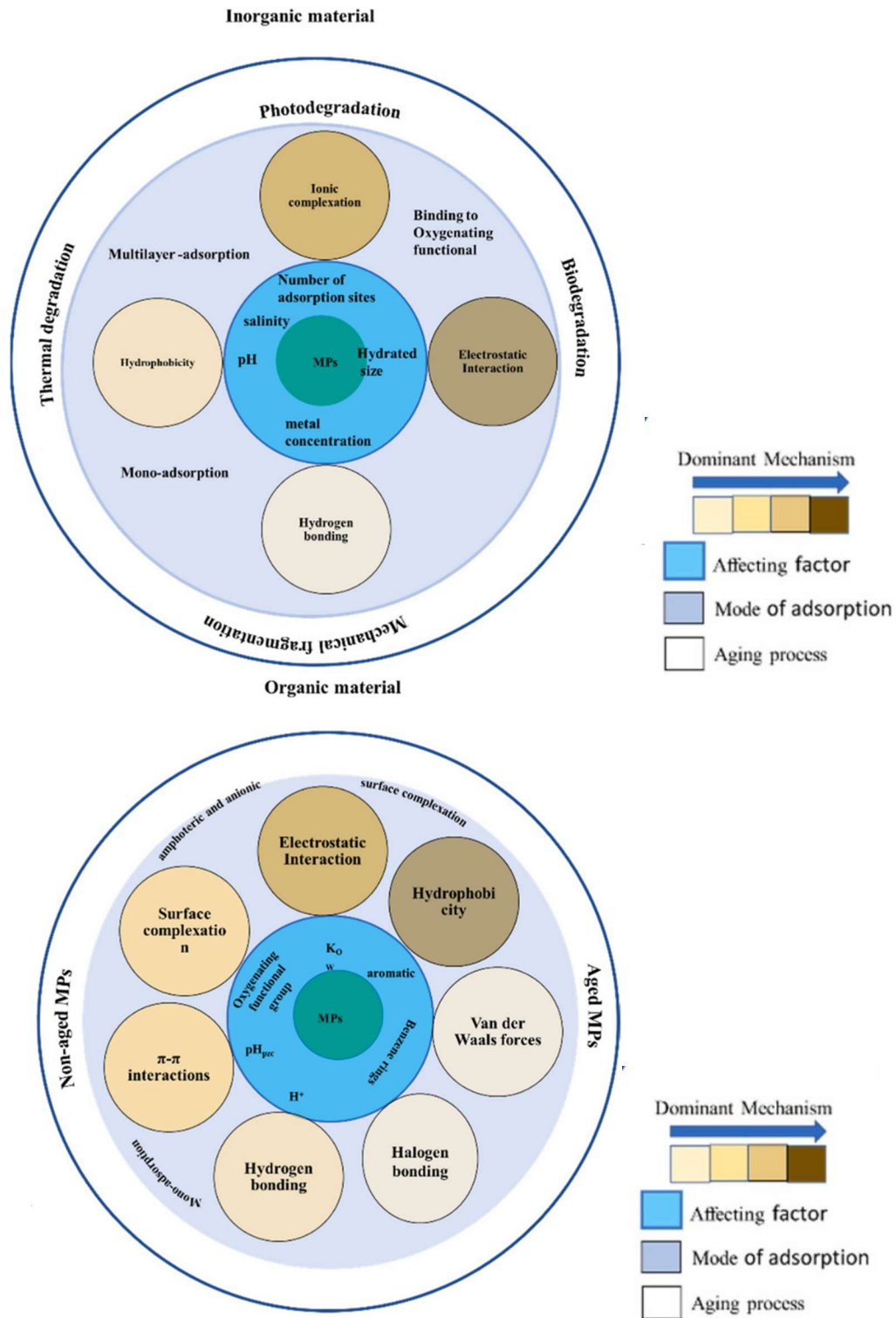


FIGURE 4 : SCHÉMA RÉSUMANT LE MÉCANISME DE TRANSPORT DES MATIÈRES ORGANIQUES ET INORGANIQUES À LA SURFACE DES MPs (RAFA, 2024)

Une étude (Ma, M. et al., 2022) sur la distribution spatiale des MPs dans une rivière urbaine chinoise a montré la diversité de forme, de couleur et de taille des MPs observés lors de l'échantillonnage de

l'eau de surface et du rejet (dans l'eau de surface) d'une STEP. Cette diversité est représentée sur la Figure 5.

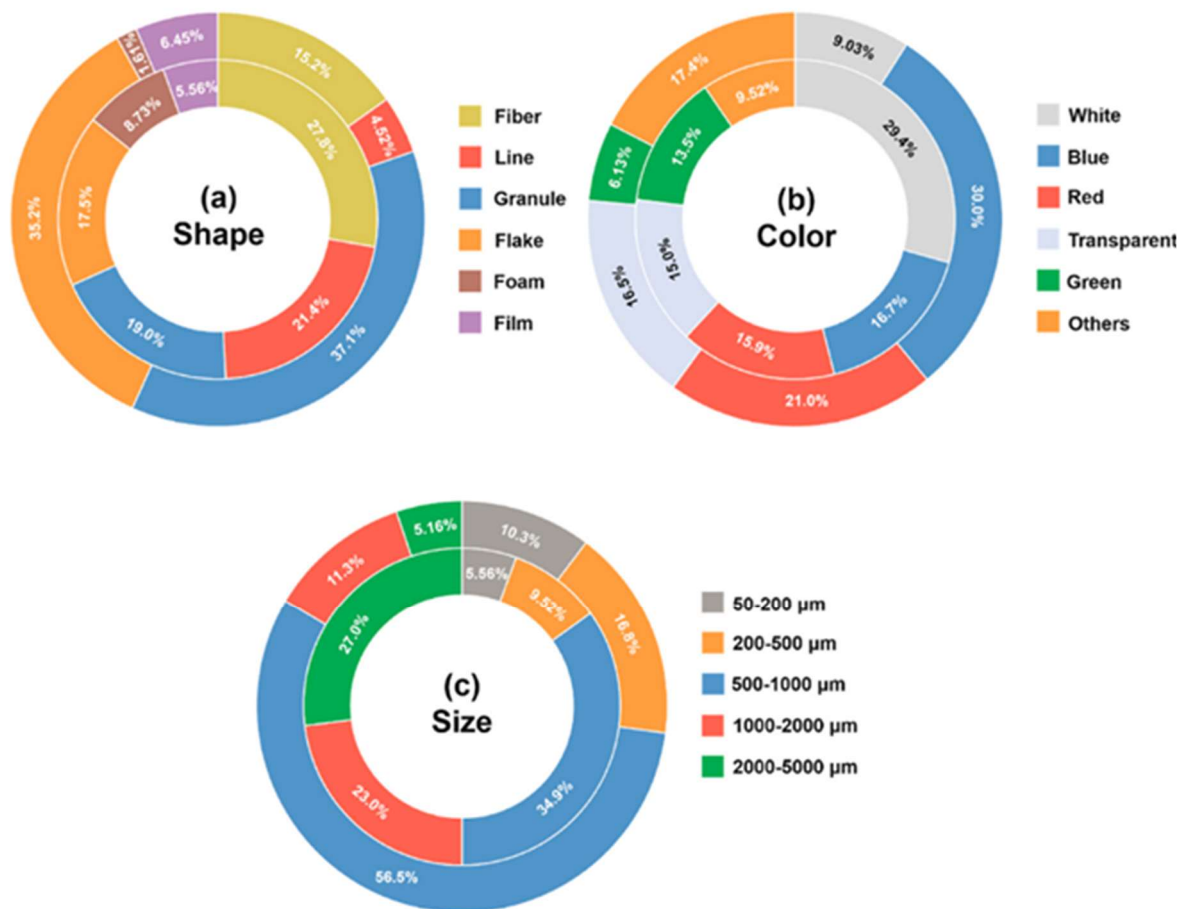


FIGURE 5 : (MA, M. ET AL., 2022): COMPOSITION DES MPS PAR CATÉGORIE DE FORME (a), DE COULEUR (b) ET DE TAILLE (c) DANS UNE EAU DE SURFACE (ANNEAU INTÉRIEUR) ET DANS UN EFFLUENT DE STEP (ANNEAU EXTÉRIEUR)

## 1.2. Méthodes analytiques

Le projet Européen (Missouri, 2019) réalisé de juillet 2020 à novembre 2021 s'est concentré sur les MPs dans le sol et les eaux souterraines. Il a permis de réaliser un état de l'art comportant une recherche bibliographique conséquente ainsi qu'une enquête auprès de personnes concernées par la problématique des MPs. Les thématiques abordées étaient les effets sur la santé, les écosystèmes ; l'eau et les méthodes de caractérisation des microplastiques dans les différents milieux.

Ce projet a abouti entre autres à l'édition d'une brochure didactique (Figure 7) décrivant les transferts des MPs dans l'environnement avec les impacts sur la santé humaine et les écosystèmes. Mais également à une publication relative à l'innovations dans les méthodes analytiques permettant d'évaluer la présence de microplastiques dans le sol (Perez, 2022). En effet, il n'existe pas de méthode normalisée pour l'analyse des MPs à l'heure actuelle. De plus, dans le cadre de ce projet, un essai d'intercomparaison a été organisé sur la détermination de MPs dans des échantillons de sol. Les

résultats obtenus ont montré une grande disparité engendrée par une grande diversité des méthodes de préparation et d'analyse utilisées par les participants.

Ces méthodes de préparation des MPs avant analyse passe par une étape d'extraction qui est composée d'une étape d'élimination de la matière organique (MO) et une étape de séparation par densité. La suppression de la MO est une étape clé pour l'extraction et l'analyse des MPs de la matrice. Ceci est surtout le cas des boues de STEP car elles en contiennent une grande quantité. De son côté, l'étape de séparation s'appuie sur la différence de densité entre les MPs et la matrice qui les contient. La densité des MPs peut varier en fonction du type de polymère et du processus de fabrication comme l'illustre la Figure 6. En fonction du type de polymère recherché, l'étape de séparation par densité devra s'adapter à la densité de celui-ci.

Abbreviation	Polymer	Density (g/cm <sup>3</sup> )
PS	Polystyrene	0.01–1.06
PP	Polypropylene	0.85–0.92
LDPE	Low-density polyethylene	0.89–0.93
HPDE	High-density polyethylene	0.94–0.98
	Freshwater	1.00
	Seawater	1.025
PA, PA 6,6	Polyamide, Nylon 6,6	1.12–1.15
PC	Polycarbonate	1.20–1.22
PU	Polyurethane	1.20–1.26
PET	Polyethene terephthalate	1.38–1.41
PVC	Polyvinyl chloride	1.38–1.41
PTFE	Polytetrafluoroethylene	2.10–2.30

FIGURE 6 : (CAMPANALE, C. ET AL., 2020) : LES POLYMÈRES LES PLUS FRÉQUENTS ET LEURS DENSITÉS

Concernant les méthodes analytiques utilisées après extraction, il s'agit la plupart du temps soit d'une observation au microscope, soit d'une analyse par spectroscopie vibrationnelle (microFTIR ou Raman) ou encore d'une analyse par pyrolyse-GC/MS. Les MPs peuvent être identifiés et/ou quantifiés en fonction de la méthode utilisée. Le choix de la méthode analytique, mais également de la méthode d'extraction dépend en fin de compte des résultats recherchés dans le milieu étudié : le type de polymère, leur(s) morphologie(s), leur nombre ou leur concentration massique des MPs.

Dans le cas du présent projet, le choix des étapes d'extraction et de méthodes analytiques sont décrits dans la section 2 de ce rapport.

Comme mentionné précédemment, un consensus sur l'analyse des MPs n'existe pas encore, cependant un travail normatif est en cours. Les normes en cours de développement sont :

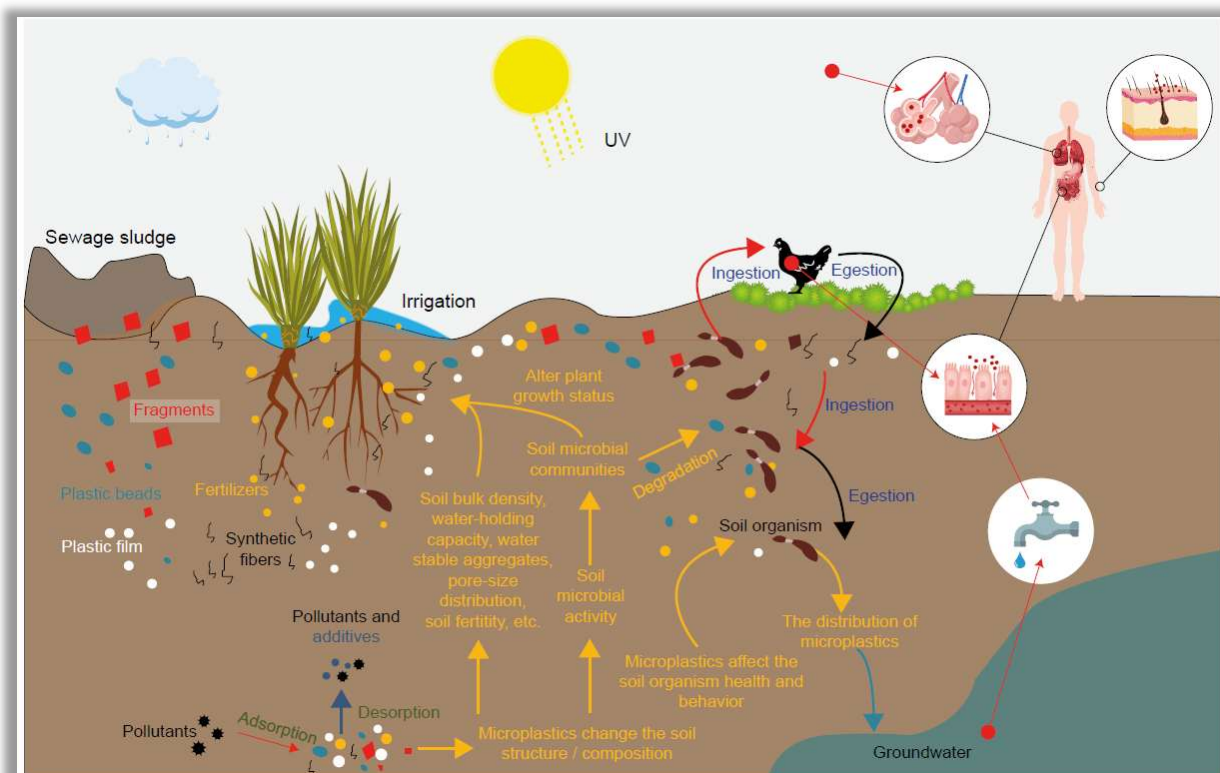
- ISO/DIS 16094-1: Water quality – analysis of plastics in water – Part 1: General and sampling
- ISO/DIS 16094-2 : Qualité de l'eau – Analyse des MPs dans l'eau – Partie 2 : Méthodes de spectroscopie vibrationnelle pour les eaux à faible teneur en matières en suspension, y compris l'eau potable.
- ISO/DIS 16094-3: Water quality – analysis of plastics in water – Part 3 Thermoanalytical methods for waters with low content of natural suspended.

- ISO/DIS 5667-27: Water quality – Sampling Guidance on sampling for microplastics in water

L'état d'avancement du travail normative a été suivi tout le long du projet.

### 1.3. Les MPs dans l'environnement

Le projet Européen (Missouri, 2019) cité précédemment a également abouti à l'édition d'une brochure didactique décrivant les transferts des MPs dans l'environnement avec les impacts sur la santé humaine et les écosystèmes. Cette brochure (Figure 7) identifie entre autres l'impact et le processus de transfert des MPs contenus dans les boues de STEP vers le sol, les eaux et les écosystèmes.



**FIGURE 7 : TRANSFERS OF MICROPLASTICS IN TERRESTRIAL ECOSYSTEMS (SOILS AND GROUNDWATER) AND TO HUMANS (MISSOURI, 2019)**

Des études récentes ont mis en évidence le rôle des stations d'épuration des eaux usées dans l'occurrence des MPs dans l'environnement (Lares M, 2018), (Yi Liu, 2022). En effet, les eaux usées sont une source ponctuelle de MPs dans l'environnement. Cet apport est dû d'une part aux microbilles de plastiques contenues dans les produits de soin du corps (Fionn Murphy, 2016) et d'autre part aux lavages des textiles synthétiques sources de fibres plastiques (Browne MA, 2011). Ces études montrent que les MPs se déplacent des eaux usées traitées aux boues en fin d'épuration (Magnusson K, 2014) (Michielssen, 2016) (Talvitie, 2017) (Lares M, 2018).

Une étude bibliographique sur le traitement des MPs dans les STEPS a été réalisée par le Cebedeau dans le cadre de la convention de partenariat de recherche et développement entre le Cebedeau et l'ISSEP dans le cadre du projet actuel. ***L'intégralité de cette étude se trouve en annexe 2 du rapport.***

En conclusion de cette étude bibliographique, on peut mentionner que les STEP's actuelles n'ont pas été conçues dans le but d'éliminer les MPs. Néanmoins, en fonction des traitements présents dans les STEP's, les MPs peuvent y être éliminés jusqu'à 99,9%. C'est principalement lors des étapes d'écumage et de sédimentation que la majorité des MPs sont éliminés. Néanmoins il est important de souligner que l'élimination des MPs dans les STEP's est sujette à de nombreux facteurs tels que les MPs eux-mêmes (taille, nature, concentration), les caractéristiques de la STEP (type de traitement, dimension de la STEP et volume traité) mais également la présence de graisse et d'huile ou même les conditions météorologiques lors du prélèvement. Les méthodes de mesure des MPs (échantillonnage, prétraitement, méthode de caractérisation) et les unités (nombre, taille, masse) utilisées lors des études réalisées dans les STEP's influencent également l'évaluation cette élimination. Par contre, les études reprises dans la littérature ne tiennent pas compte des MPs de taille < 10 µm. Or ce sont ces particules que l'on retrouve en grande quantité dans nos océans.

Diverses études réalisées présentent des résultats qui ne sont pas toujours concordants en raison de ces facteurs. Ces résultats en % d'élimination des MPs dans les STEP's sont donc à considérer avec précaution car difficilement comparables. Il est toutefois possible, à titre indicatif, d'en retirer un ordre de grandeur du pourcentage d'élimination des MPs dans les STEP's comme illustré dans la Figure 8.

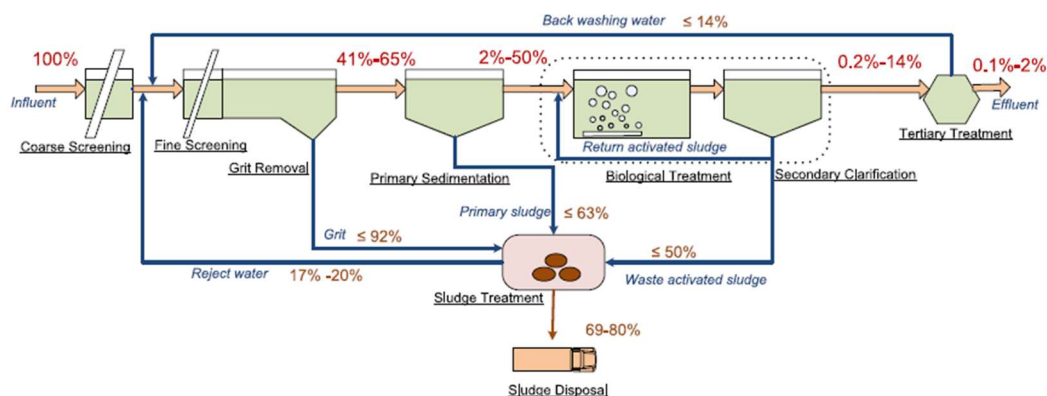


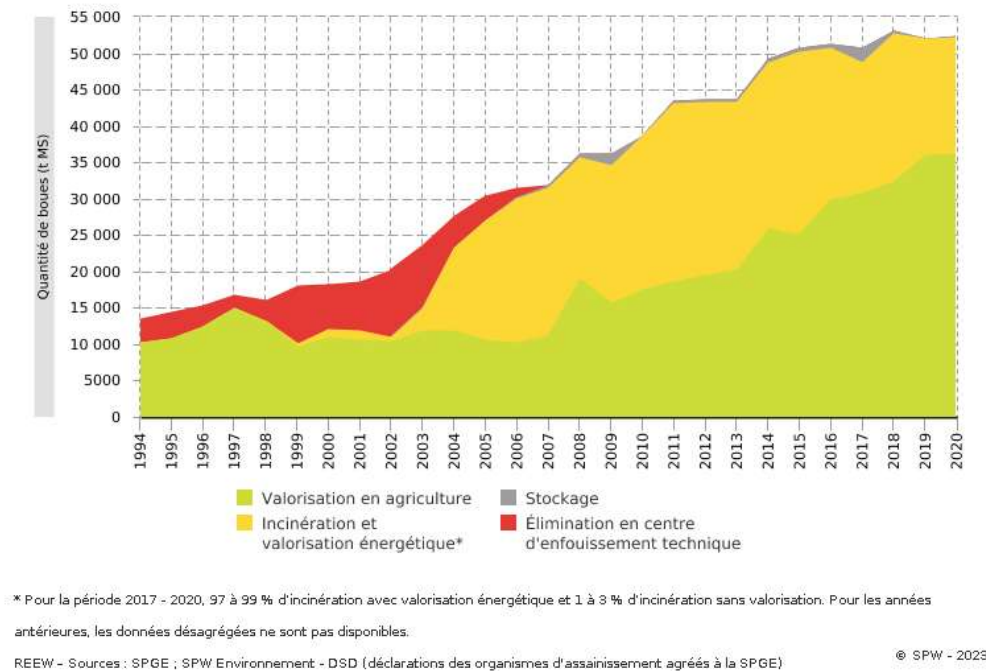
FIGURE 8 : SCHÉMA REPRÉSENTANT L'ÉLIMINATION DES MPs DANS UNE STEP (SUN ET AL.2019)

Le rendement élevé d'élimination des MPs dans les eaux usées soulève la problématique de la concentration des MPs dans les boues de station d'épuration (Carr, 2016) (Magnusson K, 2014) (Murphy F, 2016) (Lares M, 2018). Selon le rapport de la Commission Européenne de 2019 (CE, 2019) sur les risques de la pollution des MPs pour l'environnement et la santé, une source importante de la pollution du sol par les MPs découle de l'utilisation agricole des boues d'épuration contenant de fortes concentrations de MPs extraits des eaux usées. L'amendement agricole de boues d'épuration contenant des MPs entraîne une nouvelle contamination incontrôlée (Tagg A S, 2022).

En complément, les eaux de ruissellement contribuent également à la contamination en MPs dans l'environnement. Une étude japonaise (Imbulana, 2024) a mis en évidence que les eaux de ruissellement apportent plus de 78% de la contamination en MPs des rivières. Pendant la saison sèche, les STEP's permettent de manière significative la réduction des émissions totales de MPs dans les rivières avec 95% d'élimination par rapport à 8% seulement aux périodes humides.

## Qu'en est-il en Wallonie ?

Comme le montre la Figure 9, en Wallonie, la valorisation agricole des boues de STEPs a augmenté depuis plus de 20 ans. En 2020, 69 % des boues de STEP produites en Wallonie ont été valorisées en agriculture. Il y a donc une forte probabilité que ces MPs se retrouvent dans le sol lors de l'épandage des boues d'épuration et ensuite dans les rivières via le lessivage des sols.



**FIGURE 9 : ÉTAT DE L'ENVIRONNEMENT WALLON, GESTION DES BOUES D'ÉPURATION COLLECTIVES (STEP) EN WALLONIE (WALLON, 2023)**

En complément de l'étude bibliographique du Cebedeau (annexe 2), une enquête auprès des organismes d'assainissement agréés (OAA) de Wallonie a été réalisée dans le cadre de la convention. L'intégralité des résultats de cette enquête se trouve en annexe 3 du rapport. Cette enquête met en évidence le faible taux de connaissance des acteurs de terrains sur la problématique des MPs dans les STEPs. Les répondants ont majoritairement très peu d'informations au sujet de cette problématique. Ils sont en demande d'information et même de formation sur le sujet.

## 1.4. Objectifs

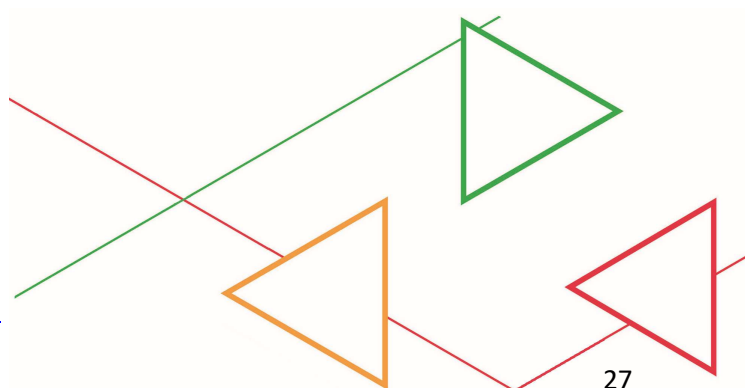
L'objectif majeur du projet MicroPlaSTEP est de poser un diagnostic de l'efficacité des STEP pour le traitement des MPs dans les eaux usées wallonnes

L'efficacité des STEP pour le traitement des MPs a été évaluée sur base d'une sélection représentative des STEP de Wallonie. Chaque STEP sélectionnée a été caractérisée en termes de quantité de MPs dans :

- Les eaux brutes (entrantes)
- Les eaux après épuration (eaux résiduaires sortantes)
- Les boues de STEP

Cela a permis de comparer la charge en MPs entre l'entrée et la sortie de la STEP, donc l'abattement en MPs et le cas échéant, la quantité des MPs dans les boues.

Les boues de STEP étant utilisée comme amendement pour les sols agricoles, elles se retrouvent vecteur potentiel de contamination des sols en MPs. De ce fait, un objectif complémentaire au projet a été d'évaluer le devenir des MPs se trouvant dans les boues de STEP lorsqu'elles sont épandues sur un sol agricole. Deux aspects du devenir des MPs dans les sols ont été évalués, il s'agit de la migration et du vieillissement (section 2.5).



## 2. Méthodologie et mises au point

### 2.1. Méthode d'extraction des MPs

#### 2.1.1. Protocole d'extraction Plasti-SOLS

Le projet Plasti-SOLS (Joris, 2019) a permis de développer une méthode d'extraction des MPs contenus dans les matières solides et plus particulièrement dans les boues de STEP. Un des objectifs du présent projet est d'adapter le protocole Plasti-SOLS à la matrice eau et au vu des publications récentes, améliorer le protocole pour les matrices solides.

La Figure 10 représente les étapes du protocole développé dans le cadre du projet Plasti-SOLS (Joris, 2019). La matrice boue de station d'épuration nécessite dans un premier temps une étape de traitement par oxydation à chaud afin d'éliminer la MO caractéristique de cette matrice. Ensuite, une étape de décantation va permettre la séparation par flottation des MPs des matières constituant la boue. Le protocole développé se base sur la différence de densité qui existe entre les MPs et la matrice boue de station d'épuration. En effet, la densité des plastiques se situent entre 0,9 et 1,6 et cela indépendamment des divers additifs. La densité caractéristique des boues de STEP varie entre 1,5 à 1,7 selon son état (sèche ou humide). Cette différence est exploitée pour séparer les particules de plastique légères des grains lourds de boue de station d'épuration en mélangeant l'échantillon de boue avec une solution saturée en chlorure de zinc. La dernière étape du protocole est une filtration. Cela permet d'isoler les MPs et de procéder à leur dénombrement et leur identification.

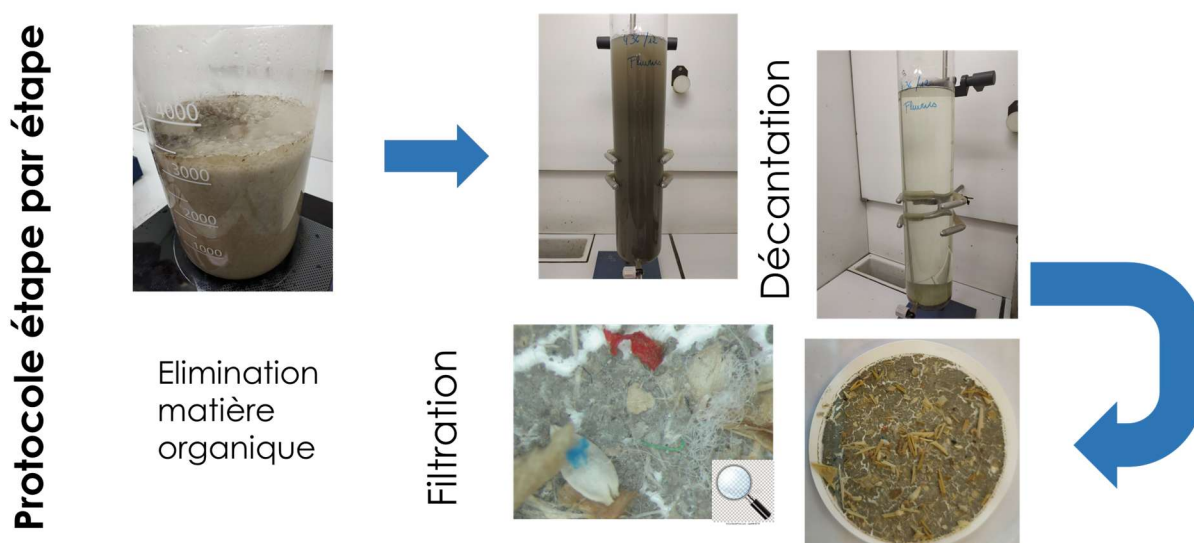
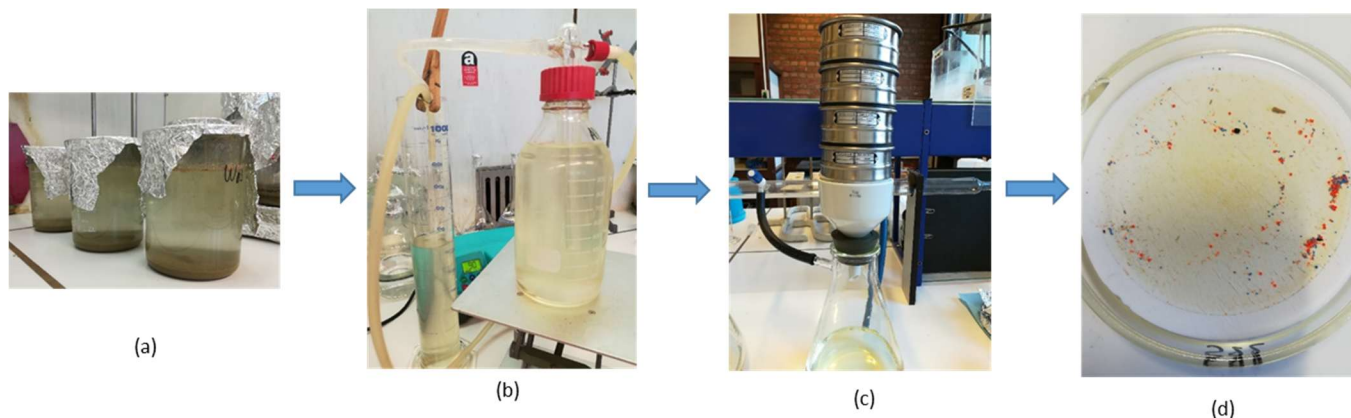


FIGURE 10 : PROTOCOLE PLASTI-SOLS ÉTAPE PAR ÉTAPE (JORIS, 2019)

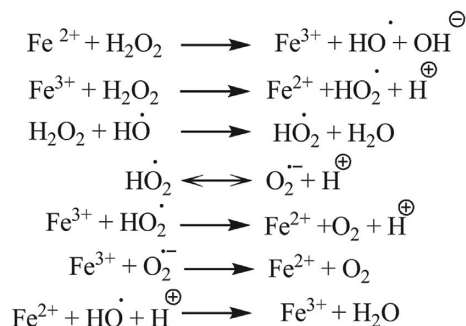
## 2.1.2. Adaptation du protocole Plasti-SOLS à la matrice « eau »

Un premier protocole a été développé sur base du protocole Plasti-SOLS. Une illustration des différentes étapes est représentée par la Figure 11. La première étape est l'oxydation (a) pour éliminer la MO présente. L'élimination de la MO se fait par l'ajout d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à 15 et 30% et du réactif de Fenton FeSO<sub>4</sub>. Le mécanisme d'oxydation par réaction en chaîne est illustré par l'Équation 1. L'ajout d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> se fait progressivement jusqu'à ce que l'effervescence de la réaction s'arrête.



**FIGURE 11 : PROTOCOLE DE SÉPARATION DES MP VERSION 1 (a. OXYDATION ; b. SÉPARATION PAR DENSITÉ ; c. FILTRATION ; d. FILTRE OBTENU)**

### ÉQUATION 1 : MÉCANISME DE RÉACTION D'OXYDATION AVEC LE RÉACTIF DE FENTON ET D'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>



Après l'étape d'oxydation, la séparation par différence de densité (b) est appliquée. Il s'agit d'ajouter une solution de MgCl<sub>2</sub>/ZnCl<sub>2</sub> à l'échantillon précédemment traité par oxydation. Cette solution est préparée avec 500 g de MgCl<sub>2</sub> et 500 g de ZnCl<sub>2</sub> dans un litre d'eau déminéralisée. La densité de cette solution est d'environ 1,25. Ce qui va permettre aux MPs de densité inférieure à 1,25 de flotter. C'est le cas, par exemple, du PS, PP, LDPE, HPDE, PA, PC, PU (Figure 6). Un dispositif de pompage muni d'une bouteille intermédiaire nommée bouteille de garde (b) est utilisé pour effectuer une flottaison des MPs. Ce dispositif a été testé et mis en place pour permettre de faciliter l'extraction des MPs qui flottent dans le surnageant.

Ensuite la filtration (c) se fait à travers des tamis placés les uns au-dessus des autres, de taille décroissante (200  $\mu\text{m}$ -100 $\mu\text{m}$ -50  $\mu\text{m}$  et 20  $\mu\text{m}$ ) pour terminer sur un filtre en fibre de verre de porosité de 1.2  $\mu\text{m}$  et de 90 mm de diamètre.

Les différents tamis sont observés à l'œil nu et pesés pour évaluer la masse des MPs récupérés. Ces derniers sont transférés sur un filtre (d) qui est ensuite placé dans une boîte de Pétri et recouvert d'un papier aluminium pour éviter les contaminations par l'air ambiant. Le dénombrement des MPs (d) est réalisé à l'œil nu ou par pesée dans le cas des premières mises au point. Par la suite, le filtre est observé au microscope à l'aide du colorant Rouge du Nil. Le protocole d'observation au microscope est décrit dans la section 2.2.1.

Pour la mise au point du protocole d'extraction, on utilise des microbilles de PE colorées de dimensions différentes (300  $\mu\text{m}$  orange ; 425  $\mu\text{m}$  bleu ; 710  $\mu\text{m}$  orange) (Figure 12) afin d'évaluer le rendement de récupération du protocole. La coloration des microbilles permet un dénombrement plus aisé. Ces microbilles ont déjà fait l'objet de plusieurs essais dans le cadre du projet Plasti-SOLS (Joris, 2019), elles sont donc « vieilles » ce qui les rendent plus « fragiles » et donc plus proches de ce que l'on peut retrouver dans des échantillons réels. En effet, le vieillissement des particules de plastique les rend plus cassantes et plus fragiles.

Pour évaluer le rendement de récupération, deux approches ont été testées, la première par évaluation de la masse en MPs et la seconde par évaluation du nombre de MPs ajoutées à l'échantillon testé. Ces deux approches ont chacune leurs avantages et leurs inconvénients. D'une part l'évaluation par la masse est plus rapide et aisée mais il peut y avoir une surestimation si des résidus sont présents sur les MPs et donc comptabilisés dans la masse obtenue. D'autre part, l'évaluation par comptage du nombre de MPs est plus précise mais également plus fastidieuse. De plus, les billes peuvent se fragmenter et engendrer une surestimation du nombre de MPs ajoutés au départ.



FIGURE 12 : MICROBILLES PE UTILISÉES

Pour la matrice « eau », le projet reprend deux types d'eau : les eaux brutes (IN) et l'effluent (OUT) de la STEP. Des essais ont été réalisés sur deux types d'eau : des eaux de surface et des eaux brutes (IN) de STEP. Les eaux de surface sont des eaux relativement propres contenant très peu de matière organique. Etant disponible dès le début du projet, elles ont été testées comme un effluent (OUT) de STEP.

## Rendement dans les eaux brutes (IN)

### Evaluation de la masse

Le rendement du protocole est évalué sur base du taux de récupération d'une masse connue de microbilles de PE (entre 1,0 et 3,0 mg avec une précision de pesée au 0,1 mg près) ajoutée à un volume de 200 ml à 400 ml pour les eaux brutes AW (IN). Cette variation de masse et de volume permet de réaliser les essais pour des échantillons d'eau contenant entre 2,5 et 15 mg de MPs par litre. Le calcul du rendement s'est fait sur base de la masse des microbilles utilisées par rapport à la masse des microbilles recueillies. Les données obtenues pour 11 échantillons d'eau sont reprises dans le Tableau 1. Le rendement se situe entre 94 et 118 % avec une valeur aberrante à 183 % (AW21). Pour cet échantillon, l'augmentation de masse est due à un dépôt résiduel de MO sur les microbilles. Dans les autres cas, le rendement moyen obtenu est de 105 % et la médiane des résultats est de 102 %. Ces valeurs sont proches de ce qui se trouve dans la littérature avec pour exemple une étude de Shim et al. (Shim, 2016) qui mentionne un taux de récupération de 95% pour des particules de 100 à 300 µm dans de l'eau. Cela permet donc d'affirmer que la masse de microbilles ne subit pas de perte lors de l'application du protocole de séparation.

**TABLEAU 1 : RENDEMENT DE RÉCUPÉRATION EN MASSE DE MICROBILLES RÉCUPÉRÉES DANS LES EAUX BRUTES (IN)**

Echantillon	m <sub>MB</sub> de départ (mg)	m <sub>MB</sub> finale (mg)	Rendement (% masse)
AW01	1,7	2,0	<b>118 %</b>
AW02	1,7	1,6	<b>94 %</b>
AW03	1,5	1,7	<b>113 %</b>
AW11	1,6	1,7	<b>106 %</b>
AW12	2,9	2,9	<b>100 %</b>
AW13	2,1	2,1	<b>100 %</b>
AW14	2,4	2,5	<b>104 %</b>
AW21	0,6	1,1	<i>183 %</i>
AW22	1,0	1,0	<b>100 %</b>
AW23	1,3	1,3	<b>100 %</b>
AW24	1,4	1,6	<b>114 %</b>
<b>Moyenne</b>			<b>105 %</b>
<b>Médiane</b>			<b>102 %</b>

### Evaluation de la quantité

Le calcul du rendement s'est fait également en réalisant le dénombrement des microbilles récupérées. Les données sont reprises dans le Tableau 2. Sur les 11 essais de dopage pour les microbilles de PE de 710 µm oranges, seuls deux essais présentent un rendement médiocre de 60 %. La majorité des résultats des tests se situent entre 100 et 111 % avec une moyenne de 95 % et une médiane de 100%.

Les rendements des microbilles de PE de 425 µm bleus est nul. La fragilité de ces microbilles a entraîné une fragmentation importante de celle-ci dès les premiers essais. Ce qui n'a pas permis de poursuivre les essais pour évaluer le rendement de récupération pour ces microbilles.

Les rendements aberrants de 307 et 638 % des microbilles de PE 300 µm oranges sont le résultat d'une augmentation du nombre de particule sur le filtre en fin de protocole. Ces particules sont issues de la fragmentation de microbilles de 710 µm oranges en de nombreux morceaux lors de l'application du protocole. En effet, le rendement en microbilles de PE 710 µm oranges est de 60 et 63 % pour ces deux essais. Mises à part ces deux valeurs aberrantes, la majorité des résultats des tests se situent entre 100 et 167 % avec une moyenne de 124% et une médiane de 115 %. Au sein du même du groupe de microbilles de PE 300 µm, il y a des fragmentations qui engendrent un nombre plus important de microbilles et donc des rendements surestimés de 144 à 167 %.

Si l'on considère le rendement de récupération total sur les 11 échantillons, il se situe entre 95% et 147% avec deux valeurs aberrantes de 255 et 386 % issues, comme expliqué précédemment, de la fragmentation de microbilles.

Considérant l'ensemble des rendements de récupération pour les essais sur les eaux brutes, ils sont jugés médiocres par rapport à ceux obtenus par Shim et al. (Shim, 2016) et ils montrent dans certains cas le manque de robustesse de ce protocole.

**TABLEAU 2 : RENDEMENT DE RÉCUPÉRATION EN NOMBRE DE MICROBILLES RÉCUPÉRÉES DANS LES EAUX BRUTES (IN)**

Echantillon	Nombre MB de départ 710 orange	Nombre MB final 710 orange	Rendement MB 710µm orange (%)	Nombre MB de départ 425 µm bleu	Nombre MB final 425 µm bleu	Rendement MB 425 µm bleu (%)	Nombre MB de départ 300 µm orange	Nombre MB final 300 µm orange	Rendement MB 300 µm orange (%)	Nombre MB de départ tot	Nombre MB de tot final	Rendement MB TOT (%)
AW01	4	4	100 %	4	0	0%	40	46	115 %	48	50	104%
AW02	3	3	100 %	9	0	0%	21	35	167 %	33	38	115%
AW03	5	3	60 %	1	0	0%	8	51	638 %	14	54	386%
AW11	6	6	100 %				15	15	100 %	21	21	100%
AW12	8	5	63 %				30	92	307 %	38	97	255%
AW13	5	5,5	110 %				49	56	114 %	54	61.5	114%
AW14	9	9	100 %				9	13	144 %	18	22	122%
AW21	1	1	100 %				28	28	100 %	29	29	100%
AW22	1	1	100 %				40	38	95 %	41	39	95%
AW23	2	2	100 %				30	45	150 %	32	47	147%
AW24	4,5	5	111 %				11	17	155 %	15.5	22	142%
Moyenne			95 %			0%			124 %			153 %
Médiane			100 %			0%			115 %			115%

### Rendement dans les eaux de surface et les effluents (OUT)

En complément des essais précédents, des essais ont été réalisés sur 4 échantillons d'eau de surface. Pour évaluer le rendement du protocole, une masse connue (entre 7,9 et 10,8 mg avec une précision de pesée au 0,1 mg près) de microbilles de PE (mélange de microbille de PE de tailles différentes (300 µm orange ; 425 µm bleu ; 710 µm orange) a été ajoutée à 200 ml d'un échantillon d'eau de surface. Le calcul du rendement se fait sur base de la masse des microbilles recueillies par rapport à la masse des microbilles utilisées au départ du protocole. Les données sont reprises dans le Tableau 3 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** Le rendement se situe entre 90 et 100 % avec une moyenne de 95 % et

une médiane de 96 %. Comme dans le cas des eaux brutes (IN), le rendement obtenu est proche de celui trouvé par Shim et al. (Shim, 2016) et permet d'affirmer que la masse de microbilles ne subit pas de perte lors de l'application du protocole de séparation.

**TABLEAU 3 : RENDEMENT DE RÉCUPÉRATION EN MASSE DE MICROBILLES RÉCUPÉRÉES DANS LES EAUX DE SURFACE**

Échantillon	m <sub>MB</sub> de départ	m <sub>MB</sub> finale	% de récupération
<b>ESuS21</b>	10,8	10,8	<b>100 %</b>
<b>ESuS22</b>	8,8	7,9	<b>90 %</b>
<b>ESuS141</b>	10,1	9,4	<b>93 %</b>
<b>ESuS142</b>	9,3	9,1	<b>98 %</b>
<b>Moyenne</b>			<b>95 %</b>
<b>Médiane</b>			<b>96 %</b>

Le filtre obtenu en fin de protocole est illustré par la Figure 13. Pour ce type d'eau, il a été constaté que l'oxydation est superflue. Il est envisagé de réduire l'étape d'oxydation sinon de la supprimer.



**FIGURE 13 : FILTRE OBTENU LORS DU PROTOCOLE APPLIQUÉ SUR UNE EAU DE SURFACE**

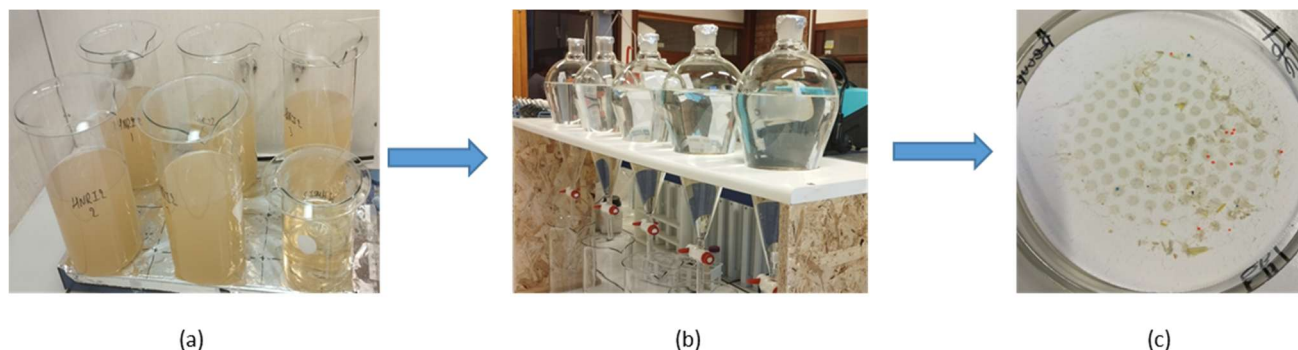
### Amélioration du protocole

Malgré les niveaux de rendement de récupération élevés en pourcentage de masse de microbilles et en nombre de microbilles, le protocole engendre la fragmentation de MPs. Cela peut poser problème lors de l'extraction d'échantillon réel avec une surestimation des MPs présents ayant subi une fragmentation liée au protocole en lui-même. Suite à ce constat, le protocole a été revu pour remplacer le dispositif avec la pompe et la bouteille de garde par une étape de décantation en ampoule. Une approche QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe : Rapide, facile, bon marché, efficace, robuste, sûr) a été développée par K.Enders pour extraire les MPs des échantillons environnementaux (K Enders, 2020). Cette méthode de décantation engendre moins de friction et écarte le risque d'écrasement dans la pompe péristaltique, donc moins de dégradation des microbilles.

L'étape de filtration sur les tamis de tailles consécutifs de taille décroissante a été supprimée. Dans le cas des eaux, cette étape n'apporte pas de résultat complémentaire. En effet, il n'y a pas – ou très peu – de particules supérieures à 200 µm dans le surnageant. De plus, l'application du Rouge du Nil pour le dénombrement au microscope se fait sur le filtre en fibre de verre et le transfert des particules

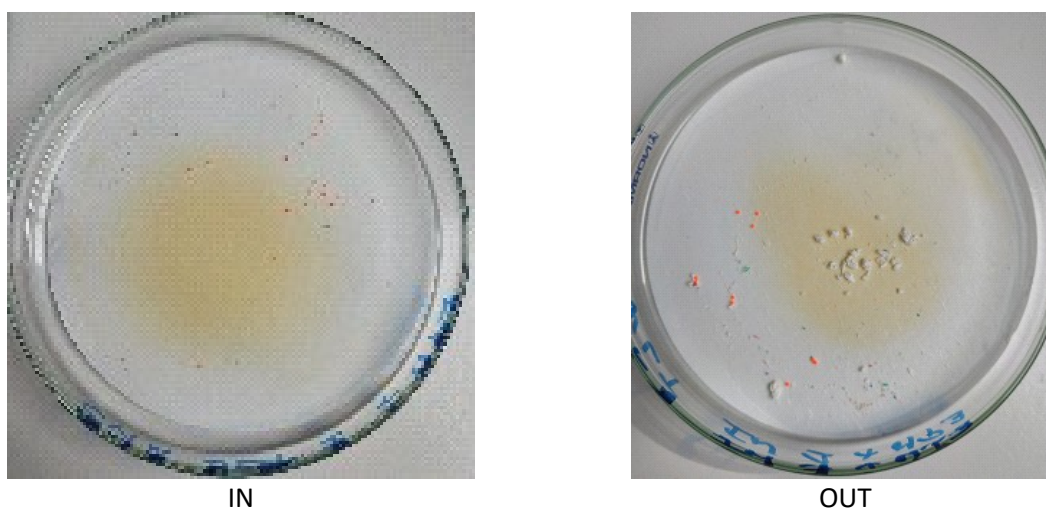
engendre des pertes et des risques de contaminations. Une étape supplémentaire de nettoyage des tamis est alors évitée.

Les différentes étapes du protocole révisé sont illustrées en Figure 14. On y retrouve l'étape d'oxydation (a), la décantation en ampoule (b) et le filtre obtenu en fin de protocole (c).



**FIGURE 14 : PROTOCOLE DE SÉPARATION DES MPs VERSION 2 (a. OXYDATION ; b. SÉPARATION PAR DENSITÉ ; c. FILTRATION : FILTRE OBTENU)**

Les filtres obtenus par ce protocole sont illustrés en Figure 15. Il s'agit des filtres obtenus lors des essais de dopage dans une eau brute (IN) et dans un effluent (OUT). Le protocole révisé permet d'obtenir des filtres propres facilitant ainsi la lecture. Des cristaux de sel sont néanmoins observés dans le filtre obtenu sur le traitement du filtre de l'effluent (OUT). L'apparition de ces cristaux pose problème car ils peuvent englober des MPs. Nous le verrons également plus loin dans le rapport, ils posent problème lors de la mise en évidence des MPs par le Rouge du Nil décrit en section 2.2.1.



**FIGURE 15 : FILTRES OBTENUS LORS DES ESSAIS DE DOPAGE DU PROTOCOLE RÉVISÉ SUR UNE EAU BRUTE (IN) ET UN EFFLUENT (OUT)**

Deux STEPs ont été sélectionnées pour ces essais complémentaires. L'objectif étant de vérifier si le protocole révisé n'engendrait plus le phénomène de fragmentation qui était à l'origine des rendements de récupération aberrants. Les deux types d'eau concernés par le projet ont également

été testés : les eaux brutes (IN) et l’effluent (OUT) de la STEP. Les rendements du protocole révisé ont été évalués en pourcentage de récupération du nombre de microbilles obtenu. Comme pour les essais précédents, un nombre défini de microbilles (entre 10 et 25) a été ajouté à l’échantillon d’eau. Le Tableau 4 reprend les résultats de rendement de récupération obtenus. Pour les microbilles de PE orange de 710 µm les rendements se trouvent entre 90 et 110 % avec une moyenne de 98 % et une médiane de 95 %. Pour les microbilles de PE bleues de 425 µm les rendements se trouvent entre 70 et 90 % avec une moyenne et une médiane de 80 %. Et enfin, pour les microbilles de PE orange de 300 µm les rendements se trouvent entre 90 et 104 % avec une moyenne de 90 % et une médiane de 94 %. Le protocole révisé n’engendre plus de phénomène important de fragmentation des microbilles ni de perte importante de celles-ci.

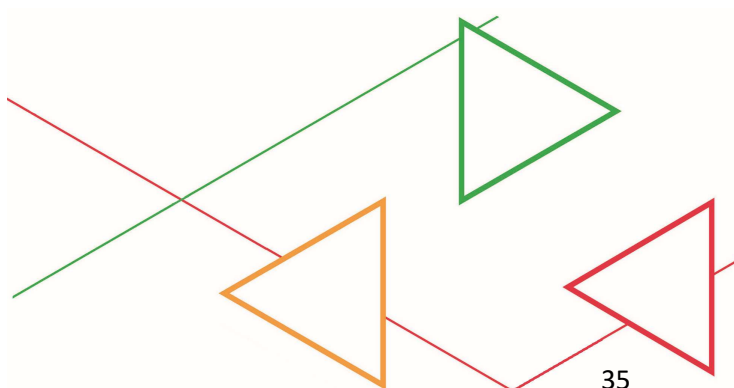
**TABLEAU 4 : RENDEMENT DE RÉCUPÉRATION EN NOMBRE DE MICROBILLES RÉCUPÉRÉES DANS LES EAUX BRUTES (IN) ET LES EFFLUENTS (OUT) SELON LE PROTOCOLE RÉVISÉ**

	Nombre MB de départ 710 orange	Nombre MB final 710 orange	Rendement MB 710µm orange (%)	Nombre MB de départ 425 µm bleu	Nombre MB final 425 µm bleu	Rendement MB 425 µm bleu (%)	Nombre MB de départ 300 µm orange	Nombre MB final 300 µm orange	Rendement MB 300 µm orange (%)
<b>CHA OUT 1</b>	10	9	90 %	10	9	90 %	20	18	90 %
<b>CHA OUT 2</b>	10	10	100 %	10	7	70 %	25	26	104 %
<b>WLT IN 1</b>	10	11	110 %	10	7	70 %	20	18	90 %
<b>WLT IN 2</b>	10	9	90 %	10	9	90 %	20	18	90 %
<b>Moyenne</b>			98 %			80 %			94 %
<b>Médiane</b>			95 %			80 %			90 %

## Conclusion

Le protocole révisé a permis d’écarter le risque de fragmentation. Les résultats des rendements de récupération obtenus sont de 94 % à 98 %. Le protocole révisé peut être appliqué aux deux types d’eau concernés par le projet qui ont été testés : les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT) de la STEP.

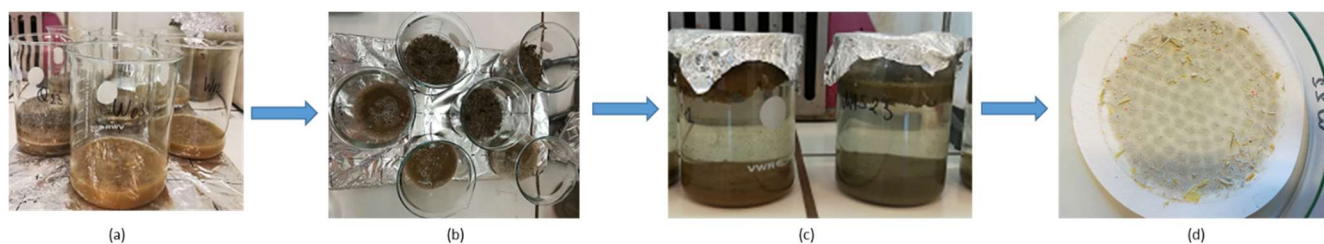
En complément, les effluents (OUT) ont également été analysé par spectroscopie micro-FTIR. Cette méthode est décrite dans la section 2.2.2. Dans ce cas, le protocole de séparation est légèrement modifié, la solution de densité n’est pas ajoutée car la formation d’un précipité (insoluble) peut entraîner un risque de colmatage du filtre ou formation d’une croûte de sel sur ce dernier qui rend la lecture par spectroscopie microFTIR difficile voire impossible. Quant à la filtration, elle se fait sur un filtre en PTFE de 25 mm de diamètre et de 10 µm de porosité (Omnipore™ PTFE hydrophilic membrane filters).



### 2.1.3. Amélioration du protocole Plasti-SOLS pour la matrice « boue de STEP »

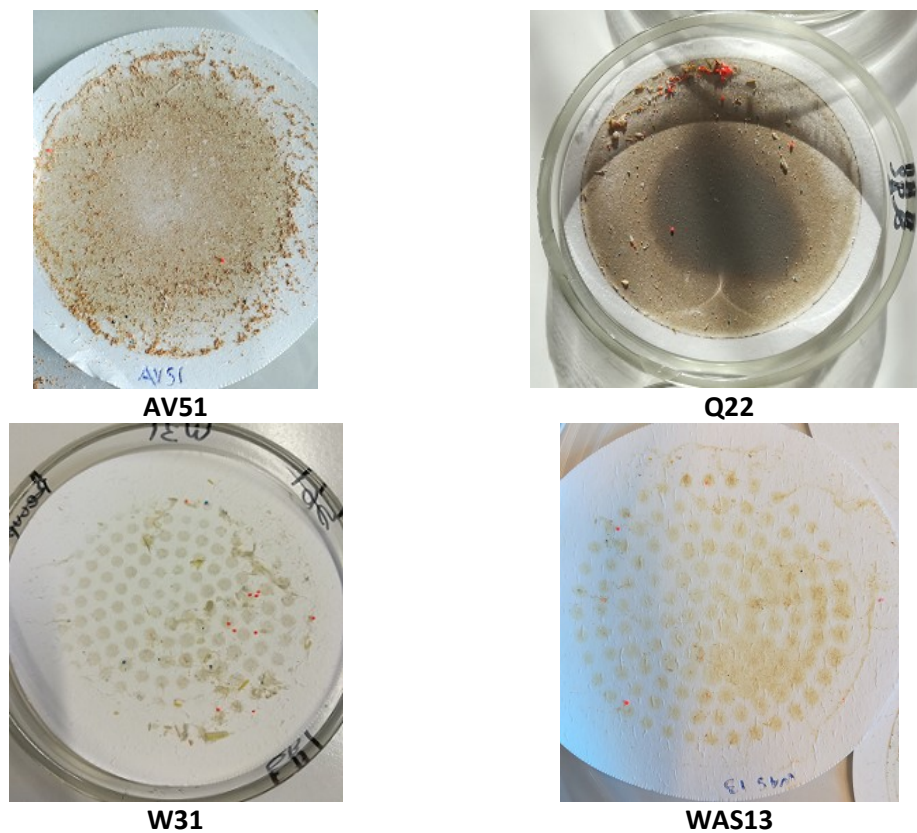
Parallèlement aux essais réalisés sur les deux types d'eau concernés par le projet, des essais ont été réalisés sur des échantillons de boue de STEP avec une adaptation du protocole décrit au début du point 2.1.1 afin de mieux convenir à cette matrice particulière. Chaque boue de STEP a ses caractéristiques propres comme le taux de matière sèche et le taux de MO. Ces caractéristiques peuvent également varier d'un prélèvement à l'autre dans une même STEP.

Dans ce cas-ci, une masse définie de microbilles (entre 0.7 et 3.9 mg avec une précision de pesée au 0,1 mg près) est ajoutée à une masse pesée de boue qui varie de 20 à 60 g de matière brute. Ensuite, l'échantillon dopé est séché à 40°C. Une étape complémentaire de pré-oxydation avec de l' $H_2O_2$  à 15% a été ajoutée en début de protocole pour amorcer l'élimination de la MO. Le volume de  $H_2O_2$  utilisé pour l'élimination de la MO est adapté au comportement de la boue lors cette étape. En pratique tant que la réaction d'oxydation se poursuit, il faut ajouter progressivement un faible volume (quelques ml) de  $H_2O_2$ . La réaction se poursuit tant qu'une effervescence est visible. La Figure 16 décrit les étapes du protocole adapté pour les boues de STEP.



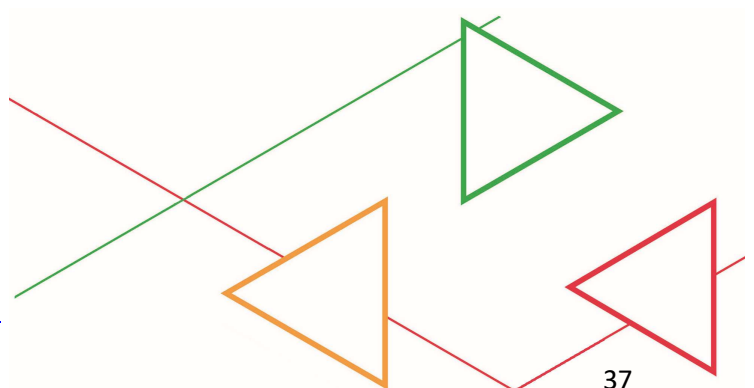
**FIGURE 16 : PROTOCOLE DE SÉPARATION DES MP DANS LES BOUES (a. PRÉ-OXYDATION ; b. OXYDATION ; c. SÉPARATION PAR DENSITÉ ; d. FILTRATION : FILTRE OBTENU)**

La propreté du filtre en fin d'extraction est très variable d'une boue de STEP à une autre. On obtient soit un filtre où une fine couche de boue est présente soit un filtre très propre sans résidu de boue. La Figure 17 illustre les différents filtres obtenus.



**FIGURE 17 : FILTRES OBTENUS APRÈS PROTOCOLE D'EXTRACTION POUR LES BOUES AV (ESSAIS 5.1) ; Q (ESSAI 2.2) ; W (ESSAI 3.1) ET WAS (ESSAI 1.3)**

De nombreux essais ont été réalisés pour améliorer le rendement de récupération et définir un protocole qui s'appliquerait au plus grand nombre de boue de STEP. Les résultats moyens et la médiane des rendements de récupération obtenus sur les essais réalisés sur cinq boues d'origine différentes sont mentionnés dans le Tableau 5. Le rendement de récupération moyen varie de 67 % à 96 % et médian de 63 % à 97 %. Les rendements les plus faibles sont liés à plusieurs facteurs : dégradation des microbilles comme cela a été le cas pour les essais « eaux » ou les microbilles sont englobées dans les résidus de boue.



**TABLEAU 5 : RENDEMENT DE RÉCUPÉRATION EN MASSE DE MICROBILLES RÉCUPÉRÉES (VALEUR MOYENNE ET VALEUR MÉDIANE)**

Boue	Nbr essais réalisés	Rendement de récupération	
		Moyenne	Médiane
AV	7	95%	91%
Q	10	96%	97%
W	15	89%	92%
FL	5	79%	80%
WAS	5	67%	63%

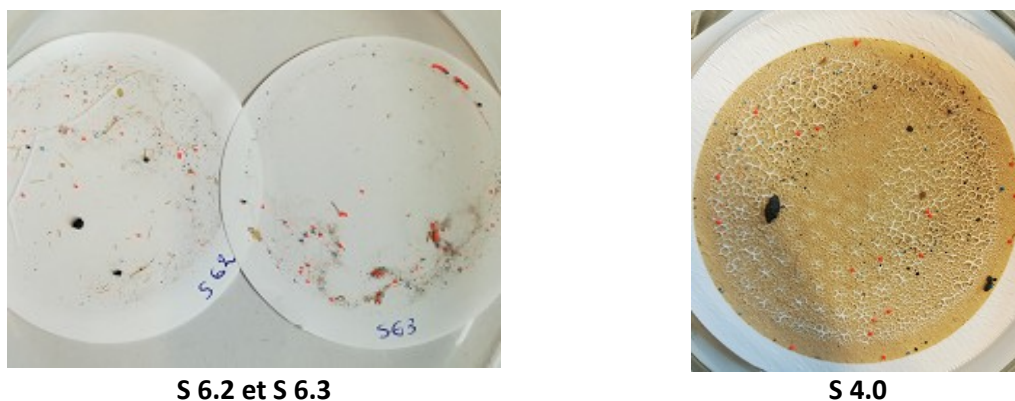
### Conclusion

Les résultats des rendements de récupération obtenus montrent que le protocole révisé peut également être appliqué aux boues de STEP. Ce mode opératoire a donc été appliqué aux prélèvements de boue de STEP réalisé dans le cadre du projet.

#### 2.1.4. Amélioration du protocole Plasti-SOLS pour la matrice « sol »

Les essais pour les échantillons de sol ont été réalisés selon le protocole développé pour les boues. L'échantillon utilisé pour les essais avait été séché dans le cadre d'un projet précédent. Le dopage a donc été réalisé sur un échantillon de terre sèche.

Comme dans le cas des boues et ce indépendamment du fait que le prélèvement initial provient du même échantillon, on obtient soit un filtre où une fine couche de résidu de sol est présente soit un filtre très propre sans résidu. La Figure 18 illustre les différents filtres obtenus.



**FIGURE 18 : FILTRES OBTENUS APRÈS PROTOCOLE D'EXTRACTION POUR LES SOLS S (ESSAIS 6.2 ; 6.3 ET 4.0)**

Le Tableau 6 reprend les valeurs pour le minimum, le maximum, la moyenne et la médiane du rendement de récupération obtenues lors des 18 essais réalisés sur un échantillon de sol. Ces valeurs plus que satisfaisantes permettent d'affirmer que le protocole de séparation appliqué n'engendre pas de perte importante de microbilles.

**TABLEAU 6 : RENDEMENT DE RÉCUPÉRATION EN MASSE DE MICROBILLES RÉCUPÉRÉES (MOYENNE ET VALEUR MÉDIANE)**

Sol	Nbr essais réalisés	Rendement de récupération			
		Minimum	Maximum	Moyenne	Médiane
S	18	91%	95%	98%	98%

## Conclusion

Les résultats des rendements de récupération obtenus montrent que le protocole révisé peut également être appliqué aux sols. Ce mode opératoire a donc été appliqué aux prélèvements de sols réalisés dans le cadre du projet.

### 2.1.5. Conclusion sur les différents protocoles d'extraction

Le mode opératoire de Plasti-SOLS a été adapté en fonction de la matrice étudiée. Ceux-ci sont illustrés en Figure 14 pour les eaux et en Figure 16 pour les solides. Ces protocoles constituent un livrable à cette étude et se trouve en annexe 4 de ce rapport.

Il sera appliqué à chaque échantillon prélevé dans le cadre du projet.

Attention néanmoins que dans certains cas, un résidu peut se déposer sur le filtre comme cela a été expliqué précédemment. Ceci peut entraîner des difficultés de lecture des filtres par microscopie optique ou analyse par microFTIR. Dans ce cas-là le protocole doit être recommencé en ajustant l'étape d'oxydation.

## 2.2. Méthodes d'identification des MPs

Deux méthodes complémentaires ont été développées pour identifier les particules obtenues après le protocole d'extraction décrit dans la section précédente. Dans un premier temps, une méthode d'observation par microscopie optique a été développée afin de différencier les particules plastiques des autres particules. Cette méthode a permis de dénombrer les MPs dont la taille est comprise entre 100 µm et 5 mm. L'observation au microscope a également apporté des informations sur la forme et la couleur des particules. Dans un deuxième temps, des analyses par spectroscopie micro infrarouge à transformée de Fourier (microFTIR) ont été réalisées pour identifier des MPs de taille comprise entre 20 µm à 200 µm. Cette méthode a également permis de connaître le nombre de particules ainsi que le type de plastiques identifiés (PE, PP, PS, ...). Ces deux méthodes sont décrites dans les sections 2.2.1 et 2.2.2.

### 2.2.1. Microscopie optique

Le protocole d'identification des MPs par microscopie optique se base sur l'étude de Erni-Cassola développé en 2017 (Erni-Cassola G., 2017). Cette publication fait l'état des lieux des différents développements de méthodes d'identification des MPs par microscopie optique avec le colorant Rouge du Nil. Le Rouge du Nil (Figure 19) est un composé organique fluorescent solvatochromique, c'est-à-dire qu'il change de couleur selon le solvant dans lequel il est solubilisé. De par sa propriété lipophile, il va se fixer à la surface des MPs par adsorption. Le Rouge du Nil fluoresce sous une longueur

d'onde d'excitation (254-580 nm) et d'émission (430-630 nm). Cela va permettre d'obtenir une image indiquant la présence des MPs dans les échantillons analysés. L'interfèrent le plus important dans ce protocole est la MO qui va également être fluorescente avec l'ajout de Rouge du Nil sur le filtre. C'est pour cette raison que l'étape de suppression de la MO est déterminante dans le traitement de l'échantillon pour le dénombrement des MPs par microscopie optique. Ce sera également le cas pour l'analyse par microFTIR (section 2.2.2) par la ressemblance moléculaire entre la MO et le plastique qui sont tous deux des enchainements de chaînes carbonées.

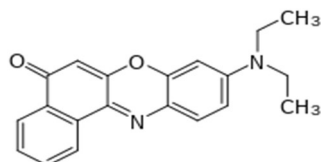


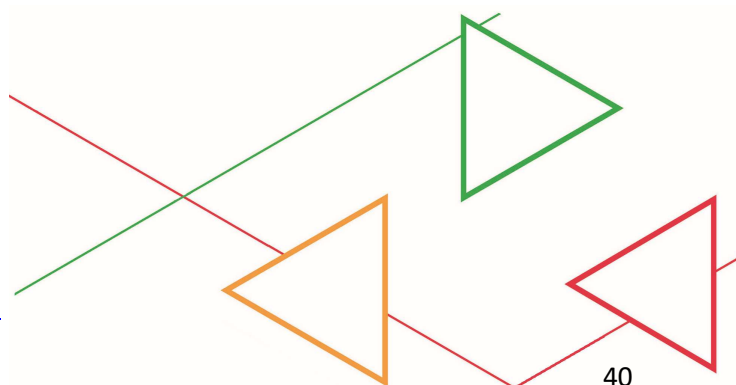
FIGURE 19 : ROUGE DU NIL FORMULE SEMI-DÉVELOPPÉE

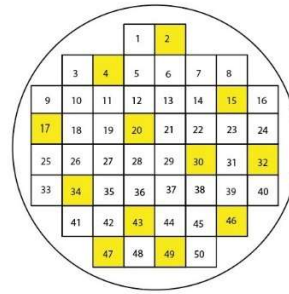
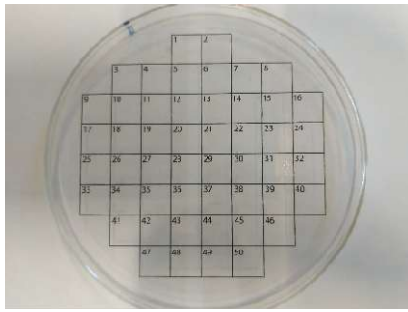
Une solution Rouge du Nil à 1 mg/l dans du méthanol est préparée et filtrée. Quelques gouttes de cette solution (environ 2-3 ml) vont permettre d'imbiber le filtre préalablement obtenu lors de l'étape d'extraction des MPs dans les échantillons d'eau et de boue. Le filtre choisi est un filtre en fibre de verre car les filtres en fibre de cellulose se détériorent avec le méthanol. Le filtre doit sécher au minimum 30 minutes à une température inférieure à 45 °C avant observation au microscope optique pour évaporer l'excédent de méthanol et fixer le colorant sur les particules organiques.

Le microscope utilisé est un binoculaire Olympus SZX16 équipé d'un objectif SDF PLAPO 1.6XPF et d'une caméra haute définition Toupcam (Touptek Photonics co.- 5.0MP 2/3" Sony Exmor CMOS Sensor). La source lumineuse est une lampe COOLED pE-300 lite. Cette source couvre toutes les longueurs d'onde de la lumière de 300 nm à environ 1000 nm. Cela permet d'exciter le Rouge du Nil dans sa plage d'absorption qui se trouve entre 254 nm et 580 nm ainsi que d'effectuer l'observation dans sa plage d'émission de 430 à 630 nm grâce au filtre de 460/525nm (absorption/émission) monté sur le microscope.

Pour réaliser le dénombrement sur la surface du filtre, une cellule de Mallet illustrée en Figure 20 a été utilisée et 12 cellules réparties sur l'ensemble du filtre (1 ou 2 par ligne et par colonne) ont été sélectionnées de manière aléatoire. Ce qui correspond à 1/4 de la surface du filtre de 90 mm de diamètre. Le principe de la cellule de Mallet se base sur le dénombrement des particules observées sur les 12 cellules. Le nombre obtenu est alors extrapolé à l'ensemble du filtre.

Les observations et le dénombrement ont été réalisés en grossissement 20x et 50x.





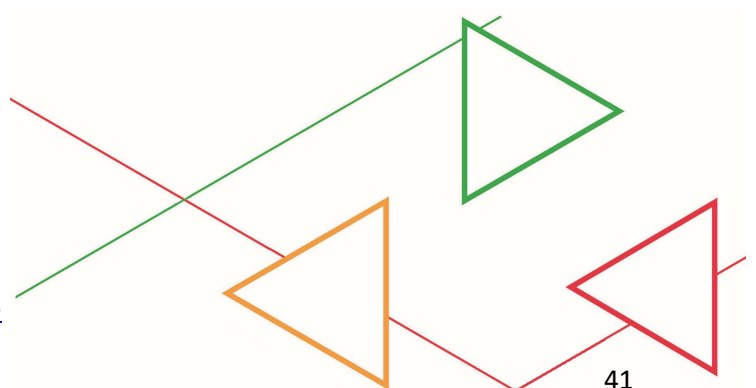
**FIGURE 20 : CELLULE DE MALLET ET CHOIX DES CELLULES OBSERVÉES**

Lors de l'application de cette méthode, comme le montre la Figure 21, il s'est avéré qu'une partie des particules migraient sur les bords du filtre lors de la filtration. Il a donc été décidé d'étendre l'observation en réalisant un « tour » du filtre en complément.

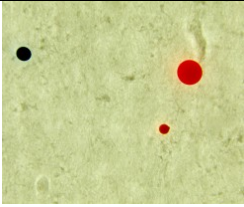
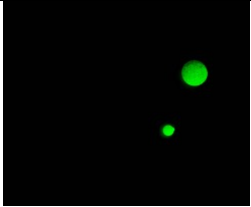

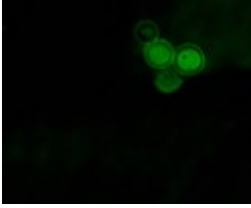

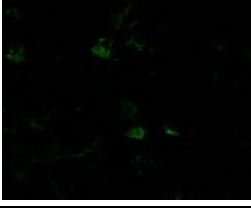
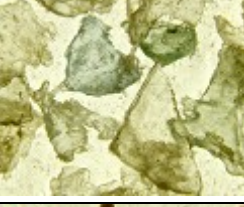
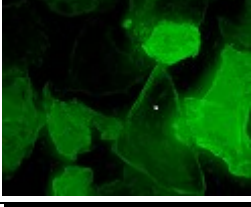

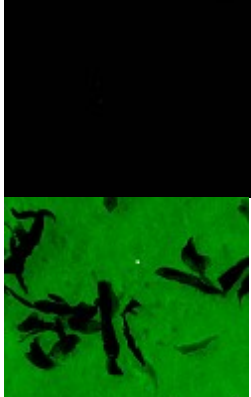


**FIGURE 21 : FILTRE OBTENU APRÈS LE PROTOCOLE DE SÉPARATION DES MPs DANS UN EFFLUENT**

La méthode de coloration a été réalisée sur plusieurs essais avec des MPs de nature connus (PE, PS, PEHD, PVC et PP) dispersés dans de l'eau. Les différentes photos reprises dans le Tableau 7 montrent les images obtenues par le microscope sous lumière blanche et sous fluorescence des MPs utilisés pour les essais. Ces images illustrent les différentes natures des MPs et leurs comportements sous fluorescence.



**TABLEAU 7 : OBSERVATION DES MPs COLORÉS AU ROUGE DU NIL, SOUS LUMIÈRE BLANCHE ET FLUORESCENTE**

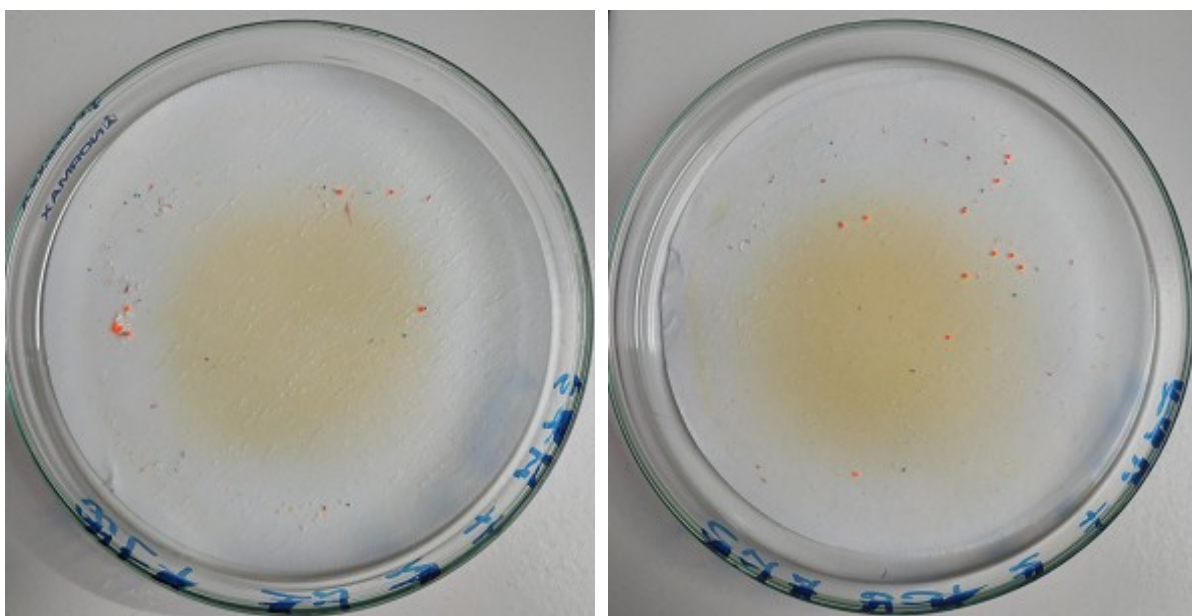
Nature	Forme	Dimension (µm)	Couleur	Lumière blanche	Fluorescence
PE	Bille	300 425 710	Orange Bleu Orange		
PS	Bille	200 à 300	Blanc		
PEHD	Fragment	150 à 250	Vert		
PVC	Fragment	250 à 500	Gris		
PP	Fragment	250 à 500	Rouge		

Les observations montrent que le PE orange, le PS et le PVC fluorescent de manière importante en comparaison avec le PEHD. Il est important de préciser que le PE orange disponible pour les essais est une microbille vendue comme étant fluorescente. Concernant le PP et le PE bleu, les fragments et les billes ne fluorescent pas du tout, il faut supprimer le rétroéclairage pour visualiser ce type de MPs. L'exemple est présenté dans le Tableau 7 pour le PP.

Ensuite, afin de tester le protocole d'observation sur des matrices réelles, une quantité suffisante de MPs pour être observée a été mise en suspension dans deux échantillons d'eau brute (IN) et deux effluents. Les MPs ajoutés sont les suivants :

- Microbilles de PE orange de dimension moyenne 710  $\mu\text{m}$
- Microbilles de PE bleues de dimension moyenne 425  $\mu\text{m}$
- Microbilles de PE orange de dimension moyenne 300  $\mu\text{m}$
- Microbilles de PS blanches de dimension de 200 à 300  $\mu\text{m}$
- MPs (fragments) PEHD vert de dimension de 150 à 250  $\mu\text{m}$
- MPs (fragments) PVC gris de dimension de 250 à 500  $\mu\text{m}$
- MPs (fragments) PP rouge de dimension de 250 à 500  $\mu\text{m}$

Les filtres observés sont issus du protocole de séparation mis au point à la section 2.1. La Figure 22 reprend un filtre obtenu après extraction d'un échantillon d'eau brute dopé avec le mélange de MPs et un second filtre obtenu après extraction d'un effluent dopé avec le mélange MPs décrit précédemment.



(a)

(b)

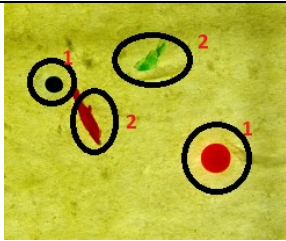
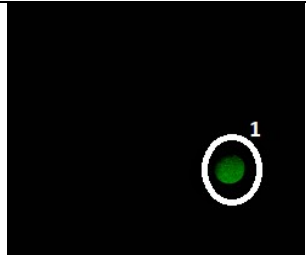
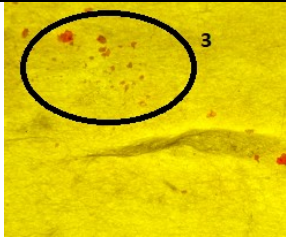
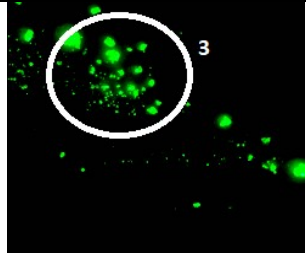
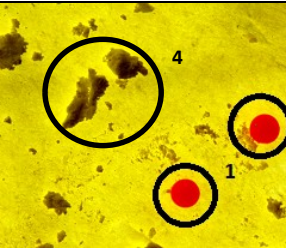
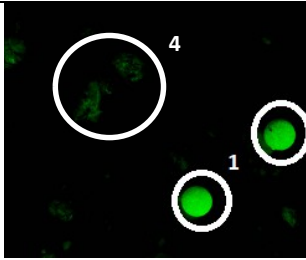
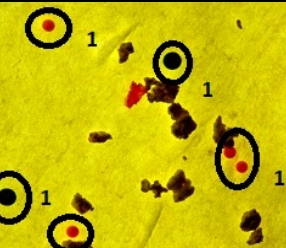

**FIGURE 22 : FILTRES OBTENUS APRÈS APPLICATION DU PROTOCOLE DE SÉPARATION POUR UNE EAU BRUTE (IN) (a) ET D'UN EFFLUENT (OUT) (b), TOUS DEUX DOPÉS AVEC UN MÉLANGE DE MPs**

L'observation à l'œil nu montre dans les deux cas un filtre propre, ce qui permet une observation aisée. Le protocole d'ajout du Rouge du Nil décrit en annexe 5 est appliqué sur chaque filtre.

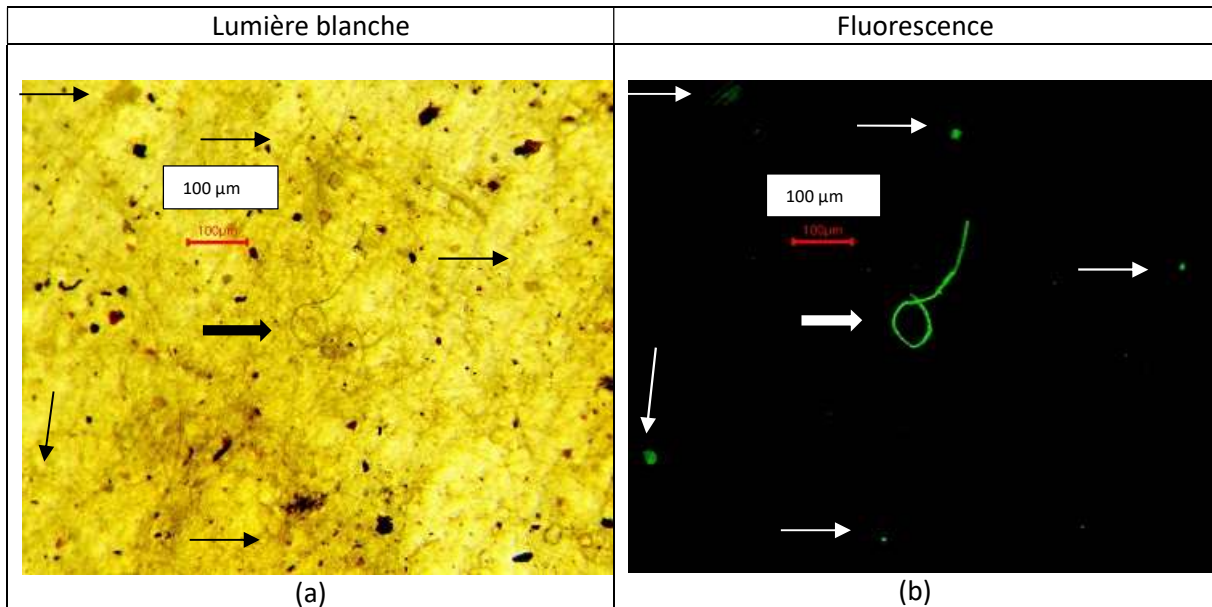
Les résultats de l'observation au microscope sont repris dans le Tableau 8. Les microbilles de PE oranges et bleues se comportent différemment (1), les oranges sont bien fluorescentes mais pas les bleues. Les fragments de PEHD verts et de PP rouges (2) sont visibles sous lumière blanche mais ne fluorescent pas. Cela a déjà été observé dans le Tableau 7. Les fragments de PVC gris à l'origine sont visibles sous lumière blanche mais présentent une couleur rouge due au Rouge du Nil (3). Sous lumière fluorescente, ils apparaissent clairement.

On observe également que des résidus de matière organique (4) fluorescent légèrement dans le cas des eaux brutes. Dans la suite du projet, lors de l'observation des échantillons réels une comparaison a été faite entre l'image obtenue avec la lumière blanche et l'image obtenue sous fluorescence pour réaliser le dénombrement visuel.

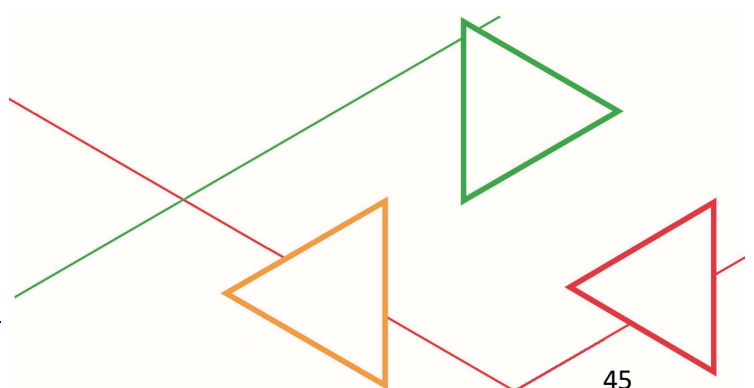
**TABLEAU 8 : OBSERVATION DES FILTRES COLORÉS AU ROUGE DU NIL, SOUS LUMIÈRE BLANCHE ET FLUORESCENTE**

Echantillon observé	Lumière blanche	Fluorescence
Effluent 1 + mélange MP		
Effluent 2 + mélange MP		
Eau brute IN 1 + mélange MP		
Eau brute IN 2 + mélange MP		

La comparaison de images sous lumière blanche et sous fluorescence permet l'identification des MPs par leur forme, leur taille et leur couleur. Les Figure 23 (a) et (b) montrent les images obtenues d'un filtre après application du protocole de séparation (section 2.1) sur un effluent de STEP. L'image (a) est celle d'une section du filtre sous lumière blanche, l'image (b) est celle d'une section du filtre sous fluorescence. Dans ce cas-ci, on a une fibre grise de moins de 1 cm avec cinq fragments de taille inférieure à 100 µm (taille de l'échelle) et de couleur grise (visualisée par une flèche dans les Figure 23). En complément, une dizaine de particules fluorescentes ne sont pas visibles sous lumière blanche.



**FIGURE 23 : IMAGES OBTENUES D'UN FILTRE SOUS LUMIÈRE BLANCHE ET SOUS FLUORESCENCE POUR RÉALISER LE DÉNOMBREMENT DES MPs (EFFLUENT ZOOM X50)**



### Comptage des particules avec Image J (Sturm M. T., 2023)

Une méthode plus automatique de dénombrement des particules a été développée sur base d'un logiciel de traitement d'image nommé Image J. Le code développé par M.T Sturm (Sturm M. T., 2023) permet de compter le nombre de particules fluorescentes avec le rouge du Nil. Une limite de taille inférieure et supérieure est définie. Le programme dont le code est décrit en annexe 6, mesure l'aire en pixels de chaque particule détectée. Le code décompose d'abord la photo prise sous fluorescence en 3 images dites RGB (Red-Green-Blue) et filtre chacune d'elle selon l'intensité de leur teinte, saturation et luminosité. Ceci permet d'écarter certaines particules visibles, tout en mettant en lumière d'autres moins visibles. Le programme superpose les images afin d'en obtenir une seule. Le périmètre des particules détectées est isolé et le programme les compte automatiquement selon les limites de taille fixées au préalable. Ces limites sont déterminées par l'aire qu'occupe la particule. La limite inférieure a été définie pour dénombrer les particules supérieures à 100  $\mu\text{m}$ . La Figure 24 illustre ce dénombrement. Le périmètre de la particule est défini par un trait bleu et l'aire de la particule par une surface blanche.

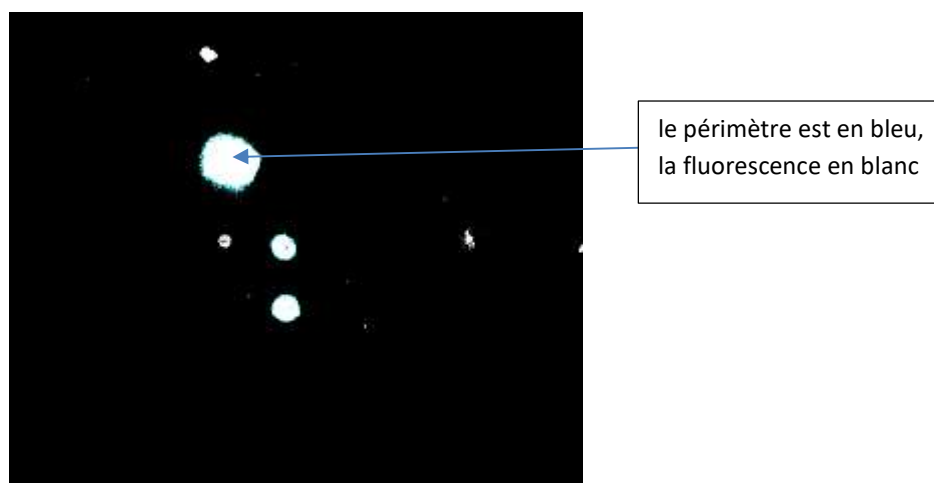


FIGURE 24 : DÉNOMBREMENT DES PARTICULES FLUORESCENTES AVEC LE LOGICIEL IMAGE J

La limite établie pour dénombrer les particules supérieures à 100  $\mu\text{m}$  a été initialement fixée à 20 x 100  $\mu\text{m}$  (2000  $\mu\text{m}^2$ ). La pratique a montré que cette limite était trop basse car les particules de 50x50  $\mu\text{m}$  étaient également comptées menant à une surestimation. Plusieurs limites inférieures ont été testées pour définir au final la limite de 60x60  $\mu\text{m}$  (=3600  $\mu\text{m}^2$ ) comme étant la plus représentative des particules < 100  $\mu\text{m}$ . L'observation visuelle doit néanmoins être réalisée en complément. En effet, les fibres dont la longueur est proche de 100  $\mu\text{m}$  (taille de l'échelle) ne sont pas comptées. Ce qui entraîne donc une sous-estimation. Il faut également être attentif aux superpositions de particules ou lorsque plusieurs particules sont proches les unes des autres. Comme l'illustre la Figure 25, dans ces cas, il peut y avoir sous-estimation du nombre de particules.

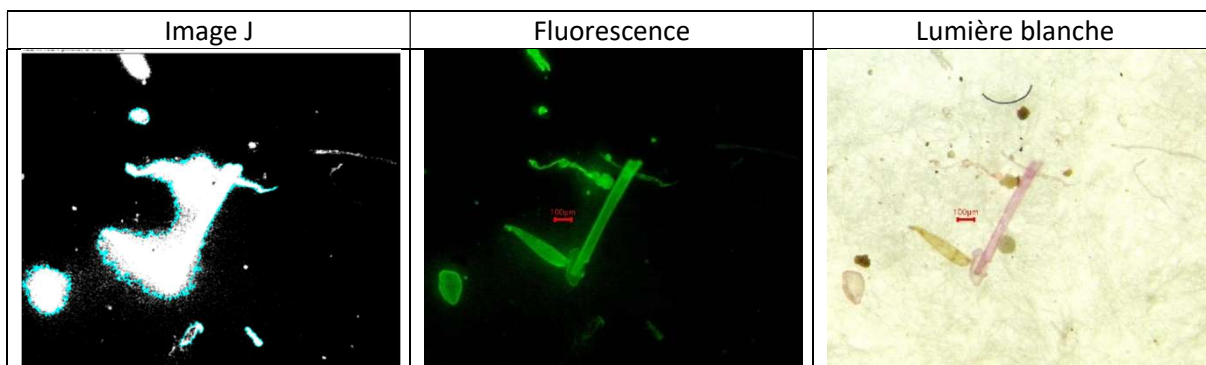


FIGURE 25 : COMPARAISON DES IMAGES DE PARTICULES SUPERPOSÉES OBTENUES PAR LE PROGRAMME IMAGE J AVEC LES IMAGES DU MICROSCOPE EN FLUORESCENCE ET LUMIÈRE BLANCHE

De plus, certaines particules fluorescent mais selon l'expérience de l'opérateur, il peut y avoir une suspicion de faux positif. C'est le cas de l'exemple illustré dans la Figure 26. La matière étant en quantité suffisante, une analyse IR a pu être réalisée pour identifier la nature de ces particules ou confirmer la présence de MPs.

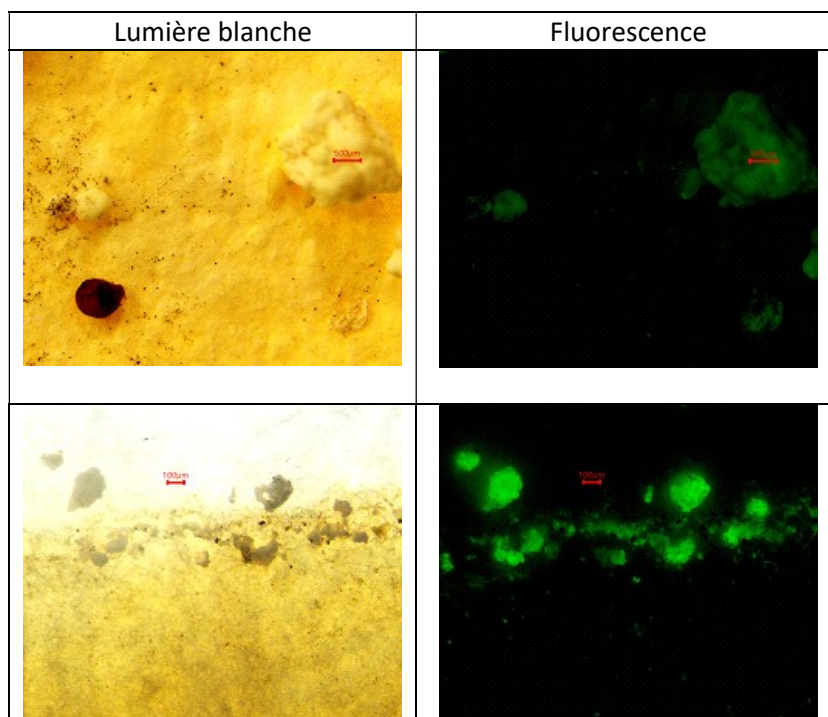


FIGURE 26 : IMAGES DE PARTICULES QUI FLUORESCENT POUR LESQUELLES IL Y A SUSPICION DE FAUX POSITIF

La Figure 27 représente le spectre IR des particules fluorescentes observées sur une partie du filtre obtenu après traitement de l'eau brute de la STEP NIV (représentées sur la Figure 26). Les absorptions caractéristiques situées à 2955, 2916, 2849, 1737, 1729, 1621, 1575, 1538, 1470, 1433, 1417, 1176, 1112, 720, 667 et 627  $\text{cm}^{-1}$  indiquent qu'il s'agit d'un mélange d'ester (sans doute ester d'acide gras)

et de sel d'acide carboxylique (type savon). Ces particules sont des composés organiques, c'est pour cette raison qu'elles fluorescent. Cela confirme la suspicion de faux positifs dans ce cas.

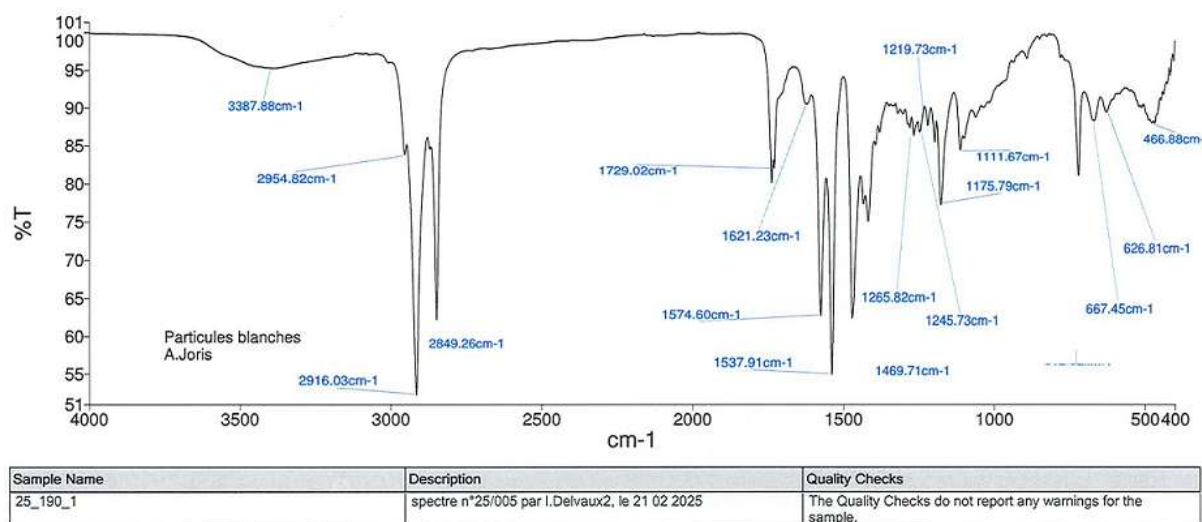


FIGURE 27 : SPECTRES INFRAROUGE DES PARTICULES FLUORESCENTES OBSERVÉES SUR FILTRE UNE PARTIE DU FILTRE NIV EAU BRUTE

### Incertitudes et validation de la méthode

L'incertitude de la méthode est difficile à évaluer pour des échantillons réels contenant des MPs « réels ». Les essais d'extraction ont montré des taux de récupération de 94 à 98% pour les eaux et de 67 à 98% pour les boues. Dans ces cas précis, il s'agit de dopage avec des MPs visibles à l'œil nu. Il n'a donc pas été nécessaire de passer par l'étape de traitement par Image J. Cependant, plusieurs publications mentionnent des taux de récupération et des incertitudes déterminées pour la méthode au Rouge du Nil par application du programme Image J.

Plusieurs de ces publications mentionnent des taux de récupération pouvant se trouver entre 76 et 95 % selon la taille des particules et la nature des échantillons d'où elles sont extraites. Citons quelques exemples comme Shim et al. (Shim, 2016) avec 95% pour des particules de 100 à 300 µm dans de l'eau et du sable, Sturm et al. (Sturm, 2023) avec 93% dans de l'eau distillée et de l'influent (IN) de STEP, Meyers et al. (Meyers, 2024) avec 76% et 86% respectivement pour des tailles comprises entre 100 et 1500 µm dans des moules et des intestins de poisson. Cependant, de faibles taux de récupération (environ 35 %) mais également des taux de récupération supérieurs à 100% ont été obtenus avec des particules de PET et de PVC (Meyers, 2024) . Ces taux de récupération sont réalisés sur base de dopages de MPs vierges et vieillis dans des conditions marine en laboratoire pour Meyers et al. (Meyers, 2024). Pour Shim et al. (Shim, 2016), les MPs vierges ont été vieillis six mois sous ultra-violet et ensuite brassés deux mois dans un mélangeur avec du sable.

Meyers et al. (Meyers, 2024) a également déterminé une incertitude de la méthode au Rouge du Nil par application du programme Image J de l'ordre de 24%. La LOQ a également été déterminée sur base de la moyenne des MPs identifiés dans les blancs. La déviation standard de ces moyennes a été multipliée par trois. À ce nombre, la moyenne de trois blancs a été ajoutée pour établir la LOQ. Ils en

ont déduit qu'ils pouvaient quantifier avec confiance des échantillons à partir de 2 fragments ou 3 fibres dans les intestins de poisson.

### 2.2.2. Analyse par spectroscopie microFTIR

La seconde méthode développée est la spectroscopie micro infrarouge à transformée de Fourier (microFTIR). Cette méthode a permis d'identifier des MPs de taille comprise entre 20  $\mu\text{m}$  à 200  $\mu\text{m}$ . Le nombre de particules a pu être défini ainsi que le type de plastiques identifiés (PE, PP, PS, ...). Ces analyses ont été réalisées à l'université de Gand au Blue Growth Research Lab.

#### Principe

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est utilisée pour l'identification des substances chimiques. La spectroscopie infrarouge est la mesure de l'interaction entre le rayonnement infrarouge (IR) et la matière, qui est active dans l'IR, c'est-à-dire qui possède un mode de vibration associé à des changements de moment dipolaire. Le FTIR émet de la lumière dans le spectre infrarouge. Lorsque la fréquence du rayonnement infrarouge est la même que la fréquence de vibration d'une liaison ou d'un ensemble de liaisons des molécules (qui ne sont pas actives) l'absorption de la lumière se produit. La lumière transmise ou réfléchiée est captée par le détecteur et la quantité d'énergie absorbée à chaque fréquence est examinée. Un spectre de transmittance ou spectre d'absorbance est généré à l'aide de calculs de transformée de Fourier. Le spectre mesuré peut être comparé à des spectres connus à l'aide d'une recherche dans une bibliothèque afin de déterminer la nature chimique du composé.

L'appareil disponible au Blue Growth Research Lab est le Nicolet iN 10 MX FTIR Ultrafast Imaging microscope de Thermo Scientific. Il est utilisé essentiellement pour l'analyse des MPs (identification, quantification et caractérisation). L'appareil dispose de plusieurs bibliothèques de spectres qui évoluent au cours des projets de recherche qui sont menés dans le laboratoire (SP-074 –Performing analyses using  $\mu$ FTIR spectroscopy).

Avant analyse, les échantillons sont préparés selon le protocole d'extraction mis au point dans la section 2.1.

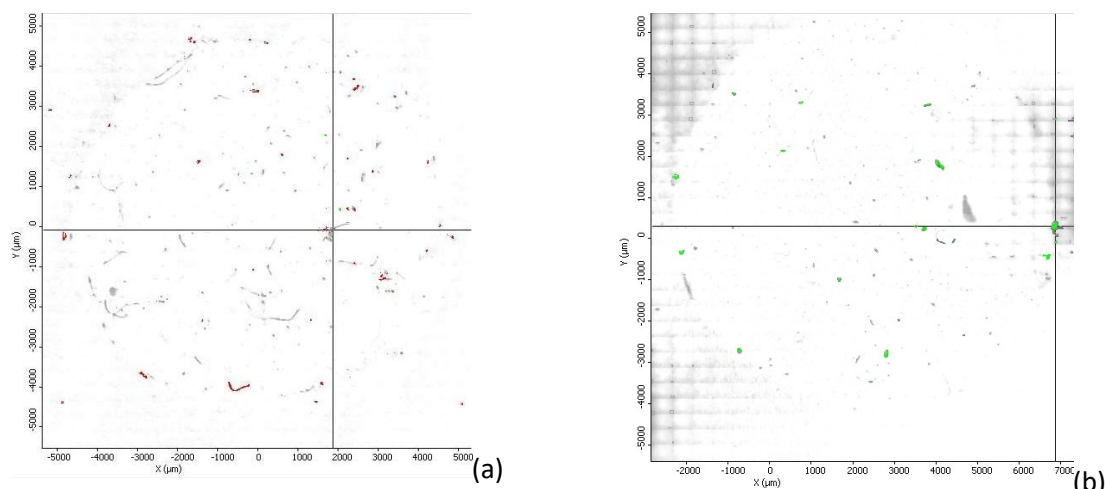
L'identification des spectres se fait via la bibliothèque reprise dans le logiciel de l'appareil. Un taux de correspondance ou pourcentage de match est défini au préalable. Au vu de l'expertise du Blue Growth Research Lab, cette donnée était de 75 % mais elle a été revue à 80% en cours de projet suite aux résultats obtenus lors de la participation à un essai interlaboratoire décrit dans la section suivante.

Le Tableau 9 donne un exemple de données obtenues par l'analyse d'un effluent préalablement traité et filtré sur un filtre en PTFE. Une grande partie des composants n'est pas identifié, il s'agit de spectre de composés qui ne font pas partie de la bibliothèque cela peut être des résidus de MO, des lignites, des plastiques fortement dégradés ou sur lesquels d'autres composants se seraient adsorbés. Les Figure 28 représentent les images des filtres analysés par microFTIR. Dans ce cas-ci, deux filtres ont été nécessaires lors de la filtration de l'effluent. On constate la présence de particules de PET et PA. Pour chaque particule identifiée, le tableau de données établi par l'appareil donne les dimensions de

celle-ci. On peut donc différencier les fibres des fragments. La fibre peut être définie comme un fragment dont la longueur est au moins cinq fois plus grande que la largeur.

**TABLEAU 9 : EXEMPLE D'ANALYSE D'UN EFFLUENT PAR MICROFTIR : TABLEAU DES DONNÉES OBTENUES**

Identified Component Name	Match %	# of Particles
Polyethylene Terephthalate	82.80	50
Polyacrilamide	75.56	3
Unidentified		252



**FIGURE 28 : EXEMPLE D'ANALYSE D'UN EFFLUENT PAR MICROFTIR : LES PARTICULES ROUGES SONT DU PET, LES VERTES DU PA.**

### Essai interlaboratoire Quasimeme DE17-2024

Une campagne d'essai interlaboratoire sur la détermination des MPs dans les eaux et les sédiments a été organisée par l'organisme Wepal-Quasimeme. La participation à cet essai et les résultats obtenus apportent des informations intéressantes par rapport aux méthodes d'extraction et d'analyse mises en place dans le cadre du projet. L'analyse complète de ces résultats se trouvent en annexe 7 de ce rapport. Trois échantillons d'eau et trois échantillons de sédiments ont été distribués. Leurs descriptions se trouvent dans le Tableau 10.

**TABLEAU 10 : DESCRIPTION DES ÉCHANTILLONS DU DE17-2024**

Microplastics in water	
Bouteille contenant 1000 g ± 10 g d'eau douce filtrée à 0.2 μm provenant du ruisseau Renkumse Beek.	
QMP016FW	30+/- 1 particules de PE (212-250 μm) 20+/-1 particules de PMMA (250-300 μm)
QMP017FW	MicroPRefs® tablette chiron 70-100 particules de PE-PET-PS (50-300 μm)
QMP018FW	Blanc échantillon
Microplastics in sand samples	

Flacon contenant 60 g de sable de construction chauffé/purifié à 600°C pendant 4h dispersé dans 5 ml d'eau de ville (65 g éch au total)	
QMP019FW	MicroPRefs® tablette chiron 70-100 particules de PP-PC-PVC (50-300 µm)
QMP020FW	20+/- 1 particules de PE (212-250 µm) 8+/-1 particules de PE (500-600 µm) 15+/-1 particules de PMMA (250-300 µm)
QMP021FW	Blanc échantillon

Les analyses devaient être réalisées par la méthode de spectroscopie microFTIR par l'ensemble des participants. Les résultats devaient être rendus par type de MPs et répartis selon leur taille 300-5000 µm et 50-299 µm. Entre 15 et 31 laboratoires participants ont rendu des données pour les 6 échantillons distribués.

Pour réaliser ces analyses, le protocole d'extraction décrit à la section 2.1 a été appliqué aux échantillons d'eau et de sédiment. Ensuite l'analyse a été réalisée par la méthode d'identification par spectroscopie microFTIR décrite dans la section 2.2.2.

Cette participation à ce type d'essai interlaboratoire était une première et a permis d'évaluer les problèmes qui peuvent survenir lors de l'analyse des MPs par microFTIR. Globalement, les résultats obtenus par l'ISSeP sont meilleurs pour les échantillons d'eau que pour les échantillons de sédiment.

#### *Echantillons d'eau (QMP016FW et QMP017FW)*

Pour les échantillons d'eau (QMP016FW et QMP017FW), certains types de MPs n'ont pas été détectés comme le PMMA et le PE. En revanche, le PET, le PP, le PS et le PVC ont été détectés alors qu'ils n'ont pas été ajoutés à l'échantillon. Dans le cas du PMMA et du PE qui n'ont pas été détectés, cela peut s'expliquer du fait que le microFTIR identifie les particules par contraste, dans ce cas-ci il n'a pas identifié les microbilles blanches ou transparentes de PMMA et PE. Cela pourrait justifier l'absence de réponse. Pour éviter ce manquement et permettre la détection complète de tous les MPs par l'appareil, l'analyse devrait être répétée successivement avec une détection en contraste clair et en contraste sombre.

Le pourcentage de match expliqué dans la section 2.2.2 avait été fixé préalablement à 75% ce qui représente la valeur minimale de détection. Concernant les MPs non dopés qui ont été détectés, le pourcentage moyen de match était proche de 75 % à l'exception du PP qui présentait un pourcentage de match de 87%. En revanche les MPs dopés et détectés avaient un pourcentage moyen de match supérieur à 80%.

#### *Echantillons de sédiment (QMP019FW et QMP020FW)*

Pour les échantillons de sédiments (QMP19FW et QMP20FW) comme c'est le cas des échantillons d'eau, certains types de MPs n'ont pas été détectés (PC, PE, PMMA) alors que certains MPs non dopés ont été détectés (PET, PS, PVC). Plusieurs filtres ont été nécessaires lors de l'étape d'extraction et ceux-ci présentaient des résidus. Il y aurait eu une mauvaise interprétation du logiciel sur l'identification des

particules dû à une séparation par densité médiocre. De plus, ces résidus pourraient justifier le manque d'identification des particules dopées qui auraient masqué les MPs. Au niveau des pourcentages de match, on arrive au même constat que pour les eaux avec des pourcentages moyens inférieurs à 80% pour les MPs non dopés sauf pour le PP qui une nouvelle fois atteint les 87%.

#### *Blancs échantillons (QMP018FW et QMP021FW)*

Pour les blancs d'eau (QMP018FW) et de sédiment (QMP021FW), le PA et le PET ont été détectés avec un pourcentage de match supérieur à 80%.

#### *Discussion*

La majorité des laboratoires participants a éprouvé des difficultés à atteindre les valeurs de dopage. Cela peut se justifier par des pertes lors des étapes de préparation de l'échantillon précédents l'analyse. Certains MPs sont identifiés alors qu'ils n'ont pas été ajoutés aux échantillons. Cela peut s'expliquer par des contaminations ou des erreurs d'identification lors de l'analyse des spectres FTIR. Le pourcentage de match comme expliqué dans la section 2.2.2, est de première importance. C'est lui qui détermine le taux de concordance en comparant le spectre obtenu avec ceux de la banque de données de l'appareil lors l'identification des particules détectées. Dans notre cas, le pourcentage de match des MPs identifiés mais non ajoutés aux échantillons est inférieur à 80% sauf pour le PP.

L'organisateur de l'essai pose le constat suivant. « La dispersion des résultats entre laboratoires est encore assez importante, et il est donc également très difficile de calculer ce que l'on appelle les z-scores (mesure normalisée de la performance, calculée à partir du résultat du participant, de la valeur assignée et de l'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude) à ce stade. Dans de nombreux cas, on trouve également des particules dans la catégorie des 300-5000 µm. En principe, toutes les particules devraient être inférieures à 300 µm, mais il n'est pas exclu qu'une seule particule ait pu être plus grande que 300 µm. En général, les performances des laboratoires ont considérablement augmenté par rapport aux études précédentes. Ce qui est assez positif et rassurant. La recherche avance. »

#### **Conclusion**

Les deux méthodes d'identification, la microscopie optique et la microFTIR, sont complémentaires. Elles nous apportent chacune des informations additionnelles sur la quantité, la taille, la forme et le type de MPs présents dans les matrices analysées.

La microscopie optique a permis le dénombrement des particules de 100 µm à 5 mm. La forme et la couleur des MPs ont pu également être observées. Cette méthode a été choisie car elle est peu coûteuse et ne nécessite pas d'investissement important. Néanmoins le dénombrement des MPs prend beaucoup de temps. Le programme Image J a permis d'améliorer le dénombrement qui au départ était uniquement visuel. Les résultats obtenus sont tout de même à prendre avec précaution. En effet, l'interférence de la matière organique est bien présente et peut engendrer une surestimation du nombre de particules supposées être des MPs. L'exemple du faux positif illustre bien les risques de surestimation. De plus, des fragments de plastique ne sont pas non plus détectés par cette méthode comme c'est le cas du PP par exemple. Ces fragments sont épais et colorés ce qui peut expliquer qu'ils ne fluorescent pas.

La spectroscopie microFTIR a permis d'identifier les particules de 20 µm à 200 µm. Le nombre de particules a pu être défini ainsi que le type de plastiques identifiés (PE, PP, PS, ...). Néanmoins, les MPs subissent des détériorations dans l'environnement où ils se trouvent. Les spectres des MPs détériorés ne sont pas exactement les mêmes que ceux de MPs d'origine. C'est pour cette raison que le pourcentage de match a été redéfini et fixé à 80%.

Comme l'a montré l'essai interlaboratoire Quasimeme, les résultats présentent une grande disparité entre les laboratoires participants. Les développements de cette méthode sont toujours en cours. Chaque laboratoire doit constituer sa propre bibliothèque en fonction des matrices analysées, du vieillissement des MPs dans ce type d'échantillon et du traitement subi lors de l'extraction des MPs présents dans l'échantillon. L'appareil utilisé lors du projet, le Nicolet iN 10 MX FTIR Ultrafast Imaging microscope est un appareil de 1<sup>ère</sup> génération, les nouveaux appareils développés présentent des performances plus élevées et permettent d'identifier les particules résiduelles telles que les grains de sable ou les résidus de MO. Ce qui permet de réduire le nombre de particules non-identifiées.

### 2.3. Plan d'échantillonnage des STEPs

Afin d'établir le plan d'échantillonnage, plusieurs critères ont été pris en compte :

- Boues destinées à la revalorisation agricole
- Répartition géographique
- Capacité de la STEP en équivalent habitant
- Type de traitement appliqué
- Concentration en phtalates
- Capacité analytique

#### Boues destinées à la revalorisation agricole

En Wallonie, une réglementation permet la valorisation des boues issues de l'épuration des eaux domestiques et industrielles sur et dans les sols. Il s'agit de l'arrêté du Gouvernement wallon du 12 janvier 1995 (AGW, 1995) portant sur la réglementation de l'utilisation sur ou dans les sols des boues d'épuration ou de boues issues de centres de traitement de gadoues de fosses septiques (M.B. 12.04.1995).

Selon le rapport de la Commission Européenne sur les risques de la pollution des MPs pour l'environnement et la santé (CE, 2019), une source importante de la pollution des sols par les MPs découle de l'utilisation agricole des boues d'épuration contenant de fortes concentrations de MPs issues des eaux usées.

Une liste de 75 STEPs wallonnes réalisant la valorisation agricole de leurs boues d'épuration en 2020 a été fournie par la SPGE. La sélection pour le plan d'échantillonnage a été définie à partir de cette liste.

#### Répartition géographique

En Wallonie, il existe sept organismes d'assainissement agréés (OAA). La Figure 29 représente la répartition des OAA sur le territoire wallon. Le plan d'échantillonnage est également établi afin de couvrir tous les organismes d'assainissement agréés.

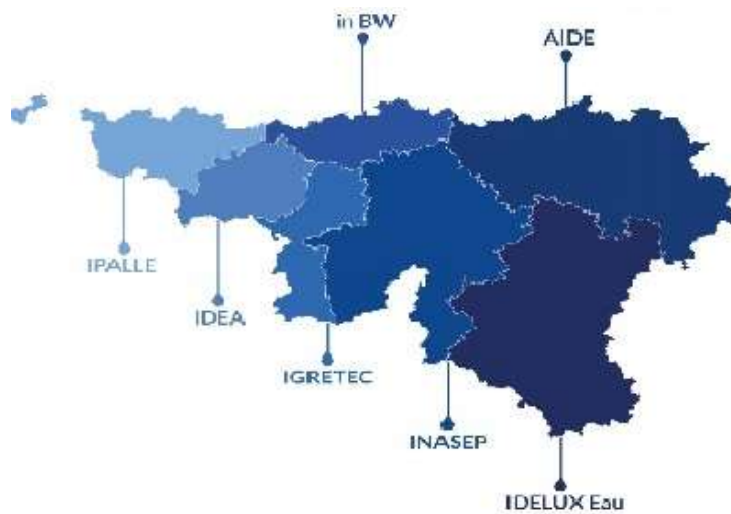
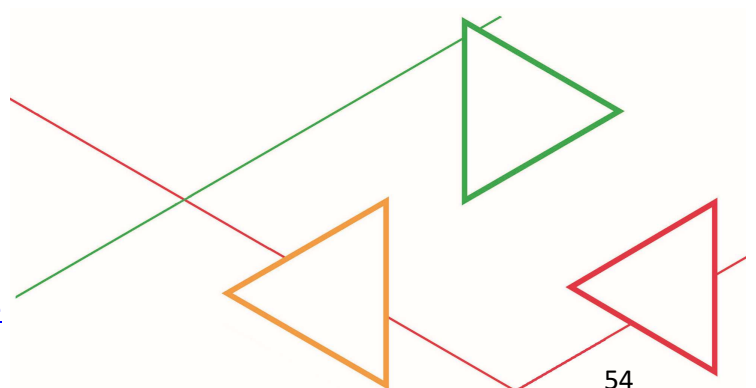


FIGURE 29 : CARTE DES ORGANISMES D'ASSAINISSEMENT DES EAUX EN WALLONIE (WWW.SPGE.BE)

La capacité d'épuration des STEP's est un paramètre important pour l'établissement du plan d'échantillonnage. En effet, la quantité de MPs rejetés dans l'effluent pourrait varier d'une STEP de petite capacité à une STEP de grande capacité.

Sur base des données fournies par la SPGE relatives aux capacités des STEP's en Wallonie et conformément au classement établi dans le cadre du projet Caribouh (Kech, 2025), les STEP's ont été classées selon le critère suivant de capacité :

- 0-2000 EH
- 2000-10000 EH
- 10000 – 100000 EH
- > 100000 EH



## Type de traitement appliqué

En complément, afin que le plan d'échantillonnage soit représentatif des traitements d'épuration appliqués aux eaux usées dans les STEPs de Wallonie, un classement du type de traitement a été réalisé en fonction du taux de représentation calculé sur l'ensemble des STEPs de Wallonie.

Il s'agit des traitements suivants :

- Boue activée : 84.3%
- Biodisque : 6.4%
- Lagunage aérée : 4.4%
- 5% restant :
  - Lagunage naturel
  - Filtre planté roseau
  - Lit bactérien
  - Biofiltre
  - Sequency batch reactor

## Concentration en phtalates

La teneur en phtalates dont la liste est reprise dans le Tableau 11 est un bon indicateur de la présence de MPs dans l'environnement. En effet, ces molécules sont utilisées comme plastifiant dans de nombreuses applications industrielles. Dans le cadre du projet Caribouh (Kech, 2025), 30 échantillons de boues provenant de STEP réparties sur l'ensemble de la Wallonie ont été analysés.

**TABLEAU 11 : LISTE DES PHTALATES AVEC LEURS NUMÉROS DE CAS ET LEURS ACRONYMES**

Nom	N°CAS	Acronyme
di-n-octylphtalate	117-84-0	DOP
di(2-éthylhexyl)phtalate	117-81-7	DEHP
Dibutyl phtalate	84-74-2	DBP

A l'aide des données disponibles, les boues peuvent être classées en fonction des gammes de concentration en DEHP suivantes :

- Boues non contaminées en phtalates : < 3200 ng/g en DEHP (Limite de quantification)
- Boues moyennement contaminées en phtalates : 3200 et 10000 ng/g en DEHP
- Boues fortement contaminées en phtalates : 10000 et 20000 ng/g en DEHP

## Capacité analytique

Au final, 30 STEPs ont été sélectionnées pour répondre aux critères de représentativité et en respectant les contraintes de charge de travail et du budget défini pour le projet.

20 d'entre elles sont prélevées de manière ponctuelle sur la période de décembre 2022 à avril 2024.

Rapport final n°966/2025 – MicroPlaSTEP  
Institut Scientifique de Service Public – [www.issep.be](http://www.issep.be)

10 d'entre elles sont prélevées à quatre reprises afin d'évaluer la variabilité de la présence de MPs dans les STEPs au cours d'une année. Ce type de prélèvement est mentionné dans ce rapport comme étant un prélèvement saisonnier.

La carte en Figure 30 situe les STEPs sélectionnées pour le projet.

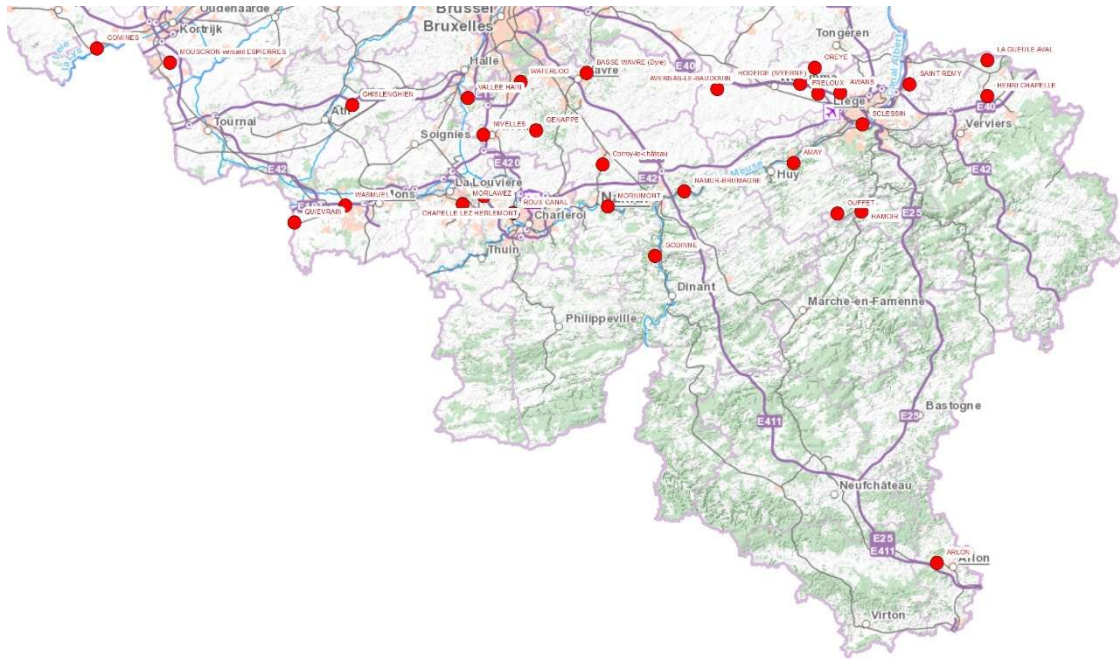


FIGURE 30 : CARTE DES STEPs SÉLECTIONNÉES DANS LE PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE MICROPLASTEP

## 2.4. Prélèvements IN, OUT et boues

### Risques de contaminations

Comme mentionné précédemment, les MPs sont omniprésents dans l'environnement. Pour éviter autant que possible les contaminations lors du prélèvement de nombreuses précautions sont à prendre. Les premières sont relatives au matériel de prélèvement.

La Figure 31 illustre le matériel utilisé lors des prélèvements. Afin d'éviter l'apport de matière plastique, le matériel utilisé est majoritairement en verre ou en métal. Le seau de prélèvement des eaux est en inox muni d'une corde en chanvre naturel afin d'éviter l'apport de fibres de corde synthétiques dans les échantillons. Avant chaque départ en tournée de prélèvement, tout le matériel est rincé à l'eau déminéralisée et soufflé à l'aide d'air comprimé, afin de le sécher et de chasser les poussières éventuelles. Ensuite tout le matériel nettoyé est placé dans une caisse métallique fermée pour éviter les contaminations atmosphériques. Le personnel de prélèvement est muni de vêtements en coton et d'un tablier dédié à ce type de prélèvement, en coton lui aussi. A l'instar des gants, tout ne peut être remplacé par des matières non plastiques, c'est pourquoi ce sont toujours les mêmes types de gants qui sont utilisés afin de les identifier plus facilement dans les échantillons prélevés.



**FIGURE 31 : MATÉRIEL DE PRÉLÈVEMENT, COMPOSÉ DE GAUCHE À DROITE D'UNE CRUCHE, D'UN ENTONNOIR, D'UNE PETITE PELLE, D'UN SCEAU EN INOX ET D'UNE CORDE EN CHANVRE NATUREL**

En complément de toutes les précautions prises, une bouteille témoin remplie d'eau déminéralisée est emmenée lors de chaque tournée de prélèvement. Cette bouteille est ouverte à côté de chaque endroit de prélèvement sur chaque site. C'est ce que l'on appelle le blanc terrain. Ce blanc terrain est analysé pour déterminer le taux de contamination par l'air ambiant le jour de prélèvement, ainsi que la présence éventuelle de particules initialement présentes dans les bouteilles. Car les bouteilles utilisées pour le prélèvement n'ont pas été rincées en amont.

### **Mode de prélèvement, conditionnement et conservation des échantillons**

Les prélèvements réalisés lors du projet MicroPlaSTEP sont uniquement des prélèvements ponctuels. Ce choix rencontre les exigences de la norme ISO/DIS (5667-27, 2023) en matière de prélèvement d'échantillons d'eaux traitées et non-traitées. Pour rappel, les prélèvements d'une STEP reprennent l'eau IN ou eau brute (entrant), l'eau OUT ou effluent (eau traitée) et les boues issues du traitement des eaux usées.

En pratique, les prélèvements sont réalisés à l'aide du seau en inox ou d'une cruche en inox rincé(e) trois fois avec l'eau à prélever avant la prise d'échantillon. Le volume obtenu est réparti sur place dans les différents flacons. Les volumes prélevés sont de 5 litres pour les eaux brutes (IN) et 10 litres pour les effluents (OUT). Les échantillons sont contenus, pour les eaux (IN et OUT) dans des bouteilles de 1l en verre coloré (vert) et fermées par un bouchon en aluminium équipé d'une membrane en téflon pour assurer l'étanchéité. Pour les boues, un volume de 3 litres est placé dans des sacs « zip » en aluminium.

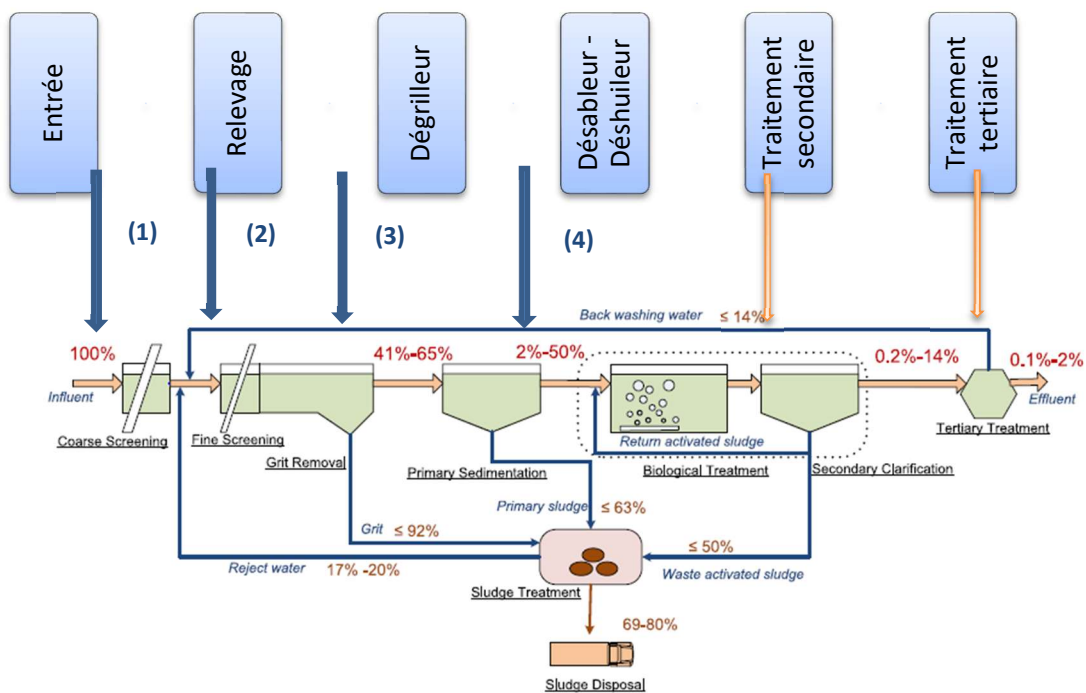
Concernant la conservation, les échantillons d'eau sont placés dans une chambre froide à  $3 \pm 2^\circ\text{C}$ . Ils sont ensuite extraits rapidement pour éviter le développement de microorganismes. Les boues sont congelées à  $-18^\circ\text{C}$  jusqu'au moment de l'étape d'extraction des MPs de celles-ci.

### **Points de prélèvement**

Les prélèvements ont été réalisés du 1/12/2022 au 19/04/2024. Tous les prélèvements d'eau brute (IN) et d'effluent (OUT) ont été effectués. Trois boues n'ont cependant pas été prélevées pour les STEPs

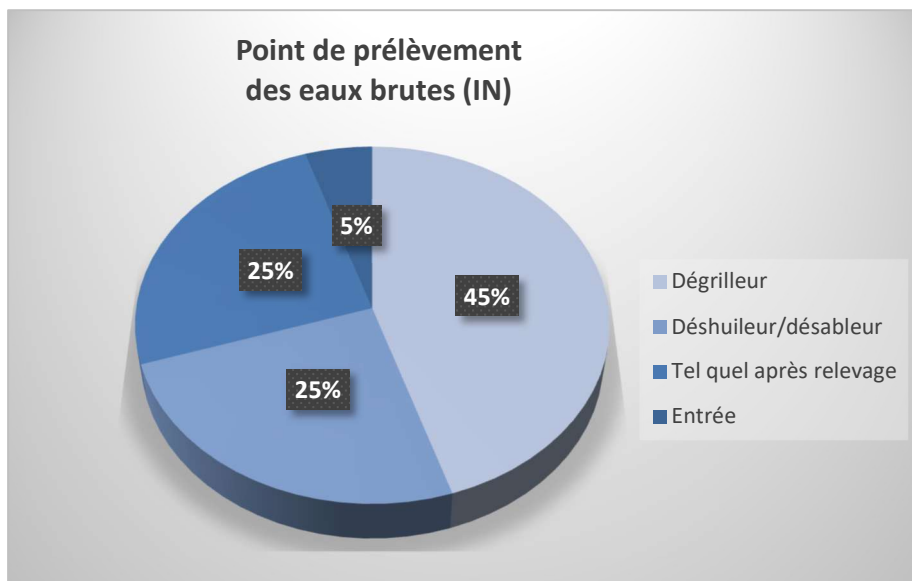
référéncées FRE, GEN2 et MRL. Les boues de FRE sont envoyées pour regroupement avec les boues de AMA et AWN et les boues de MRL ne sont pas accessibles pour cause de travaux effectués dans la partie de traitement des boues de la STEP. La boue de GEN2 était indisponible le jour du prélèvement suite à une évacuation les jours précédents.

Les points de prélèvements d’eaux peuvent varier en fonction de la STEP. Dans le cadre du projet, les prélèvements ont été réalisés selon l’accessibilité des points de prélèvement des STEPs soit à l’entrée (1) de la STEP, soit après le relevage (2), soit après le dégrilleur (3), soit après le déshuileur-désableur (4). Le processus général de la STEP et les points possibles de prélèvement avant traitement secondaire et tertiaire sont illustrés par la Figure 32.



**FIGURE 32 : PROCESSUS GÉNÉRALE D’UNE STEP AVEC LES POINTS DE PRÉLÈVEMENTS ENVISAGÉS POUR LES EAUX IN AVANT TRAITEMENT SECONDAIRE ET TERTIAIRE EN CONCORDANCE AVEC LA FIGURE 6 SCHÉMA REPRÉSENTANT L’ÉLIMINATION DES MPs DANS UNE STEP (SUN ET AL.2019) MENTIONNÉE PRÉCÉDEMMENT**

Au niveau répartition des points de prélèvement, le graphique en Figure 33 montre que près de 45 % des prélèvements ont été réalisés après le dégrilleur (3), 25 % après le relevage (2) et 25 % au niveau des déshuileurs/désableurs (4). A moindre répétitions, les eaux brutes (IN) ont été prélevées à l’entrée de la STEP (5%) (1).



**FIGURE 33 : RÉPARTITION DES POINTS DE PRÉLÈVEMENT DES EAUX BRUTES (IN)**

Pour les prélèvements des effluents (OUT), 18 % ont été réalisés au niveau du clarificateur et 82 % au niveau de la rigole de sortie. Les photos en Figure 34 montrent les points de prélèvements IN et OUT pour la STEP référencée MOU.



**FIGURE 34 : PHOTOS POINTS DE PRÉLÈVEMENT POUR LA STEP MOU : EAUX IN PRÉLÈVEMENT DÉGRILLEUR ET EAUX OUT AU NIVEAU DE LA SORTIE**

Les prélèvements de boue se font sur le tas de manière aléatoire avant que la matière soit répartie dans les sacs « zip » en aluminium. Les boues sont majoritairement stockées sous abri dans des conteneurs ou en tas comme l'illustre la Figure 35.



FIGURE 35 : PHOTOS STOCKAGE DE BOUE DE STEPS AMA ET WVR

Les boues prélevées sont soit déshydratées et chaulées, soit déshydratées ou brutes. Le graphique représenté en Figure 36 montre la répartition entre les différents états des boues prélevées.

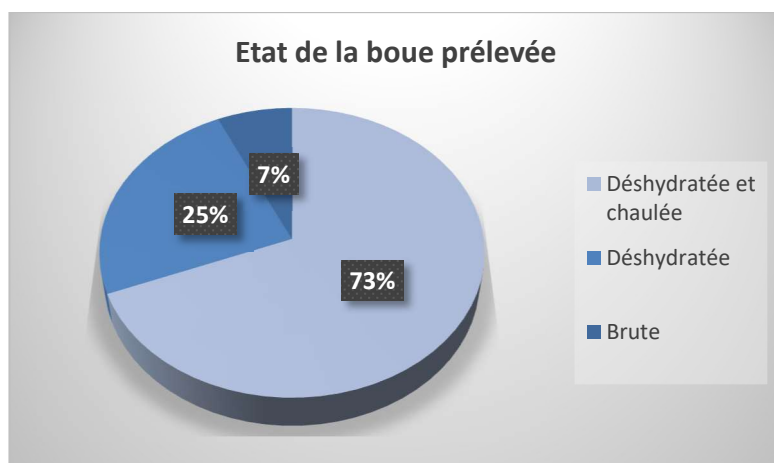
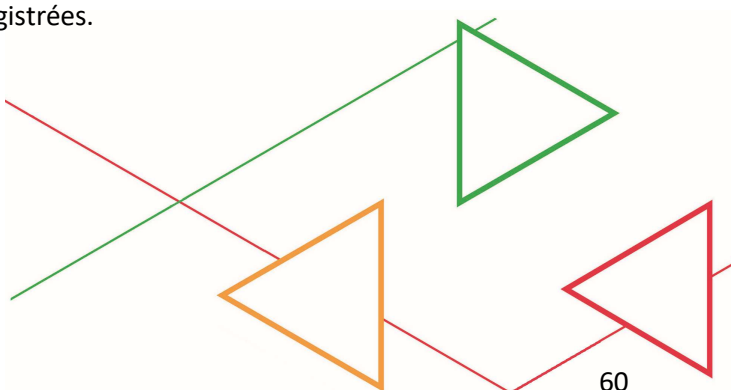


FIGURE 36 : RÉPARTITION DU TRAITEMENT DES BOUES STOCKÉES ET PRÉLEVÉES POUR LE PROJET

### Conditions météorologiques des jours de prélèvements

Les jours de prélèvements, les données météorologiques sont recueillies afin de déterminer si le prélèvement a été réalisé lors d'un temps qualifié de sec ou un temps qualifié humide.

Le site internet consulté pour obtenir les données météorologiques est le site d'hydrométrie de la Wallonie (<https://hydrometrie.wallonie.be/>). En fonction du lieu de prélèvement, les données de la station météorologique la plus proche sont enregistrées.



L'étude de nos homologues flamands (Vercauteren, 2021) a défini les périodes humides et sèches de cette manière :

- Période humide : hauteur de précipitation > 5 mm cumulés le jour avant le prélèvement
- Période sèche : hauteur de précipitation < 0.2 mm cumulés les deux jours avant le prélèvement

Dans le cadre du projet, les définitions ci-dessous sont prises en compte :

- Période humide : hauteur de précipitation > 5 mm cumulés le jour avant le prélèvement
- Période sèche : hauteur de précipitation < 5 mm cumulés les deux jours avant le prélèvement
- Période orageuse : hauteur de précipitation > 40 mm le jour avant le prélèvement

La Figure 37 montre la répartition des données de temps sec et de temps humide pour les prélèvements saisonniers et les prélèvements ponctuels. On observe une répartition équitable entre les périodes sèches et les périodes humides avec dans le cas des prélèvements ponctuels une période de prélèvement en période orageuse de l'ordre de 18%.

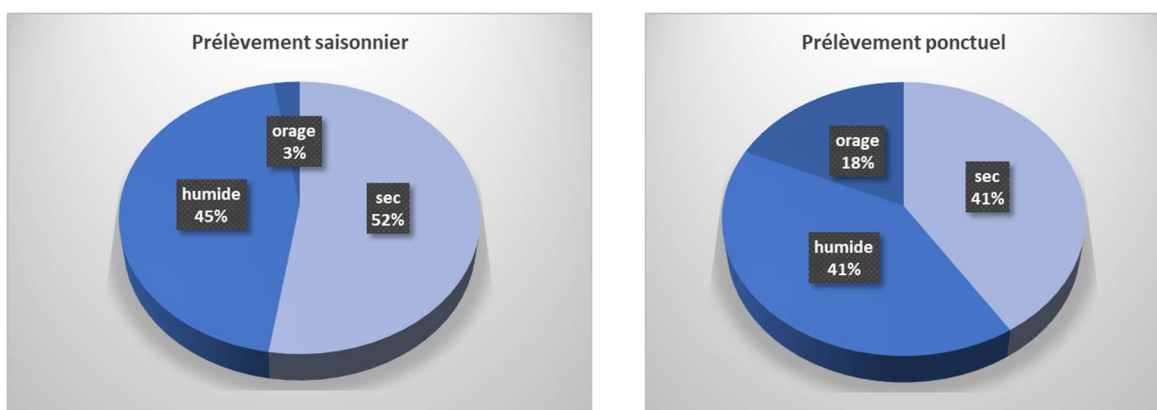


FIGURE 37 : RÉPARTITION DES PRÉLÈVEMENTS RÉALISÉS EN PÉRIODE SÈCHE, HUMIDE ET ORAGEUSE POUR LES PRÉLÈVEMENTS SAISONNIER ET PONCTUEL

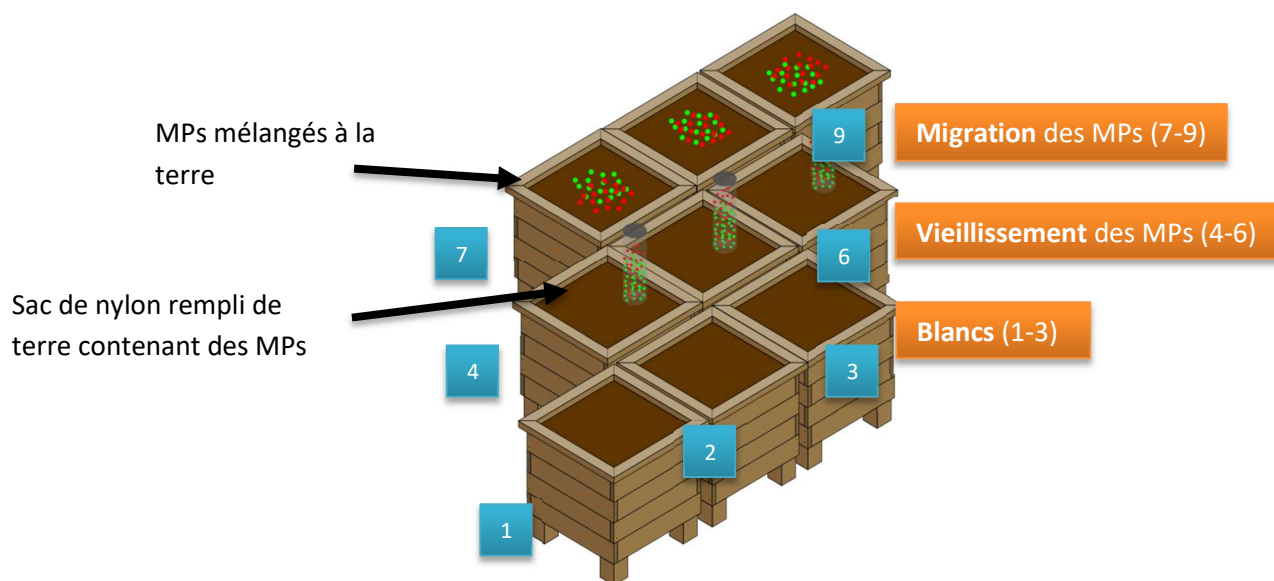
## 2.5. Valorisation agricole des boues de STEP : essais par microcosme

Les boues des STEP sélectionnées dans le plan d'échantillonnage sont valorisées en agriculture. Un objectif complémentaire du projet est d'évaluer le devenir des MPs dans les sols. Pour se faire un microcosme a été créé à partir de carrés potagers pour simuler l'amendement d'un sol en boue de STEP.

Le plan d'expérience est réalisé sur une durée de 18 mois et a pour objectifs d'évaluer :

- Le vieillissement des MPs
- La migration verticale des MPs

La Figure 38 reprend le schéma du plan expérimental du vieillissement et de la migration des MPs.

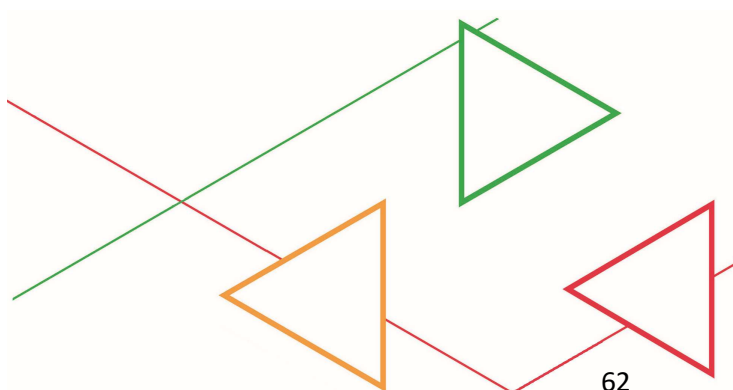


**FIGURE 38 : PLAN D'EXPÉRIENCE : VIEILLISSEMENT ET MIGRATION DES MPs**

Les neuf microcosmes sont représentés en Figure 39 par neuf bacs potager en cours d'installation et en cours de culture.



**FIGURE 39 : PHOTOS DES BACS POTAGER EN COURS D'INSTALLATION ET EN COURS DE CULTURE**



## Sol utilisé

Chaque bac contient un volume de 0.74 m<sup>3</sup> de terre. La terre utilisée est une terre arable grossière fournie par un terrassier. Comme l'illustre la Figure 40, la terre utilisée n'est pas exempte de contaminants (graviers, macroplastiques, débris de verre...). Des vers de terre de type « épigés » (qui vivent dans les strates supérieures) ont été ajoutés dans chaque bac afin de recréer un sol « vivant ».



FIGURE 40 : CONTAMINANTS RETROUVÉS DANS LA TERRE UTILISÉE DANS LES BACS POTAGER

Les données de caractérisation de la terre sont reprises dans le Tableau 12. Il s'agit de la moyenne des résultats des prélèvements réalisés dans les neuf bacs.

TABLEAU 12 : CARACTÉRISATION DE LA TERRE DES BACS

Terre des bacs	
Matière sèche (%)	85,7
Matière organique (%)	10.92
C (%)	0.28
N (%)	3.86
S (%)	0.12
H (%)	0.32
C/N (%)	13.6

## Boue utilisée pour l'amendement

Pour simuler l'amendement des sols par les boues de STEPs, une quantité en excès de boue a été ajoutée à chaque bac. L'arrêté du Gouvernement wallon du 12 janvier 1995 (AGW, 1995) portant sur la réglementation de l'utilisation sur ou dans les sols des boues d'épuration ou de boues issues de centres de traitement de gadoues de fosses septiques (M.B. 12.04.1995) stipule qu'un maximum de 6T de matière sèche par ha peut être épandu sur une période de 3 ans. L'expérience se déroule sur une période de 18 mois, ce qui correspond à 0,3 kg de matière sèche par m<sup>2</sup>. 9 kg de boue correspondant à environ 2 kg de matière sèche ont été ajoutés par bac de 0,74 m<sup>2</sup>. L'excès de boue ajouté est donc proche de 10 x la dose recommandée par l'AGW du 12 janvier 1995.

Le sol contenu dans les bacs 1-2-3 de la Figure 38 sont exempts de boue, ils servent de blanc référence à l'expérience.

Les données de caractérisation de la boue sont reprises dans le Tableau 13 . Il s'agit de la moyenne des résultats des prélèvements réalisés dans les sept seaux de boue utilisés.

**TABLEAU 13 : CARACTÉRISATION DE LA BOUE D'AMENDEMENT**

Boue pour amendement	
Matière sèche (%)	19,2
Matière organique (%)	78,8
C (%)	6,5
N (%)	34,8
S (%)	0,76
H (%)	2,8
C/N	5,4

### Choix des MPs

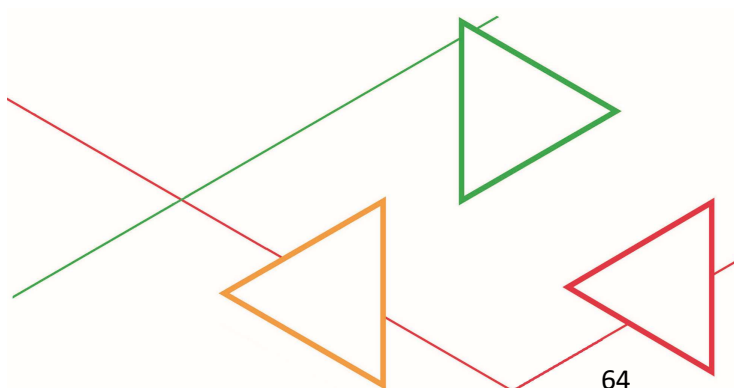
Des MPs ont été ajoutés aux différents microcosmes afin de réaliser les tests de vieillissement et migration. Ces MPs sont :

- Microbilles de PE bleues de dimension moyenne 425 µm
- Microbilles de PE orange de dimension moyenne 300 µm
- MPs (fragments) PEHD vert de dimension de 150 à 250 µm
- MPs (fragments) PVC gris de dimension de 250 à 500 µm
- MPs (fragments) PP rouge de dimension de 250 à 500 µm
- MPs (fragments) PS blanc de dimension de 200 à 300 µm

Pour le test de vieillissement des MPs (fragments) PET de dimension > 1 mm ont été ajoutées en complément.

### Choix des cultures

Trois types de végétaux ont été plantés dans les différents bacs pour créer les microcosmes : un mélange de fleurs, du maïs et du seigle. Ces trois variétés de plantes sont communément cultivées en Wallonie. Le sol des bacs 1, 4 et 7 de la Figure 38 sont semés avec les graines de fleurs, le sol des bacs 2, 5 et 8 de la Figure 38 sont semés avec les graines de seigle et le sol des bacs 3, 6 et 9 de la Figure 38 sont semés avec les graines de maïs.



## 3. Résultats

### 3.1. Analyses réalisées sur les échantillons des STEPs

Toutes les STEPs ont été prélevées comme le prévoyait le plan d'échantillonnage.

Par contre, tous les échantillons n'ont pu être traités, observés et analysés. La durée de certains tests couplée à la disponibilité modérée de certains équipements a conduit à devoir faire des choix quant aux échantillons traités.

Dans un premier temps, afin d'évaluer la contamination des échantillons lors de leur prélèvement et leur préparation, 6 échantillons de blanc terrain ont été observés au microscope (fraction > 100 µm) et 6 échantillons de blanc laboratoire ont été analysés avec le microFTIR (fraction 20 à 200 µm). Pour les eaux brutes (IN), 8 échantillons ont été observés au microscope (fraction > 100 µm) et 5 échantillons ont été analysés avec le microFTIR (fraction 20 à 200 µm). Ensuite, pour les effluents, 9 échantillons ont été observés au microscope (fraction > 100 µm) et 50 échantillons ont été analysés avec le microFTIR (fraction 20 à 200 µm). Concernant les échantillons de boue, 50 ont été caractérisées, 8 échantillons ont été observés au microscope (fraction > 100 µm) et 4 échantillons ont été analysés avec le microFTIR (fraction 20 à 200 µm).

En complément, ces données ont permis d'évaluer le traitement des MPs par les STEPs par l'élaboration de plusieurs bilans :

- Pour la fraction des MPs supérieurs à 100 µm dans les prélèvements saisonniers d'une STEP.
- Pour la fraction des MPs supérieurs à 100 µm dans les prélèvements ponctuels de 5 STEPs.
- Pour la fraction des MPs supérieurs à 100 µm dans les prélèvements ponctuels de 5 STEPs incluant les boues de ces STEPs

Comme ce sera expliqué plus loin dans le rapport, les données obtenues lors des analyses microFTIR ont montré des valeurs souvent proches ou en dessous de la limite de quantification. Ces données ne nous ont donc pas permis de réaliser des bilans des STEPs pour des MPs de 20 à 200 µm.

### 3.2. Traitement des données des STEPs

Les données sont représentées graphiquement selon plusieurs façons dont les classiques en bâtons et camembert mais également sous forme de boîtes à moustaches ou « *box-plot* ». Ces graphiques sont utilisés pour représenter de façon simplifiée la distribution des résultats obtenus. Les informations reprises sur ces graphiques sont les suivantes :

- Médiane (barre horizontale à l'intérieur de la boîte) ;
- Moyenne (croix) ;
- Quartiles Q1 (P25) et Q3 (P75) (bords inférieur et supérieur de la boîte) ;
- Extrémités des moustaches (1,5 fois l'espace interquartile –  $[Q3 + 1,5 * (Q3 - Q1)]$  et  $[Q1 - 1,5 * (Q3 - Q1)]$ ) ;

- Valeurs « hors norme » ou « *outliers* » (points isolés en-dehors des extrémités des moustaches).

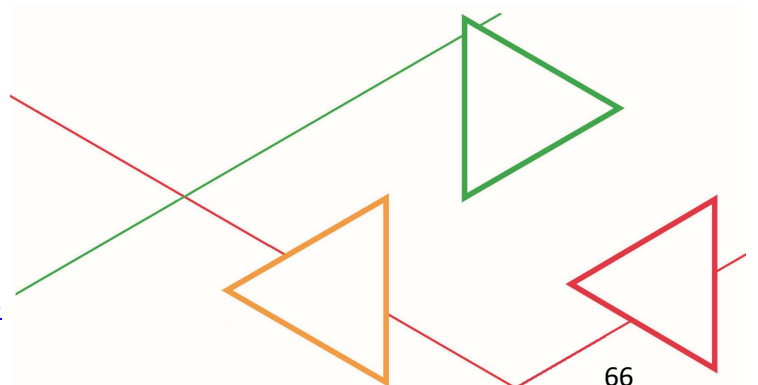
### 3.2.1. Caractérisation des boues

Chaque échantillon de boues prélevé a été caractérisé selon les méthodes appliquées couramment aux laboratoires selon les normes en vigueur. Les paramètres analysés sont les suivants :

- Taux de matière sèche (MS)
- pH
- Conductivité
- Matière organique
- Fraction du taux de carbone sur le taux d'azote (C/N)

L'objectif de cette caractérisation est d'une part de mettre en évidence les différences entre chaque boue. Ces différences peuvent influencer le traitement des échantillons en vue de leur observation au microscope et de leur analyse au microFTIR. D'autre part, ces données pourront éventuellement être mise en corrélation avec les données recueillies en quantité de MPs. Les données de caractérisation des boues prélevées se trouve en Annexe 8 de ce rapport.

La Figure 41 reprend les graphiques illustrant les variations des caractéristiques des boues prélevées en fonction des STEPs. Les données de MS des boues varient entre 11,3 à 51,6 % avec une valeur médiane de 24,89%. Pour les valeurs de pH, elles se trouvent entre 5,9 et 12,6. La médiane des résultats se trouve à 8,3. La conductivité se trouve entre 2,27 et 16,50 mS/cm avec pour médiane 5,43 mS/cm. Le taux de MO fluctue de manière importante entre 31,2 à 85,7% de MO. La médiane des données de MO est égale à 59,9%. Concernant les rapports C/N obtenus, ils se trouvent entre 3,25 et 8,47 avec une médiane de 7,19.



Variation des données de caractérisation en fonction des boues prélevées.

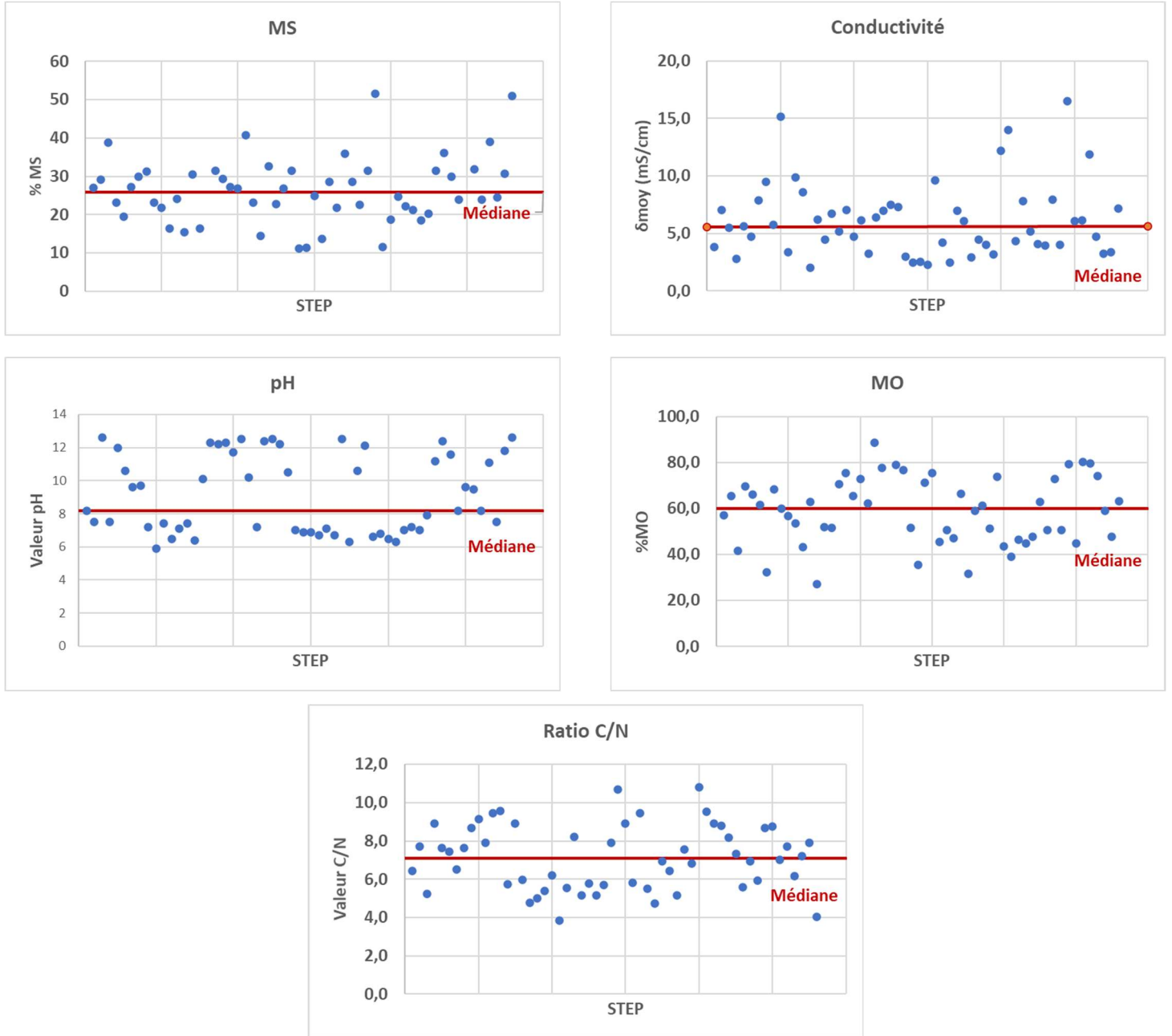
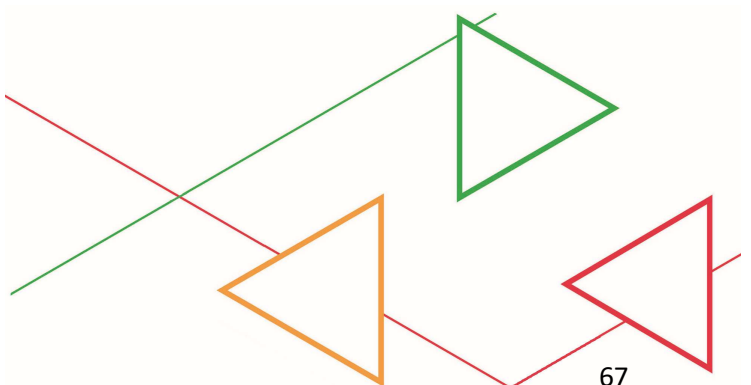


FIGURE 41 : REPRÉSENTATION GRAPHIQUE DE LA VARIATION DE LA MATIÈRE SÈCHE, DU pH, DE LA CONDUCTIVITÉ, DE LA MATIÈRE ORGANIQUE ET DU RATIO C/N DES BOUES PRÉLEVÉES



Concernant plus particulièrement le taux de MO, ce paramètre peut fluctuer de manière importante dans une même STEP comme le montre la Figure 42. Il s'agit des données de MO pour une même STEP prélevée quatre fois sur une période de 15 mois. On constate que les boues des STEPs de QUI et AVE présentent une MO relativement constante durant les 15 mois de prélèvement. Par contre, les boues des autres STEPs présentent une variation qui peut atteindre plus de 30 % au cours de cette même période.

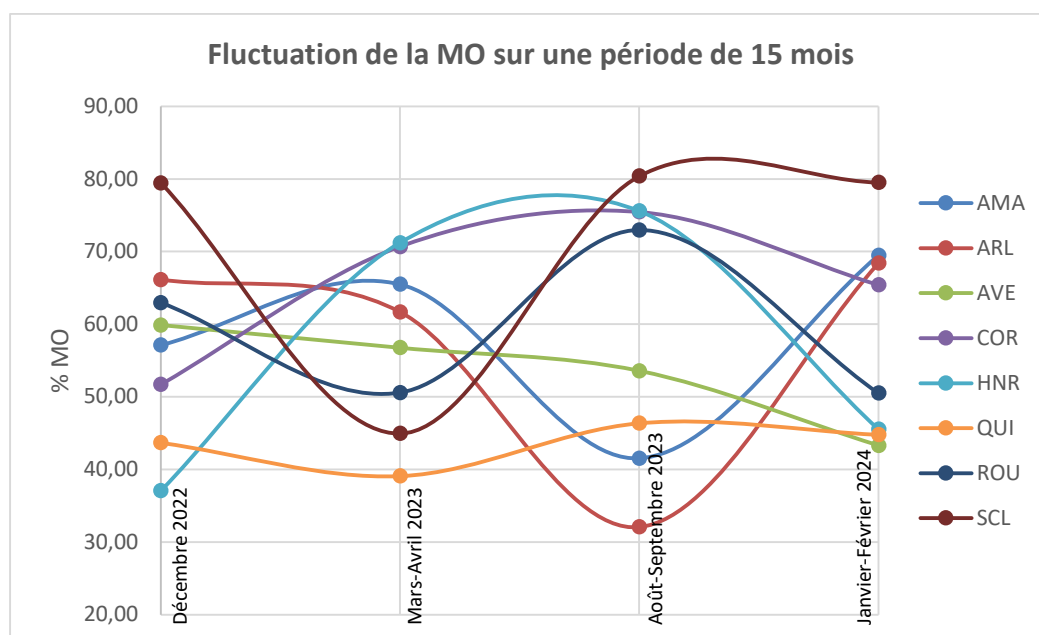


FIGURE 42 : GRAPHIQUE DE LA FLUCTUATION DU TAUX DE MO LORS DES PRÉLÈVEMENTS SAISONNIERS DES STEPS

### 3.2.2. Blancs échantillons

Deux types de blanc échantillons ont été testés durant le projet : le blanc terrain et le blanc laboratoire.

Comme mentionné dans la section 2.4, le blanc terrain est une bouteille témoin remplie d'un litre d'eau déminéralisée. Cette bouteille est emmenée lors de chaque tournée de prélèvement, elle est maintenue ouverte pendant la durée du prélèvement. Ces blancs terrain ont permis de déterminer la contamination lors du prélèvement.

Le blanc laboratoire est un béccher d'eau déminéralisée qui est traitée en parallèle et de la même manière que les échantillons réels. Ces blancs laboratoire ont permis de déterminer l'éventuelle contamination par les réactifs ou l'air ambiant lors du traitement des échantillons en laboratoire.

#### Blanc terrain : particules > 100µm

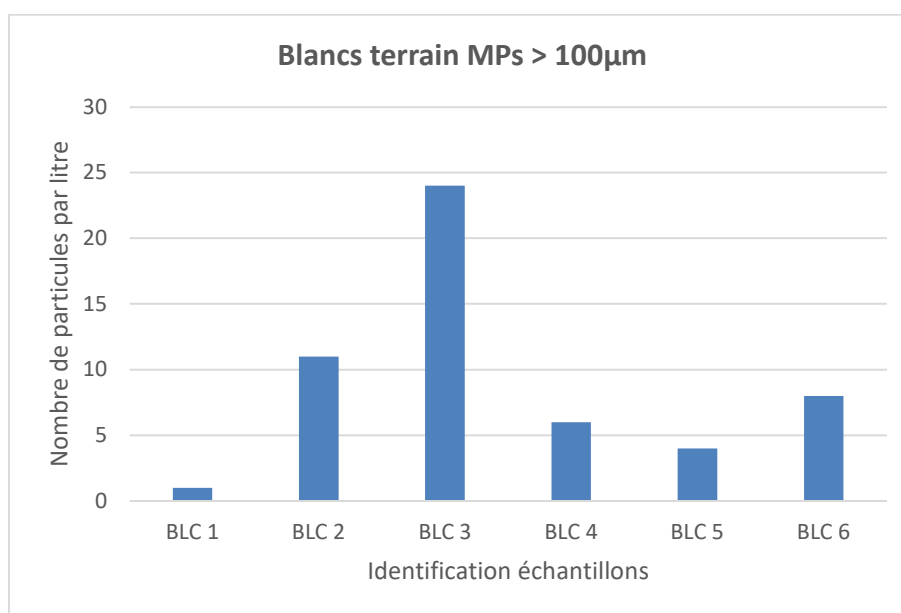
Six blancs terrain ont été filtré (section 2.1) et observés au microscope selon le protocole d'identification (section 2.2.1). Lors des observations, aucune trace de fragment de gants verts utilisés lors des prélèvements de taille supérieure à 100 µm n'a été détectée.

Le Tableau 14 reprend les données obtenues par observation au microscope des MPs dans les blancs terrain.

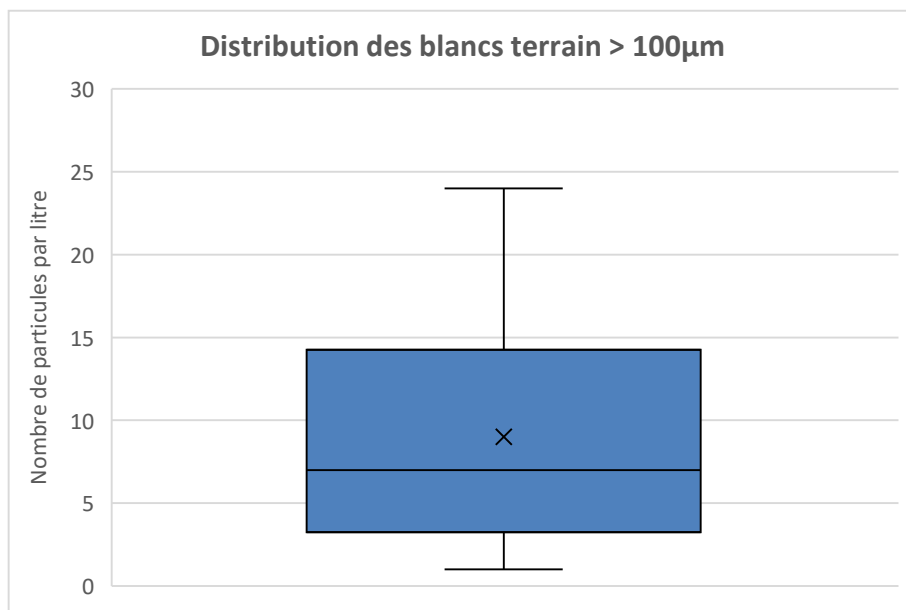
**TABLEAU 14 : NOMBRE DE MPs CONTENUS DANS LES BLANCS TERRAIN OBSERVÉS AU MICROSCOPE**

	Nombre de MPs par litre >100µm
BLC 1	1
BLC 2	11
BLC 3	24
BLC 4	6
BLC 5	4
BLC 6	8
<b>Moyenne</b>	<b>9</b>
<b>Médiane</b>	<b>7</b>
<b>Ecart-type</b>	<b>8</b>

La Figure 43 présente les résultats individuels pour chaque blanc terrain analysé. La Figure 44 montre la distribution du nombre de particules de taille supérieure à 100 µm dans les blancs terrain. La moyenne des 6 blancs terrain est de 9 particules par litre observées et la médiane de 7 particules par litre observées. Ces données sont proches des données recueillies par M.T Sturm publiée en 2023 à savoir 5 particules par litre de MPs en moyenne dans les blancs terrain (Sturm M. T., 2023). Les figures représentées montrent une étendue faible des résultats avec une valeur maximale de 24 particules observées par litre.

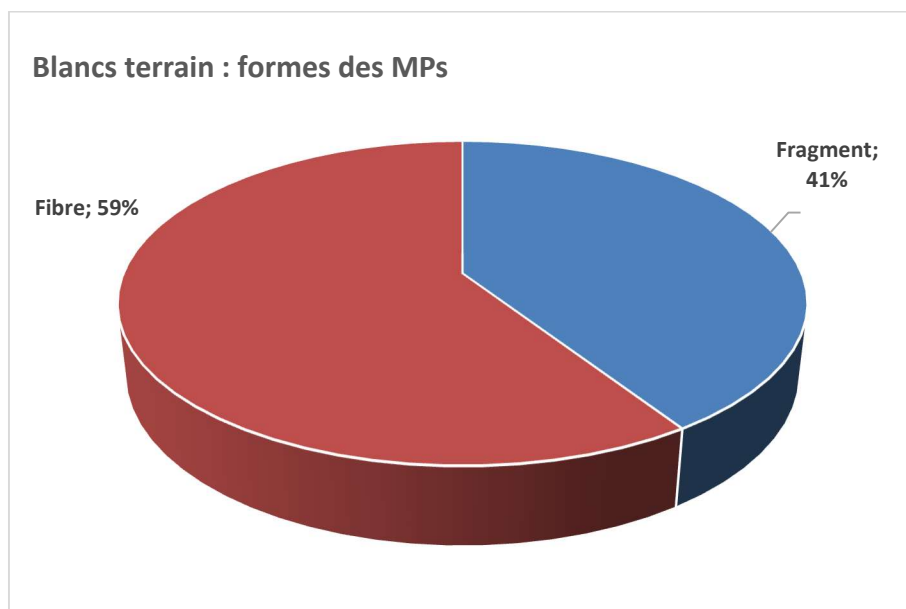


**FIGURE 43 : RÉPARTITION DES MPs PAR TAILLES OBSERVÉES AU MICROSCOPE POUR LES BLANCS TERRAIN**



**FIGURE 44 : DISTRIBUTION DES RÉSULTATS DES BLANCS TERRAIN**

L'observation au microscope a permis de définir les proportions des différentes formes de MPs. Comme l'illustre la Figure 45, les particules se répartissent entre des fibres (59%) et des fragments (41%).



**FIGURE 45 : RÉPARTITION DES MPs PAR FORMES OBSERVÉES PAR LA MÉTHODE AU MICROSCOPE POUR LES BLANCS ÉCHANTILLONS**

Les MPs observées sont majoritairement transparents (51%), de couleur grise (27%), de couleur noire (11%) ou de couleur jaune (10%). Les autres couleurs présentent en très faible quantité sont le bleu, le rouge et le vert. La Figure 46 montre la répartition des différentes couleurs observées. La Figure 47 illustre l'observation de fragments jaunes et transparents. Ces observations ont été réalisées au microscope à la lumière blanche sans le programme du compteur d'étoile car celui-ci ne dénombre que les particules fluorescentes et donc ne différencie pas les couleurs des MPs.

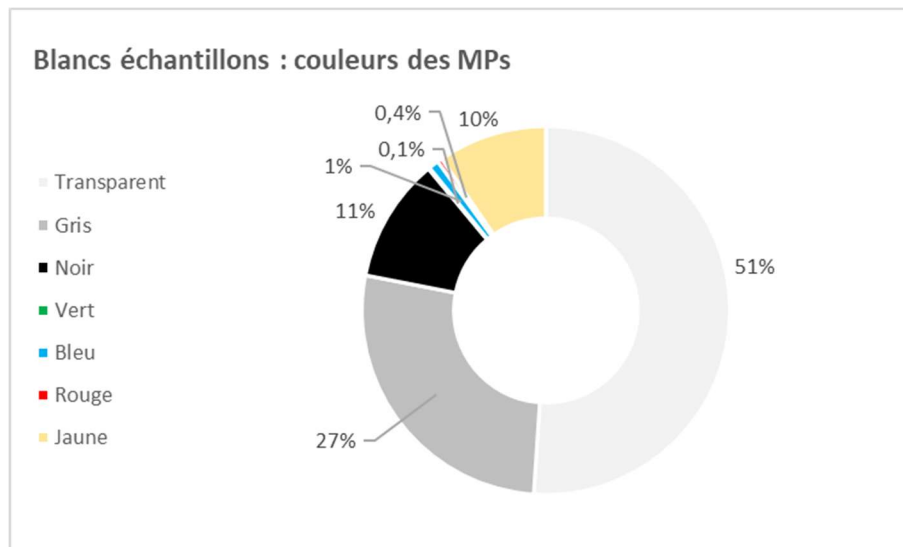


FIGURE 46 : RÉPARTITION DES MPs PAR COULEUR OBSERVÉES AU MICROSCOPE POUR LES BLANCS ÉCHANTILLONS

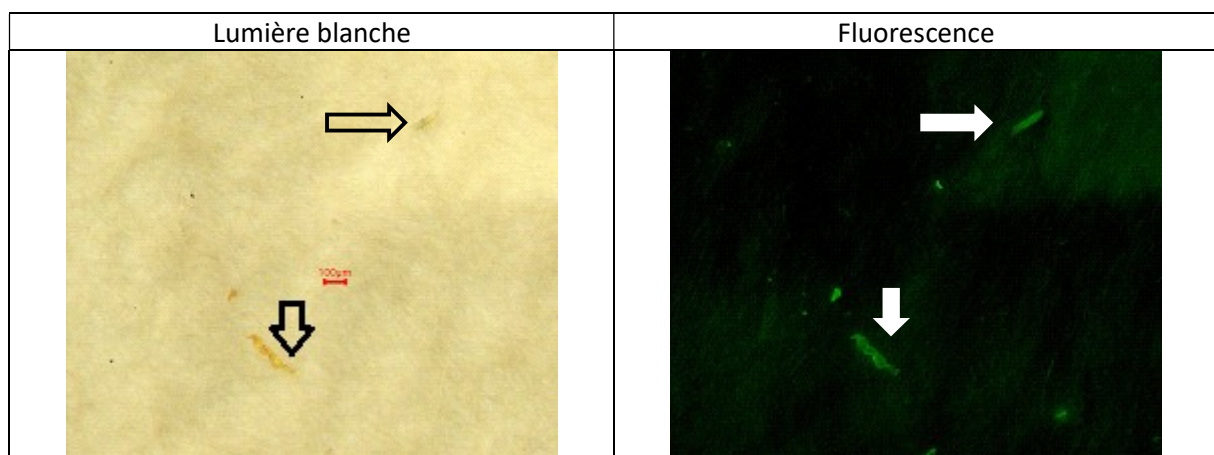
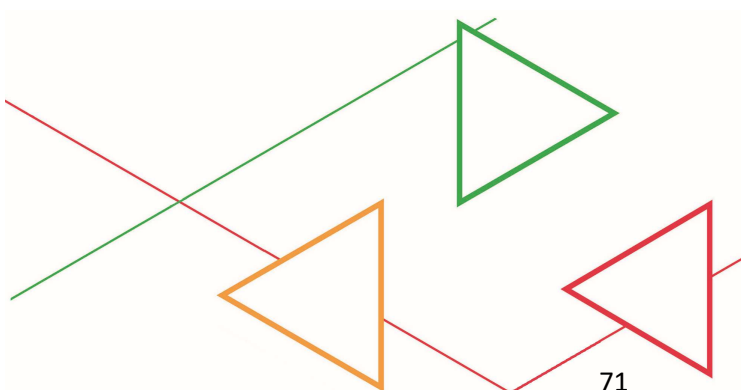


FIGURE 47 : EXEMPLE D'OBSERVATION SOUS LUMIÈRE BLANCHE ET SOUS FLUORESCENCE DE FIBRE ET FRAGMENT JAUNE OU TRANSPARENT

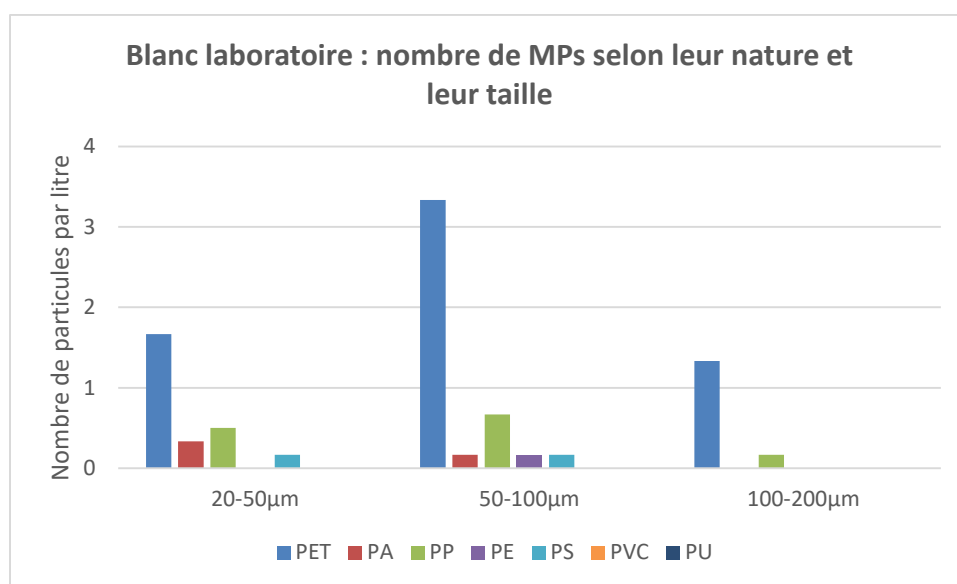


### Blanc laboratoire : particules de 20 à 200 µm

Les blancs laboratoire ont été analysés par microFTIR selon le protocole décrit dans la section 2.2.2. L'objectif est d'évaluer le taux de contamination lors des manipulations des échantillons au laboratoire. Le Tableau 15 reprend les données moyennes de 6 blancs laboratoire obtenues en fonction de la nature des MPs et de leurs tailles. La Figure 48 illustre ces données. Le nombre de particules détectées est très faible avec un maximum de 3 particules de PET par litre de taille de 50 à 100 µm. Pour les particules de PA, PE, PS, PVC ou de PU très peu ont été détectées avec des valeurs moyennes inférieures à 1 ou nulles.

**TABLEAU 15 : NOMBRE DE MPs MOYENS CONTENUS DANS LES BLANCS LABORATOIRES ANALYSÉS PAR MICROFTIR**

	Nombre moyen de MPs de 20 à 200 µm par litre de blanc						
	PET	PA	PP	PE	PS	PVC	PU
20-50µm	1,7	0,3	0,5	0,0	0,2	0,0	0,0
50-100µm	3,3	0,2	0,7	0,2	0,2	0,0	0,0
100-200 µm	1,3	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0
<b>Total</b>	<b>6</b>	<b>0</b>	<b>1</b>	<b>0</b>	<b>1</b>	<b>0</b>	<b>0</b>
<b>Total MPs &lt; 200 µm</b>	<b>8</b>						



**FIGURE 48 : NOMBRE MOYEN DE MPs DES BLANCS LABORATOIRE SELON LEURS NATURES ET LEURS TAILLES**

### Conclusion sur les blancs

Que ce soit les blancs terrain ou les blancs laboratoires, on constate que la contamination est limitée avec en moyenne 9 particules par litre > 100 µm et 8 particules par litre pour les tailles entre 20 et 200 µm. Ces données sont proches des données recueillies par M.T Sturm publiée en 2023 à savoir 5 particules de MPs en moyenne dans les blancs terrain (Sturm M. T., 2023). Les valeurs obtenues en PET, PA et PP ont également été observées dans les échantillons de blancs lors de l'essai

interlaboratoire Quasimeme DE17-2024 décrit à la section 2.2.2. Cela confirme une bonne protection contre la contamination de l'air ambiant du laboratoire.

La présence de particules dans les blancs terrain peut s'expliquer d'une part par des particules présentes initialement dans les bouteilles, et d'autre part par leur manipulation tout au long de la journée de prélèvement. En effet, la bouteille est ouverte et refermée plusieurs fois, même au sein d'une STEP entre les différents points de prélèvement, le bouchon est posé à côté de la bouteille (par terre dans la plupart des cas), et les gants portés se salissent au fur et à mesure du prélèvement.

Au vu de ces constats, on peut affirmer que les mesures de précaution décrites en section 2.4 et appliquées lors du processus sont efficaces même si de faibles contaminations ne sont pas totalement évitables.

Les données des blancs terrain et des blancs laboratoire ont permis d'estimer une valeur de limite de quantification (LQ) pour la méthode d'observation au microscope et pour la méthode d'analyse microFTIR. En effet, selon les travaux de Meyer (Meyers, 2024) pour la méthode d'observation au rouge du Nil, la limite de quantification est égale à la valeur de la moyenne des blancs. Dans notre cas, il s'agit de 9 particules de MPs par litre. La version en draft de la norme ISO/WD 16094-2 : 2022 relative à l'analyse vibrationnelle reprenant la méthode microFTIR mentionne également que la limite de quantification de la méthode est égale à la valeur du blanc obtenue. Dans notre cas, il s'agit de 8 particules de MPs par litre. En complément pour la méthode d'analyse par microFTIR, on a pu différencier la LQ par type de MPs : 6 particules de PET, 1 particule de PP et 1 particule de PS par litre. Pour les autres MPs qui n'ont pas été détectés dans les blancs, on peut considérer comme valides les données de PA, PE, PVC ou de PU lorsqu'elles sont supérieures ou égales à une particule par litre. La suite du projet s'appuie sur ces valeurs pour différencier les valeurs supérieures et inférieures aux limites de quantification obtenues pour les deux méthodes d'analyse.

### 3.2.3. Eaux brutes (IN)

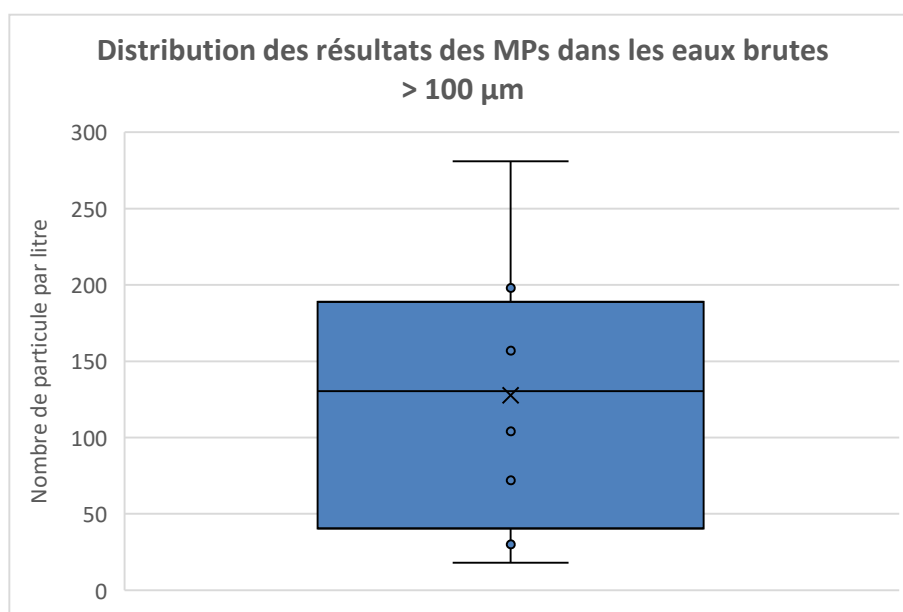
#### Particules > 100 µm

Pour rappel, 5 l sont traités pour les échantillons d'eau brute (IN) afin d'évaluer la quantité de MPs. Les résultats sont reportés en litre.

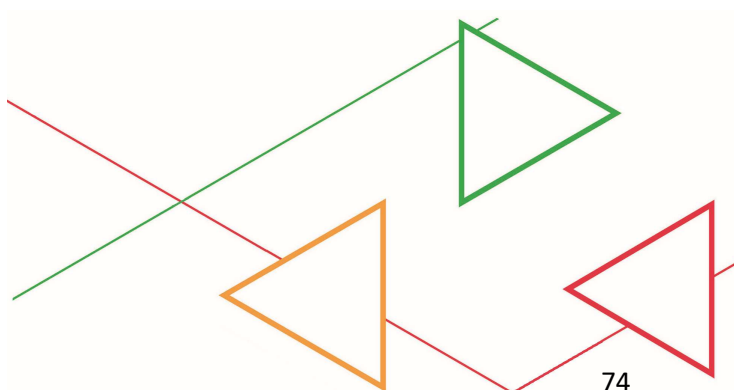
Le Tableau 16 reprend les données obtenues sur 8 STEPs par microscopie optique et traitement des données par compteur d'étoiles (section 2.2.1). La Figure 49 illustre la distribution des MPs dans huit prélèvements d'eaux brutes (IN). La valeur moyenne des 8 STEPs est de 128 particules par litre observées supérieures à 100 µm et la médiane est de 131 particules par litre. Ces données sont proches des données recueillies par B. Isik Kilic publiée en 2025 à savoir 161 particules de MPs par litre de taille supérieure à 300 µm dans les eaux brutes d'une STEP en Turquie (Kilic, 2025). La Figure 50 représente les données de chaque STEP, on observe une valeur maximale de 281 particules par litre pour la STEP GEN1 et une valeur minimale de 18 particules par litre pour celles de GHI2. Ces valeurs sont toutes supérieures à la limite de quantification établie précédemment (LQ = 9).

**TABLEAU 16 : NOMBRE DE MPs OBSERVÉS DANS LES EAUX BRUTES DE 8 STEPS**

	Nombre de MPs par litre >100µm
COR2	30
GEN1	281
GEN3	198
GEN4	72
GHI2	18
MRN	157
NIV	104
WVR	162
<b>Moyenne</b>	<b>128</b>
<b>Médiane</b>	<b>131</b>
<b>LQ</b>	<b>9</b>



**FIGURE 49 : DISTRIBUTION DES RÉSULTATS DES MPs DE TAILLE > 100 µm DANS LES EAUX BRUTES (IN)**



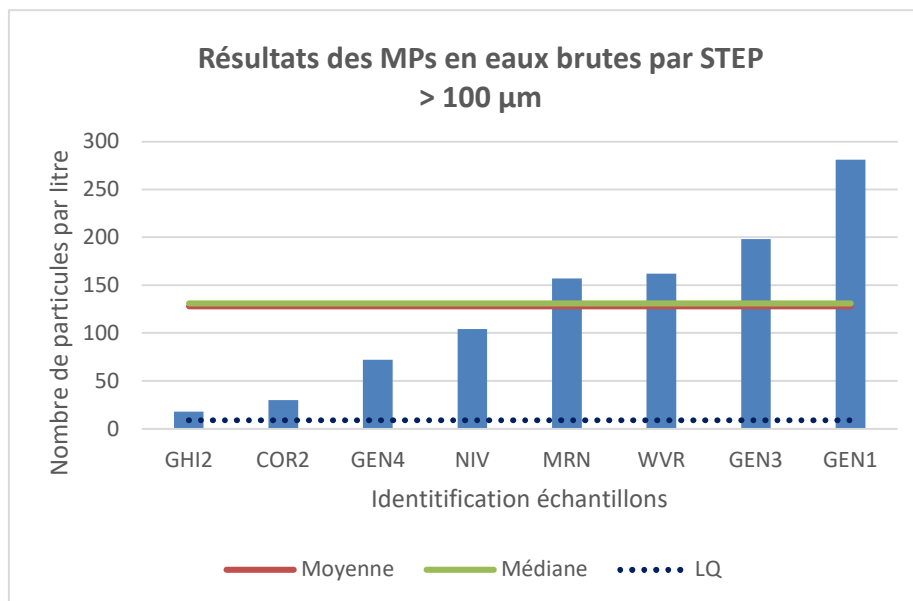


FIGURE 50 : RÉSULTATS DES MPs DE TAILLE > 100 µm DANS LES EAUX BRUTES (IN)

Concernant la proportion des MPs observés au microscope, la majorité des MPs (88%) sont des fragments et 6 % des fibres. Les 6% restant des MPs observées sont des particules sous forme de films, des billes et des plaques (film épais). La Figure 51 illustre cette répartition.

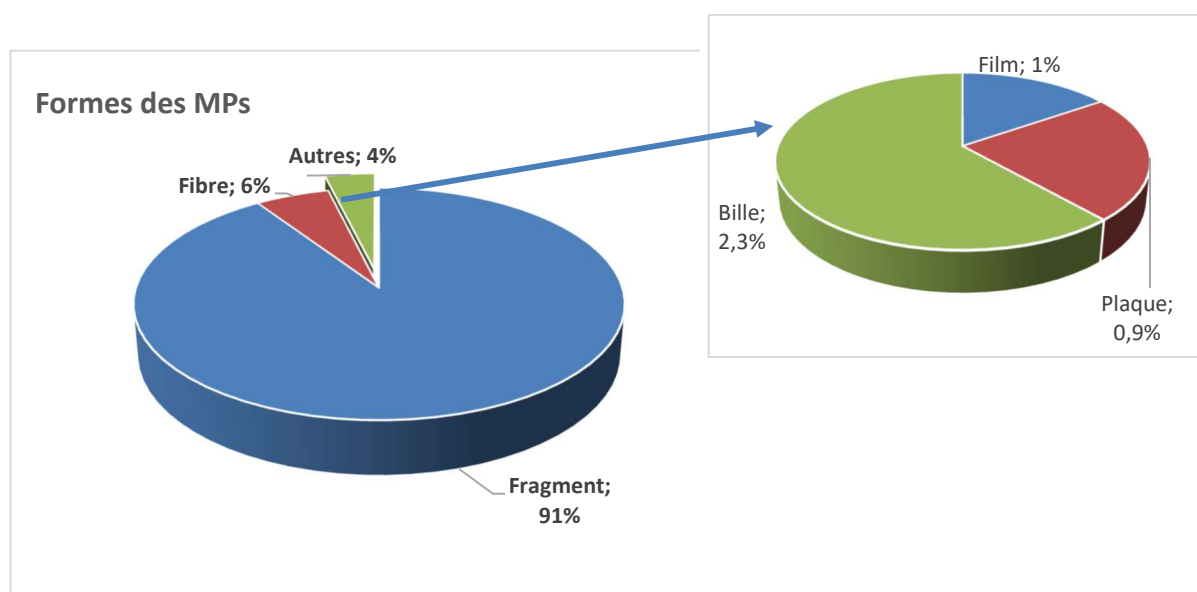


FIGURE 51 : RÉPARTITION DES MPs > 100 µm PAR FORMES POUR LES EAUX BRUTES (IN)

Les MPs observées sont majoritairement transparente (37,8%) et de couleur grise (37,7%). D'autres couleurs observées sont également présentes en moindre proportion : le noir (11%), le brun (3,8%), le rouge (5,1%), le jaune (2,2%), le bleu (2,1%) et le vert (0,3%). La Figure 52 montre la répartition des différentes couleurs observées. La Figure 53 illustre l'observation de fibres, de fragments gris et transparents. Ces observations ont été réalisées au microscope à la lumière blanche sans le

programme du compteur d'étoile car celui-ci ne dénombre que les particules fluorescentes et donc ne différencie pas les couleurs des MPs.

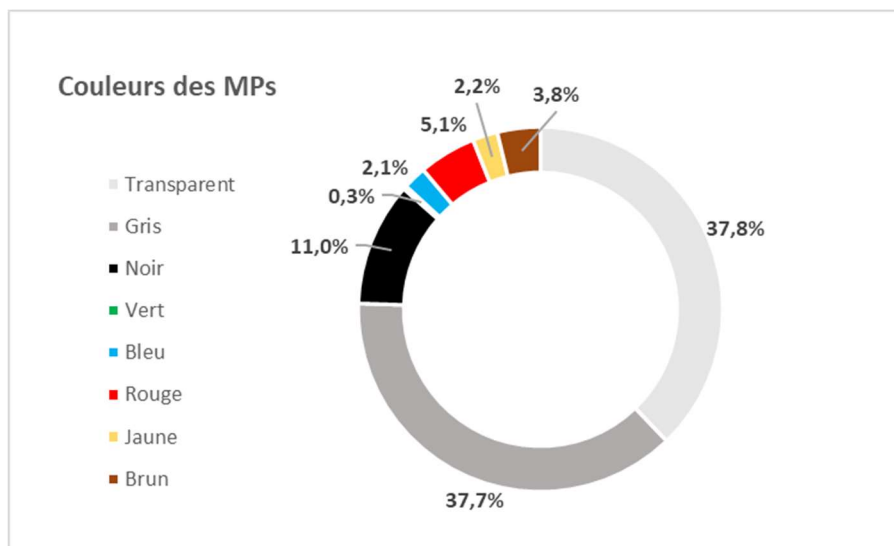


FIGURE 52 : RÉPARTITION DES MPs PAR COULEUR OBSERVÉES AU MICROSCOPE POUR LES EAUX BRUTES

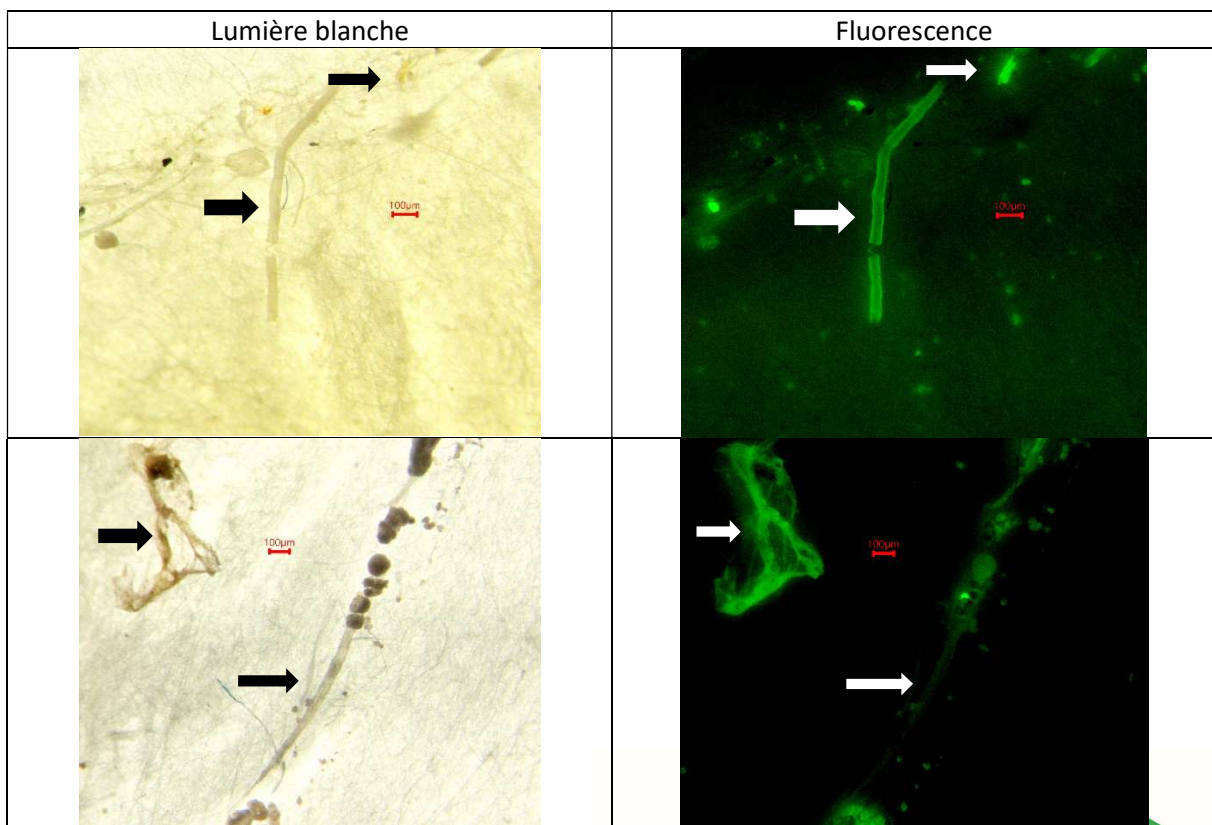


FIGURE 53 : EXEMPLES DE FIBRE ET FRAGMENT GRIS OU TRANSPARENT OBSERVÉS DANS DES EXTRAITS D'EAU BRUTE

## Particules de 20 à 200 µm

Pour rappel, 1 litre d'eau brute est traitée comme décrit à la section 2.2.2 pour analyse au microFTIR.

L'analyse des eaux brutes (IN) par microFTIR a été réalisée sur 5 échantillons. Les données inférieures à 80% de match ont été écartées suite au constat fait lors de la participation à l'essai interlaboratoire (voir section 2.2.2) qui a amené à augmenter le pourcentage de match de 75 à 80%.

Le Tableau 17 reprend les données des MPs dans les eaux brutes (IN) selon leur taille : de 20 à 50 µm, de 50 à 100 µm et de 100 à 200 µm. La Figure 54 représente la distribution des données des MPs dans les eaux brutes (IN). Les valeurs sont très faibles voire nulles avec une valeur maximale de 6 particules par litre pour la STEP d'AWN. Les deux particules détectées de 50-100 µm pour les STEPs de ARL3 et AWN sont des particules de PET. Ces valeurs sont, pour ce type de MPs, inférieures à la LQ établie dans la section 3.2.2. Les 5 particules par litre de PA détectées pour la STEP d'AWN peuvent être prise en compte comme étant supérieure à la LQ définie précédemment. Malgré les faibles valeurs obtenues, il est néanmoins important de mentionner que les valeurs moyennes obtenues par A. Foglia sont de 0,1 à 2 MPs par litre d'eau brute de taille supérieure à 50 µm de stations de traitement d'eaux usées et d'eau de boisson en Italie (Foglia, 2024).

**TABLEAU 17 : NOMBRE DE MPs DE 20 À 200 µm DÉTECTÉ DANS LES EAUX BRUTES**

STEP	Nombre de MPs par litre			TOT
	20-50µm	50-100µm	100-200µm	
ARL3	0	1 (PET)*	0	1
AWN	0	1 (PET)*	5 (PA)	6
GHI3	0	0	0	0
MRL	0	0	0	0
SCL4	0	0	0	0
<b>Moyenne</b>				<b>1,4</b>
<b>Médiane</b>				<b>0</b>
<b>LQ</b>	<i>nd</i>	<b>6</b>	<i>nd</i>	

\*Valeurs inférieures à la LQ

*nd* : non détecté

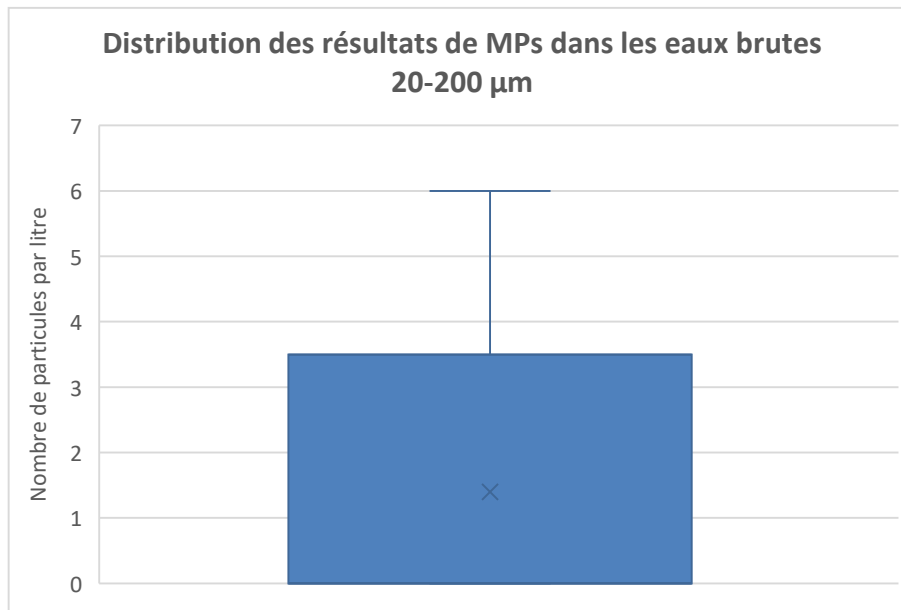


FIGURE 54 : DISTRIBUTION DES RÉSULTATS DE MPs DANS LES EAUX BRUTES DE 5 STEPS

### Conclusions sur les résultats obtenus dans les eaux brutes (IN)

Le nombre de MPs de taille supérieure à 100 µm est beaucoup plus important par rapport au MPs de taille de 20 à 200µm. On observe jusqu'à 200 particules par litre pour les MPs de taille supérieure à 100 µm alors que le maximum observé en MPs de 20 à 200 µm est de 5 particules par litre considérant les valeurs supérieures aux LQ. La détermination des MPs par microFTIR se fait dans un volume de 1 litre. Le traitement de ce faible volume peut engendrer une faible représentativité des résultats obtenus dans ce cas. Néanmoins, la comparaison avec les publications (Kilic, 2025) et (Foglia, 2024) relatives aux MPs trouvés dans des eaux brutes dans le cadre d'études sur des stations de traitement confirme les données obtenues lors de notre étude.

Les MPs observés sont majoritairement de couleur transparente ou grise. Les MPs détectés sont du PA.

### 3.2.4. Effluents (OUT)

La caractérisation des effluents a permis d'évaluer le rejet en MPs des STEPs dans les eaux de surface. Au total, 83 % des effluents (OUT) prélevés ont pu être analysés. Pour la fraction de particules > 100 µm, 9 prélèvements ont été analysés par microscopie optique (section 2.2.1). Pour la fraction de 20 à 200 µm, 50 prélèvements ont été analysés par micro FTIR.

#### Particules > 100 µm

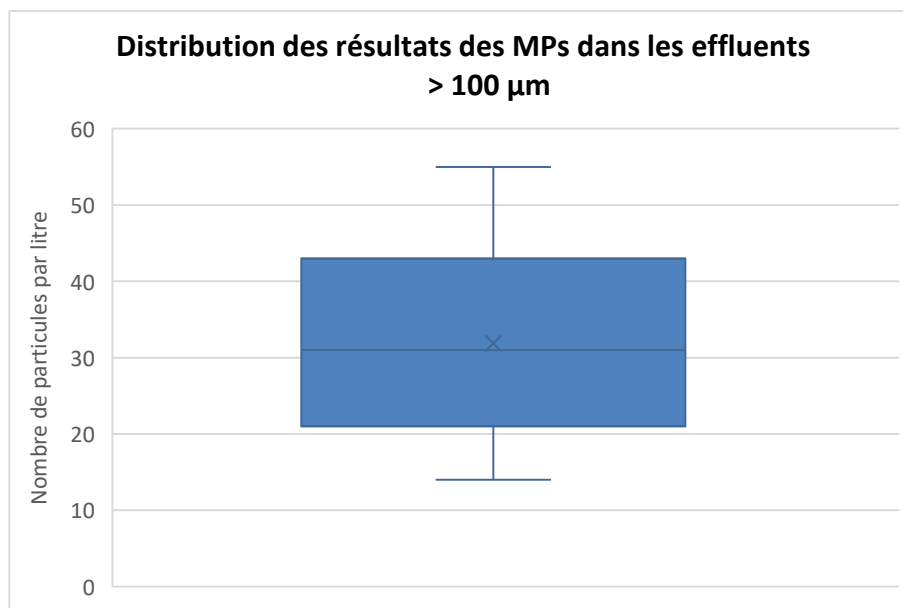
Pour rappel, pour les échantillons d'effluent (OUT), 9 l sont traités pour évaluer la quantité de MPs. Les résultats sont reportés en litre.

Le Tableau 18 reprend les données obtenues sur 9 STEPs par microscopie optique et traitement des données par compteur d'étoiles (section 2.2.1). La Figure 55 représente la distribution des MPs dans neuf prélèvements d'effluents (OUT). La valeur moyenne des 9 STEPs est de 32 particules par litre de

taille supérieure à 100 µm observées pour une valeur médiane de 31 particules par litre. Dans le cas de l'étude de B. Isik Kilic, les quantités de MPs supérieures à 300 µm rencontrés sont plus faibles, de l'ordre de 17 MPs par litre (Kilic, 2025). La Figure 56 représente les données de chaque STEP, on observe une valeur maximale de 55 particules par litre pour la STEP GEN2 et une valeur minimale de 14 particules par litre pour celle de COR2, mais toujours supérieure à la LQ égale à 9.

**TABEAU 18 : NOMBRE DE MPs OBSERVÉS DANS LES EFFLUENTS DE 9 STEPS**

	Nombre de MPs par litre >100µm
COR2	14
GEN1	43
GEN2	55
GEN3	27
GEN4	32
GHI2	25
MRN	17
NIV	43
WVR	31
<b>Moyenne</b>	<b>32</b>
<b>Médiane</b>	<b>31</b>
<b>LQ</b>	<b>9</b>



**FIGURE 55 : DISTRIBUTION DES RÉSULTATS DES MPs DE TAILLE > 100 µm DANS LES EFFLUENTS (IN)**

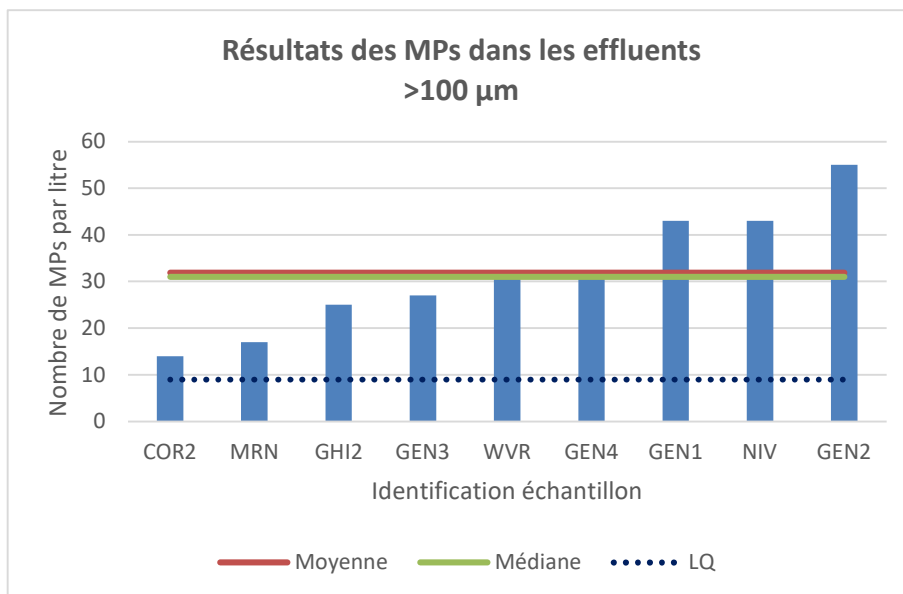


FIGURE 56 : RÉSULTATS DES MPs DE TAILLE > 100 µm DANS LES EFFLUENTS (OUT)

Concernant la proportion des MPs observés au microscope, on reste dans les mêmes proportions que les eaux brutes (IN) avec 81 % de fragments et 17 % de fibres. Les autres formes (microbille, film, ...) sont très peu observées. La Figure 57 illustre cette répartition.

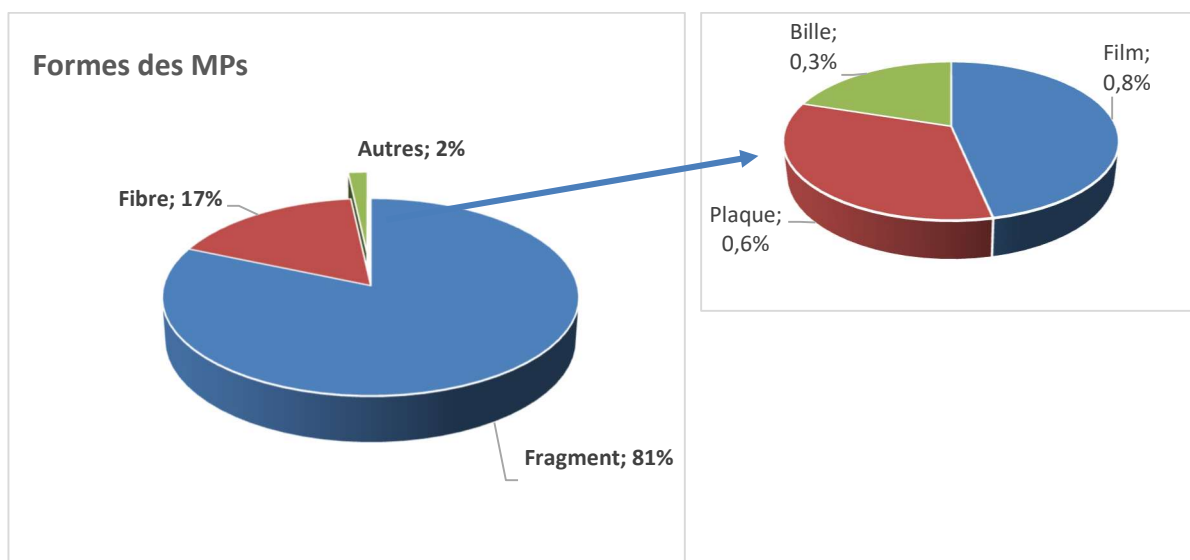


FIGURE 57 : RÉPARTITION DES MPs > 100 µm PAR LEUR FORME POUR LES EFFLUENTS (OUT)

Les MPs observées sont majoritairement de couleur grise (41,1%) ou transparente (44,3%). D'autres couleurs observées sont également présentes en moindre proportion : le noir (7,4%), le bleu (2,0%), le jaune (2,1%), le rouge (1,6%), le brun (0,6%), et le vert (0,8%). Pour rappel, ces observations ont été réalisées au microscope sous lumière blanche et sans l'utilisation du programme compteur d'étoile car celui-ci ne dénombre que les particules fluorescentes et ne différencie donc pas les couleurs des MPs.

La Figure 58 montre un exemple d'une fibre bleue et d'un fragment rouge visible sous lumière blanche et non fluorescents avec le Rouge du Nil (et donc non visible sur la photo de droite).

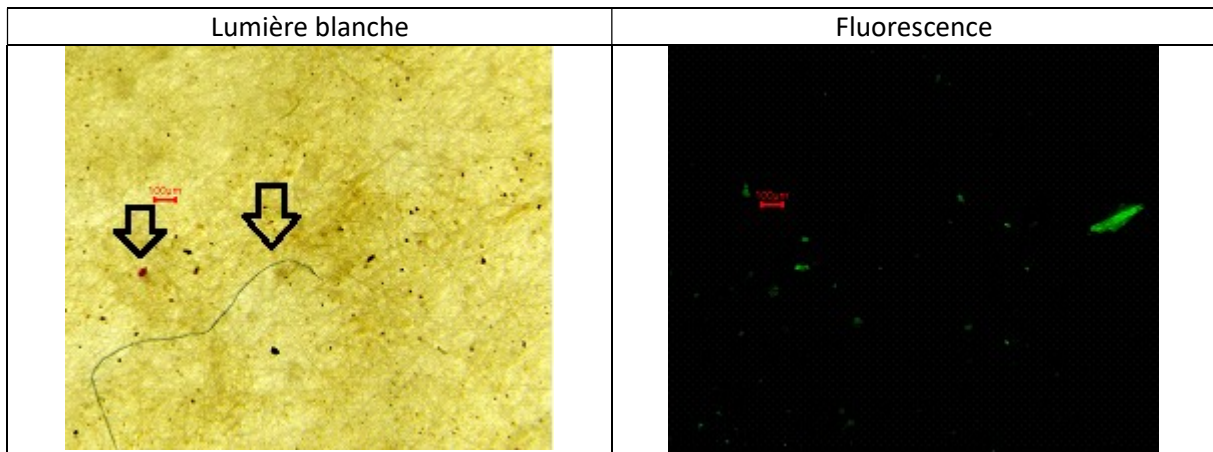


FIGURE 58 : EXEMPLE DE FIBRE BLEUE ET FRAGMENT ROUGE NON FLUORESCENTS OBSERVÉS DANS UN EXTRAIT D'EFFLUENT

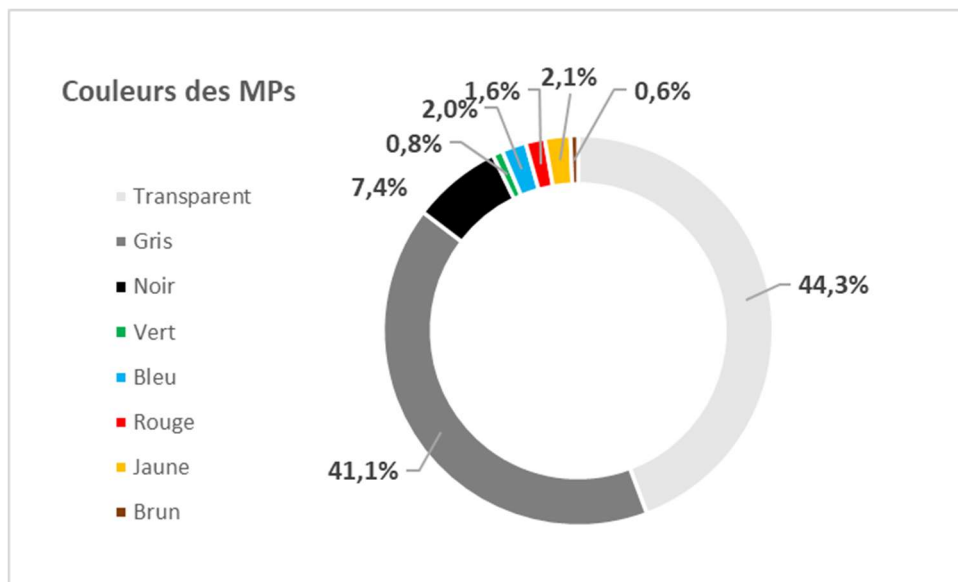
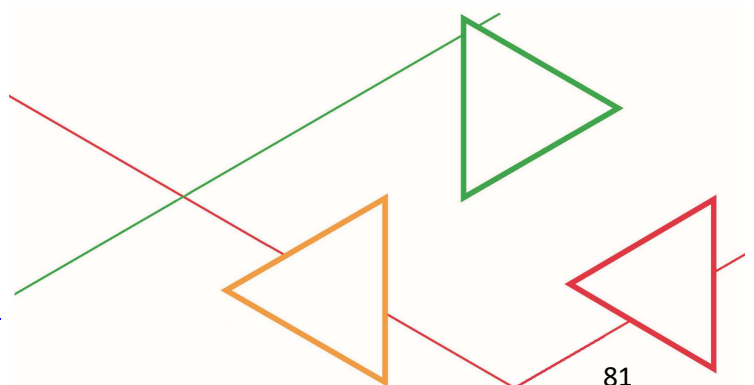
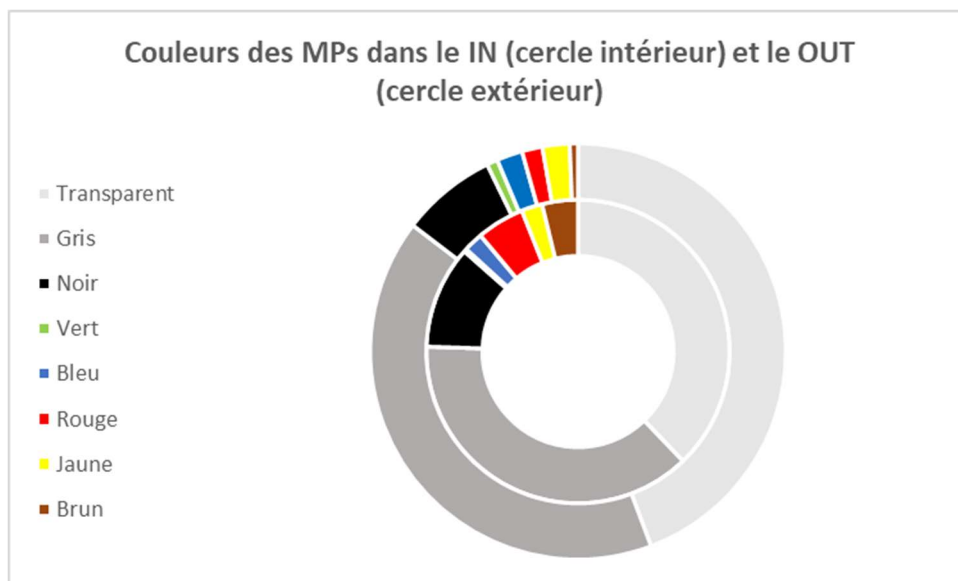


FIGURE 59 : RÉPARTITION DES MPs PAR COULEUR OBSERVÉES AU MICROSCOPE POUR LES EFFLUENTS (OUT)

La Figure 59 montre la répartition des différentes couleurs observées. Certains MPs sont visibles sous lumière blanche mais ne sont pas fluorescents comme cela a été expliqué dans la section 2.2.1.





**FIGURE 60 : COMPARAISON DES COULEURS OBSERVÉES DES MPs DANS LES EAUX BRUTES (IN) ET LES EFFLUENTS (OUT)**

La Figure 60 illustre la différence de diversité de couleurs entre les MPs observés dans les eaux brutes (IN) et ceux observés dans les effluents (OUT). On constate une perte de coloration entre l'entrée et la sortie de la STEP qui peut se justifier par la détérioration des plastiques lors du processus d'épuration.

### Particules de 20 à 200 µm

Pour rappel, 1 litre d'effluent (OUT) est traité comme décrit à la section 2.2.2 pour analyse au microFTIR.

L'analyse des effluents (OUT) par microFTIR a été réalisée sur 95 % des échantillons de prélèvement ponctuel et sur 77,5% des prélèvements saisonniers des 10 STEPs sélectionnées. Les données inférieures à 80% de match ont été écartées suite au constat fait lors de la participation à l'essai interlaboratoire (voir section 2.2.2).

### Tailles des MPs sur ensemble des effluents analysés

L'ensemble des données des MPs dans les effluents (OUT) se trouve en annexe 9 de ce rapport. La Figure 61 représente la distribution des données des MPs dans les effluents (OUT) par taille : de 20 à 50 µm, de 50 à 100 µm et de 100 à 200 µm. Les valeurs sont très variables avec une valeur moyenne de 41 particules par litre pour une valeur médiane de 3 particules par litre. Cette valeur est donc inférieure à la LQ établie précédemment. La valeur maximale est de 286 MPs (50-100 µm) pour la STEP AV1 alors que plusieurs STEPs ne présentent aucun MP. Dans le cadre de l'étude de Foglia, les quantités de MPs rencontrées dans les effluents sont plus faibles avec des valeurs de 0,1 à 0,4 MPs par litre (Foglia, 2024). Pour l'étude de Kilic, il s'agit de 17 particules par litre (Kilic, 2025). La taille la plus représentée est de 50 à 100 µm. La Figure 62 représente graphiquement l'ensemble des résultats des MPs dans les effluents (OUT) analysés par microFTIR selon leur taille (20-50 µm, 50-100 µm et 100-200 µm).

### Distribution des résultats des effluents par tailles (20-50 µm, 50-100 µm, 100-200 µm)

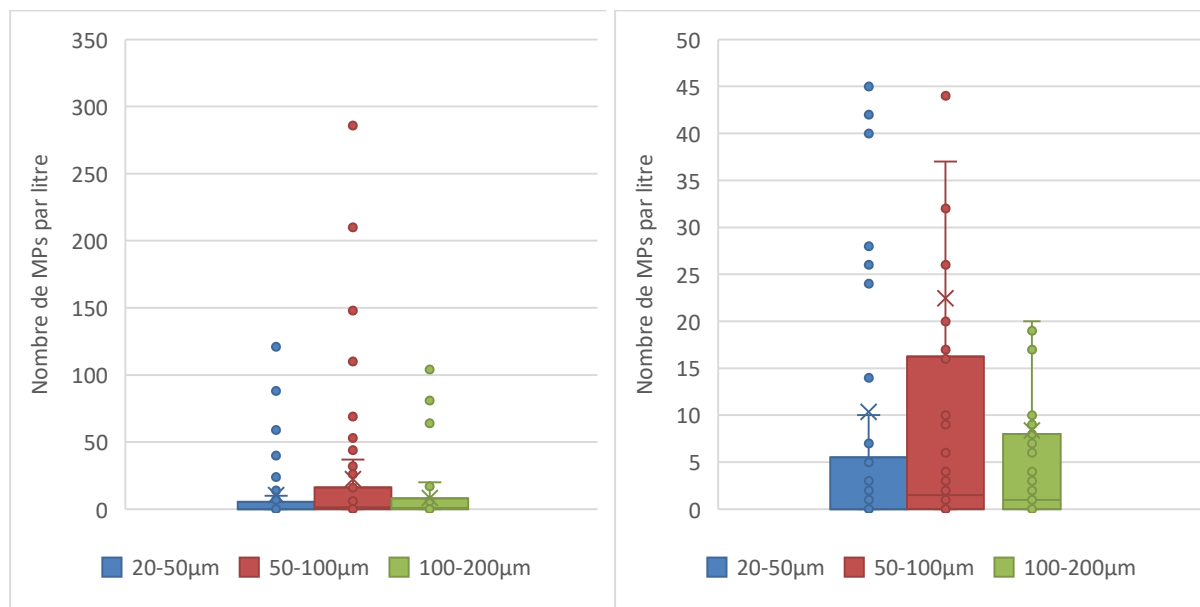


FIGURE 61 : DISTRIBUTION DES RÉSULTATS DE MPs DANS LES EFFLUENTS DE L'ENSEMBLE DES ÉCHANTILLONS ANALYSÉS ÉCHELLE 0 À 350 ET ÉCHELLE DE 0 À 50

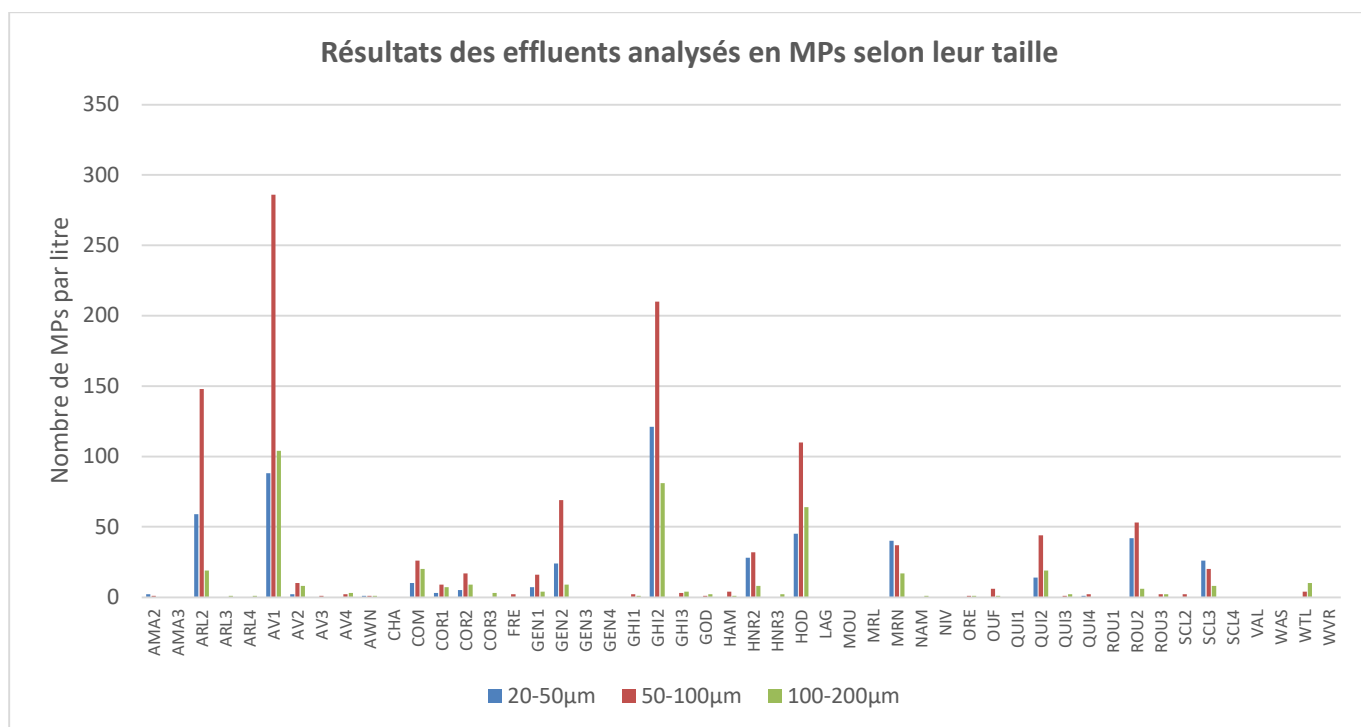


FIGURE 62 : RÉSULTATS DU NOMBRE DE MPs DES EFFLUENTS (OUT) ANALYSÉS PAR MICROFTIR SELON LEUR TAILLE DE 20 À 200 µm

### Nature des MPs sur ensemble des effluents analysés

La Figure 63 illustre la répartition de la nature des MPs détectés dans les effluents (OUT). Le PET est en majorité avec 65 %. On retrouve également le PA à 28 %. Les 7 % restants reprennent le PE, le PP, le PVC et le PS.

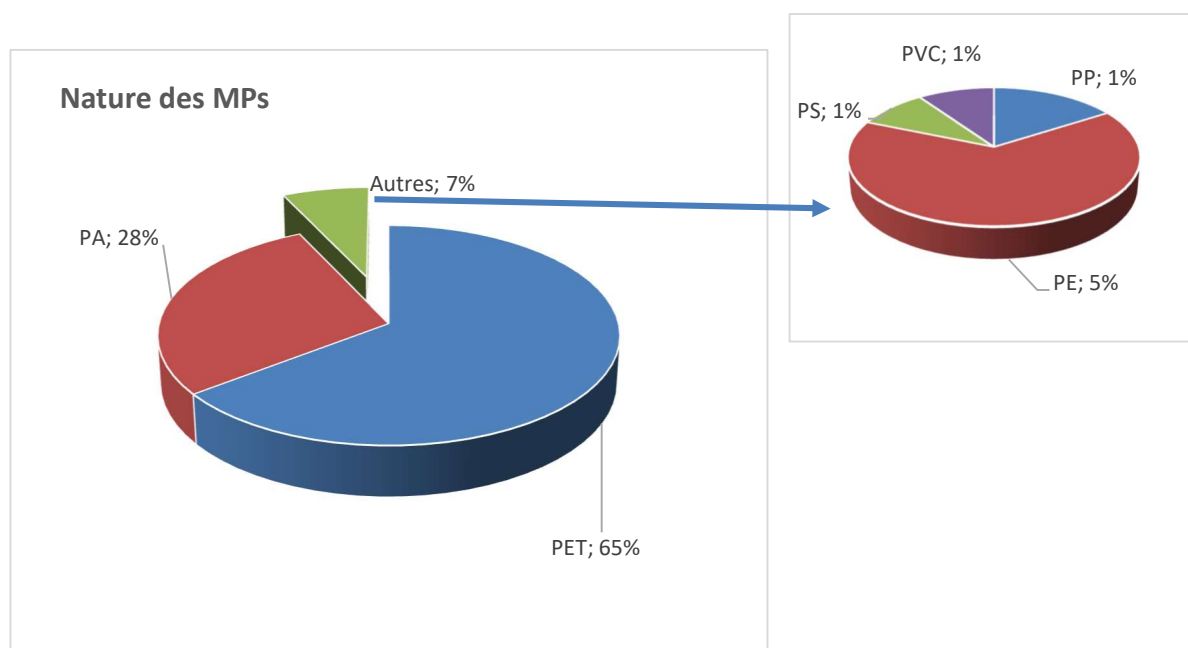


FIGURE 63 : REPRÉSENTATION DES MPs DES EFFLUENTS DES STEPS SELON LEURS NATURES

Les résultats obtenus dans les effluents (OUT) ont été traités en séparant les prélèvements ponctuels des prélèvements saisonniers. Dans le cas des prélèvements ponctuels, cela a été réalisé afin d'évaluer la grande variabilité du nombre de MPs par STEP indépendamment des conditions météorologiques du jour de prélèvement. Dans le cas des prélèvements saisonniers, cela a été réalisé afin d'évaluer l'influence des conditions météorologiques sur les résultats obtenus.

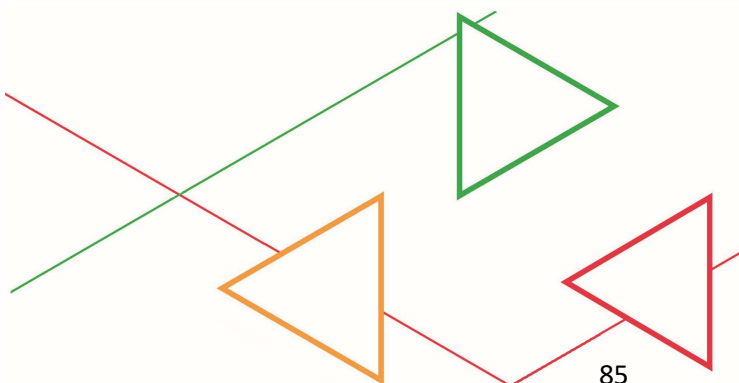
### Prélèvements ponctuels

Le Tableau 19 reprend les données des MPs dans les effluents selon leur taille et leurs natures pour les prélèvements ponctuels. La Figure 64 représente la distribution des données des MPs dans les effluents. Les valeurs sont très variables avec un maxima à 219 particules par litre pour la STEP HOD alors que plusieurs STEPs ne présentent aucun MP. La valeur moyenne de cette série de données est de 23 particules par litre alors que la médiane est seulement de 2 particules par litre. La valeur médiane est donc inférieure à la LQ. La Figure 65 reprend les résultats par ordre croissant des MPs de 20 à 200 µm dans les effluents des STEPs prélevées ponctuellement. On distingue 3 STEPs dont les valeurs dépassent de loin la valeur médiane et la valeur moyenne de la série de données.

**TABLEAU 19 : NOMBRE DE MPs DÉTECTÉ (DE 20 À 200 µM) DANS LES EFFLUENTS PAR STEP PRÉLEVÉE PONCTUELLEMENT**

STEP	Nombre de MPs 20-200 µm par litre	PET	PA	PP	PE	PS	PVC	PU
AWN	4	1*	2	1	0	0	0	0
CHA	0	0	0	0	0	0	0	0
COM	56	41	13	0	2	0	0	0
FRE	2	0	2	0	0	0	0	0
GOD	3	3*	0	0	0	0	0	0
HAM	5	2*	2	1	0	0	0	0
HOD	219	217	0	1	0	1	0	0
LAG	0	0	0	0	0	0	0	0
MOU	0	0	0	0	0	0	0	0
MRL	0	0	0	0	0	0	0	0
MRN	94	69	24	0	0	1	0	0
NAM	1	1*	0	0	0	0	0	0
NIV	0	0	0	0	0	0	0	0
ORE	2	0	0	2	0	0	0	0
OUF	7	0	0	1	6	0	0	0
VAL	0	0	0	0	0	0	0	0
WAS	0	0	0	0	0	0	0	0
WTL	14	1*	0	0	0	0	13	0
WVR	0	0	0	0	0	0	0	0
<b>Moyenne</b>	<b>21</b>							
<b>Médiane</b>	<b>2</b>							
<b>LQ</b>		<b>6</b>	<i>nd</i>	<b>1</b>	<i>nd</i>	<b>1</b>	<i>nd</i>	<i>nd</i>

\*Valeurs inférieures à la LQ  
*nd* non détecté



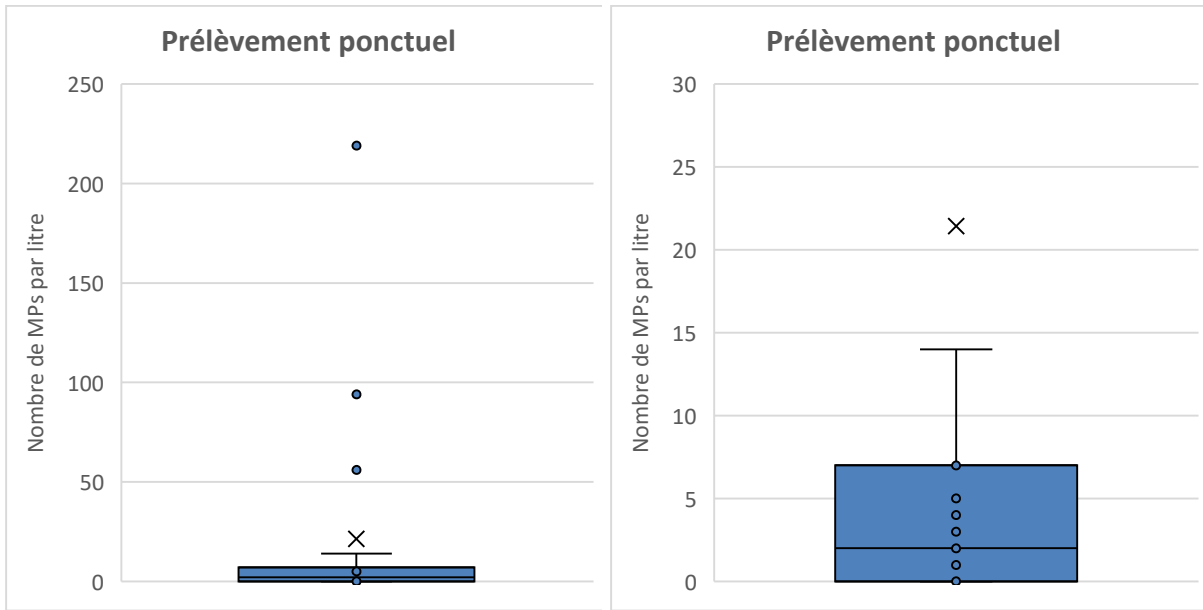


FIGURE 64 : DISTRIBUTION DES RÉSULTATS DE MPs DANS LES EFFLUENTS DE 14 STEPS ÉCHELLE 0 À 250 ET ÉCHELLE DE 0 À 30

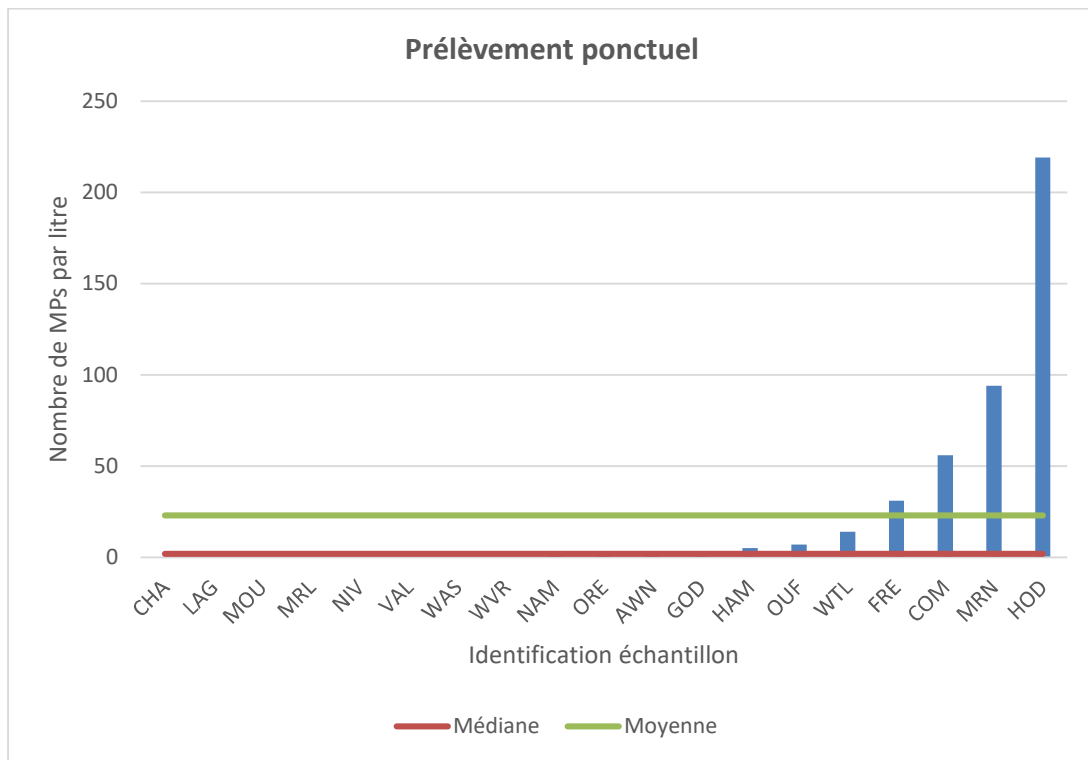


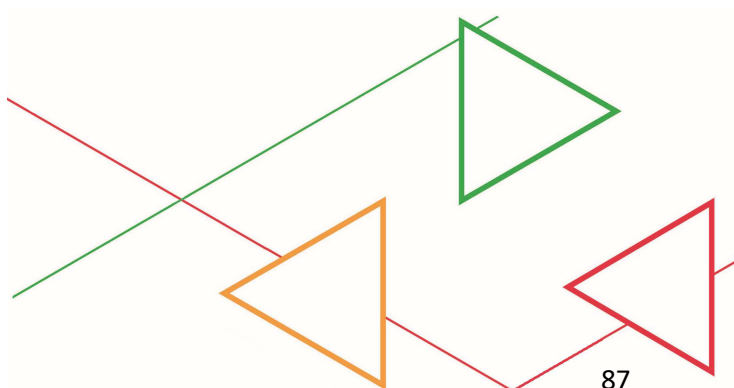
FIGURE 65 : RÉSULTATS DES MPs DE TAILLE DE 20 À 200 µm DANS LES EFFLUENTS (OUT) POUR LES PRÉLÈVEMENTS PONCTUELS AVEC VALEUR MOYENNE ET VALEUR MÉDIANE

### Prélèvements saisonniers

Le Tableau 20 reprend les données des MPs dans les effluents pour les prélèvements saisonniers (de P1 à P4). Le Tableau 21 reprend les données des MPs dans les effluents selon leur nature. La Figure 66 représente la distribution de ces données. Les valeurs sont très variables avec une valeur moyenne de 54 particules par litre alors que la valeur médiane est de 3,5 particules par litre. Certaines données sont en dessous de la LQ. Il s'agit la plupart du temps des particules de PET. Les valeurs les plus importantes sont pour les STEPs GHI pour la P2 avec 412 MPs/l et AV pour la P1 avec 478 MPs/l. Ce sont en majorité des particules de PET pour GHI et du PA pour AV. Plusieurs STEPs ne présentent aucun MP. La Figure 67 reprend les résultats répartis selon les différents prélèvements d'une même STEP.

**TABLEAU 20 : NOMBRE DE MPs DÉTECTÉ (DE 20 À 200  $\mu\text{M}$ ) DANS LES EFFLUENTS PAR STEP PRÉLEVÉE DE MANIÈRE SAISONNIÈRE**

STEP	Nombre de MPs par litre par prélèvement et par STEP			
	P1	P2	P3	P4
AMA		3	0	
ARL		226	1	1
AV	478	20	1	5
COR	19	31	3	
GEN	27	102	0	0
GHI	3	412	7	
HNR		68	2	
QUI	0	77	3	3
ROU	0	101	4	
SCL		2	54	0
<b>Moyenne</b>	<b>53</b>			
<b>Médiane</b>	<b>3</b>			

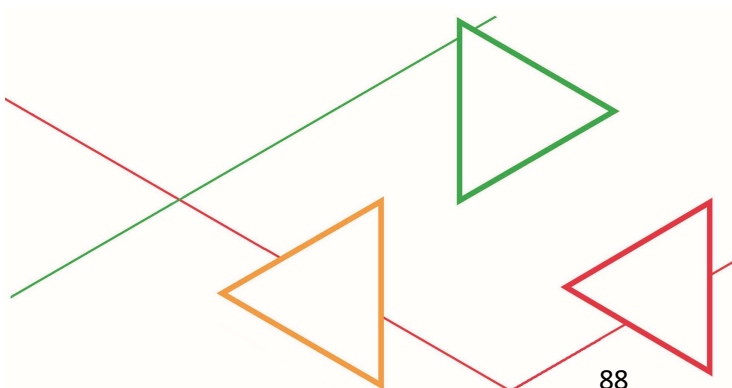


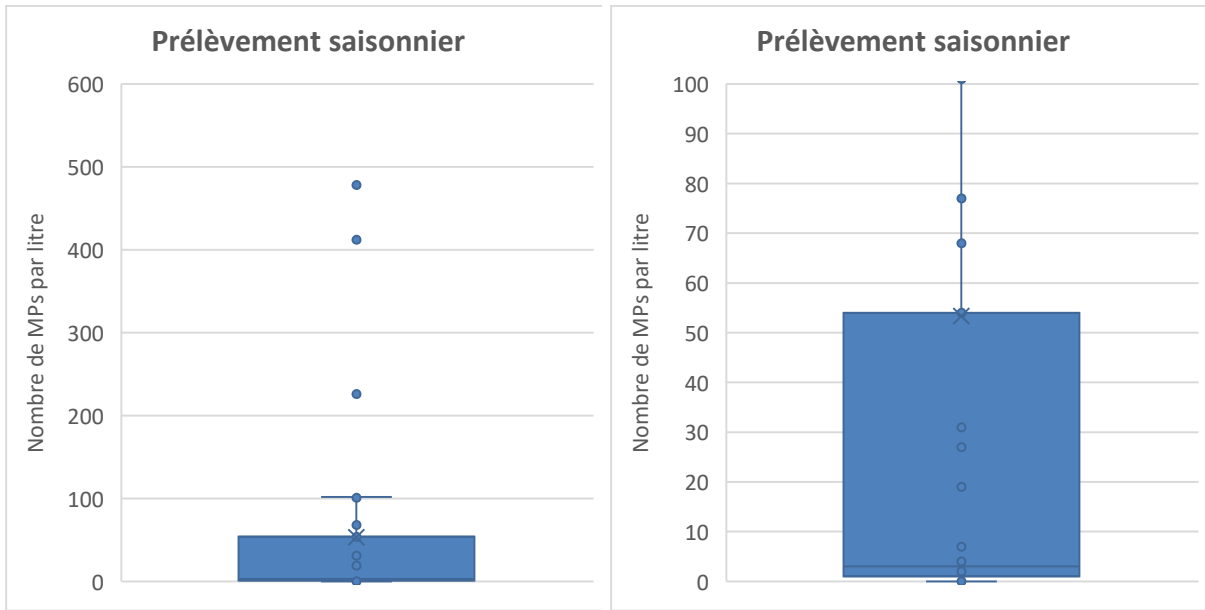
**TABLEAU 21 : NOMBRE DE MPs DÉTECTÉS (DE 20 À 200 µM) DANS LES EFFLUENTS PAR STEP PRÉLEVÉE DE MANIÈRE SAISONNIÈRE SELON LEUR NATURE**

	Nombre de MPs par litre par prélèvement et par STEP selon leur nature						
	PET	PA	PP	PE	PS	PVC	PU
AMA P2	0	2	0	0	1	0	0
AMA P3	0	0	0	0	0	0	0
ARL P2	221	0	3	0	2	0	0
ARL P3	1*	0	0	0	0	0	0
ARL P4	1*	0	0	0	0	0	0
AV P1	7	420	1	49	0	1	0
AV P2	0	0	0	20	0	0	0
AV P3	1*	0	0	0	0	0	0
AV P4	5*	0	0	0	0	0	0
COR P1	19	0	0	0	0	0	0
COR P2	2*	14	0	15	0	0	0
COR P3	3*	0	0	0	0	0	0
GEN P1	27	0	0	0	0	0	0
GEN P2	99	0	3	0	0	0	0
GEN P3	0	0	0	0	0	0	0
GEN P4	0	0	0	0	0	0	0
GHI P1	3*	0	0	0	0	0	0
GHI P2	408	0	1	0	3	0	0
GHI P3	5*	2	0	0	0	0	0
HNR P2	65	0	0	0	3	0	0
HNR P3	2*	0	0	0	0	0	0
QUI P1	0	0	0	0	0	0	0
QUI P2	76	0	1	0	0	0	0
QUI P3	0	0	1	1	1	0	0
QUI P4	0	0	3	0	0	0	0
ROU P1	0	0	0	0	0	0	0
ROU P2	3*	93	4	1	0	0	0
ROU P3	0	4	0	0	0	0	0
SCL P2	2*	0	0	0	0	0	0
SCL P3	46	7	0	0	1	0	0
SCL P4	0	0	0	0	0	0	0
LQ	6	nd	1	nd	1	nd	nd

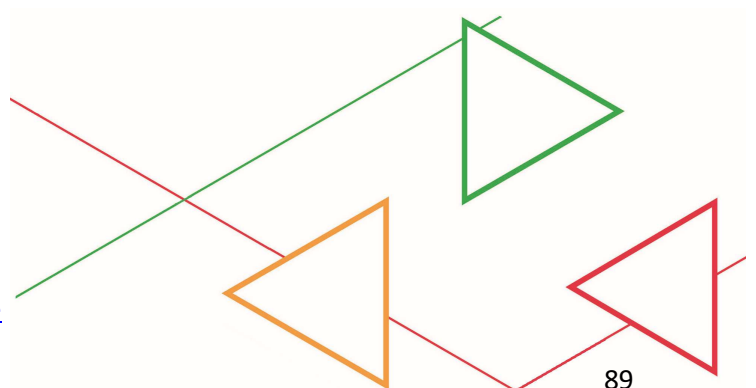
\*Valeurs inférieures à la LQ

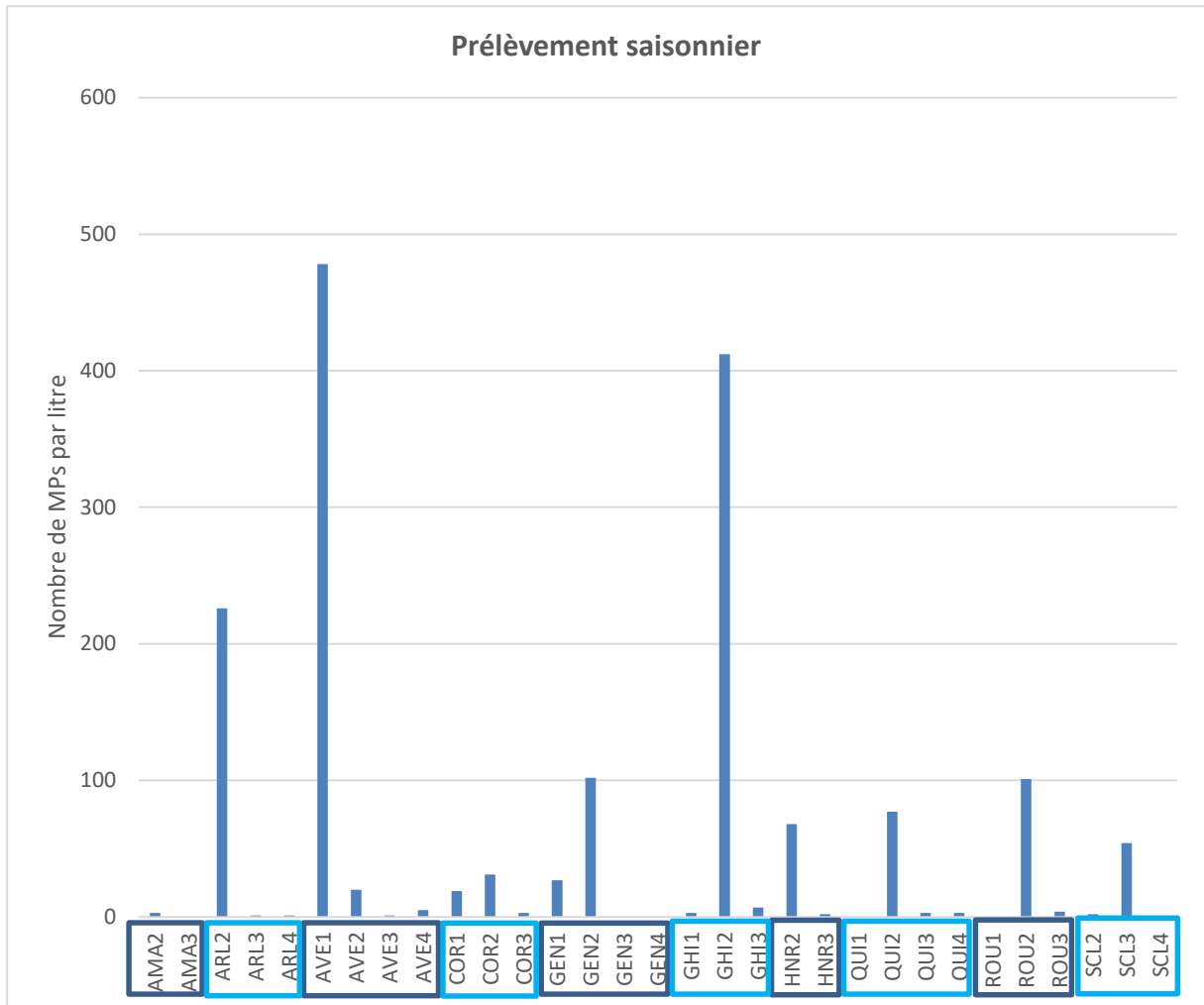
nd non détecté



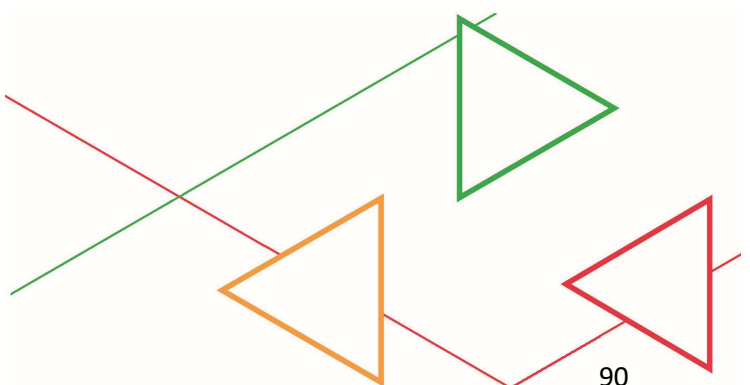


**FIGURE 66 : DISTRIBUTION DES RÉSULTATS DE MPs DANS LES EFFLUENTS DE 10 STEPs PRÉLEVÉE DE MANIÈRE SAISONNIÈRE ÉCHELLE 0 À 600 ET ÉCHELLE DE 0 À 100**

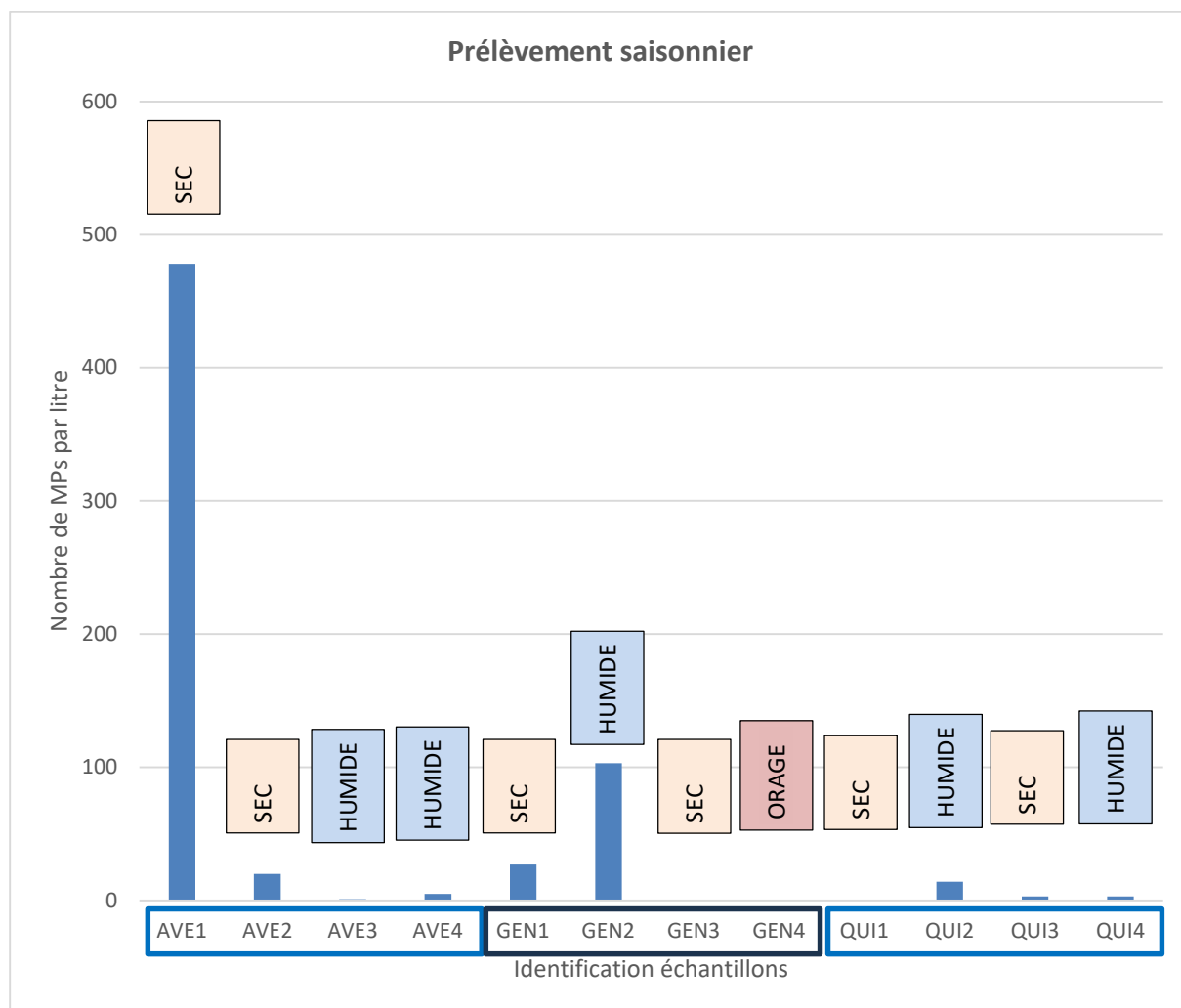




**FIGURE 67 : RÉSULTATS DES MPs DE TAILLE DE 20 À 200  $\mu\text{m}$  DANS LES EFFLUENTS (OUT) POUR LES PRÉLÈVEMENTS SAISONNIERS**



Les résultats des prélèvements saisonniers de 3 STEPs ont été représentés sur la Figure 68 pour évaluer l'influence des conditions météorologiques du jour de prélèvement sur la quantité de MPs. Concernant la STEP de AVE, on remarque que lors de temps sec la quantité de MPs est plus importante que par temps humide. Cela n'est par contre pas le cas pour les deux autres STEPs GEN et QUI pour lesquelles aucune tendance ne ressort.



**FIGURE 68 : RÉSULTATS DES MPs DANS LES EFFLUENTS DE 3 STEPs PRÉLEVÉS DE MANIÈRE SAISONNIERS AVEC MISE EN ÉVIDENCE DES CONDITIONS MÉTÉOROLOGIQUES DU JOUR DE PRÉLÈVEMENT**

### Conclusions sur les résultats obtenus dans les effluents (OUT)

Le nombre moyen de MPs supérieurs à 100 µm est de 32 particules par litre. Pour les MPs de 20 à 200 µm, on observe une grande variabilité des résultats avec des quantités nulles pour certaines STEPs et des quantités qui peuvent atteindre plus de 200 MPs par litre. La détermination des MPs par microFTIR se fait dans un volume de 1 litre. Le traitement de ce faible volume peut engendrer une faible représentativité des résultats obtenus dans ce cas. La comparaison avec les publications relatives aux

MPs trouvés dans des effluents dans le cadre d'études sur des stations de traitement sont plus faibles que ce soit pour les MPs de taille supérieure à 100 µm et celle de taille de 20 à 200 µm.

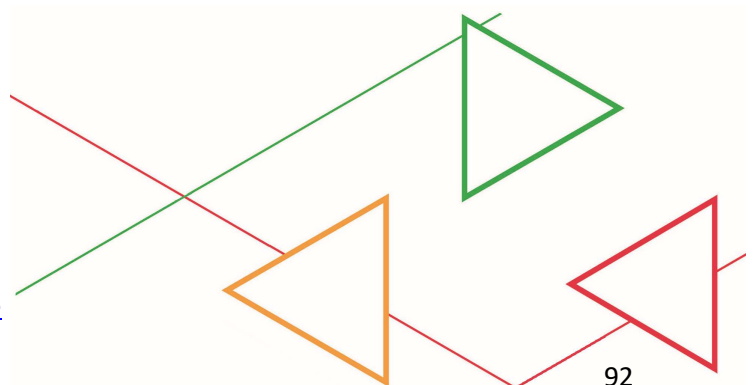
Les résultats obtenus sur les prélèvements saisonniers ne permettent pas d'établir un lien significatif entre les conditions météorologiques du jour de prélèvement et la quantité de MPs.

### Conclusions sur les résultats obtenus dans les eaux (IN et OUT)

Le nombre de MPs de taille supérieure à 100 µm est beaucoup plus faible dans les effluents (OUT) que dans les eaux brutes (IN). Au vu de la grande disparité des résultats sur les MPs de 20 à 200 µm dans les effluents (OUT), ces résultats ne peuvent être comparés aux résultats obtenus dans les eaux brutes (IN).

Les MPs observés dans les effluents (OUT) sont majoritairement de couleur transparente ou grise comme c'est le cas dans les eaux brutes (IN). On observe une diminution de la diversité des couleurs dans les effluents (OUT) au profit de l'augmentation de la proportion de particules grises et transparentes par rapport aux particules observées dans les eaux brutes (IN). Ce constat peut s'expliquer par une décoloration due aux traitements d'épuration.

Les MPs détectés dans les effluents (OUT) sont majoritairement du PA et du PET comme dans les eaux brutes (IN) à la différence que la proportion de ces deux types de plastiques est inversée : 30% de PA pour les effluents (OUT) contre 62% pour les eaux brutes (IN) et 61% de PET dans les effluents contre 31% dans les eaux brutes (IN). Cela pourrait être dû à une fragmentation plus importante du PA lors du traitement dans la STEP par rapport au PET. En effet, le PA est utilisé notamment dans la fabrication de fibres textiles et d'emballages alimentaires et présente une faible rigidité et une absorption à l'humidité élevée (<https://firstmold.com/fr/guides/pa-plastic/>), ce qui est le contraire du PET (<https://www.thyssenkrupp-plastics.be/fr/industrie/produits-semi-finis-en-plastique/plaques-en-plastiques/plaque-pet-p>).



### 3.2.5. Boues

La caractérisation des boues a permis d'évaluer la quantité de MPs captée par les boues lors du traitement des eaux brutes (IN) et donc le risque de contamination en MPs lors de l'épandage de ces boues sur les sols agricoles. Au total, 87 % des boues ont subi l'étape d'extraction des MPs selon le protocole décrit en section 2.1.3. Pour la fraction de particules > 100 µm, 8 extraits ont été analysés par microscopie optique (section 2.2.1). Pour la fraction de 20 à 200 µm, 5 extraits ont été analysés par micro FTIR.

#### Particules > 100 µm

Pour rappel, pour les échantillons de boue, 15 g de boue séchée sont traités pour évaluer la quantité de MPs. Les résultats sont reportés en kilogramme de matière sèche.

Faute de blanc échantillon boue, aucune LQ n'a été déterminée pour les échantillons de boues. Cela pourrait être évalué lors d'une étude complémentaire sur base d'un échantillon de boue calciné pour éliminer les MPs qu'il pourrait contenir.

Le Tableau 22 reprend les données obtenues sur 8 STEPs par microscopie optique et traitement des données par compteur d'étoiles (section 2.2.1). La Figure 69 représente la distribution des MPs dans les huit prélèvements de boue. La valeur moyenne des 8 STEPs est de 31422 particules par kg de taille supérieure à 100 µm observées pour une valeur médiane de 24645 particules par kg de boue. La Figure 70 représente les données de chaque STEP, on observe une valeur maximale de 62224 particules par kg de matière sèche pour la STEP GEN3 et une valeur minimale de 16065 particules par kg de matière sèche pour celle de MRN. Dans le cas de l'étude de B. Isik Kilic, les quantités de MPs supérieurs à 300 µm rencontrés sont de l'ordre de 43 200 MPs par kg de matière sèche (Kilic, 2025). On reste donc dans la même gamme de quantité de MPs observées.

TABLEAU 22 : NOMBRE DE MPs OBSERVÉS DANS LES BOUES DE 8 STEPs

	Nombre de MPs par kg sec >100µm
COR2	52804
GEN1	24719
GEN3	62248
GEN4	20339
GHI2	36329
MRN	16065
NIV	24571
WVR	14297
<b>Moyenne</b>	<b>31422</b>
<b>Médiane</b>	<b>24645</b>

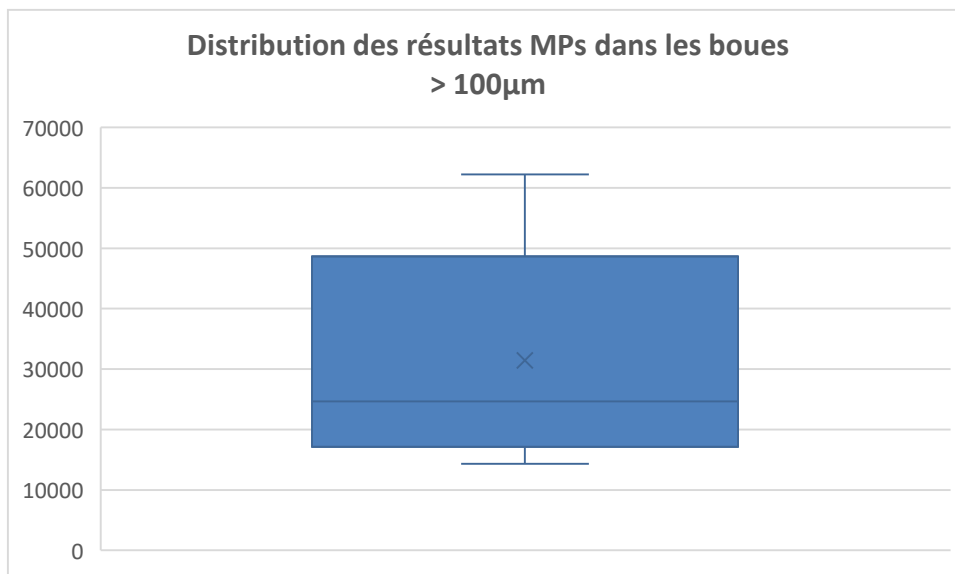


FIGURE 69 : DISTRIBUTION DES RÉSULTATS DES MPs DE TAILLE > 100 µM DANS LES BOUES

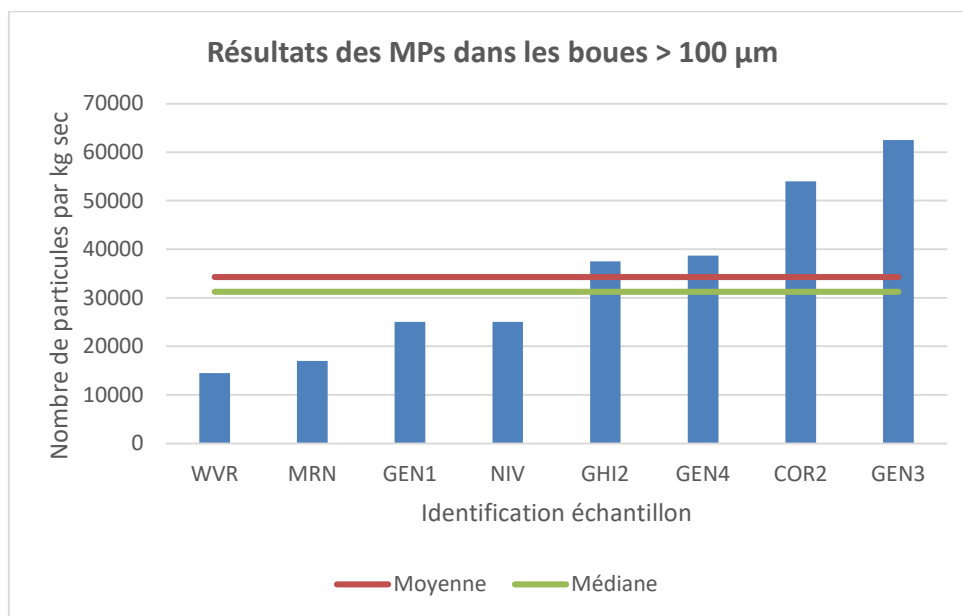
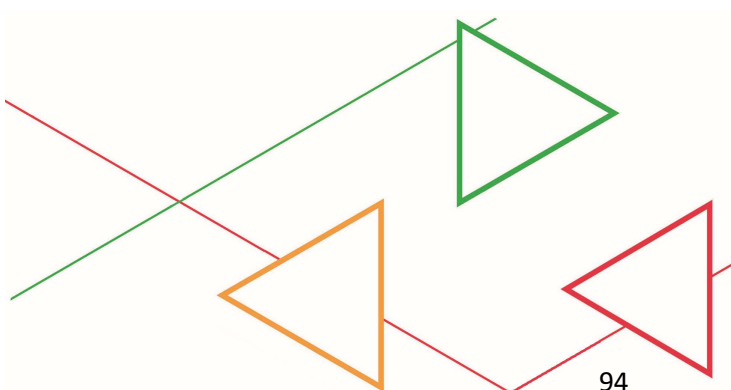


FIGURE 70 : RÉSULTATS DES MPs DE TAILLE > 100 µM DANS LES BOUES



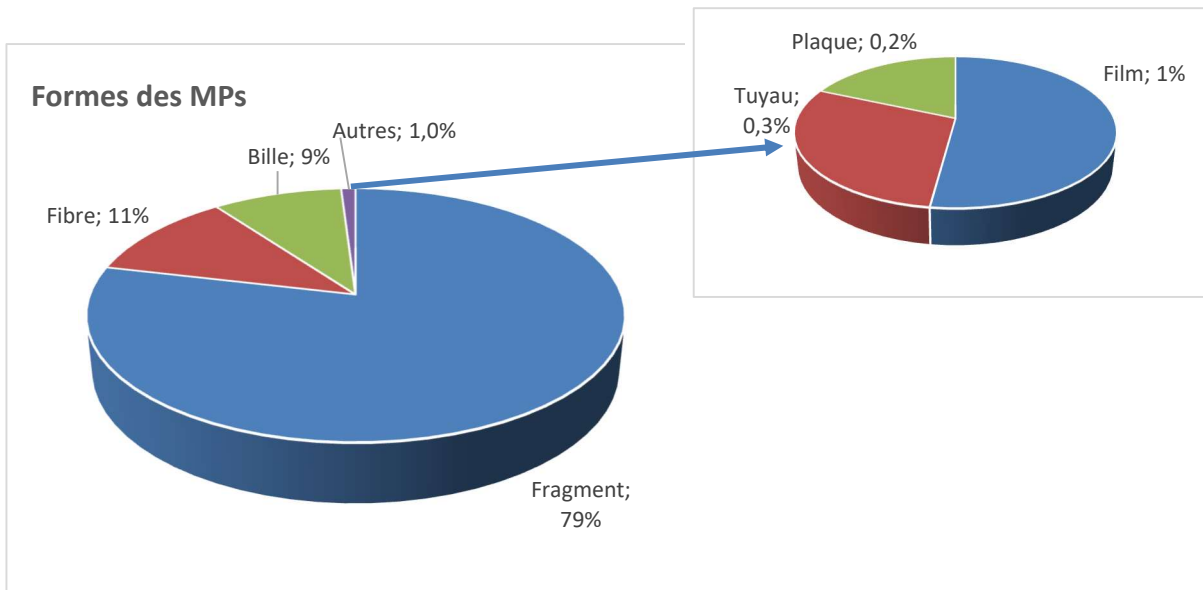


FIGURE 71 : RÉPARTITION DES MPs PAR FORMES OBSERVÉES PAR LA MÉTHODE AU MICROSCOPE POUR LES BOUES

Concernant la proportion des MP observés au microscope, on reste dans les mêmes proportions que les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT) avec 79 % de fragments et 11% de fibres. Par contre on retrouve beaucoup plus de billes avec 9 % des MP observés. Les autres formes qui correspondent à 1 % des MP observées sont également des films, des tuyaux (fibre creuse) et des plaques (film épais). La Figure 71 illustre cette répartition.

Les MP observées sont majoritairement de couleur grise (60%) ou transparente (28,6%). D'autres couleurs observées sont également présentes en moindre proportion : le noir (4,0%) le rouge (3,2%), le bleu (1,7%), le brun (1,2%), le jaune (0,9%) et le vert (0,4%). La Figure 72 montre la répartition des différentes couleurs observées.

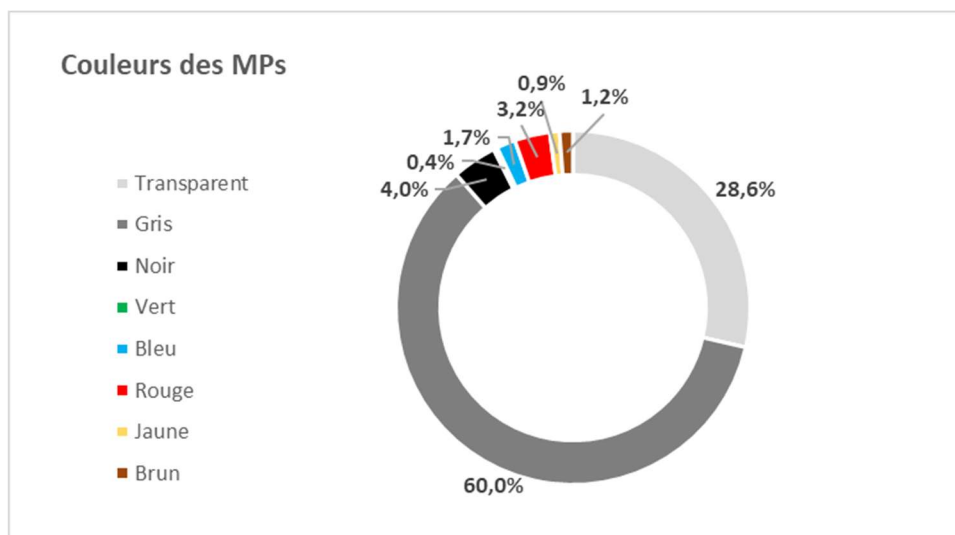
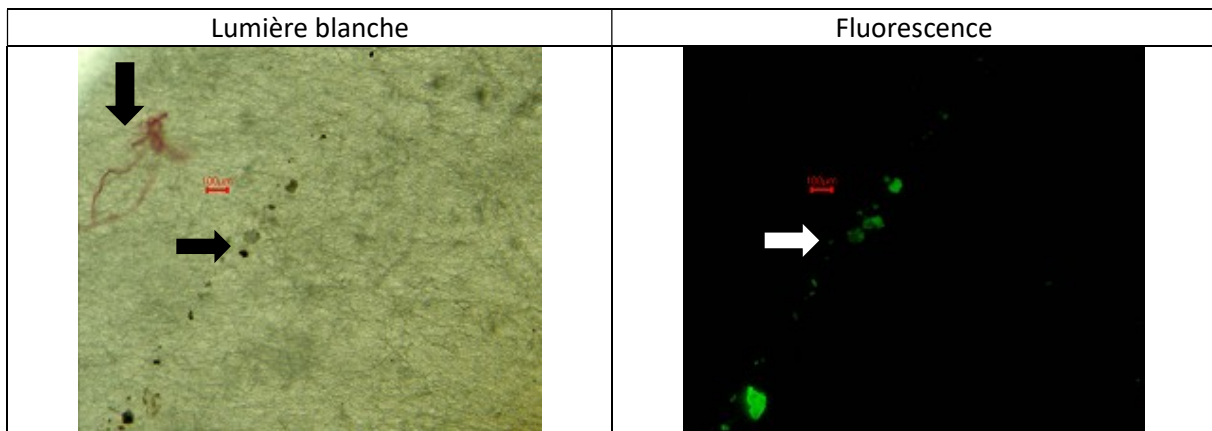


FIGURE 72 : RÉPARTITION DES MPs PAR COULEUR OBSERVÉES AU MICROSCOPE POUR LES BOUES

Comme c'est le cas des eaux brutes (IN) et des effluents (OUT), certains MPs sont visibles sous lumière blanche mais non fluorescents comme cela a été expliqué dans la section 2.2.1. La Figure 73 montre un exemple d'une fibre rouge non fluorescente et de fragments transparents fluorescents.



**FIGURE 73 : EXEMPLE D'UNE FIBRE ROUGE NON FLUORESCENTE ET DE FRAGMENTS TRANSPARENTS FLUORESCENTS OBSERVÉS DANS UN EXTRAIT DE BOUE**

### Particules de 20 à 200 µm

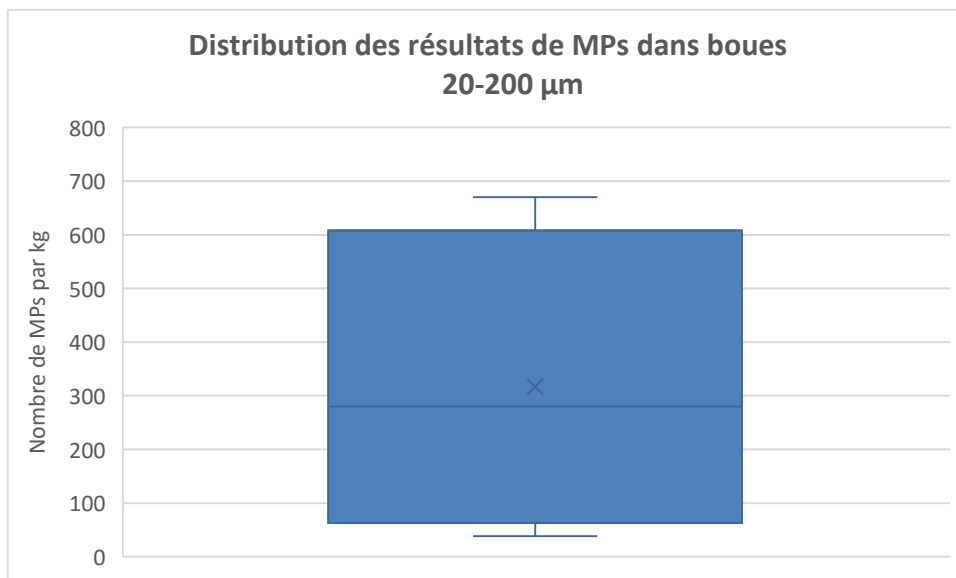
En moyenne 30 g de boue séchée ont été traitée pour évaluer la quantité de MPs comme décrit à la section 2.2.2 pour analyse au microFTIR.

L'analyse des boues par microFTIR a été réalisée sur 4 échantillons. Les données inférieures à 80% de match ont été écartées suite au constat fait lors de la participation à l'essai interlaboratoire (voir section 2.2.2).

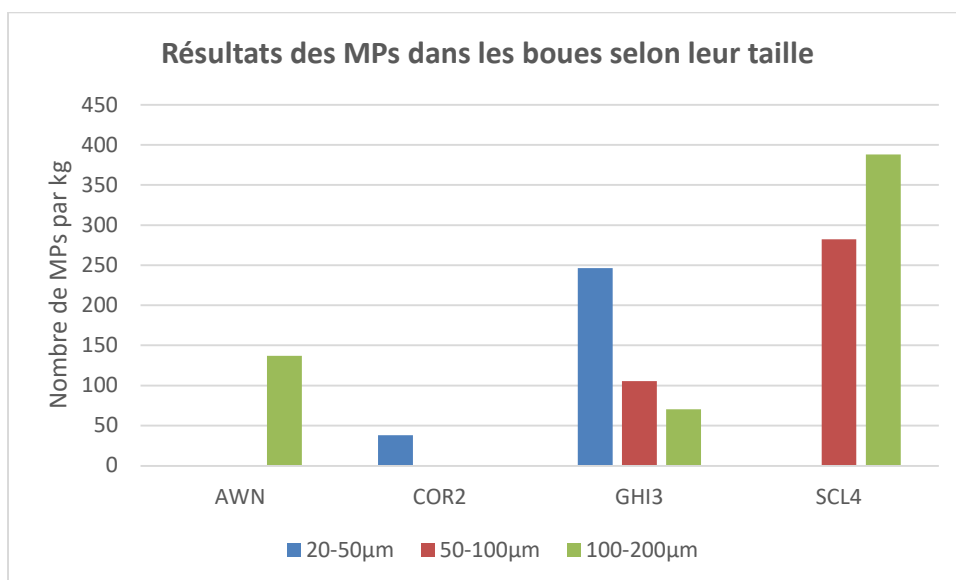
Le Tableau 23 reprend les données des MPs dans les boues selon leur taille : de 20 à 50 µm, de 50 à 100 µm et de 100 à 200 µm. La Figure 74 représente la distribution des données des MPs dans les boues. La valeur moyenne des données totales est de 317 particules par kg et la valeur médiane est de 280 particules par kg pour les 4 STEPs. La Figure 75 représente la répartition des MPs analysés dans les boues des STEPs en fonction de leur taille. Les tailles diffèrent d'une STEP à une autre. Dans l'étude de D. Harley Nyang relative à l'analyse des boues d'une STEP au Royaume-Uni, les résultats ont montré de valeurs de 37700 à 286500 MPs de taille supérieure à 50 µm par kg de matière sèche (Harley-Nyang, 2022). Ce qui est bien supérieur aux valeurs obtenues dans le cadre du projet pour cette taille de MPs.

**TABLEAU 23 : NOMBRE DE MPs DE 20 À 200 µm DÉTECTÉ DANS LES BOUES**

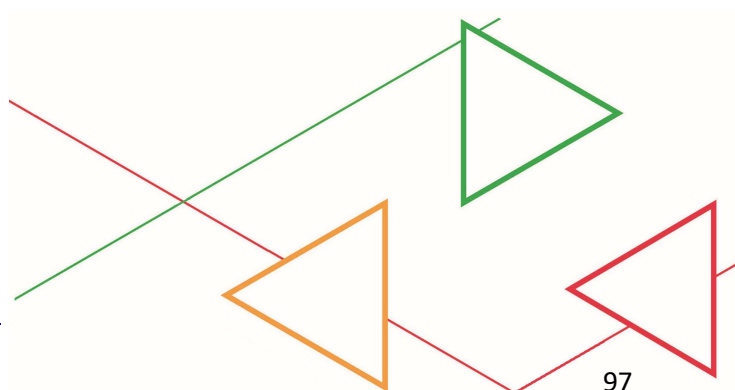
STEP	Nombre de MPs par kg			TOT
	20-50µm	50-100µm	100-200µm	
AWN	0	0	137	137
COR2	38	0	0	38
GHI3	246	106	70	422
SCL4	0	282	388	670
<b>Moyenne</b>				<b>317</b>
<b>Médiane</b>				<b>280</b>

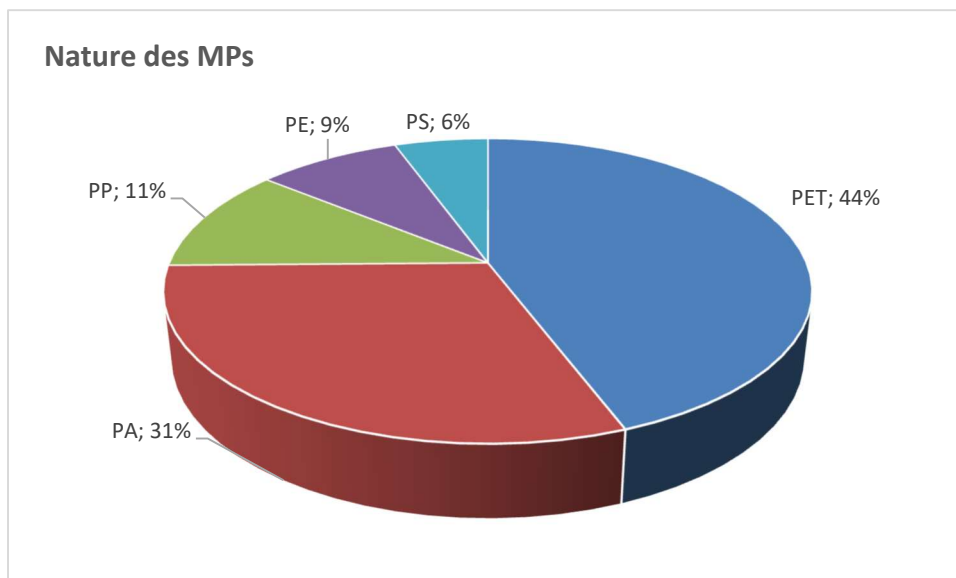


**FIGURE 74 : DISTRIBUTION DES RÉSULTATS DE MPs DANS LES BOUES DE 4 STEPS**



**FIGURE 75 : RÉSULTATS DU NOMBRE DE MPs DANS LES BOUES ANALYSÉES SELON LEUR TAILLE DE 20 À 200 µm**





**FIGURE 76 : REPRÉSENTATION DES MPs DES BOUES SELON LEURS NATURE**

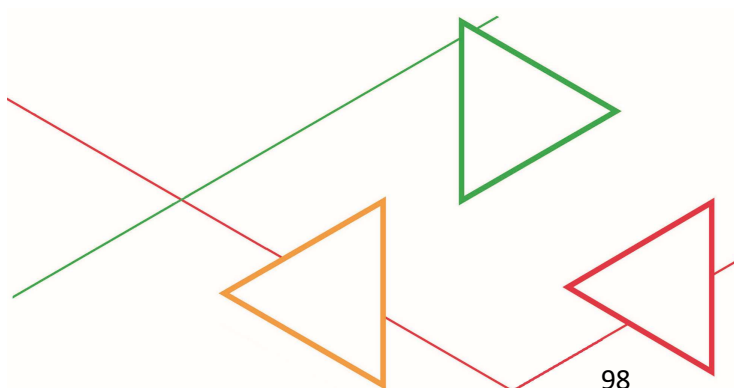
La Figure 76 illustre la répartition de la nature des MPs détectés dans les boues. Le PET et le PA sont en majorité avec 44 % de PET et 31 % PA comme c'est le cas dans les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT). On retrouve également le PP à 11%, du PE à 9% et du PS à 6%.

### Conclusions sur les résultats obtenus dans les boues

Le nombre de MPs de taille supérieure à 100 µm est beaucoup plus important par rapport au MPs de taille de 20 à 200µm. On observe en moyenne 34269 MPs/kg de matière sèche pour les MPs de taille supérieure à 100 µm alors que la valeur moyenne est de 317 MPs/kg de 20 à 200 µm. Dans l'étude de Foglia de 2024, les quantités de MPs détectées sont de 5 à 500 MPs/l de boue avec une très faible quantité de MPs de petites tailles (20 à 100 µm) (Foglia, 2024).

Pour rappel, les résidus de MO peuvent également fluorescer et engendrer une surestimation du nombre de MPs.

Les MPs observés sont majoritairement de couleur transparente ou grise. Les MPs détectés sont du PA, PET, le PP, le PE et le PS. Cette diversité plus importante de plastiques de nature différente par rapport aux eaux brutes (IN) et aux effluents (OUT) met en évidence le transfert des MPs vers les boues lors du traitement des eaux brutes (IN).



### 3.3. Bilan des STEPs

Sur base des observations au microscope réalisées, les bilans de plusieurs STEPs ont pu être établis.

- Bilan saisonnier d'une STEP pour la fraction des MPs supérieurs à 100 µm.
- Bilan ponctuel de 5 STEPs pour la fraction des MPs supérieurs à 100 µm
- Bilan ponctuel de 5 STEPs pour la fraction des MPs supérieurs à 100 µm incluant les boues de ces STEPs

Il est important de mentionner que les prélèvements en entrée et en sortie de STEP ont été réalisés le même jour. Par conséquent, le temps de séjour des MPs dans la STEP n'a pas été pris en compte. Le taux d'abattement calculé sur base des données recueillies sur les échantillons en entrée et en sortie de STEP donne uniquement une indication sur la diminution des quantités de MPs contenus dans les eaux usées. De plus, les prélèvements ont été réalisés sur un nombre restreint de STEPs et pour la majorité une seule fois lors du projet. Il est donc important de ne pas tirer de généralité sur base des données recueillies lors de ce projet sur l'ensemble des STEPs en fonctionnement en Wallonie.

Les données obtenues lors des analyses microFTIR ont montré des valeurs souvent proches ou en dessous de la limite de quantification établie précédemment. Ces données ne nous ont donc pas permis de réaliser des bilans des STEPs pour des MPs de 20 à 200 µm. Les données sont toutefois reprises en annexe 10 et 11 du rapport pour information.

#### *a. Bilan saisonnier d'une STEP pour les MPs de taille supérieure à 100 µm*

La STEP GEN a été prélevée à quatre reprises au cours des 15 mois. Le Tableau 24 reprend les dates et les données météorologiques de prélèvements. Ces quatre prélèvements ont été réalisés dans des conditions météorologiques différentes avec des températures allant de 3 à 25 °C et d'une météo allant d'un temps sec à un temps orageux.

**TABLEAU 24 : DONNÉES DE PRÉLÈVEMENT POUR LA STEP GEN (BILAN SAISONNIER)**

	Date de prélèvement	Température en °C	Météo	Précipitations cumulées 2j précédents	Type de temps
GEN1	08-12-22	3,0	Ensoleillé	1.2 mm	Sec
GEN2	07-04-23	10	Ensoleillé	6.4 mm	Humide
GEN3	08-09-23	25	Ensoleillé	0 mm	Sec
GEN4	09-02-24	12	Couvert	49.8 mm	Orage

Le dénombrement a été réalisé sur les filtres obtenus après traitement des échantillons. Le taux d'abattement est calculé en pourcentage de diminution du nombre de MPs dans l'effluent (OUT) par rapport au nombre de MPs observés dans l'eau brute (IN). Le Tableau 25 reprend les données des trois prélèvements à l'entrée et la sortie de la STEP de GEN. Le deuxième prélèvement (GEN 2) a posé

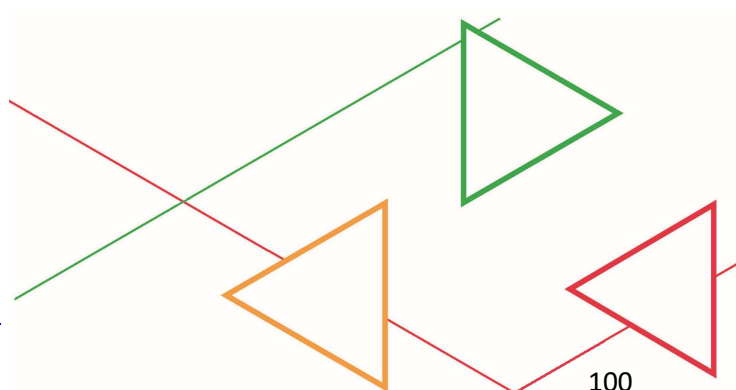
problème lors de la lecture au microscope, ses résultats ne seront pas pris en compte. La Figure 77 illustre la différence du nombre de MPs en entrée (IN) et en sortie (OUT) de la STEP de GEN pour les trois prélèvements analysés.

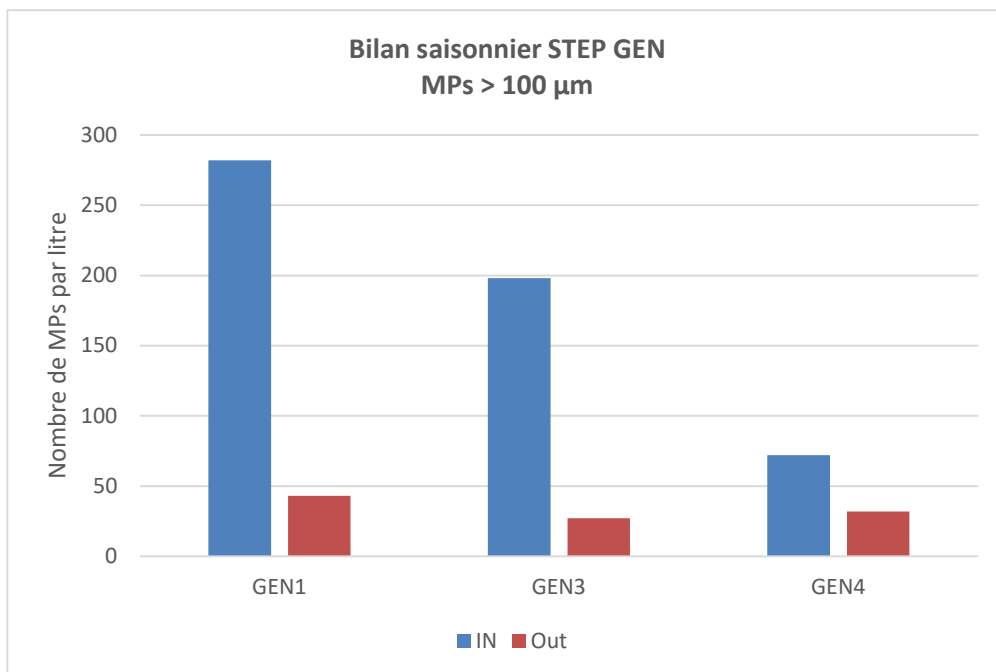
La valeur moyenne et la médiane du taux d'abattement pour les trois prélèvements sont respectivement de 76 % et de 85 %. Ces taux d'abattement obtenus sont confirmés dans l'étude bibliographique réalisée par le Cebedeau dans le cadre de ce projet (Annexe 2) qui mentionne que 69 % à 80% des MPs traités en STEP se retrouvent dans les boues. La Figure 78 montre la faible étendue du taux d'abattement pour cette STEP.

Les mesures réalisées semblent indiquer que le taux d'abattement est le plus élevé par temps sec que lors d'une période orageuse comme c'est le cas pour la 4<sup>e</sup> période de prélèvement de la STEP GEN.

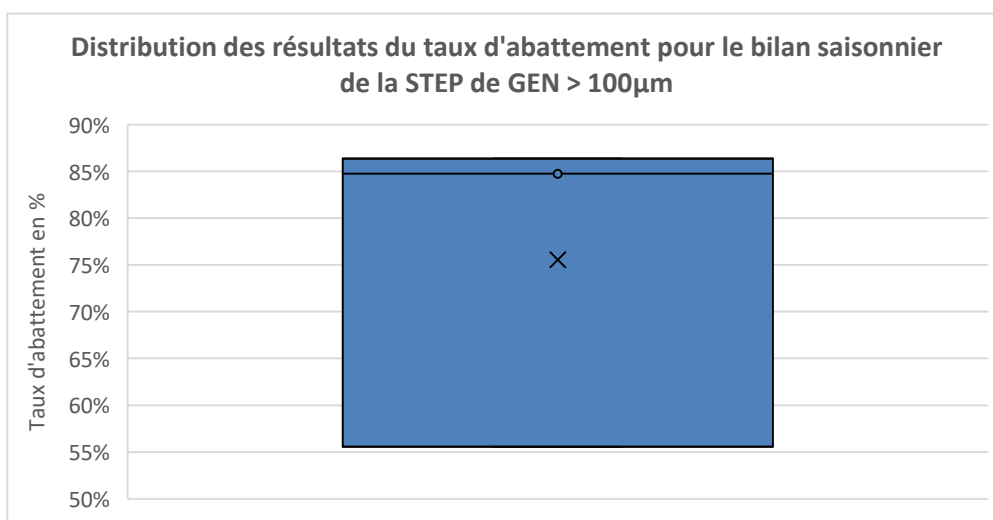
**TABLEAU 25 : TAUX D'ABATEMENT EN MPs DES PRÉLÈVEMENTS SAISONNIER DE GEN**

	Nombre de MPs par litre > 100 µm		Taux d'abattement %
	IN	Out	
GEN1	282	43	85%
GEN3	198	27	86%
GEN4	72	32	56%
<b>Moyenne</b>	<b>157</b>	<b>40</b>	<b>76%</b>
<b>Médiane</b>	<b>141</b>	<b>36</b>	<b>85%</b>
<b>LQ</b>	<b>9</b>	<b>9</b>	





**FIGURE 77 : NOMBRE DE MPs SUPÉRIEURS À 100 µm OBSERVÉS AU MICROSCOPE POUR L'EAU BRUTE (IN) ET L'EFFLUENT (OUT) POUR LES ÉCHANTILLONS PRÉLEVÉS À LA STEP DE GEN**



**FIGURE 78 : DISTRIBUTION DES RESULTATS DU TAUX D'ABATTEMENT POUR LE BILAN SAISONNIER DE LA STEP DE GEN > 100µm**

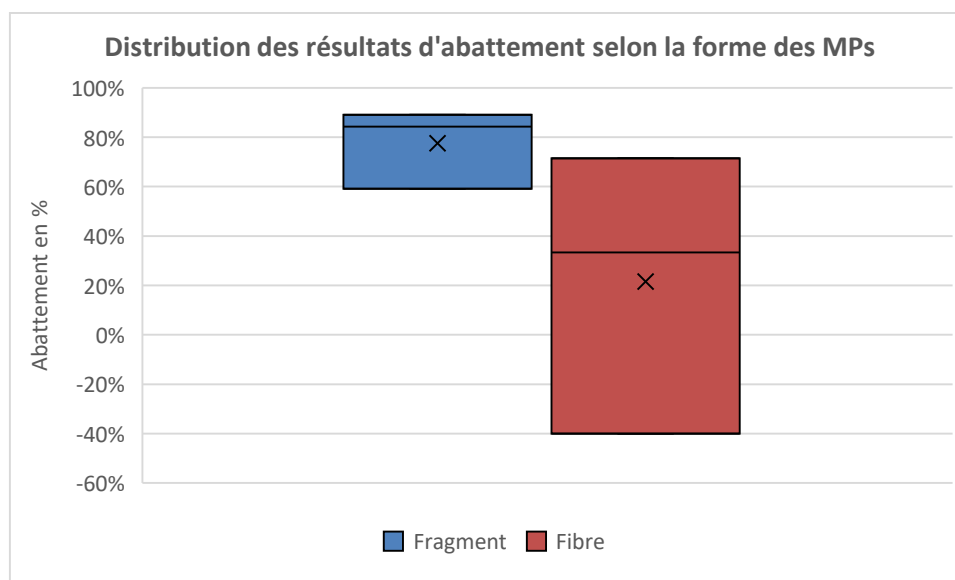
Pour ce qui est de la forme des MPs observés, les valeurs moyennes et les médianes du taux d'abattement pour les trois prélèvements sont du même ordre de grandeur pour l'abattement des fragments avec des valeurs de 77% et 84% que pour l'abattement sur les données totales. Par contre, concernant les fibres, la valeur moyenne et la médiane du taux d'abattement pour les trois prélèvements sont plus faibles, respectivement 40 % et 33 %. Cela se justifie par le nombre de fibres

observées lors des trois prélèvements qui est en dessous de la LQ pour 5 échantillons sur 6. Le Tableau 26 reprend les valeurs pour les fragments et les fibres. La Figure 79 illustre l'étendue de la distribution du taux d'abattement pour les fragments et les fibres.

**TABLEAU 26 : TAUX D'ABATTEMENT DES MPS DES PRÉLÈVEMENTS SAISONNIERS DE GEN SELON LEUR FORME**

	Fragment			Fibre		
	IN	Out	Taux d'abattement	IN	Out	Taux d'abattement
	nbr MPs/l		%	nbr MPs/l		%
GEN1	254	40	84%	14	4*	71%
GEN3	193	21	89%	5*	7*	-40%
GEN4	66	27	59%	6*	4*	33%
<b>Moyenne</b>	<b>171</b>	<b>29</b>	<b>77%</b>	<b>8*</b>	<b>5*</b>	<b>40%</b>
<b>Médiane</b>	<b>193</b>	<b>27</b>	<b>84%</b>	<b>6*</b>	<b>4*</b>	<b>33%</b>
<b>LQ</b>	<b>9</b>	<b>9</b>		<b>9</b>	<b>9</b>	

\*Valeurs inférieures à la LQ



**FIGURE 79 : DISTRIBUTION DES RESULTATS DU TAUX D'ABATTEMENT POUR LE BILAN SAISONNIER DE LA STEP DE GEN SELON LEUR FORME**

### *b. Bilan ponctuel de 5 STEPs pour les MPs de taille supérieure à 100 µm*

Parmi les analyses réalisées, il est possible d'établir le bilan pour 5 STEPs. Le Tableau 27 reprend les dates et les données météorologiques de prélèvements. Ces prélèvements ont été réalisés dans des conditions météorologiques différentes avec des températures allant de 8.0 à 13.5 °C et d'une météo allant d'un temps sec à un temps orageux.

**TABLEAU 27 : DONNÉES DE PRÉLÈVEMENT DES STEPs SÉLECTIONNÉES (BILAN PONCTUEL : MPs > 100 µm)**

	Date de prélèvement	Température (°C)	Météo	Précipitations cumulées 2j précédents	Temps
COR2	07-04-23	8,0	Couvert	8.3 mm	Humide
GHI2	14-04-23	11,0	Ensoleillé	16.8 mm	Humide
MNR1	07-04-23	8,5	Couvert	4.3 mm	Sec
NIV1	09-02-24	12,0	Couvert	49.6 mm	Orage
WVR1	09-02-24	13,0	Couvert	43.7 mm	Orage

Le dénombrement a été réalisé sur les filtres obtenus après traitement des échantillons d'eau brute (IN) et d'effluent (OUT). Le taux d'abattement est calculé en pourcentage de diminution du nombre de MPs dans l'effluent (OUT) par rapport au nombre de MPs observés dans l'eau brute (IN). Le

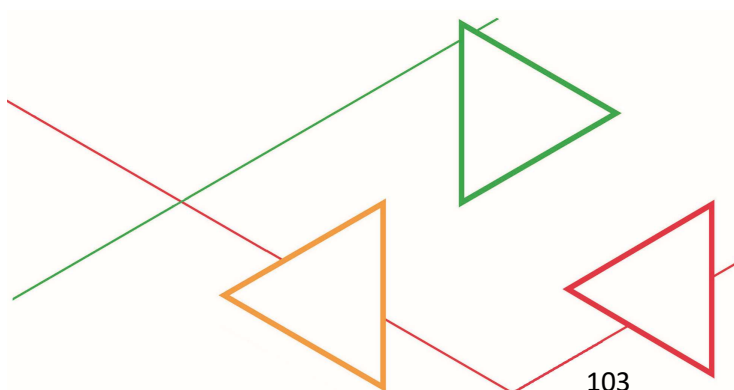
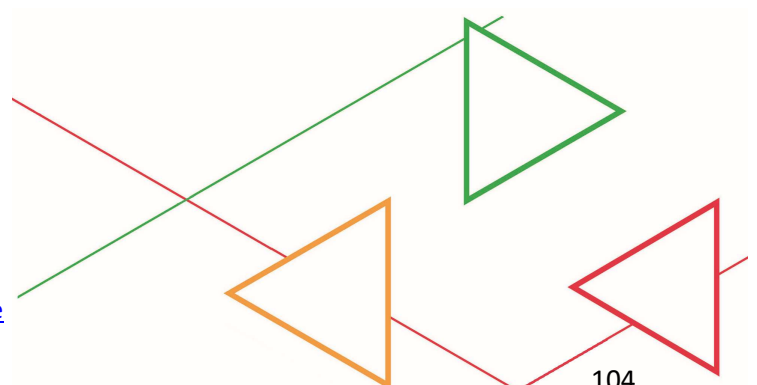


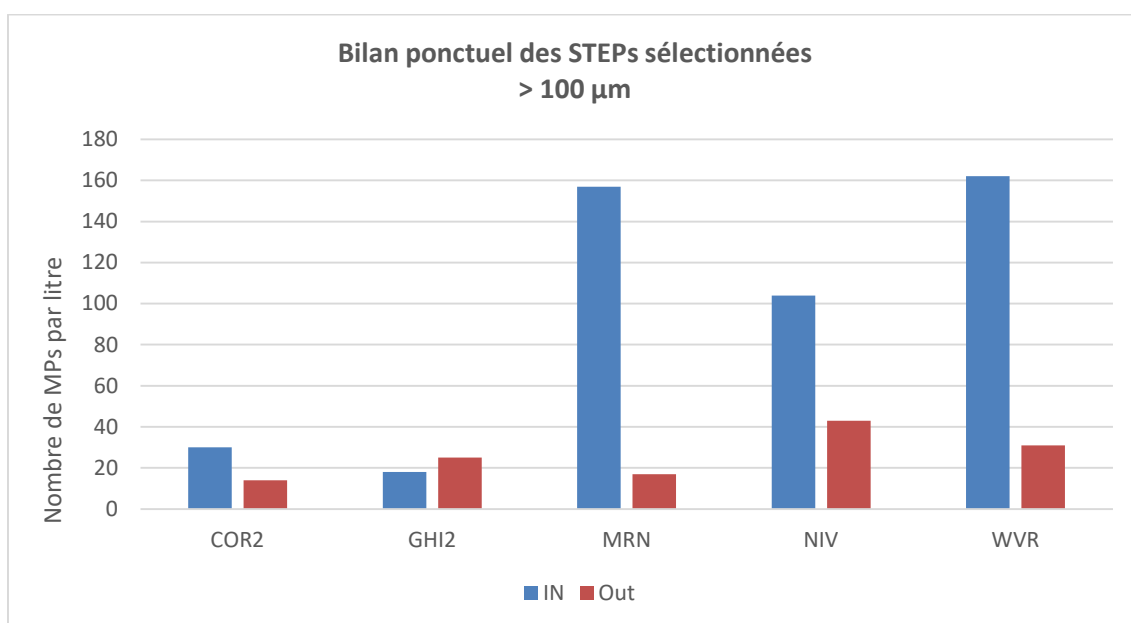
Tableau 28 reprend les données des cinq prélèvements avec le taux d'abattement.

La valeur moyenne et la valeur médiane du taux d'abattement sont plus faibles que ce que l'on a obtenu avec les prélèvements saisonniers de GEN. Les valeurs sont respectivement de 49% et 59%. Cela est dû à la valeur d'abattement négative de la STEP de GHI2 liée à la quantité faible des MPs dans les eaux brutes et les effluents pour cette STEP. La différence entre le nombre de MPs en IN et en OUT est inférieure à la LQ. Concernant les autres STEPs, le taux d'abattement fluctue entre 53 % et 89 %, ce qui se rapproche des taux d'abattement mentionnés dans l'étude bibliographique du Cebedeau (Annexe 2) à savoir entre 69 % et 80%. La Figure 80 illustrent les différences entre le nombre de MPs supérieurs à 100  $\mu\text{m}$  dans l'eau brute (IN) et dans l'effluent (OUT).



**TABLEAU 28 : TAUX D'ABATTEMENT EN MPs DE 5 PRÉLÈVEMENTS PONCTUELS**

	Nombre de MPs par litre > 100 $\mu\text{m}$		Taux d'abattement %
	IN	Out	
COR2	30	14	53%
GHI2	18	25	-39%
MRN	157	17	89%
NIV	104	43	59%
WVR	162	31	81%
<b>Moyenne</b>	<b>94</b>	<b>26</b>	<b>49%</b>
<b>Médiane</b>	<b>104</b>	<b>25</b>	<b>59%</b>
<b>LQ</b>	<b>9</b>	<b>9</b>	



**FIGURE 80 : NOMBRE DE MPs SUPÉRIEURS À 100  $\mu\text{m}$  OBSERVÉS AU MICROSCOPE POUR L'EAU BRUTE (IN) ET L'EFFLUENT (OUT) POUR LES ÉCHANTILLONS DE 5 STEP'S (PRÉLÈVEMENT PONCTUEL)**

Pour ce qui est de la forme des MPs observées, le

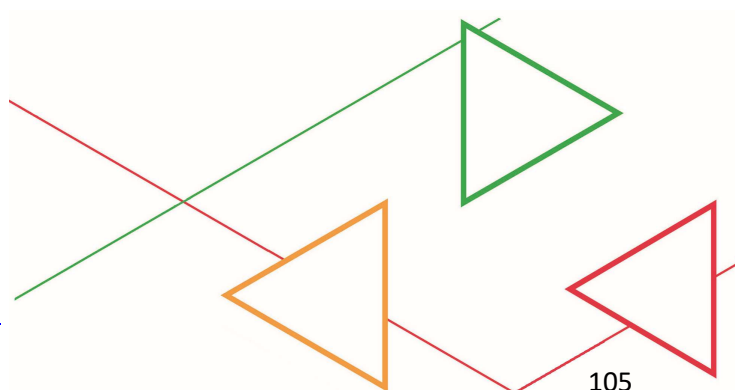


Tableau 29 reprend les données des 5 STEPs. Les valeurs moyennes du taux d'abattement pour les fragments sont faibles de l'ordre de 48 %. Pour les fibres, le nombre observé pour 9 prélèvements sur 10 est inférieur à la LQ. La Figure 81 illustre l'étendue de la distribution du taux d'abattement pour les fragments et les fibres.

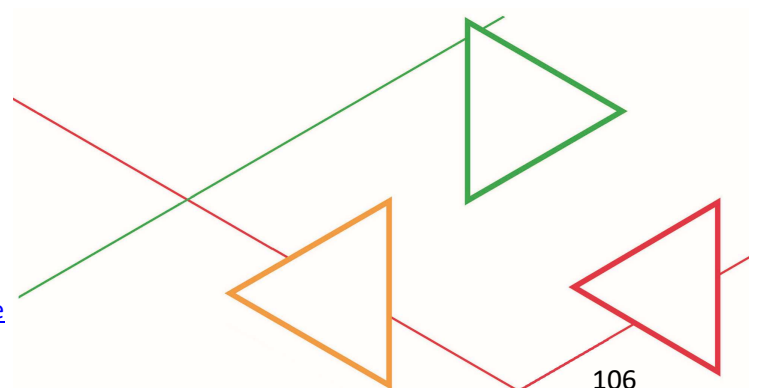


TABLEAU 29 : TAUX D'ABATTEMENT DES MPs DE 5 PRÉLÈVEMENTS PONCTUELS SELON LEUR FORME

	Fragment			Fibre		
	Nombre de MPs par litre > 100 µm		Taux d'abattement %	Nombre de MPs par litre > 100 µm		Taux d'abattement %
	IN	Out		IN	Out	
COR2	22	11	50%	5*	4*	20%
GHI2	12	18	-50%	6*	6*	0%
MRN	148	17	89%	7*	1*	86%
NIV	97	29	70%	7*	15	-114%
WVR	134	27	80%	7*	2*	71%
<b>Moyenne</b>	<b>83</b>	<b>20</b>	<b>48%</b>	<b>6</b>	<b>6</b>	<b>13%</b>
<b>Médiane</b>	<b>97</b>	<b>18</b>	<b>70%</b>	<b>7</b>	<b>4</b>	<b>20%</b>
<b>LQ</b>	<b>9</b>	<b>9</b>		<b>9</b>	<b>9</b>	

\*Valeurs inférieures à la LQ

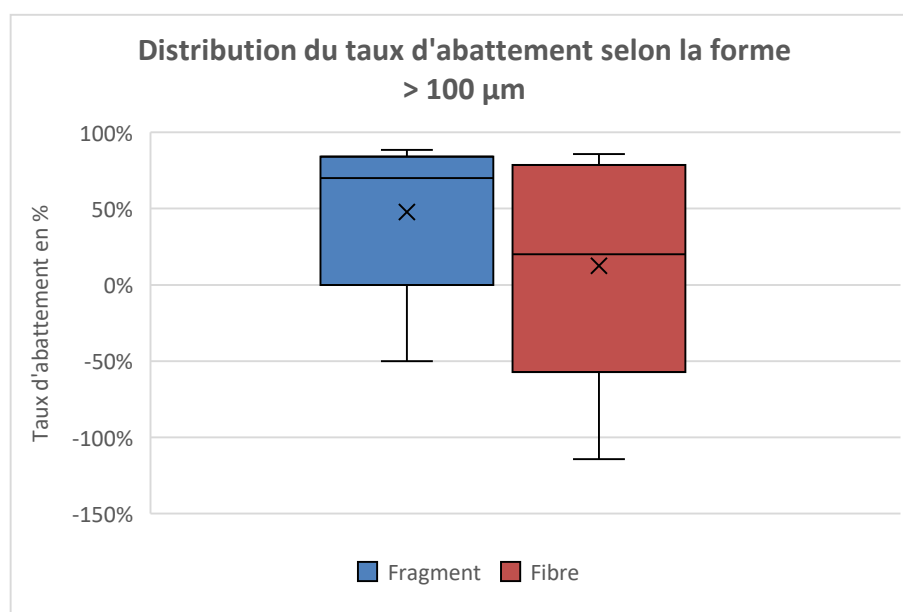
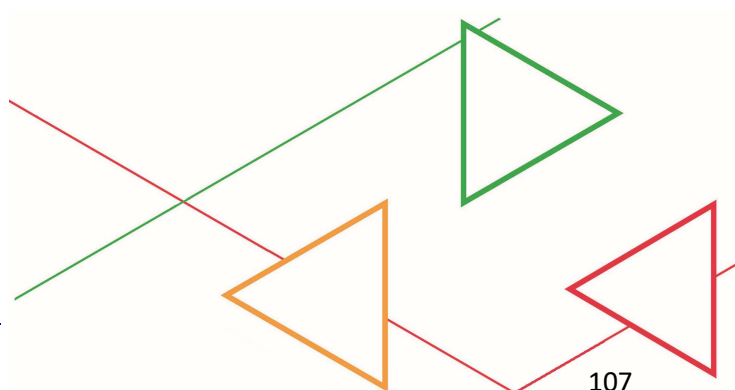


FIGURE 81 : DISTRIBUTION DES RESULTATS DU TAUX D'ABATTEMENT POUR LE BILAN PONCTUEL DE 5 STEPS SELON LEUR FORME

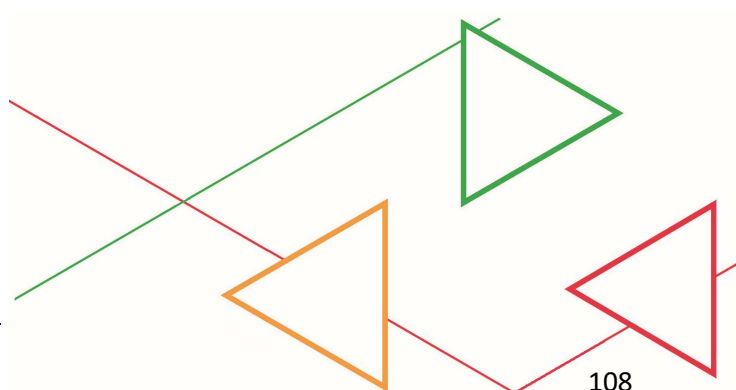


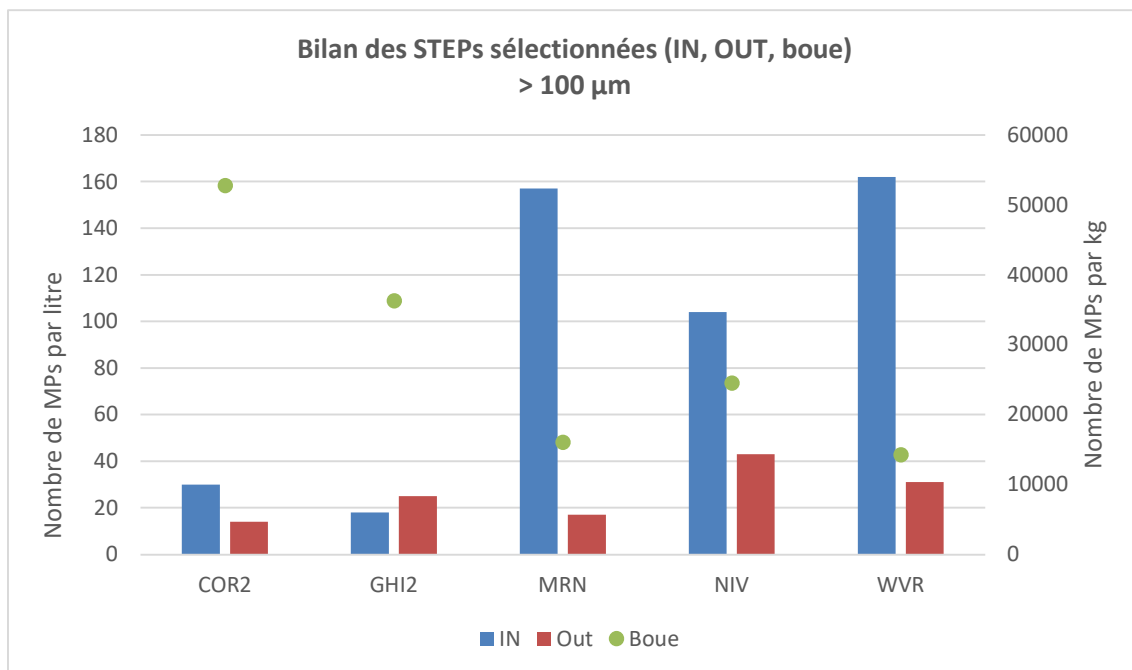
*c. Bilan ponctuel de 5 STEPs pour les MPs de taille supérieure à 100 µm incluant les boues*

Afin de visualiser une relation entre les données obtenues dans les boues de STEPs et les données obtenues dans les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT), celles-ci ont été placées sur un même graphique avec une échelle différente qui leur est propre. Le Tableau 30 reprend les données des 5 STEPs en MPs de taille supérieure à 100 µm par litre pour les eaux et par kg pour les boues. La Figure 82 illustre ces données. On constate que les valeurs les plus importantes en MPs dans les boues ne correspondent pas à une diminution importante de quantité de MPs entre les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT). C'est le cas de COR2 et GHI2. De même, les STEPs qui voient leur quantité de MPs diminuée entre les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT) ne présentent pas des quantités importantes de MPs dans les boues comme c'est le cas de MRN et WVR.

**TABLEAU 30 : NOMBRE DE MPs DE TAILLE SUPÉRIEURE À 100 µM OBSERVÉS DANS LES EAUX BRUTES (IN), LES EFFLUENTS (OUT) ET LES BOUES DE 5 STEPs**

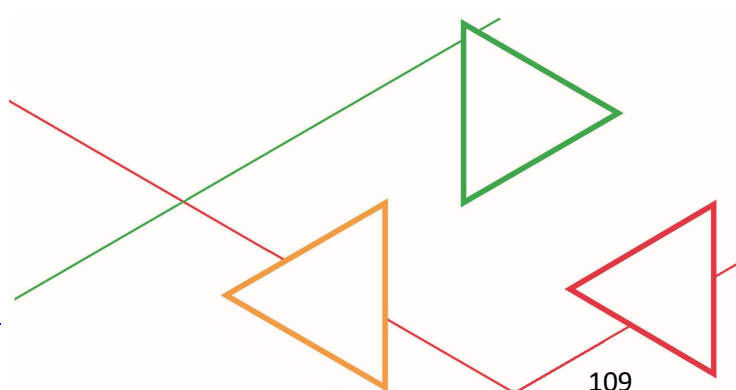
STEP	Nombres de MPs par litre pour les eaux et par kg pour les boues		
	IN	Out	Boue
COR2	30	14	52804
GHI2	18	25	36329
MRN	157	17	16065
NIV	104	43	24571
WVR	162	31	14297
TOTAL	471	130	144066
<b>Moyenne</b>	94	26	28813
<b>Médiane</b>	104	25	24571

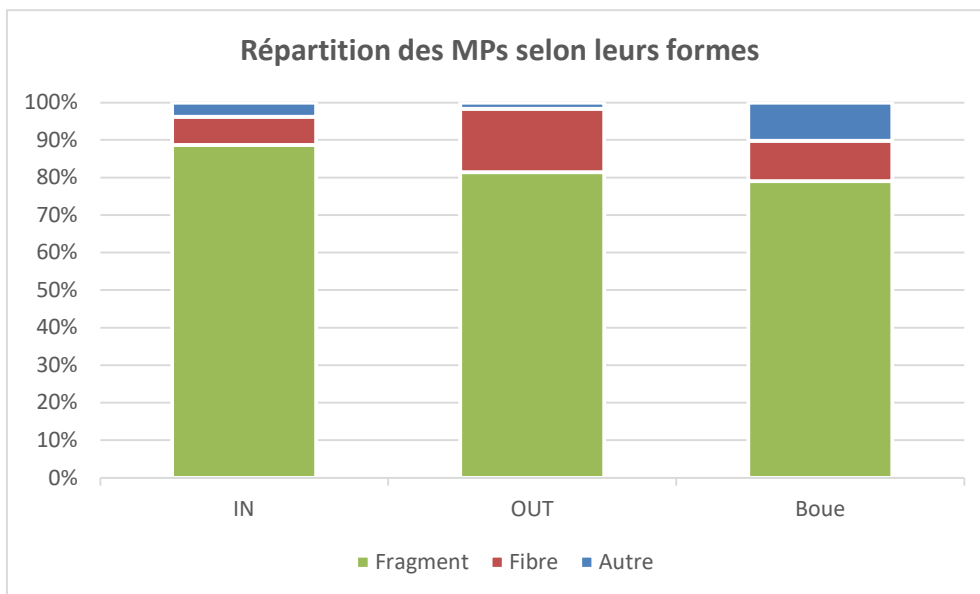




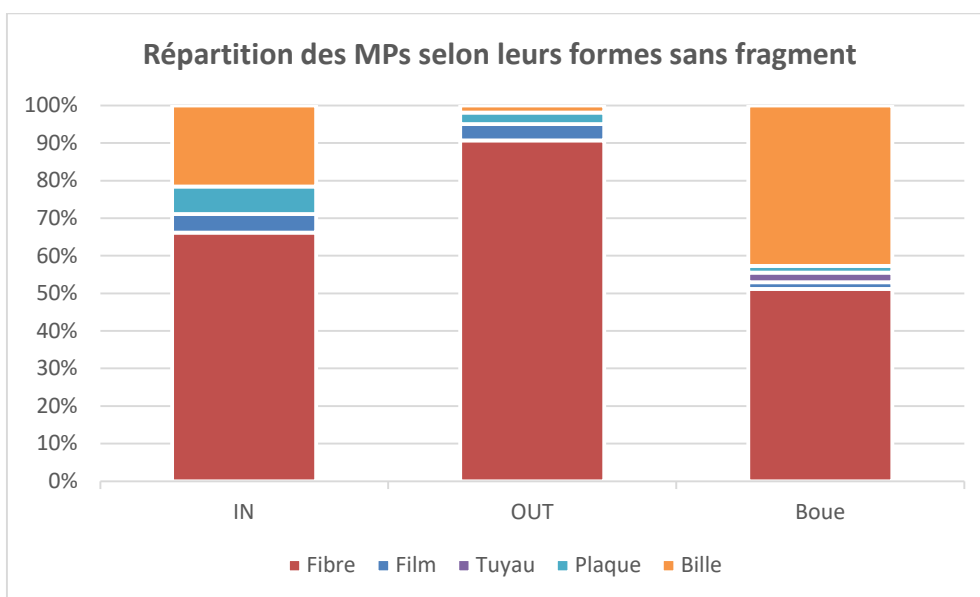
**FIGURE 82 : NOMBRE DE MPs SUPÉRIEURS À 100 µM OBSERVÉS AU MICROSCOPE POUR L'EAU BRUTE (IN), LES EFFLUENTS (OUT) ET LES BOUES POUR LES ÉCHANTILLONS DE 5 STEPs (PRÉLÈVEMENT PONCTUEL)**

Concernant la répartition des formes des MPs dans les eaux brutes (IN), les effluents (OUT) et les boues, la Figure 83 montre que plus de 80 % des MPs observés sont sous forme de fragment. En complément, afin de mieux visualiser la répartition des autres formes des MPs observés, la Figure 84 a été établie sans la proportion de fragment. Dans les pourcentages restants, la forme la plus rencontrée est la fibre avec 66 % dans les eaux brutes (IN), 91 % dans les effluents (OUT) et en proportion plus faible 51 % dans les boues. On constate également une proportion importante de billes dans les boues de l'ordre de 43 % mais également dans les eaux brutes en plus faible proportion (22%), tandis qu'il n'y en a presque pas dans les effluents. Comparativement, les boues contiennent une plus grande variété de formes que les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT). Ce qui se justifie par une accumulation des MPs présents dans les eaux brutes (IN) qui aboutissent dans les boues.



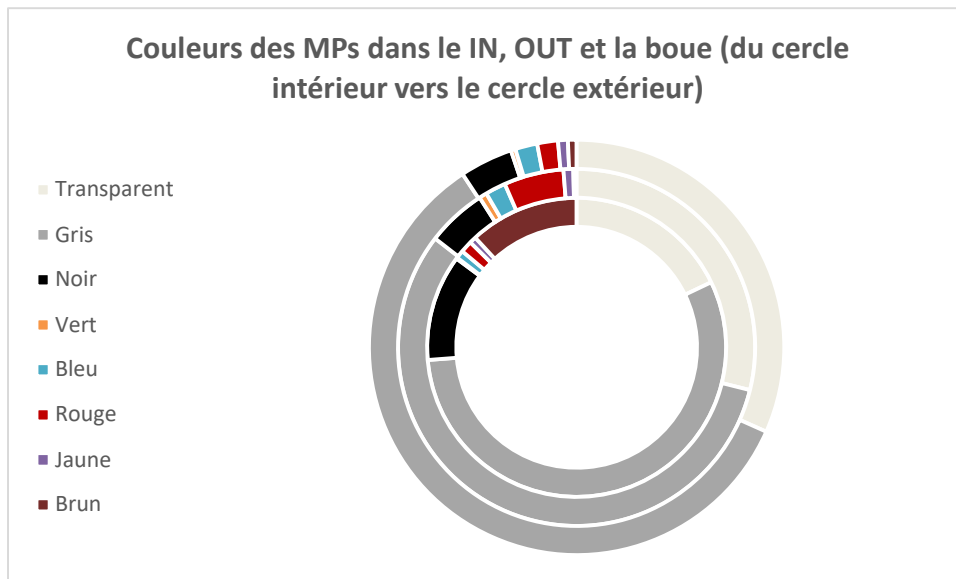


**FIGURE 83 : RÉPARTITION DES MPs SELON LEURS FORMES OBSERVÉES AU MICROSCOPE POUR L'EAU BRUTE (IN), L'EFFLUENT (OUT) ET LA BOUE POUR LES ÉCHANTILLONS DE 5 STEPS (PRÉLÈVEMENT PONCTUEL) ET LES ÉCHANTILLONS DE GEN (PRÉLÈVEMENT SAISONNIER)**



**FIGURE 84 : RÉPARTITION DES MPs SELON LEURS FORMES OBSERVÉES AU MICROSCOPE SANS LA PROPORTION DE FRAGMENT POUR L'EAU BRUTE (IN), L'EFFLUENT (OUT) ET LA BOUE POUR LES ÉCHANTILLONS DE 5 STEPS (PRÉLÈVEMENT PONCTUEL) ET LES ÉCHANTILLONS DE GEN (PRÉLÈVEMENT SAISONNIER)**

La Figure 85 illustre la différence de diversité de couleurs entre les MPs observés dans les eaux brutes (IN), ceux observés dans les effluents (OUT) et ceux observés dans les boues. On constate une perte de coloration entre l'entrée et la sortie de la STEP et entre l'entrée et les boues. Cela peut se justifier par la détérioration des plastiques lors du processus d'épuration.



**FIGURE 85 : COMPARAISON DES COULEURS OBSERVÉES DES MPs DANS LES EAUX BRUTES (IN), LES EFFLUENTS (OUT) ET LES BOUES**

### *Conclusions sur les différents bilans réalisés*

Les tendances observées sur 5 STEPs des 30 étudiées confirment une diminution entre les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT) pour les MPs de taille supérieure à 100 µm. En effet, les taux d'abattement qu'ils soient saisonnier ou ponctuel présentent des valeurs de 53 % à 89 %. Ces données sont proches des valeurs reprises dans la recherche bibliographique réalisée par le Cebedeau. Concernant les formes des MPs, ces tendances sont confirmées pour les fragments. Par contre concernant les fibres, ce n'est pas le cas du fait des données proches ou inférieures aux LQs établies sur base des données recueillies lors de l'étude des blancs.

Des tendances pour les MPs de taille de 20 à 200 µm sont difficilement observables car les quantités relativement faibles mesurées sont proches ou inférieures aux LQs établies sur base des données des blancs.

Si on inclut les boues, aucune tendance n'est observée. En effet, on constate que les quantités les plus importantes en MPs dans celles-ci ne correspondent pas forcément à une diminution importante de quantité de MPs entre les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT). Pour rappel, les prélèvements d'eaux sont ponctuels, les boues analysées ne résultent pas du traitement des eaux prélevées. On peut dire néanmoins que les contaminants contenus dans les eaux brutes se concentrent dans les boues. Ceci est dû aux grands volumes d'eau traités qui produisent un kilogramme de boue.

### 3.4. Résultats des essais en microcosme

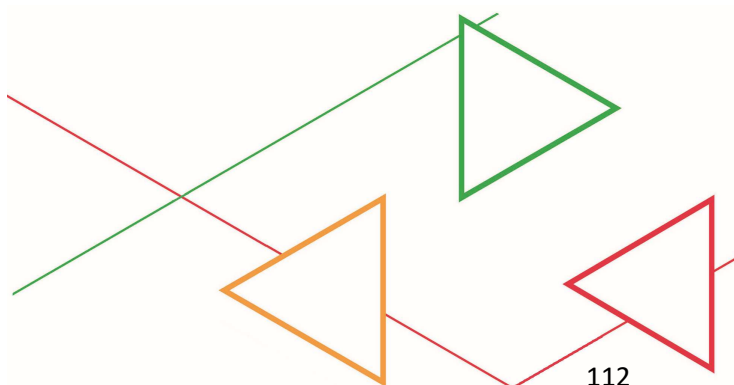
#### 3.4.1. Vieillessement des MPs

Pour réaliser le test de vieillissement, un bas nylon a été rempli de terre du bac (terre et boue) dans laquelle les MPs ont été mélangés. Le bas nylon est ensuite enfui jusqu'à environ 30 cm de profondeur du bac d'une hauteur de 50 cm. Ces 30 cm de profondeur correspondent donc à la couche supérieure et intermédiaire du sol reconstitué.



FIGURE 86 : PHOTOS DU BAS NYLON EXTRAIT DU SOL APRÈS 18 MOIS

La Figure 86 illustre le bas nylon extrait du sol après 18 mois d'expérimentation. Le bas nylon n'était pas détérioré ce qui a permis de traiter les échantillons de sol sans avoir une perte de matière. Les échantillons de sol ont été extraits du bas nylon et séchés à 40 °C. Les échantillons ainsi séchés ont été stockés dans un flacon en verre brun avant extraction des MPs selon le protocole décrit dans la section 2.1.4. Seulement 4 types de MPs ont pu être isolés des échantillons de sol du bas nylon. Il s'agit des microbilles de PE bleues et orange, des fragments verts de PEHD et les fragments rouges de PP. Les MPs isolés ont été observés au microscope sous lumière blanche et comparés avec un échantillon de MPs témoin. La Figure 87 illustrent ces observations. Les observations au microscope sous grossissement x 7 et x 20 n'ont pas montré de différences flagrantes de forme ni de modification de surface.



Nature	Avant mise en place	Après 18 mois en terre
PE bleu 425 µm		
PE orange 300 µm		
PEHD vert 150 à 250 µm		
PP rouge 250 à 500 µm		

**FIGURE 87 : COMPARAISON AU MICROSCOPE SOUS LUMIÈRE BLANCHE DES MPs ISOLÉS DES ÉCHANTILLONS DE SOL AVEC LES MPs TÉMOINS.**

En complément, une analyse infrarouge a été réalisée pour permettre une comparaison des spectres des MPs isolés du sol avant et après les 18 mois d'expérimentation. Les Figure 88 à 91 montrent les spectres infrarouges juxtaposés des MPs avant et après vieillissement. Pour les microbilles de PE, les MPs isolés des échantillons de sol des 3 bacs ont été regroupés pour réaliser l'analyse. Pour les fragments de PEHD et de PP les analyses ont été faites séparément.

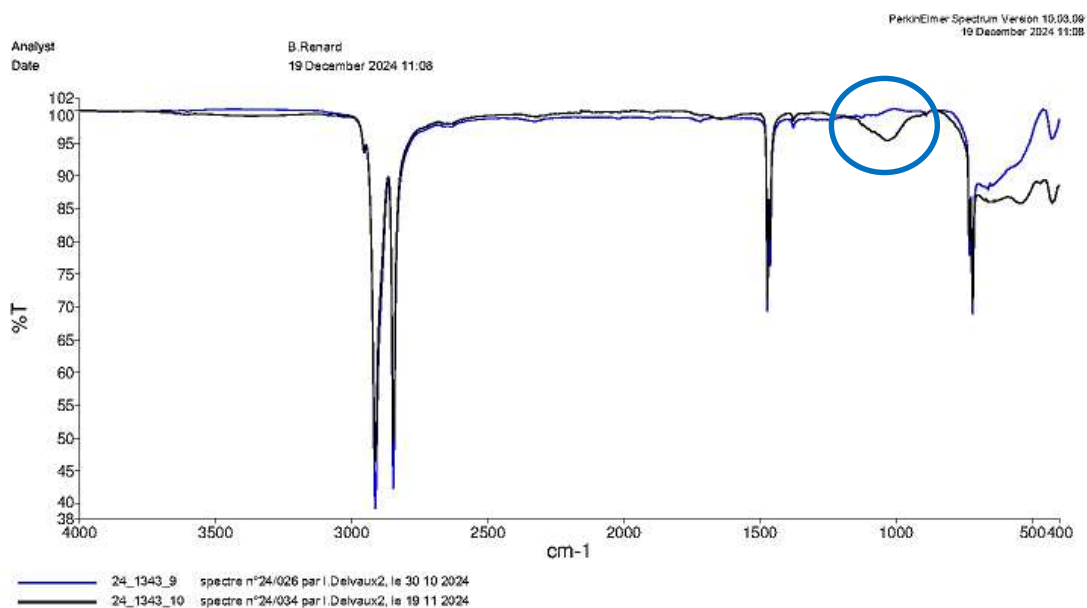
Les spectres IR ont été réalisés à l'aide du spectrophotomètre FT-IR Perkin-Elmer Spectrum TWO et de l'accessoire de réflexion interne RTA.

Dans la Figure 88 et la Figure 89, pour les microbilles de PE bleu et le PE orange, on constate après enfouissement l'apparition d'un pic plus large à  $1032\text{ cm}^{-1}$  pour le PE bleu (mis en évidence par un cercle bleu) et à  $1027\text{ cm}^{-1}$  pour le PE orange (mis en évidence par un cercle jaune). Ces pics peuvent être dû à la présence de phosphate et de silicates dans le sol amendé avec la boue de STEP.

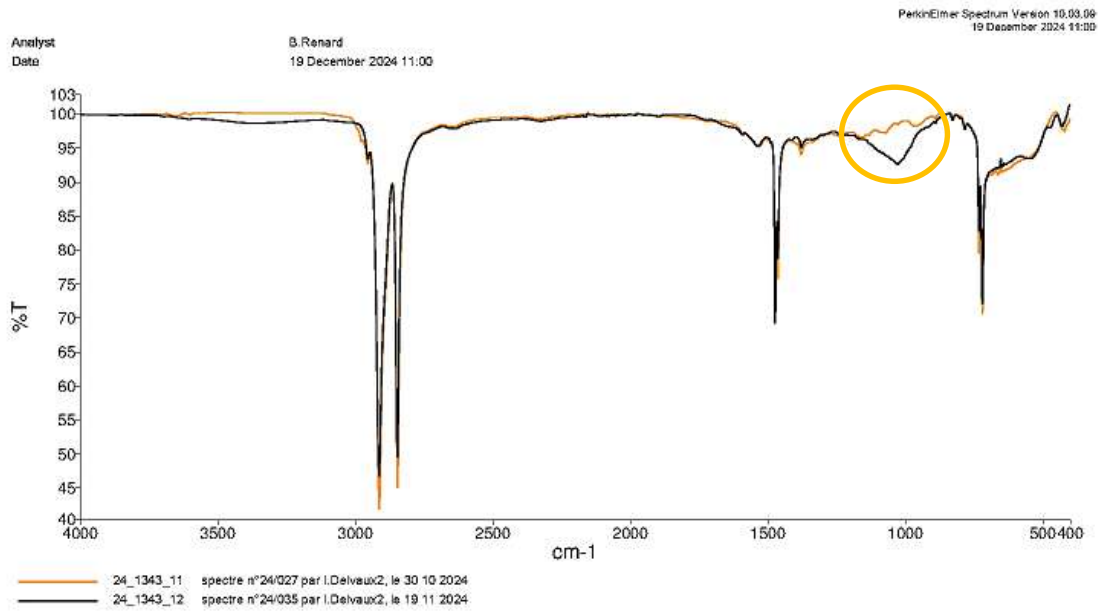
Dans la Figure 90, il y a des changements d'intensités dans les pics pour le PEHD. Les pics à 3289-3400 et 1634-1649  $\text{cm}^{-1}$  sont dû à l'humidité (mis en évidence par un cercle vert).

Dans la Figure 91, les pics à 1030, 999, 974 et 695  $\text{cm}^{-1}$  sont dû à la présence de silicates (mis en évidence par un cercle rouge). Les pics à 3368-3436 et 1634-1645  $\text{cm}^{-1}$  sont dû à l'humidité (mis en évidence par un cercle rouge).

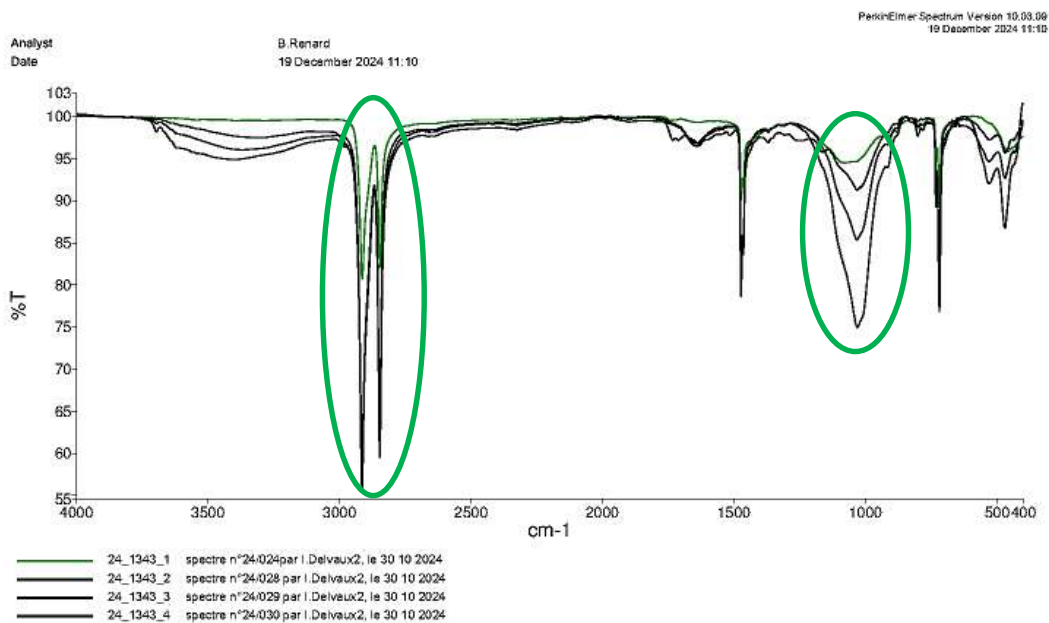
Dans l'ensemble, les spectres obtenus ne montrent pas de changement de structure. Le spectre de référence – plastique n'ayant pas été enfoui – est représenté en couleur sur les spectres des Figure 88 à 91.



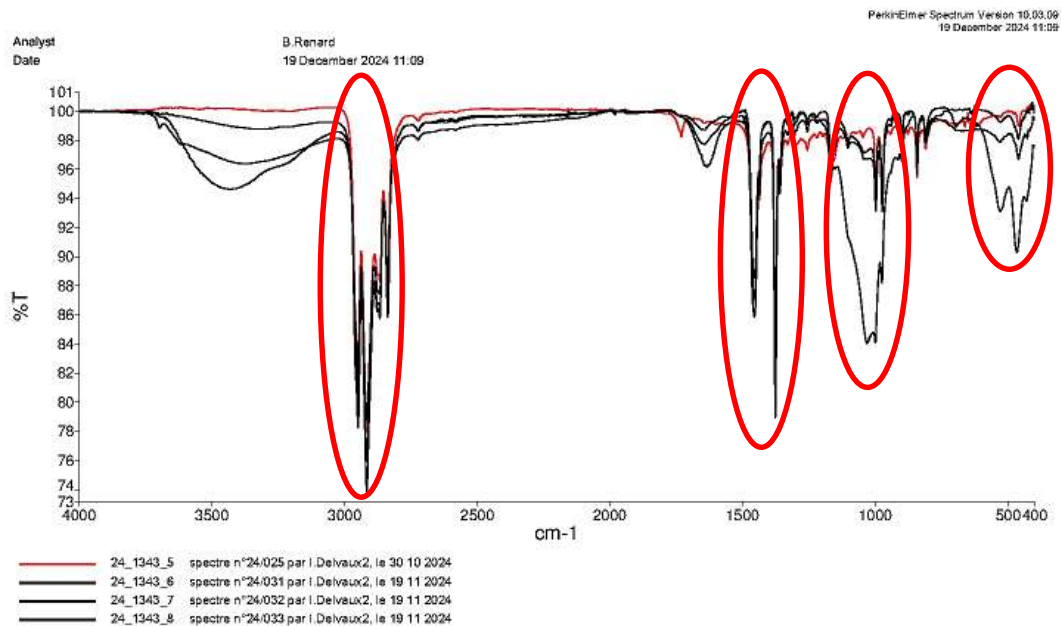
**FIGURE 88 : SPECTRES INFRAROUGE DES MICROBILLES DE PE BLEU AVANT (TRAIT BLEU) ET APRÈS 18 MOIS D'ENFOUISSEMENT (TRAIT NOIR) POUR LE REGROUPEMENT DES 3 BACS**



**FIGURE 89 : SPECTRES INFRAROUGE DES MICROBILLES DE PE ORANGE AVANT (TRAIT ORANGE) ET APRÈS 18 MOIS D'ENFOUSSEMENT (TRAIT NOIR) POUR LE REGROUPEMENT DES 3 BACS**



**FIGURE 90 : SPECTRES INFRAROUGE DU PEHD AVANT (TRAIT VERT) ET APRÈS 18 MOIS D'ENFOUSSEMENT (TRAIT NOIR) POUR LES 3 BACS**



**FIGURE 91 SPECTRES INFRAROUGE DU PP AVANT (TRAIT ROUGE) ET APRÈS 18 MOIS D'ENFOUSSEMENT (TRAIT NOIR) POUR LES 3 BACS**

Les différentes observations montrent que dans notre cas expérimental il n'y a pas de modifications de forme des MPs lorsqu'ils sont enfouis dans les sols sur une période de 18 mois. Par contre, certains spectres présentent des modifications dues à la présence d'autres substances dans le sol comme les phosphates et les silicates. Ces modifications peuvent engendrer des erreurs d'identification de la nature des MPs. En effet, les appareils d'analyse pour l'identification des MPs en spectroscopie vibrationnelle comme le spectroscope microFTIR décrit dans la section 2.2.2 se base sur une comparaison avec une bibliothèque de spectres établie à partir de plastiques neufs et propres.

### 3.4.2. Migration des MPs

Le second objectif est d'évaluer la migration des MPs dans le sol.

Pour réaliser ce test, une quantité définie de MPs a été placée dans la couche supérieure du sol à savoir les 10 premiers centimètres. Après 18 mois d'expérimentation, des échantillons ont été extraits du sol afin de définir à quelle profondeur du sol les MPs s'étaient déplacés ou non.

Les échantillons ont été prélevés à l'aide d'une gouge manuelle sur une hauteur de 50 cm selon le plan de prélèvements illustrés par les photos en Figure 92. Afin d'augmenter les chances de retrouver les MPs enfouis, cinq prélèvements pour les bacs 7, 8 et 9 ont été réalisés, contre trois prélèvements pour les bacs blancs 1, 2 et 3, exempts de MPs.

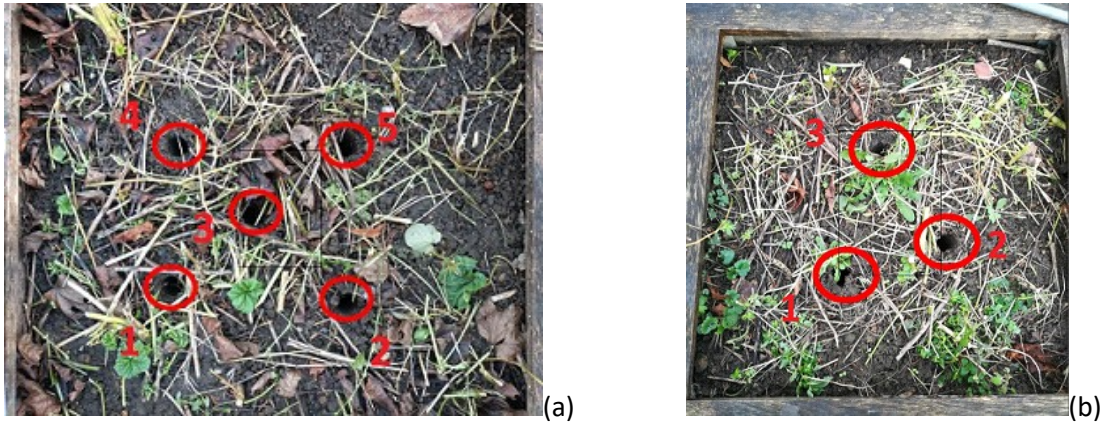


FIGURE 92 : PLAN DE PRÉLÈVEMENTS POUR LA MIGRATION DES MPs

Comme illustré par la Figure 93, le prélèvement à l'aide de gouge permet de prélever une carotte. Cette carotte est fractionnée en 3 échantillons représentatifs de 3 segments différents prélevés sur la hauteur du bac (environ 50 cm). Cela va permettre de vérifier la position des MPs par rapport à leurs positions de départ à savoir les 10 premiers centimètres.

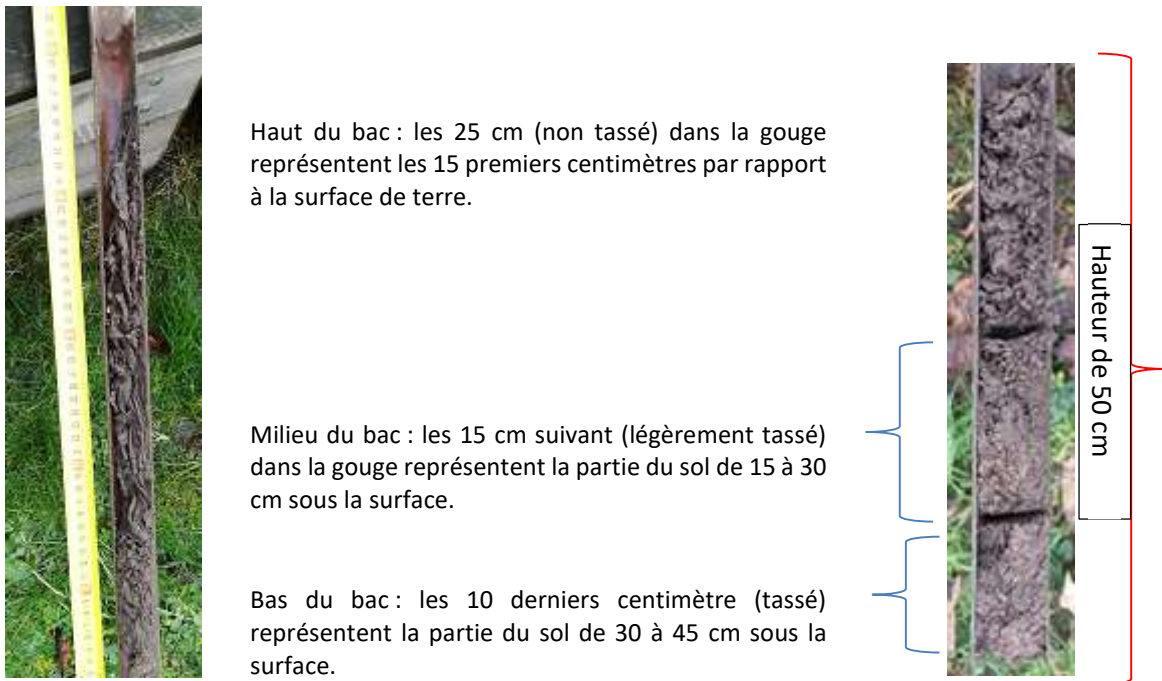


FIGURE 93 : PHOTOS DES PRÉLÈVEMENTS À L'AIDE DE LA GOUGE ET FRACTIONNEMENT DE LA CAROTTE OBTENUE

Les MPs sont extraits selon le protocole décrit dans la section 2.1.4. Ensuite les MPs sont observés et dénombrés pour évaluer la proportion de MPs ayant pu migrer dans le sol.

Le Tableau 31 et le Tableau 32 reprennent les données obtenues dans les différents bacs respectivement en nombre de MPs répartis sur la hauteur des bacs et de leur répartition en pourcentage sur le total des MPs retrouvés. La Figure 94 représente la répartition totale des MPs sur les différents niveaux et dans les différents bacs. Pour les trois bacs, plus d'un tiers des MPs se trouvent dans la partie du milieu du bac, c'est-à-dire entre 15 et 30 cm de la surface de terre. Pour le bac 7

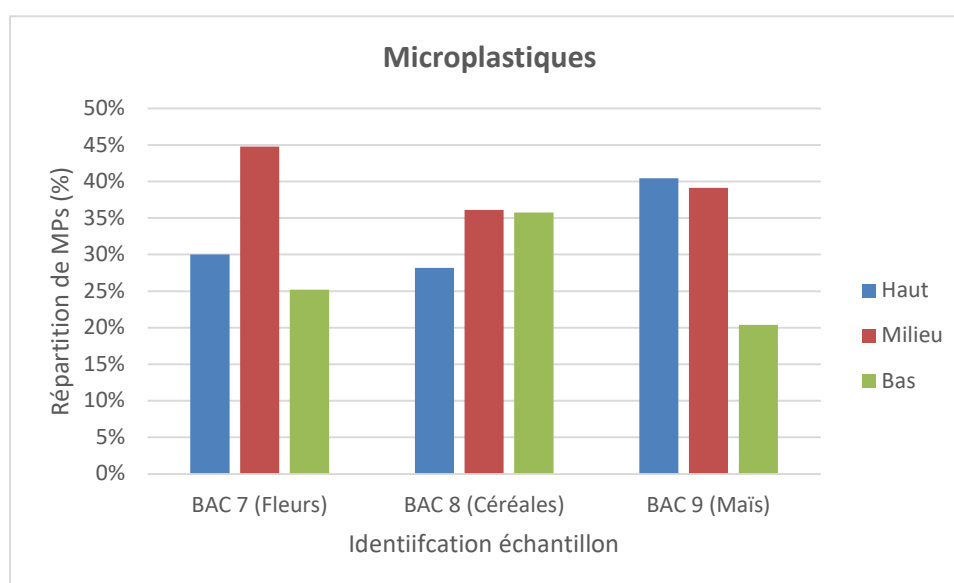
(fleurs) et le bac 9 (maïs) la quantité de MPs dans le niveau bas est beaucoup moindre que dans la partie haute et celle du milieu. Par contre, pour le bac 8, la dispersion est plus homogène sur toute la hauteur du bac. Ces constats se marquent également sur la Figure 95 et la Figure 96 pour la répartition des MPs en billes et fragments. Cela peut être dû au système racinaire de chaque type de plante car chaque bac a été traité de la même manière durant les 18 mois de l'expérience. Une étude (Li, 2021) a démontré que les racines de maïs entraînent un déplacement des MPs vers la surface du sol.

**TABLEAU 31 : RÉPARTITION DES MPs (DONNÉES BRUTES) PAR FORME ET PAR NIVEAU DANS LES BACS 7-8-9**

	BAC 7 (Fleurs)			BAC 8 (Céréales)			BAC 9 (Maïs)		
	Bille	Fragment	Total	Bille	Fragment	Total	Bille	Fragment	Total
Haut	45	30	75	12	66	78	32	89	121
Milieu	46	66	112	35	65	100	34	83	117
Bas	25	38	63	30	69	99	24	37	61

**TABLEAU 32 : RÉPARTITION DES MPs EN POURCENTAGE PAR FORME ET PAR NIVEAU DANS LES BACS 7-8-9**

	BAC 7 (Fleurs)			BAC 8 (Seigle)			BAC 9 (Maïs)		
	Bille	Fragment	Total	Bille	Fragment	Total	Bille	Fragment	Total
Haut	18%	12%	30%	4%	24%	28%	11%	30%	40%
Milieu	18%	26%	45%	13%	23%	36%	11%	28%	39%
Bas	10%	15%	25%	11%	25%	36%	8%	12%	20%



**FIGURE 94 : POURCENTAGE DE MPs PAR NIVEAU DANS LES BACS 7-8-9**

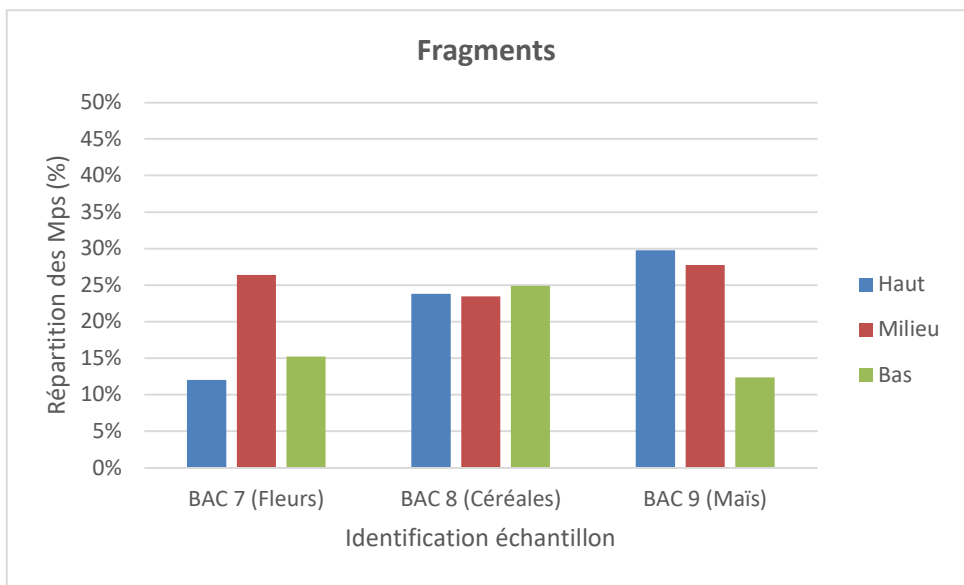


FIGURE 95 : POURCENTAGE DE FRAGMENTS PAR NIVEAU DANS LES BACS 7-8-9

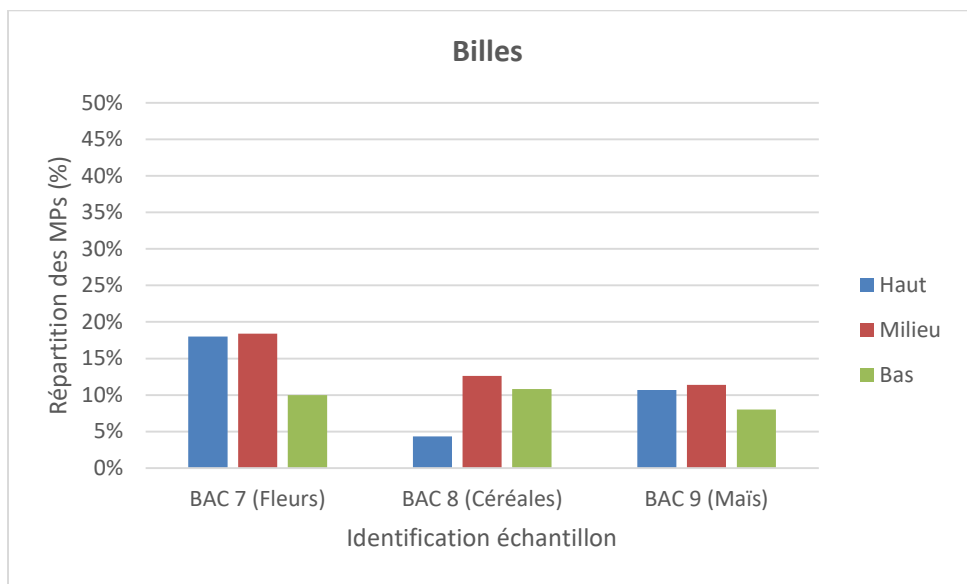


FIGURE 96 : POURCENTAGE DE BILLES PAR NIVEAU DANS LES BACS 7-8-9

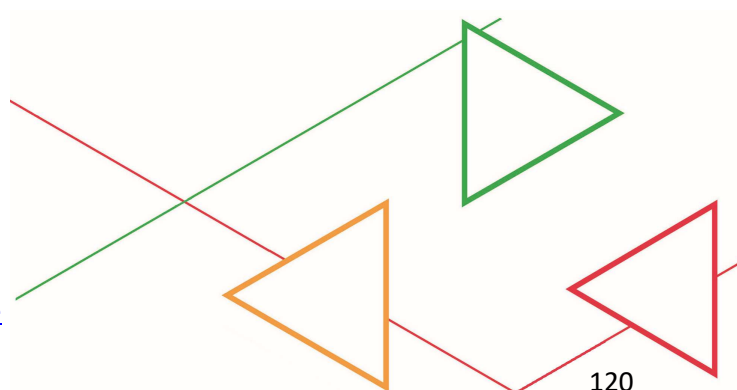
**Conclusions sur le devenir des MPs dans les sols**

L'expérimentation a duré 18 mois dans des microcosmes de petite taille. Malgré la petite échelle expérimentale, deux constats ont pu être mis en évidence.

Le premier est que la dégradation des MPs dans le sol n'est pas flagrante après cette durée de temps. Il apparaît néanmoins de légères différences, notamment au niveau des spectres IR qui pourraient engendrer des difficultés au niveau analytique.

Deuxièmement, on remarque que les MPs sont mobiles, ils ne restent pas simplement en surface et peuvent se retrouver à 50 cm de profondeur dans notre cas d'étude selon l'utilisation du sol, la culture

mise en place ou le labourage. Ce constat est corroboré par plusieurs publications récentes sur la migration verticale des MPs dans les sols (Li, 2021) (Wang, 2026). Dans le cas de champs labourés et amendés en boue de STEP, des MPs ont même été retrouvés jusqu'à 90 cm de profondeur (Tagg A S, 2022).



## 4. Discussions sur les résultats obtenus

L'objectif majeur du projet MicroPlaSTEP était de poser un diagnostic de l'efficacité des STEP pour le traitement des MPs dans les eaux usées wallonnes, avec dans un second temps, une évaluation de leur devenir dans les sols.

Afin d'atteindre cet objectif, il a fallu d'abord adapter et améliorer le protocole Plasti-SOLS aux échantillons des STEPs, c'est à dire les eaux brutes (IN), les effluents (OUT) et les boues. Le protocole mis au point pour les eaux et pour les solides a été appliqué sur chaque échantillon dans le cadre du projet. Néanmoins, il a été constaté qu'un résidu de MO peut se déposer sur le filtre et entraîner des difficultés de lecture par microscopie optique ou analyse par microFTIR.

Ensuite, une méthode d'identification des MPs par microscopie optique a été mise en place. Un programme de type compteur d'étoile a été développé et a permis d'améliorer le dénombrement des MPs déposés sur le filtre, le comptage étant au départ basé en grande partie sur l'expérience et le jugement de l'opérateur. Néanmoins, l'interférence de la MO est bien présente et peut engendrer une surestimation du nombre de particules supposées être des MPs.

En complément, la méthode de détermination des MPs par microFTIR a pu être utilisée. Des développements de cette méthode dans les universités et centres de recherche sont toujours en cours. Les résultats de l'essai interlaboratoire auquel l'équipe projet a participé, ont montré une grande disparité des réponses des laboratoires participants. Pour le projet MicroPlaSTEP, il a permis de reconsidérer le pourcentage de match de 75 % à 80%.

Les protocoles de mesures étant établis, la quantification de MPs dans les eaux brutes (IN), les effluents (OUT) et les boues de STEP ont permis de dresser les constats suivants :

Tout d'abord concernant les blancs échantillons et les blancs terrain, la contamination des échantillons est très faible en MPs de taille supérieure à 100 µm et en MPs de taille de 20 à 200 µm. Ce qui est rassurant au vu de nombre d'étapes entre le prélèvement et le traitement de l'échantillon avant observation ou analyse. On peut donc affirmer que les mesures de précaution de contamination décrites en section 2.4 et appliquées lors du processus sont efficaces. De plus, l'évaluation de ces blancs a permis d'établir les limites de quantification pour l'observation au microscope des particules de MPs supérieurs à 100 µm et pour l'analyse au microFTIR des particules de 20 à 200 µm.

Ensuite concernant les échantillons de STEPs, plusieurs constats ont été établis. Pour les eaux brutes (IN), le nombre de MPs de taille supérieure à 100 µm est beaucoup plus important par rapport au MPs de taille de 20 à 200µm. En comparant les résultats obtenus avec les publications relatives aux MPs trouvés dans des eaux brutes dans le cadre d'études sur des stations de traitement, on retrouve des concentrations du même ordre de grandeur.

Pour les effluents (OUT), le nombre de MPs de taille supérieure à 100 µm est plus faible par rapport au MPs de taille de 20 à 200µm. Cela peut être dû à un effet de fragmentation des MPs au cours du traitement subi dans les STEPs.

En comparant les données IN et OUT, les effluents (OUT) présentent un nombre de MPs de taille supérieure à 100 µm beaucoup plus faible que dans les eaux brutes (IN). Pour les MPs de 20 à 200 µm, on observe une grande variabilité des résultats d'une STEP à une autre. La littérature consultée rapporte des quantités de MPs dans des effluents plus faibles que ce soit pour les MPs de taille supérieure à 100 µm et celle de taille de 20 à 200 µm. Les résultats obtenus sur les prélèvements saisonniers ne permettent pas d'établir de lien significatif entre les conditions météorologique du jour de prélèvement et la quantité de MPs.

Concernant la forme des MPs, pour les trois types d'échantillons (IN, OUT et boue) c'est le fragment qui est majoritaire avec plus de 80 % de particules observées suivi des fibres en moindre proportion. Ces fragments sont issus de la dégradation de MPs plus grands. Cette dégradation se fait par abrasion physique et/ou chimiques dans l'environnement avant leurs arrivées dans la STEP mais également lors du traitement des eaux par la STEP. Il a également été constaté une plus grande variété de formes observées dans les boues avec la présence de billes, de plaque (film épais), de tuyau (fibre creuse) et de film.

Concernant la couleur, les MPs transparents et gris sont les plus observés au microscope dans les trois types d'échantillons. On observe une décoloration des particules entre les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT). En effet, le pourcentage de particules transparentes et grises est plus important pour les effluents (OUT) que pour les eaux brutes (IN). Ces observations sont relayées dans la littérature consultée. Les MPs subissent une décoloration lorsqu'ils séjournent un certain temps dans les STEPs, ils s'oxydent et deviennent transparents ou noirs (Long, 2022). On retrouve donc plus de MPs de couleurs dans les eaux brutes (IN) que dans les sortants (OUT et boue).

Concernant la nature des plastiques déterminée par microFTIR, les données obtenues ont montré la présence majoritairement de PET et PA dans les trois types d'échantillons. En plus de ces deux types de MPs, le PE, le PP et le PS sont aussi présents dans les boues. Cela peut se justifier comme mentionné précédemment, par le fait que les boues analysées ne résultent pas à proprement parler du traitement des eaux prélevées. Pour rappel, les prélèvements des eaux brutes (IN) et des effluents (OUT) correspondent à des prélèvements ponctuels alors que les échantillons boues sont le résultat d'un traitement d'un grand volume d'eaux brutes et donc d'une accumulation de plus de contaminants. Notons que le PET, le PA, le PE, le PP et le PS sont les MPs les plus couramment rencontrés dans l'environnement.

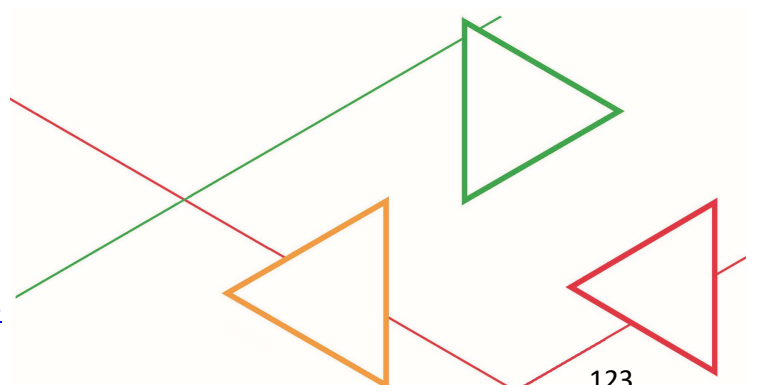
Concernant le diagnostic des STEPs, dans un premier temps, le bilan saisonnier de la STEP GEN a montré un taux d'abattement moyen calculé proche de 76%. Par temps sec, on s'aperçoit que l'abattement est meilleur pour cette STEP. On suppose dans ce cas que le peu de ruissèlement en période sèche engendre peu d'apport en MPs dans l'effluent. De plus, en période humide, le flux lié aux intempéries peut empêcher la sédimentation des MPs dans la STEP. Il peut donc y avoir un rejet de MPs plus important dû à un effet de débordement dans l'effluent.

Dans un second temps, le taux d'abattement ponctuel estimé dans plusieurs STEPs varie d'une STEP à l'autre. Il se situe dans une fourchette de 53% à 89% (à l'exception d'une STEP qui a présenté un

taux d'abattement négatif). Le mode de fonctionnement de la STEP, mais également l'incertitude de la mesure des MPs, sont autant de facteurs qui peuvent expliquer les variabilités observées.

Ces taux d'abattement sont néanmoins confirmés dans l'étude bibliographique réalisée par le Cebedeau dans le cadre de ce projet (Annexe 2) qui mentionne que 69 % à 80% des MPs traités en STEP se retrouve dans les boues.

Un objectif complémentaire au projet était d'évaluer le devenir des MPs qui se trouvent dans les boues de STEP épandus sur un sol agricole. L'expérimentation de 18 mois dans les microcosmes ne montre pas de dégradation significative des MPs dans le sol pendant cette durée de temps, même s'il apparaît de légères différences au niveau des spectres IR qui pourraient engendrer des difficultés au niveau analytique. De plus, les MPs semblent mobiles dans le sol, ils ne restent pas simplement en surface et peuvent se retrouver à 50 cm de profondeur.



# Conclusions et Perspectives

Le projet MicroPlaSTEP avait pour objectif principal d'étudier l'efficacité des STEP's wallonnes à traiter une potentielle présence de MPs dans les eaux usées. Les essais réalisés ont permis de vérifier la présence des MPs dans l'ensemble des eaux brutes (IN) analysées. Ces MPs sont également présents dans les effluents de STEP's mais en quantité moins importante. On les retrouve par contre en grande quantité dans les boues contribuant à un apport de MPs dans les sols par l'épandage de celles-ci. Un taux d'abattement entre l'entrée et la sortie de la STEP a pu être observé sur les particules supérieures à 100 µm. Pour les particules de 20 à 200 µm, une grande disparité des résultats est observée et aucune tendance n'a pu être mise en évidence.

D'un point de vue analytique, malgré les interférences liées à la présence de la MO et l'incertitude liée à la technique, l'observation au microscope et le dénombrement des MPs à l'aide du Rouge du Nil permet une première approche économique à cette problématique.

Ce projet et les développements réalisés montrent bien les difficultés d'obtenir à l'heure actuelle des résultats robustes pour la détermination des MPs dans différentes matrices. Les mises au point et développement des méthodes d'analyse sont toujours en cours dans plusieurs universités et centres de recherche. L'essai interlaboratoire a prouvé que ce type d'analyse n'est pas encore maîtrisé. L'utilisation d'une même méthode de détermination comme la microFTIR ne permet pas encore d'obtenir des résultats répétables et comparables par les différents participants. Cette méthode demande à être mieux maîtrisée en développant des bibliothèques de MPs ne se basant pas uniquement sur des MPs « modèles » mais en tenant compte de leur état de « dégradation/vieillesse » dans les différents milieux dans lesquels ils doivent être évalués.

Pour poursuivre le travail sur la thématique, le projet Waloplast a débuté mi 2024 avec pour objectif la mise au point des méthodes de prélèvements et d'analyse dans les eaux de surface et dans les sédiments. Dans ce cadre, le développement d'une méthode d'analyse de MPs par pyrolyse GC-MS est prévue. Elle sera associée à une analyse par spectroscopie microFTIR. Ce projet permettra également d'affiner l'ensemble des étapes de l'analyse pour améliorer la robustesse des mesures. Il va permettre d'asseoir un peu plus l'expertise de l'ISSEP en matière d'évaluation de la pollution en MPs. De plus, ce nouveau projet permettra d'obtenir une première approche de caractérisation de la présence de MPs dans les eaux de surface en Wallonie.

En complément, au niveau réglementaire, la Directive européenne (91/271) destinée à protéger l'environnement au sein de l'Union européenne (UE) des effets négatifs des eaux urbaines résiduaires a été revue. Elle définit des règles à l'échelle de l'UE pour la collecte, le traitement et le rejet des eaux résiduaires. Cette révision demande une surveillance de la teneur en MPs au niveau des surcharges en entrée de STEP. Le projet MicroPlaSTEP et dans un second temps Waloplast permettront de répondre aux sollicitations du Service public de Wallonie pour mettre en place les dispositions nécessaires au respect de la réglementation.

# Bibliographie

5667-27, I. (2023). Qualité de l'eau -Echantillonnage.

AGW. (1995). *Arrêté du Gouvernement wallon portant réglementation de l'utilisation sur ou dans les sols des boues d'épuration ou de boues issues de centres de traitement de gadoues de fosses septiques (M.B. 12.04.1995).*

Ayankunle, A. (2025). Microplastics in Estonian WWTPs: First evaluation of baseline concentrations and stage-wise removal efficiency.

Brown DM, W. M. (2001). Size-dependent proinflammatory effects of ultrafine polystyrene particles: A role for surface area and oxidative stress in the enhanced activity of ultrafines. . *Toxicology and Applied Pharmacology* .

Browne MA, C. P. (2011). Accumulation of microplastics on shorelines worldwide : sources and sinks.

Campanale, C. et al. (2020). A Practical Overview of Methodologies for Sampling and Analysis of Microplastics in Riverine Environment. *Sustainability*, 12, 6755, <https://doi.org/10.3390/su12176755>.

Carr, A. L. (2016). Transport and fate of microplastic particles in wastewater treatment Plants, . *Water Research*, 91, , 174-182.

CE. (2019). *Rapport de la Commission Européenne sur les risques des microplastiques pour l'environnement et la santé.*

Dris R, I. H. (2015). Beyond the ocean: Contamination of freshwater ecosystems with (micro-)plastic particles. *Environmental Chemistry* 12, 539-550.

Erni-Cassola G., G. M.-O. (2017). Lost, but found Nile Red : A novel Method for detecting and quantify small microplastics (1 mm to 20 µm) in environmental samples.

Fionn Murphy, C. E. (2016). Wastewater Treatment Works (WwTW) as a Source of Microplastics in the Aquatic Environment.

Foglia. (2024). Microplastics in urban water cycles : Looking for a more scientific approach for sampling and characterization in wastewater and drinking water treatment plants.

Freilinger J, K. C. (2025). Interactions between perfluorinated alkyl substances (PFAS) and microplastics (MPs): Findings from an extensive investigation. *Journal of Hazardous Materials Advances*.

Giardino. (2022). *Modification of a Nile Red Staining Method for MPs Analysis A Nile Red Plate Method.*

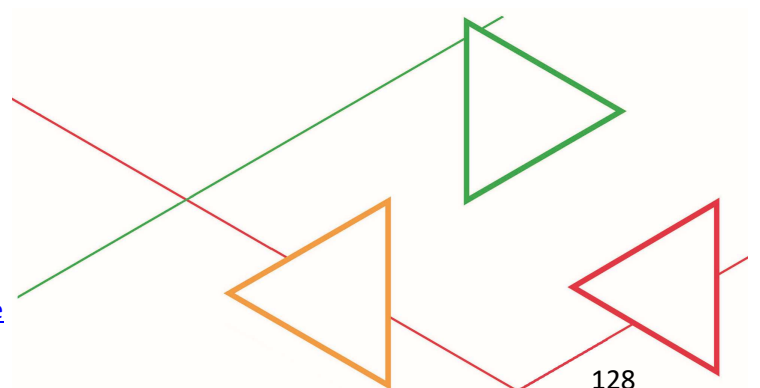
Rapport final n°966/2025 – MicroPlaSTEP  
Institut Scientifique de Service Public – [www.issep.be](http://www.issep.be)

- Gillibert, R. B. (2019). Raman tweezers for small microplastics and nanoplastics identification in seawater. . *Environ. Sci. Technol.*, 53, 9003–9013.
- Harley-Nyang. (2022). Investigation and canlysis of microplastics in sewage sludge and biosolids : A case study from one wastewtaer treatment works in the UK.  
<https://firstmold.com/fr/guides/pa-plastic/>. (s.d.).
- <https://hydrometrie.wallonie.be/> . (s.d.). Récupéré sur <https://hydrometrie.wallonie.be/>
- <https://www.thyssenkrupp-plastics.be/fr/industrie/produits-semi-finis-en-plastique/plaques-en-plastiques/plaque-pet-p>. (s.d.).
- Imbulana, T. O. (2024). Quantifying annual microplastic emission of an urban catchment : Surface runoff vs wastewater sources. *Journal of environmental management*.
- ISO, C. d. (2020). ISO/TER 21960 : 2020 relative à Plastics – Environmental aspects – State of knowledge and methodologies.
- Joris, A. (2019). *Projet Moerman Plasti-SOLS*.
- K Enders, R. L. (2020). *When every particle matters: A QuEChERS*.
- Kang. (2020). *Modification of a Nile Red Staining Method for MPs Analysis A Nile Red Plate Method*.
- Kech, C. (2025). *Projet Caribouh*.
- Kilic, I. (2025). Characteristics and seasonal change of microplastics in organized industrial zone wastewater treatment plant.
- Lares M, N. M. (2018). Occurrence, identification and removal of microplastic particles anec fibers in conventional activated sludge process and advanced MBR technology.
- Li, H. (2021). Vertical migration of microplastics along soil profile under different crop root systems.
- Long, Y. (2022). *Microplastics removal and characteristics of constructed wetlands WWTPs in rural area of Changsha, China: A different situation from urban WWTPs*.
- Ma, M. et al. (2022). Spatial Distribution and Potential Sources of Microplastics in the Songhua River Flowing Through Urban Centers in Northeast China. *Environmental Pollution, Volume 292, Part B*, 118384, ISSN 0269-7491, <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.118384>.
- Magnusson K, N. F. (2014). Screening of microplastic particles in an downstream a wastewater treatment plant. Report. . *Swedish Environmental Research Institute, Stockolm*.
- Meyers. (2024). *Towards reliable data Validation of a machine learning-based approach fo MPs analysis in marine organisms using NR staining*.

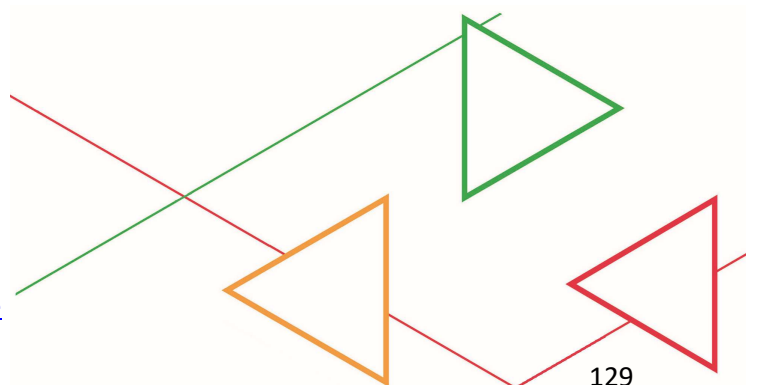
- Michielssen, M. M. (2016). Fate of microplastics and other small anthropogenic litter (SAL) in wastewater treatment plants depends on unit processes employed. . *Environ.Sci. J. Integr. Environ.ResWater Res.Technol.2*, , 1064-1073.
- Missouri. (2019). *Project Missouri : Microplastics in soil and groundwater : sources, transfer, metrology and impacts.*
- Murphy F, E. C. (2016). Wastewater treatment works (WwTW) as a source of microplastics in the aquatic environment.
- OCDE. (2022). Rapport de l'Organisation de coopération et de développement économique.
- OCDE. (2024). *Scénarios d'action pour l'élimination de la pollution plastique à l'horizon 2040.*
- Perez. (2022). Innovations in analytical methods to assess the occurrence of microplastics. *ELSEVIER.*
- Rafa. (2024). Microplastics as carriers of toxic pollutants : Source, transport, and toxicological effects.
- Shim. (2016). *Identification and Quantification of MPs Using Nile Red Staining.*
- Sturm. (2023). *Fast Forward Optimized sample preparation and fluorescent staining for MP detection.*
- Sturm, M. T. (2023). Development of an inexpensive and comparable MP detection Method using staining with novel Red derivatives.
- Sturm, M. T. (2023). Fast Forward: Optimized Sample Preparation and Fluorescent Staining for Microplastic Detection.
- Tagg A S, E. B. (2022). Agricultural application of microplastic-rich sewage sludge leads to further uncontrolled contamination.
- Talvitie, J. A. (2017). Solutions to microplastic pollution – removal of microplastics from wastewater effluent with advanced wastewater treatment technologies. . *Water Res. 123,*, 401-407.
- Vercauteren, M. e. (2021). *Onderzoek Naar Verspreiding, Effecten En Risico's van Microplastics in Het Vlaamse Oppervlaktewater : Kernrapport.*
- Wagner M, S. C.-M.-M.-N. (2014). Microplastics in freshwater ecosystems : What we know and what we need to know. *Environmental Sciences Europe 26 : 12.*
- wallon, E. d. (2023).  
<HTTP://ETAT.ENVIRONNEMENT.WALLONIE.BE/CONTENTS/INDICATORSHEETS/DECHETS%208.HTML#>. Récupéré sur Etat de l'environnement wallon.
- Wang, B. (2026). Tillage changes transport and fate of MPs in the agricultural environment.

WHO, W. W. (2022). ATTRIBUTES OF NMP TO BE CONSIDERED IN ASSESSING BOTH EXPOSURE AND HAZARD.

Yi Liu, B. W. (2022). Methods to recover and characterize microplastics in wastewater treatment plants.



# Annexes



## Annexe 1 : Fiche de description du projet

Description détaillée du projet

*Workpackage WP1 : Coordination et communication*

Gestion administrative du projet et dissémination des résultats

Tâche 1.1. Coordination générale :

Constituer un comité de suivi de projet reprenant des représentants du Cabinet, des représentants des universités spécialistes de certaines techniques spécifiques de caractérisation des microfibrilles de plastique, et des représentants du secteur de l'assainissement (SPGE, ...)

Réunir le comité de suivi 2 fois par an (à l'initiation du projet, tous les 6 mois pour l'état d'avancement du projet et puis à la clôture du projet).

Tâche 1.2. Communication :

Organiser la communication autour du projet en collaboration avec le service « Communication » de l'ISSEP, avec les membres du comité de suivi du projet, ou lors de colloques ou conférences scientifiques

Rédiger les rapports d'activité (1/an) et le rapport scientifique final du projet

*4.4.2) Workpackage WP2 : Adaptation du protocole existant aux eaux brutes et aux effluents de STEP*

Mettre au point la méthode de séparation des microplastiques des eaux qui sera utilisée pour caractériser les eaux brutes (entrantes) et résiduaires (sortantes) des STEP au WP5. La méthode de séparation des microplastiques des boues et des sols a été mise au point dans le projet Plasti-SOLS et est déjà disponible.

Tâche 2.1. Recherche bibliographique

Réaliser un inventaire des études déjà réalisées disponibles dans la littérature

Réaliser un inventaire des méthodes et identifier les méthodes les plus directement applicables dans le cadre de cette étude, compte tenu du protocole existant pour la séparation des microplastiques dans les boues et les sols

Tâche 2.2. Développement de la méthode.

Lister les paramètres et variantes de méthodes à évaluer et établir un plan général d'expériences pour la mise au point de la méthode

Réaliser le plan d'expériences sur des matrices synthétiques (eaux reconstituées et dopées en microplastiques)

Réaliser le plan d'expériences sur des matrices réelles dopées en microplastiques

Rédiger la méthode (sous forme de méthode CWEA, par exemple)

4.4.3) *Workpackage WP3 : Développement et application d'une méthode d'identification des microplastiques par microscopie optique.*

Mettre au point une méthode d'identification des microplastiques sur les extraits obtenus après étapes de séparation des microplastiques dans les échantillons d'eaux brutes et résiduaires de STEP, afin de différencier les microplastiques des microparticules « non-plastiques ». Cette méthode sera utilisée pour les échantillons analysés aux WP5 et WP6.

Tâche 3.1. Développement d'une méthode d'identification par microscopie optique UV.

Réaliser un inventaire des études déjà réalisées disponibles dans la littérature

Réaliser la mise au point de la méthode sur base du matériel disponible à l'ISSeP et des résultats de la recherche bibliographique.

Tâche 3.2 : Analyse des microplastiques récoltés après séparation d'échantillons liquides ou solides en STEP.

Analyser les microplastiques séparés des échantillons d'eau brute (entrante) et résiduaire (sortante) des STEP prélevées au WP5

Analyser les microplastiques séparés des échantillons de boues de STEP prélevés dans le cadre du WP5

Analyser les microplastiques séparés des échantillons de sols prélevés dans le cadre du WP6.

Tâche 3.3 : Analyse par spectrométrie Raman

Valider la méthode par microscopie UV par comparaison des résultats d'identification obtenus sur une partie des échantillons après analyse par microscopie optique UV et par spectroscopie Raman

*Workpackage WP4 : Enquête sur les réseaux d'assainissement et de station d'épuration d'eaux usées urbaines sur la problématique des microplastiques.*

Sur base de la réalisation d'un sondage auprès des exploitants de station d'épuration, établir un support bibliographique à orientation terrain en actualisant le niveau de connaissance, les besoins et manquements liés à la problématique des microplastiques dans les procédés d'assainissements des eaux usées urbaines.

#### Tâche 4.1 Sondage auprès des OAA

Réaliser une enquête auprès des exploitants des réseaux d'assainissement et de station d'épuration d'eaux usées urbaines pour mieux connaître leur avis sur la question des microplastiques dans les eaux usées. Organisation d'un sondage pour évaluer le niveau de connaissance de la problématique et lister les actions potentiellement mises en œuvre.

#### Tâche 4.2 Etablissement du support à orientation terrain

Etablir sur base des conclusions d'un support bibliographique à orientation terrain en actualisant le niveau de connaissance, les besoins et manquements liés à la problématique.

#### *Workpackage WP5 : Diagnostic de l'efficacité des STEPs et devenir des microplastiques dans les eaux*

Détermination des teneurs en microplastiques à l'entrée des stations d'épuration (analyse des eaux brutes), à la sortie (analyse des eaux résiduaires), et dans les boues.

#### Tâche 5.1. Elaboration du plan d'échantillonnage

Sélection des stations d'épuration choisies pour le prélèvement des eaux entrantes, boues et effluents de façon à assurer une représentativité des différents types de traitement appliqués en STEP (boues activées, biodisques, ...). Détermination des fréquences et des périodes de prélèvement pour chaque station, de façon à assurer une représentativité de conditions de fonctionnement de STEP (été/hiver, sécheresse/pluviosité intense...).

#### Tâche 5.2 : Prélèvement et analyses

Analyse et détermination des microplastiques dans les échantillons prélevés dans les stations d'épuration selon le plan de prélèvement.

#### Tâche 5.3 : Bilan des stations d'épuration

Analyse des résultats obtenus sur une même station d'épuration durant la période de temps définie selon le plan d'échantillonnage. Comparaison des résultats obtenus dans les différentes stations d'épuration selon le processus d'épuration.

#### *Workpackage WP6 : Devenir des microplastiques dans les sols*

Application du protocole de séparation des microplastiques à la matrice sol.

Tâche 6.1. Elaboration du plan d'échantillonnage

Sélection de sites de prélèvement de sol, prélèvements réalisés à plusieurs points d'un site sélectionné.

Tâche 6.2 : Prélèvements et analyses

Réalisation des prélèvements

Application du protocole et détermination des microplastiques dans les échantillons prélevés.

## Annexe 2 : Etude bibliographique sur le traitement des MPs dans les STEP

Cette étude bibliographique a été réalisée par le Cebedeau dans le cadre de la convention de partenariat de recherche et développement entre le Cebedeau et l'ISSEP dans le cadre du projet MicroPlaSTEP.



### Revue bibliographique

#### **Introduction**

La majorité des microplastiques (MPs) que l'on retrouve dans les stations d'épuration sont des fibres issues du lavage des textiles (polyesters et nylon) et des microbilles issues des cosmétiques. La taille des MPs est comprise entre 0,1µm et 5mm.

La station d'épuration peut éliminer une partie des microplastiques en fonction des unités de traitement utilisées. Cependant, il a été démontré que les microplastiques pouvaient contourner la station d'épuration, pénétrer dans les plans d'eau aquatiques et finalement s'accumuler dans l'environnement.<sup>1</sup>

Une étude publiée au Royaume-Uni a démontré que la quantité de microplastiques présente dans les eaux réceptrices était plus importante en aval de chacune des six stations d'épuration étudiées et confirme ainsi que les effluents d'eaux usées traitées sont une source clé de microplastiques dans les bassins fluviaux, bien que d'autres soient également clairement importantes dont les boues d'épuration appliquées sur les terres agricoles, des eaux pluviales et de voiries qui entraînent dans les milieux quantité de résidus plastiques provenant de la circulation automobile notamment, le rejet diffus de MP secondaires et le dépôt aérien.<sup>2</sup>

On estime que 10 à 20% des MP totaux arrivent dans les STEP.

#### **Traitement des MPs dans les stations d'épuration**

Actuellement, les stations d'épuration (STEP) sont conçues pour éliminer entre 40 et 99,9% des MPs. L'élimination des MPs dans les STEP se fait au cours des différentes étapes du traitement. La plus grande partie des MPs traitée en STEP se retrouve dans les boues.<sup>3,4</sup> Malgré

---

<sup>1</sup> Carr, A., Liu, J., Tesoro, A., 2016 ; Transport and fate of microplastic particles in wastewater treatment Plants, *Water Research*, 91, 174-182

<sup>2</sup> Kay, P., Hiscoe, R., Moberley, I., Bajic, L., McKenna, N., 2018, **Wastewater treatment plants as a source of microplastics in river catchments. *Environ Sci Pollut Res* 25, 20264–20267 (2018).**

<https://doi.org/10.1007/s11356-018-2070-7>

<sup>3</sup> Amara, R., Kazour, M., 2022, Les microplastiques au sein des stations d'épuration : flux, élimination et apports aux milieux aquatiques. Cas de la station d'épuration Fort de Scarpe de Douai.

<sup>4</sup> Blair, R. M., Waldron, S., & Gauchotte-Lindsay, C. (2019). Average daily flow of microplastics through a tertiary wastewater treatment plant over a ten-month period. *Water Research*, 163, 114909.

<https://doi.org/10.1016/j.watres.2019.114909>

l'élimination importante des MP dans les STEP, la quantité de MP présents dans les effluents reste importante.<sup>5</sup>

L'élimination des MP dans les STEP est sujette à de nombreux facteurs tels que la taille, la nature et la concentration des différents MP ; la présence de graisse et d'huile, les traitements présents dans la STEP, dimensions de la STEP, volume traité, la nature de l'effluent, pluviométrie, méthodes de mesure des MP (échantillonnage, prétraitement, méthode de caractérisation) et unités utilisées (nombre, taille, masse).

Diverses études ont été réalisées dont les résultats ne sont pas toujours concordants en raison de ses facteurs.

Il est toutefois possible, à titre indicatif, d'en retirer un ordre de grandeur du pourcentage d'élimination des MP dans les STEP.

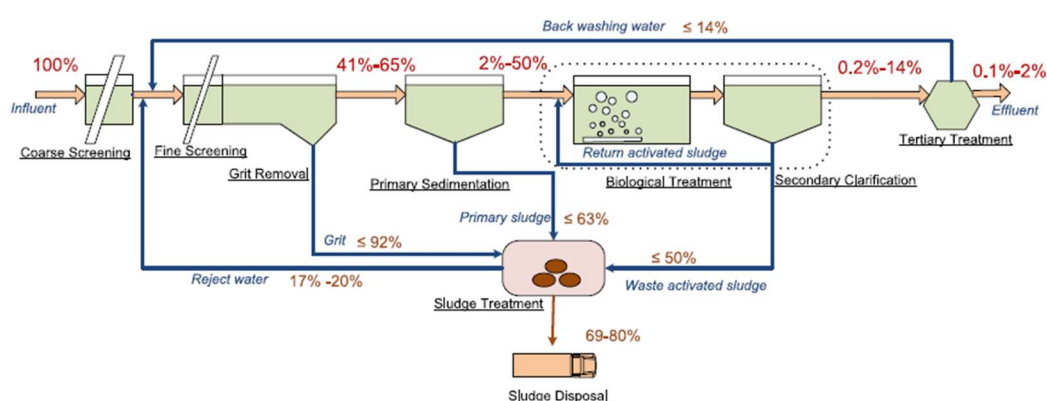


Figure 1 : Schéma représentant l'élimination des MP dans STEP.<sup>6</sup>

### Traitements préliminaires et primaires

Durant les traitements préliminaires et primaires, la majorité des MP sont éliminés (50 à 98%). L'élimination se fait par écrémage des MP légers flottant à la surface des séparateurs de graisse, au niveau de dégrilleur ou du clarificateur. Une partie des MP plus lourds sont piégés dans les floccs solides qui sont éliminés par séparation gravitaire dans le clarificateur. Une partie des MP sont également éliminés par dessablage.

La présence d'un dégraisseur et l'injection de coagulant permettent d'augmenter le pourcentage d'élimination des MP. Le choix du coagulant impacte le taux d'abattement.<sup>7</sup>

<sup>5</sup> Microplastiques dans le territoire toulonnais : occurrence et efficacité des traitements des STEP, TSM, N°6, juin 2022, 73-89

<sup>6</sup> Sun, J., Dai, X., Wang, Q., Loosdrecht, M. C. M. V. & Ni, B. J. 2019 Microplastics in wastewater treatment plants: detection, occurrence, and removal. Water Research 152, 21–37. doi:10.1016/j.watres.2018.12.050.

<sup>7</sup> Flux et abattement des plastiques dans les stations d'épuration, TSM, N°5, mai 2021, 27-29

Ces étapes permettent d'éliminer la majorité de la fraction la plus élevée en taille (1000 à 5000  $\mu\text{m}$ )<sup>5,6</sup>. A cette étape, ce sont principalement les fibres piégées dans les floccs et les microbilles flottant à la surface qui sont éliminées.

Il est à noter que certaines STEP effectuent un traitement de leurs graisses en les liquéfiant puis en les réinjectant dans la STEP.

### *Traitements secondaires*

Les traitements secondaires, comprenant généralement un traitement biologique suivi d'une clarification, permettent une diminution de la concentration en MPs de 0,4 à 14% par rapport à l'influent. Au niveau du bassin d'aération, les MPs sont piégés dans les floccs de boues et dans les biofilms qui sont éliminés dans le clarificateur secondaire par écrémage et sédimentation. L'utilisation d'un agent flocculant permet d'augmenter le pourcentage d'élimination des MPs. L'utilisation d'un biofiltre induit des abattement plus variables (1 à 11%) dépendant de l'intégration ou pas d'une coagulation.

Un autre facteur influençant l'élimination des MPs dans les traitements secondaires est le temps de contact qui a un impact sur l'agglomération des floccs microbiens. Les MPs sont recouverts par les biofilms. Ces derniers agissent comme agents mouillants modifiant les propriétés de surface ou la densité relatives des MPs.

Il a été démontré que les MPs de taille > 500  $\mu\text{m}$  sont absents après les traitements secondaires. Cette valeur peut être supérieure en fonction des traitements appliqués (500 à 1000  $\mu\text{m}$ ). La plupart des fibres ayant été éliminées lors du traitement primaire, ce sont principalement les fragments qui sont éliminés durant l'étape de traitement secondaire.

Le traitement des effluents primaires par un bioréacteur à membrane (MBR) permet de très bons rendements d'élimination des MPs (99,9%).<sup>5,6</sup>

### *Traitements tertiaires*

Les traitements tertiaires et une étape de polissage qui permet une diminution de 0,1 à 2% par rapport à l'influent. A ce stade, l'efficacité de l'élimination des MPs dépend du traitement appliqué : filtre à disque, filtration sur sable, traitement par flottation.

Après les traitements tertiaires, les fractions les plus importantes retrouvées dans les effluents sont de 20-100  $\mu\text{m}$  et 100 à 190  $\mu\text{m}$ . On retrouve principalement des fibres dans les effluents ; celles-ci passant de manière longitudinale à travers les filtres. Le lavage des filtres à contre-courant entraîne un retour des MPs dans la STEP avec la possibilité qu'ils échappent aux traitements.

### *Boues de STEP*

La majorité (69 à 80%) des MPs traités en STEP se retrouvent dans les boues. La taille des MPs retrouvés dans les boues est variable et plus large que ceux retrouvés dans les effluents.

On y retrouve principalement des fibres (jusqu'à 80% des MPs dans les boues). Les boues issues des étapes d'écumage qui contiennent le plus de MPs.

Le traitement des boues va influencer la taille des MPs. Par exemple, lors du traitement à la chaux, le taux de MP de plus petites tailles a été observé à la suite d'actions mécaniques (cisaillement), des effets de pH ou de température.

Un traitement thermique va dégrader les MPs et modifier ainsi leur répartition.

Les chiffres avancés au sujet de la concentration en MPs dans les boues sont très variables d'une étude à l'autre. On trouve ainsi des valeurs de 1500 à 170000 MP/Kg de matières sèches.<sup>8</sup>

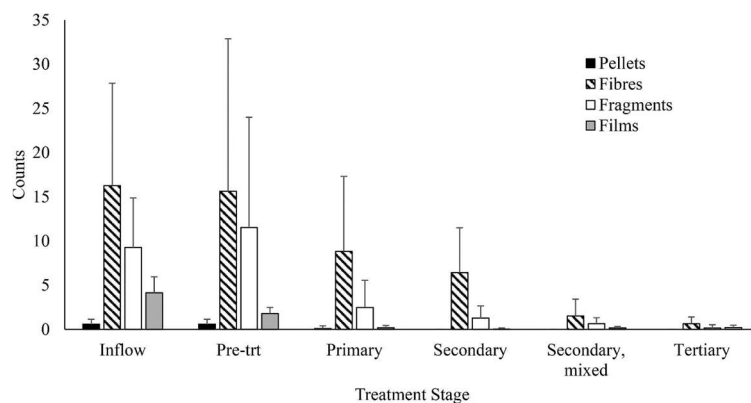
### **Nature des MPs éliminés**

La répartition des MPS de différentes natures lors des étapes de traitement des eaux usées est reprise dans la *figure 2*.

Le nombre de fibres est importante en début de traitement et certaines fibres ont persisté tout au long du processus et ont été observées dans l'effluent final.

L'élimination de la plupart des fragments semble se produire après l'étape primaire (lorsque la décantation des solides a lieu) et de nouveau après le traitement tertiaire. Les films ont été pour la plupart retirés pendant le prétraitement, ce qui peut indiquer qu'ils sont plus susceptibles d'être capturés dans les biosolides de gravier et de graisse.

Les microbilles n'ont été observées qu'avant le traitement secondaire. Ces observations concernent des particules > 65 µm. La majorité des microbilles sont en polyéthylène (PE) et flottent en surface en s'agglutinant aux particules de graisses ou d'huile qui sont éliminées facilement par écumage. Par conséquent, le piégeage dans les boues peut expliquer pourquoi ces particules n'ont été observées qu'aux premières étapes du traitement.<sup>4,5</sup>



*Figure 2 : Répartition des MPs aux différentes étapes de traitement.<sup>4</sup>*

<sup>8</sup> Perny M., renaut A., 2019, Etat des connaissances sur les microplastiques, Rapport du projet de fin d'étude ENSI Poitiers Ingénierie pour la protection de l'environnement et Université de Poitier.

Etant donné la difficulté actuelle d'éliminer les MPs des boues, diverses techniques applicables aux différents traitements dans les STEP permettent de diminuer le nombre de MPs dans les boues et les effluents.<sup>9</sup>

### *Dégraisseur*

Une grande partie des MPs est éliminée avec les graisses. Un traitement séparé des graisses diminuerait la quantité de MPs retrouvée dans les boues.<sup>5</sup>

### *Coagulation- Flocculation*

Lors de l'étape de coagulation, l'utilisation de sels d'aluminium ( $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ ) permet d'éliminer près de 37% des MPs ayant une taille  $<0,5mm$ .<sup>10</sup> Les particules microplastiques enchevêtrées sur les floccs sont ensuite éliminées.

L'utilisation d'une gélatine biodégradable pour l'élimination des MPs fait l'objet du projet MICROPLASTINE. Le processus d'assainissement de l'eau est basé sur la capacité des hydrogels chargés à flocculer des particules microplastiques chargées de manière opposée. Cette méthode devrait conduire à la formation d'agrégats qui sédimentent rapidement sous l'effet de la gravité et peuvent ensuite être séparés de l'eau. Comme la charge de ces hydrogels est sensible au pH, ils peuvent être facilement récupérés en modifiant le pH.<sup>11</sup>

### *Electrocoagulation*

Les coagulants à base d'hydroxyde de métal ( $Fe^{2+}$  ou  $Al^{3+}$ ) déstabilisent les MPs. Ces derniers sont piégés dans les boues produites qui sont éliminées. 90% de microbilles sont éliminées par électrocoagulation utilisant l' $Al^{3+}$ .<sup>12</sup>

### *Filtration*

Microfiltration ( $0,1-1 \mu m$ ), ultrafiltration ( $2-100 \mu m$ ) et nanofiltration ( $\pm 2nm$ ) sont utilisées pour éliminer les MPs. Les particules  $> 10\mu m$  peuvent être éliminées avec une efficacité de 95%. Des filtres granulaires à charbon actif permet d'éliminer près de 61% des MPs dans les effluents.<sup>13</sup> Entre 74 et 98,5% des particules de MPs éliminées ont une taille comprise entre 1 et  $5 \mu m$ .

Bien que les procédés conventionnels de traitement des eaux usées puissent aider à éliminer les microplastiques, aucun de ces processus n'est spécifiquement ciblé pour

---

<sup>9</sup> Sungh, S. and al, 2021, Removal microplastics from wastewater : available techniques and way forward, Water Sciences & technology, Vol.84 N°12, <https://doi.org/10.2166/wst.2021.472>

<sup>10</sup> Ma, B., Xue, W., Hu, C., Liu, H., Qu, J. & Li, L. 2019 Characteristics of microplastic removal via coagulation and ultrafiltration during drinking water treatment. Chemical Engineering Journal 359, 159–167. doi:10.1016/j.cej.2018.11.155.

<sup>11</sup> <https://cordis.europa.eu/project/id/101029810>

<sup>12</sup> Perren, W., Wojtasik, A. & Cai, Q. 2018 Removal of microbeads from wastewater using electrocoagulation. ACS Omega 3, 3357–3364. doi:10.1021/acsomega.7b02037.

<sup>13</sup> Poerio, T., Piacentini, E. & Mazzei, R. 2019 Membrane processes for microplastic removal. Molecules 24, 4148. doi:10.3390/molecules24224148.

éliminer/dégrader les microplastiques. Des quantités importantes de microplastiques éliminés restent dans les boues.<sup>14</sup>

Par conséquent, des options alternatives ciblées pour l'élimination des microplastiques doivent être explorées.

### ***Procédés alternatifs***

#### *Algues*

Les MPs peuvent former avec les microalgues des agrégats ayant une vitesse de sédimentation différente des particules de MPs non agrégées.<sup>15</sup> Une étude utilisant des algues marine *Fucus vesiculosus* a démontrée l'élimination de près de 94,5% des MPs.<sup>16</sup>

#### *Molécules bio-inspirées*

Afin d'éliminer les particules microplastiques, des molécules bio-inspirées ont été développées par certains chercheurs. Herbort et Schuhen a démontré le concept d'élimination des particules microplastiques hydrophobes grâce à la combinaison de matières organiques et des blocs de construction moléculaires inorganiques.<sup>17</sup>

#### *Mousses à base de structure organique métallique (MOF)*

Les cadres organométalliques (MOF) sont des structures poreuses qui sont la combinaison de métaux et de ligands organiques. Afin de piéger les microplastiques, le matériau doit avoir une porosité suffisante, une armature adaptée pour capter le polluant et une grande durabilité. L'utilisation de MOF peut permettre l'élimination de 95,5% des MPs.<sup>18</sup>

#### *Processus d'oxydation avancée*

Les procédés d'oxydation avancés sont l'une des méthodes les plus appropriées pour la minéralisation de divers contaminants organiques récalcitrants. Les espèces réactives de

---

<sup>14</sup> Iyare, P. U., Ouki, S. K. & Bond, T. 2020 Microplastics removal in wastewater treatment plants: a critical review. Environmental Science: Water Research and Technology 6, 2664–2675. doi:10.1039/D0EW00397B.

<sup>15</sup> Lagarde, F., Olivier, O., Zanella, M., Daniel, P., Hiard, S. & Caruso, A. 2016 Microplastic interactions with freshwater microalgae: heteroaggregation and changes in plastic density appear strongly dependent on polymer type. Environmental Pollution 215, 331–339. doi:10.1016/j.envpol.2016.05.006.

<sup>16</sup> Sundbæk, K. B., Koch, I. D. W., Villaro, C. G., Rasmussen, N. S., Holdt, S. L. & Hartmann, N. B. 2018 Sorption of fluorescent polystyrene microplastic particles to edible seaweed *Fucus vesiculosus*. Journal of Applied Phycology 30, 2923–2927. doi:10.1007/s10811-018-1472-8.

<sup>17</sup> Herbort, A. F. & Schuhen, K. 2017 A concept for the removal of microplastics from the marine environment with innovative host-guest relationships. Environmental Science and Pollution Research 24, 11061–11065. doi:10.1007/s11356-016-7216-x

<sup>18</sup> Chen, Y. J., Chen, Y., Miao, C., Wang, Y. R., Gao, G. K., Yang, R. X., Zhu, H. J., Wang, J. H., Li, S. L. & Lan, Y. Q. 2020 Metal-organic framework based foams for efficient microplastic removal. Journal of Material Chemistry A 8, 14644–14652. doi:10.1039/D0TA04891G

l'oxygène, telles que le radical hydroxyle, le radical sulfate sont généralement utilisées pour minéraliser une variété de fractions organiques. Une efficacité d'élimination allant jusqu'à 50 % en poids a été obtenue en fonction des divers paramètres de réaction, tels que la dose de catalyseur, la concentration en microplastiques, la température et le dosage de peroxymonosulfate.<sup>19</sup>

### **Conclusions**

Les STEPs actuelles ne sont pas conçues pour éliminer les MP.

En fonction des traitements présents dans les STEPs, les MPs peuvent y être éliminés jusqu'à 99,9% des MPs. C'est principalement lors des étapes d'écumage et de sédimentation que la majorité des MPs sont éliminés.

Les études reprises dans la littérature ne tiennent pas compte des MPs de taille < 10 µm. Or ce sont ces particules que l'on retrouve en grande quantité dans nos océans.

Les résultats en % d'élimination des MPs dans les STEPs retrouvés dans la littérature sont à considérer avec précaution car difficilement comparable.

---

<sup>19</sup> Kang, J., Zhou, L., Duan, X., Sun, H., Ao, Z. & Wang, S. 2019 Degradation of cosmetic microplastics via functionalized carbon nanosprings. *Matter* 1, 745–758. doi:10.1016/j.matt.2019.06.004.

## Annexe

Tableau1 : Récapitulatif de l'élimination des MPs en fonction des différents traitements<sup>20</sup>.

Process description	Major mechanism	Lowest size of microplastic particle removed/finest mesh	Efficiency (%)	Advantages	Challenges	References
Wastewater treatment plant processes	Skimming, settling of the entrapped microplastics	300 µm	99.9	Conventional process, no additional cost	Not possible to remove MPs of size <300 µm	Magnusson & Noren (2014)
	Primary, secondary, and tertiary	100 µm	99.9	Conventional process, no additional cost	Not possible to remove MPs of size <100 µm	Carr <i>et al.</i> (2016)
	Secondary treatment	20 µm	95.6	MBR process	Complete retention is not possible	Michiels <i>et al.</i> (2016)
	Tertiary treatment		97.2	exhibited greater overall efficiency		
	Membrane bioreactor		99.4			
Membrane bioreactor (MBR)		250 µm	99.3	MBR process helped to retain more microplastics compared to conventional activated sludge process	Not possible to remove MPs of size <250 µm	Lares <i>et al.</i> (2018)
Al and Fe salt	Coagulation	<0.5 mm	45.34 ± 3.93	Simple process, does not require additional set-up	Low efficiency	Ma <i>et al.</i> (2019)
Electrocoagulation	Charge neutralization, flocculation	-	90 (pH 3–10) 99.24 (pH 7.5)	Does not rely on chemicals or microorganisms, energy efficient	Operation time needs to be lowered	Perren <i>et al.</i> (2018)
Filtration with biochar	Morphologically controlled mechanism (Stuck, trapped, entangled)	10 µm	>95	Low cost and efficient	Process is slow and results in obstruction of the pores with time; costly; regeneration is tough	Wang <i>et al.</i> (2020a)
Filtration with granular activated carbon (combined with coagulation and sedimentation)	Physical properties (size and shape)	1–5 µm	56.8–60.9	Efficient to remove plastic particles of nano-size range	Process is slow and results in obstruction of the pores with time; costly; regeneration is tough	Wang <i>et al.</i> (2020b)
Pulse clarification with filtration	Entrapment in sludge blanket formed due to coagulation floats	<100 µm	85	Removal efficiency is comparable to the other treatment plants having advanced processes	Complete retention is not possible	Sarkar <i>et al.</i> (2021)
Algal masses	Electrostatic charge onto the microplastic particles and algal surfaces	20 µm	94.5	No chemical, electrical, and mechanical operations	Efficiency will vary owing to physiological and topographical differences on the seaweed surface	Sundbæk <i>et al.</i> (2018)

<sup>20</sup> Sungh, S. and al, 2021, Removal microplastics from wastewater : available techniques and way forward, Water Sciences & technology, Vol.84 N°12, <https://doi.org/10.2166/wst.2021.472>

Process description	Major mechanism	Lowest size of microplastic particle removed/fineest mesh	Efficiency (%)	Advantages	Challenges	References
Bioinspired molecules	Mechanical capture mechanism driven by the hydrophobic and van der Waals interactions	–	–	Flexible; possibility to remove different types of plastic particles in wastewater stream	Method yet to be established for practical purposes	Herbert & Schuhen (2017)
Zr metal organic framework (MOF)-based foams	Entrapment	–	95.5 ± 1.2	High performance, excellent durability	Flexibility and robustness of the MOF-based foams; Removal efficiency affected by the particle size and zeta potential	Chen <i>et al.</i> (2020)
Photocatalytic micromotors	Phoretic interaction and shovelling/pushing interactions	–	–	Self-propelled devices, works efficiently independent of the fuel	Selectivity of micromotors for microplastics is crucial	Wang <i>et al.</i> (2019)

## Annexe 3 : Enquête sur les réseaux d'assainissement et de station d'épuration d'eaux usées urbaines sur la problématique des MPs

Cette enquête a été réalisée par le **Cebedeau** auprès des OAA. L'objectif est d'évaluer le niveau de connaissance de la problématique des MPs dans les réseaux d'assainissement et les stations d'épuration d'eaux usées. Cela va permettre d'identifier les besoins et les manquements liés à cette problématique. La présentation des résultats de l'enquête se trouve en annexe 3 de ce rapport.

L'enquête réalisée en janvier 2023 a obtenu un taux de réponse de 29 % (28 réponses sur 95 questionnaires envoyés).

Les répondants à l'enquête sont pour 52 % des ingénieurs de bureau d'étude et d'exploitation. Les 48 % restant se composent de directeur d'intercommunale, de laboratoire d'analyse, de responsable QHSE (qualité, hygiène, sécurité, environnement), de chef de service, d'adjoint responsable exploitation, de directeur adjoint département assainissement, de chimiste et de conseiller en environnement.

57% des répondants ne se sont jamais intéressés à la problématique des MPs dans les eaux usées et/ou les boues de STEP. Les moyens d'information pour les répondants intéressés par la problématique sont issus de sources différentes comme internet pour 41 %, les médias pour 23 %, les revues spécialisées pour 23% et d'autres sources diverses pour les 13 % restant.

Concernant le niveau de connaissance sur l'efficacité des STEP pour éliminer les MPs, 57% affirme avoir des notions de base et 39% n'avoir pas de connaissance du tout. Un répondant (4%) affirme avoir des notions approfondies. Au sujet du comportement des MPs dans les STEP et des teneurs en MPs dans les eaux usées et leurs origines, 86% des répondants mentionnent n'avoir pas d'idée sur les deux questions. De même que 86% des répondants n'ont pas d'information sur l'impact des émissions diffuses par temps de pluie sur l'élimination des MPs et 96% ne connaissent pas la quantité de MPs dans les boues de STEP.

En complément, 50% des répondants ont une opinion sur l'impact de la présence des boues de MPs pour la valorisation agricole des boues de STEP. Ces répondants s'interrogent sur le transfert dans les sols et les cultures et par conséquent dans la chaîne alimentaire. Cependant, les sources de MPs dans les sols sont multiples. L'évaluation des MPs n'est pas reprise dans le cadre de la valorisation agricole. Cette filière de valorisation des boues pourrait être mise à mal si un critère de concentration est réglementé à l'avenir. Des études sur le transfert de ce polluant et une étude toxicologique devraient être menées.

La majorité des répondants (77%) n'ont pas rencontré de problème lié à la présence de plastique ou de MPs dans leurs STEP. Les problèmes rencontrés par les 23 % des répondants sont mécaniques comme le colmatage et le bouchage au niveau des installations de dégrillage. Il s'agit plus de macroplastiques type coton-tige, lingette, tuyau de PVC ou encore balle et jouet plastique.

Seulement 7 % (2 répondants) ont adapté la STEP pour améliorer l'efficacité de l'élimination des MPs en adaptant le système de pompage ou en optimisant les cunettes (petits canaux d'évacuation des eaux usées).

Les éléments déclencheurs d'actions relatives aux MPs le plus souvent cités par les répondants sont la mise en application de dispositions légales (directive européenne, réglementation, modification de la législation) et les études d'impacts sur la santé et l'environnement. En commentaire de cette enquête, la majorité des répondants est intéressée de recevoir des informations sur cette problématique avec par exemple des informations sur des essais de détermination quantitative et qualitative ainsi que des solutions sur les procédés des STEPs.

En conclusion, les répondants ont majoritairement très peu d'informations au sujet de la problématique des MPs dans les STEPs. Ils sont en demande d'information et même de formation sur le sujet.



## MicroPLaSTEP

Enquête sur les réseaux d'assainissement et de STEP sur la problématique des microplastiques auprès des OAA

## Objectifs enquête auprès des OAA

Question préliminaire

Questions en rapport avec la problématique des MP dans les STEPs

Intérêts – source information- ....

Impact des microplastiques

Problèmes rencontrés

Actions

Enquête envoyée le 12 janvier 2023

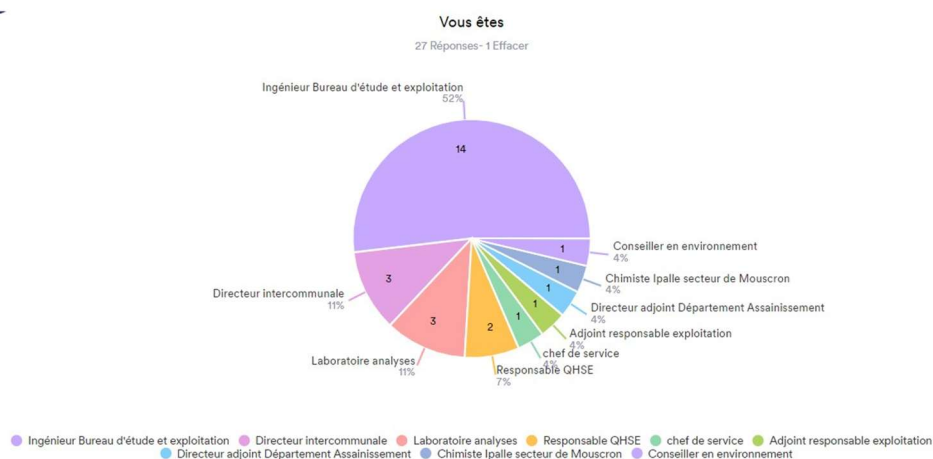
95 questionnaires envoyés – 28 réponses

29% de retour



## Identification des répondants

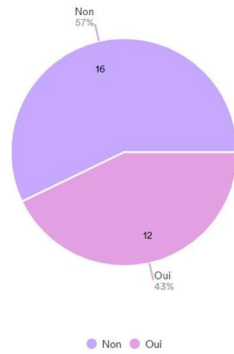
-



## Intérêts

Vous êtes-vous déjà intéressé à la problématique des microplastiques dans les eaux usées et/ou dans les boues de STEP's ?

28 Réponses



Si oui, depuis quand ?

9 Réponses - 19 Effacer

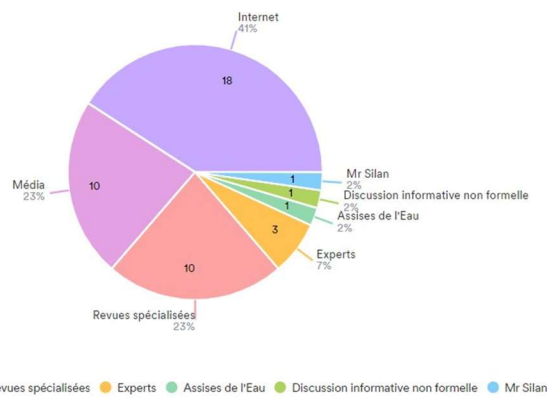
Données	Réponses
Depuis que j'en ai la connaissance	1
2010	1
2018-2019 Projet Microplast de l'ISSEP	1
Toujours !	1
2022	1
1 an	1
plusieurs années (cf étude Valbou)	1
5 ans	1
2000	1



## Sources d'information

Quelle(s) est (sont) vos sources d'informations au sujet des microplastiques ?

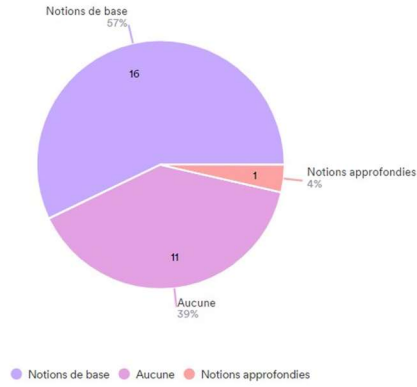
44 Réponses - 2 Effacer



## Niveau de connaissance

Quel est votre niveau de connaissance sur l'efficacité des STEP's pour éliminer les microplastiques ?

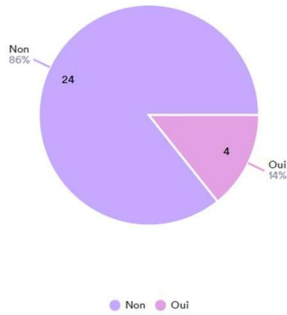
28 Réponses



## Niveau de connaissance

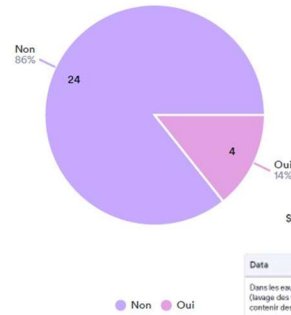
Savez-vous comment se comportent les microplastiques dans les STEP's ?

28 Responses



Avez-vous une idée des teneurs en microplastiques dans les eaux usées ou sur leurs origines ?

28 Responses



Si oui, pouvez-vous spécifier en quelques mots ?

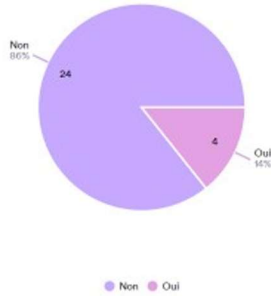
4 Responses - 24 Empty

Date	Responses
Dans les eaux il y agit principalement de fibres synthétiques (linge des vêtements). Les produits cosmétiques peuvent contenir des MP ainsi que certaines eaux industrielles	1
présence issue de l'activité humaine	1
Origine : les textiles synthétique?	1
Les déchets plastiques qui sont dirigés dans les réseaux d'égouttage puis qui se décomposent lentement	1

## Niveau de connaissance

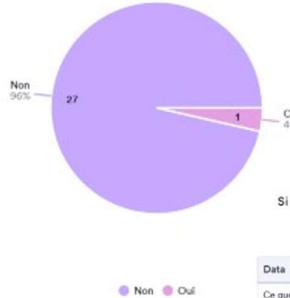
Avez-vous des informations sur l'impact des émissions diffuses par temps de pluie sur l'élimination des microplastiques ?

28 Responses



Avez-vous une idée de la quantité de microplastiques qui se retrouve dans les boues de STEP ?

28 Responses



Si oui, précisez le pourcentage de microplastiques que l'on retrouve dans les boues.

1 Response - 27 Empty

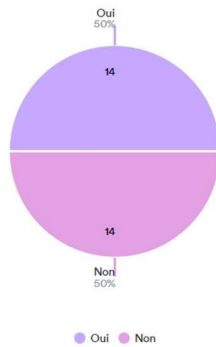
Data	Responses
Ce que je sais : Les boues primaires peuvent retenir jusqu'à 90 % des MPS. Dans la littérature j'ai pu voir que les sols pouvaient contenir de 0,2 à 0,8 milligramme de MP/ha probablement suite aux épandages de boues + autres intrants (écumes...)	1



## Impacts des MPs

Avez-vous une opinion sur les impacts de la présence de microplastiques pour la valorisation agricole des boues de STEP ?

28 Responses

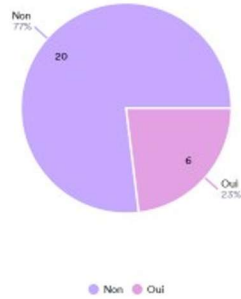


Si oui, veuillez préciser
Je me demande l'impact que ça peut avoir sur les récoltes.
A surveiller
Que deviennent ces micro-plastiques une fois dans le sol? (pas d'impact sur les cultures? pas d'absorption par les végétaux? décomposition en des composés peu impactants?)
Les microplastiques ne sont pas repris dans la liste des paramètres à mesurer dans le cadre de la valorisation agricole. Ils n'ont donc jamais fait l'objet de mesures. Cependant, ils sont probablement bien présents. Des analyses ainsi qu'une étude toxicologique seraient nécessaires pour en savoir plus, tout en sachant que les sources sont multiples. Le problème est loin d'être simple à appréhender.
Valorisant une majorité de nos boues, cette filière pourrait être mise à mal dans le cas d'un excès de micro plastique
30.000 à 40.000 T de MPP sont épandus en Europe par an
Risque: les microplastiques rentrent dans la chaîne alimentaire
Dispersion et risque de concentration dans les sols
La présence de microplastiques dans les boues revalorisées en agriculture génère une pollution des sols. Ils ont donc un impact défavorable sur l'environnement.
Impact sur la VA
Risque notamment de perturbateurs endocriniens
Ces microplastiques sont par la suite accumulés dans les produits agricoles (surtout les racinaires/tubercule type carotte/pdt), à mon avis ce problème doit être étudié et géré.
Néfastes, les microplastiques se retrouvent dès lors dans les sols

## MPs dans les STEPs

Avez-vous déjà rencontré des problèmes dans votre STEP liés à la présence de plastiques et de microplastiques ?

26 Responses- 2 Empty



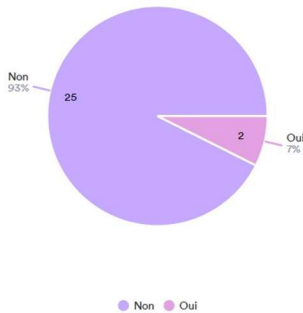
Si oui, le(s)quel(s)
Certains déchets plastiques traversant les pré-traitements et se retrouvant dans les bassins mais sans impact sur le fonctionnement
Pas à ma connaissance
Problèmes mécaniques (pompage, dégrillage) liés à la présence de macroplastiques et de lingettes humides.
Coton tige
Bouchage d'orifice ou pompe sur le réseau par de macro plastiques (tuyaux PVC, balle/pout plastique, etc.)
Plus des problèmes de lingettes
Lingettes
Colmatages de dégrillages et présence sur la végétation en sortie ds le milieu



## MPs dans les STEPs

Avez-vous déjà adapté votre STEP afin d'améliorer l'efficacité d'élimination des microplastiques dans votre STEP ?

27 Responses- 1 Empty



Si oui, quelle(s) amélioration(s)?

1 Response- 27 Empty

Data	Responses
Pompage adapté, cunettes optimisées, ...	1



Quels sont les éléments qui pourraient déclencher des actions relatives aux microplastiques ?
Études des impacts santé et environnement et dispositions légales
avoir des connaissances sur les teneurs en microplastiques dans les eaux
quelle est leur dynamique de décomposition dans les eaux, les boues, les sols ...
quels sont les impacts négatifs ?
quels sont les moyens d'action ?
ou bien un traitement classique en step est il suffisant pour les bloquer ?
Y aura-t-il des normes sur les eaux rejetées ?
Directive européenne
Normes de rejets imposées par le SPW
Facilité d'intégration d'un procédé de traitement de microplastiques, dans les lignes de traitements actuels (tout type confondu: Boues activées, bio digestes, PPRV...)
Obligations légales et réaliser des actions dans le cadre de l'amélioration de l'environnement, des biotops et de la santé
Tant que la législation n'impose aucune mesure, les organismes d'assainissement agréés financés par la SPGE ne peuvent justifier de financer des actions propres aux microplastiques, qu'il s'agisse d'analyses ou d'actions propres à une transformation du process. Les mesures doivent respecter un bon équilibre entre le risque réel dû à la présence des microplastiques mais aussi le coût demandé. Les mesures imposées dans un cadre légal doivent rester réalisables et justifiées.
1) un renforcement des normes de rejet
2) un renforcement des normes de valorisation agricole des boues
normes investissements
Conscientisation/Information
Moyens nécessaires
Des normes de rejet concernant les microplastiques.
Une imposition de la SPGE
Des financements qui permettraient d'adapter les infrastructures existantes
Pénurie de la filière de valorisation agricole des boues. Si nous pouvions améliorer la qualité des boues en diminuant la quantité de MPP ce serait un gage de qualité et par conséquent de pénurie de filière
Reagir avec des interdictions n'est pas une solution (interdiction de VA, interdiction de l'incinération...) étant donné qu'une solution doit être trouvée et qu'il n'existe aucune solution miracle (qui n'affecte pas un compartiment de l'environnement)
La nouvelle directive 91/271
Risques majeurs pour la santé humaine et animale
Impositions européennes + budgets investissements disponibles
Une modification législative
Aucun avis
Arrêt de la STEP
Régulation
Imposition réglementaire
Mise en lumière de la problématique au grand public par les médias + études de l'impact sur la santé



Avez-vous des commentaires ?
il serait intéressant d'avoir des infos sur des études qui auraient éventuellement été menées à ce sujet
La question des microplastiques est abordée depuis plusieurs années par les opérateurs de l'eau européens.
1) De nombreuses études ont déjà été menées sur leur devenir dans les stations d'épuration. Un des premiers problèmes rencontrés est la mesure (nombre de particules, poids, etc.): une normalisation des méthodes et de la présentation des résultats est nécessaire.
2) les microplastiques semblent éliminés des eaux usées de façon assez correcte (80%) mais a) cela dépend très fort des procédés épuratoires en place et b) ils ne sont pas dégradés mais transférés dans les boues d'épuration.
3) certaines études norvégiennes tendent à montrer que l'épandage des boues d'épuration sur les terrains agricoles ne provoque pas d'augmentation sensible des teneurs en microplastiques dans les sols
4) une certaine maîtrise à la source des microplastiques est possible via, par exemple, un prélavage en usine des textiles mis sur le marché, une meilleure filtration en sortie des lave-linges, la mise au point de pneumatiques qui s'usent moins facilement, l'utilisation de marquages routiers plus respectueux de l'environnement, l'interdiction de certains revêtements synthétiques de terrains de sport, etc.
J'ai finalement très peu d'information.
Dans le cas où il y aurait des impositions, des formations sur le sujet seraient indispensables. Il serait d'ailleurs intéressant de sensibiliser par des formations dès maintenant sur le sujet.
Très intéressé par des essais de détermination quantitative, qualitatif et solutions process
Une analyse des risques et des coûts/bénéfices est un préalable à toute action
Je souhaite en apprendre plus sur la problématique des microplastiques dans les step's dans le cadre du revamping de la station d'épuration de Wasmeil.
Non
Pour ma part, définitivement une problématique à laquelle il va falloir s'attaquer dans les STEP, peut-être plus urgent que les molécules pharma.



## Annexe 4 : Protocole d'extraction des MPs dans les eaux

### 1. But

Extraire les plastiques de leur matrice par oxydation et les récupérer par séparation de densité.

### 2. Remarques générales

Application des bonnes pratiques de laboratoire et des préventions de contamination (port d'habits en coton...).

Tout matériel et surface de travail doivent être nettoyés et rincés avant utilisation.

Les manipulations doivent se réaliser sous hotte le plus possible, et tout échantillon, solution etc. ne peut absolument pas rester à l'air libre (→ couvercles, papier aluminium...).

**Bannir le plastique autant que possible**

### 3. Matériel

#### 3.1. Général

- Gants en nitrile
- Veste de laboratoire en coton
- Papier aluminium
- Barreaux magnétiques en verre
- Matériel de filtration sous vide (joints, erlenmeyers...)
- Entonnoirs en porcelaine et en verre
- Etuve à 40°C sous monitoring
- Bain à ultrasons
- Densimètre
- Trébuchet
- Balance analytique
- Tamis analytiques en inox de 20, 50, 100 et 500µm

#### 3.2. Verrerie

- Bêchers de 500, 1000 et 2000mL
- Ballons jaugés de 500 et 1000mL
- Pipettes jaugées de 10, 20, 25, 50 et 100mL
- Verres de montre
- Pieds gradués de 50, 100
- Ampoule à décanter de 2L avec robinet en verre

#### 3.3. Consommables :

- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% et 15% (dilution)
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc.
- FeSO<sub>4</sub> .7H<sub>2</sub>O
- MgCl<sub>2</sub> .6H<sub>2</sub>O
- ZnCl<sub>2</sub>
- Filtres nitrile de 0.45µm
- Filtres en fibres de verre de 1.2µm

- Filtres anodiques etc... (si utilisation  $\mu$ -FTIR)

## 4. Procédures

### 4.1. Matrice boue

#### 4.1.1. Pré-traitement

Dans une étuve à 40°C et pendant 24h, faire sécher 20 à 30g de boue dans un berlin de 1L pesé au préalable. Peser après séchage et déterminer le rapport matière sèche/humidité relative.

#### 4.1.2. Digestion de la matière organique (MO)

Mise en solution de la boue avec 50mL d'eau sous agitation.

##### 4.1.2.1. Pré-digestion

- Ajout de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 15% par ajouts successifs de 10mL maximum. Ceci afin de contrôler l'effervescence et éviter d'avoir des dépôts sur les bords (=pertes). Mais aussi pour la montée en température due à la réaction exothermique.
- Rincer les bords du bécher et laisser la pré-digestion se faire sous agitation, à température ambiante pendant 24h.

##### 4.1.2.2. Digestion

- Rincer les bords et ajouter environ 12.5mL de FeSO<sub>4</sub> avec un pied gradué.
- Ajouter 25mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% et attendre quelques minutes que la réaction se stabilise.
- Recommencer c) et d) jusqu'à un volume voulu ou lorsque la solution ne « réagit » plus à l'ajout du peroxyde (effervescence/mousse).
- Rincer les bords du bécher et laisser la digestion se faire sous agitation, à température ambiante pendant 24h.

#### 4.1.3. Séparation par différence de densité

- Rincer les bords du bécher et passer 5 à 10min à l'ultrason.
- Transférer dans l'ampoule rincée au préalable, en rinçant abondamment les bords du bécher et le barreau magnétique. Laisser décanter en ayant pris soin de couvrir l'orifice d'entrée de l'ampoule.
- Après avoir extrait les premières matières sédimentables, agiter régulièrement l'ampoule en faisant tourner le liquide afin de décoller les particules qui auraient sédimenté sur les bords.
- Rincer les bords de l'ampoule pour qu'il n'y ait pas de particules qui sèchent sur ceux-ci.
- Ajouter 10mL de solution de densité MgCl<sub>2</sub>/ZnCl<sub>2</sub>, attendre la floculation et agiter en faisant tourner l'ampoule.
- Répéter c) - et éventuellement e) – jusqu'à l'obtention d'un liquide limpide.

#### 4.1.4. Filtration

- Monter le matériel de filtration sous vide (pompe, erlenmeyer...).

- b) Placer les tamis en cascade et faire un joint de parafilm entre le dernier tamis et l'entonnoir.

Remarque : Cette étape se réalise si on veut séparer les différentes tailles de particules. Si non, passer directement au point f)

- c) Filtrer la solution en faisant attention au colmatage des tamis de plus petite taille.
- d) Rincer abondamment.

Remarque : Le filtrat peut être récupéré avant tous les rinçages. Ceci afin de préparer une nouvelle solution de densité, après l'avoir filtrée à  $0.45\mu\text{m}$ .

- e) Transférer les particules des tamis dans un bécher à l'aide d'une pissette d'eau et du bain à ultrasons.
- f) Filtrer cette solution avec le filtre adapté à l'analyse postérieure.
- g) Conserver dans un tiroir propre, tous les filtres sont placés dans une boîte de Pétri recouverte de papier aluminium.

#### 4.2. Matrice sol

Idem que la matrice boue, sauf qu'il n'y a pas de pré-traitement. On commence à 4.1.2

#### 4.3. Matrice eau

##### 4.3.1. Influent

- a) Prendre 1000mL.
- b) Répéter le protocole de la matrice boue en commençant à 4.1.2.2

Remarque : entre 100 et 300mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% sont nécessaire selon la charge.  $\text{FeSO}_4$  optionnel.

##### 4.3.2. Effluent

- a) Prendre 1000mL.
- b) Répéter le protocole de la matrice boue en commençant à 4.1.2.2

Remarque : entre 50 et 200mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% sont nécessaire selon la charge de l'eau.  $\text{FeSO}_4$  pas nécessaire.

## Annexe 5 : Protocole d'identification des microplastiques par microscopie optique avec le rouge du Nil

### 1. But

Identifier et quantifier les MPs présents dans les échantillons en observant leurs filtres, teintés au préalable au Rouge du Nil, à l'aide d'un microscope binoculaire sous fluorescence verte (525nm), et sous lampe blanche ou UV (460nm). Ainsi qu'en modifiant les réglages des photos enregistrées.

### 2. Remarques générales

Le Rouge du Nil est un colorant qui permet d'identifier les MPs par fluorescence.

Cependant, la matière organique devient également fluorescente avec le Rouge du Nil. C'est pourquoi l'opération d'extraction est primordiale pour garantir une analyse efficace.

Le choix du filtre est également important ; l'utilisation de filtres en fibres de verre est préconisée car ceux en cellulose se font attaquer par le méthanol.

### 3. Matériel

- Microscope binoculaire équipé d'une caméra haute définition
  - Olympus SZX16 (binoculaire)*
  - Olympus SDF PLAPO 1.6XPF (objectif)*
  - TOUPCAM – Touptek Photonics co. – 5.0MP 2/3" Sony Exmor CMOS Sensor (camera)*
- Lampe UV
  - CoolLED pE-300 lite (source lumineuse)*
- Rouge du Nil en poudre
- Méthanol
- Filtre en fibre de verre
- Ordinateur et logiciel de la caméra et/ou de traitement d'image
  - Toupview (microscope)*
  - ImageJ*

### 4. Procédures

#### 4.1. Préparation de la solution de coloration

- a) Préparer une solution mère à 10mg/L (1mg dans 100mL de méthanol)
- b) Filtrer la solution
- c) Diluer la solution 10x (1mg/L)
- d) Filtrer la solution

#### 4.2. Coloration du filtre

Laisser tomber quelques gouttes de la solution à 1mg/L sur le filtre jusqu'à ce qu'il soit complètement imbibé. Attendre minimum 30 min avant observation. Placer le filtre dans une étuve à 40°C pour accélérer le séchage. Le colorant garde sa fluorescence pendant environ 5 jours.

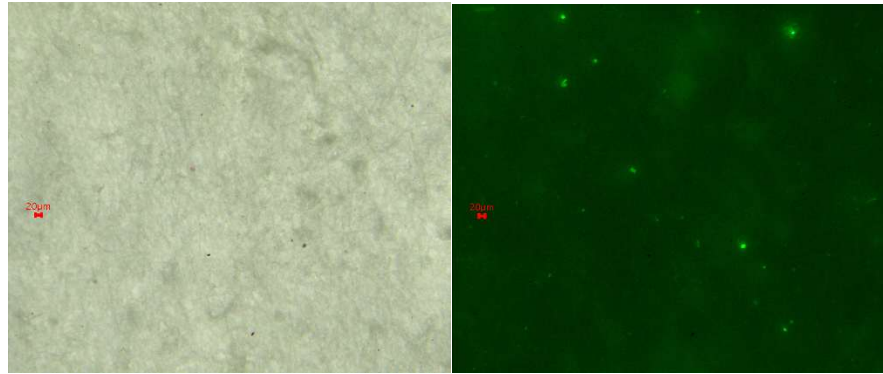
### 4.3. Analyse par microscopie

#### 4.3.1. Utilisation du microscope

- a) Allumer le microscope, et retirer les caches des oculaires et de l'objectif
- b) Allumer le boîtier de la lampe fluorescente
- c) Connecter le microscope à l'ordinateur et utiliser *TOUPVIEW* pour contrôler la caméra.  
Importer les paramètres de calibration de mesure dans le programme
- d) Pour observer sous fluorescence, placer le filtre vert et fermer le rétroéclairage. Pour la lumière blanche, placer un filtre blanc et ouvrir le rétroéclairage jusqu'à obtenir l'image désirée.

#### 4.3.2. Observations

- a) Placer le filtre dans la boîte avec quadrillage, puis la mettre sous l'objectif.
- b) Le zoom doit être au minimum (x7)
- c) Régler la mise au point sous lampe blanche
- d) Fermer le rétroéclairage et insérer le filtre vert

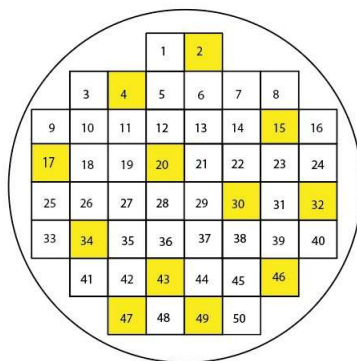


Exemple sous lampe blanche (à gauche) et sous fluorescence (à droite). Zoom 20x

- e) Après avoir fait la mise au point avec l'ordinateur (qui n'est pas la même qu'au binoculaire), appliquer les réglages de l'image,
- f) Prendre les photos, avec différents zooms, sous fluorescence et avec lumière blanche.
- g) Enregistrer les photos. Fluorescence, sous lumière blanche avec échelle.  
*Pour placer une échelle (ou autre mesure), déterminer la taille de celle-ci ainsi que le niveau de zoom, et l'incruster à l'image (F2). Puis, sauvegarder l'image (Ctrl+S)*

#### 4.3.3. Protocole

- a) Sélectionner aléatoirement les 12 zones (dans le cas d'un filtre de 90mm de diamètre) à observer.  
Il doit avoir une zone par ligne, et par colonne. Celles-ci ne peuvent contenir plus de 2 zones chacune.



Zones sélectionnées dans le quadrillage

- b) Prendre une photo de la zone entière sous grossissement minimum (x7), une fois sous lampe blanche, une fois avec le filtre vert.
- c) Pour chaque zone, se placer dans le coin supérieur gauche, avec un zoom x20.
- d) Ne pas se déplacer, et zoomer à x40.
- e) Si nécessaire, zoomer à x80, ou plus.
- f) Répéter l'opération au milieu de la zone puis dans le coin inférieur droit. Alternner une zone sur deux en passant de gauche à droite, et de droite à gauche. Faire ceci pour les 12 zones sélectionnées.
- g) Pour chaque partie, et chaque zoom, noter la forme, la taille (ex : > ou < 100 $\mu$ m) , et la couleur des particules fluorescentes observées. Utiliser la feuille d'observation prévue à cet effet.  
NB : Dans le cas où une majorité de particules se trouverait sur le pourtour du filtre, il y a lieu d'observer 6 zones supplémentaires sur ce pourtour.

#### 4.3.4. Traitement des images avec ImageJ

- a) Ouvrir le programme et ouvrir une photo sous fluorescence sans échelle

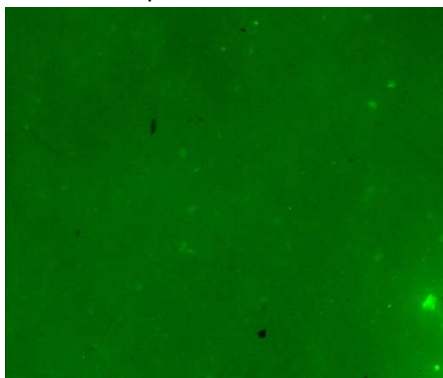


Image source avec zoom x20

- b) Régler la luminosité et le contraste pour faire ressortir les MPs observés  
(Image → Adjust → Brightness/Contrast)  
Arriver à avoir le fond noir en augmentant le contraste et faire ressortir le plus de particules en augmentant la luminosité. Trouver un compromis entre les deux.

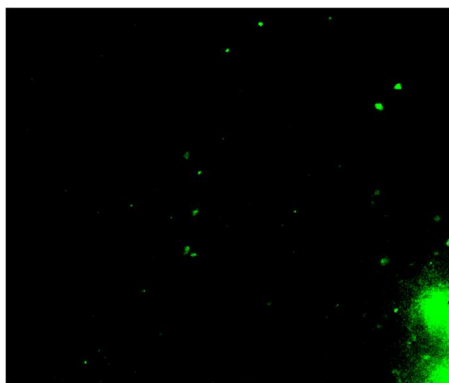


Image ajustée

- c) Garder la fenêtre ouverte et ouvrir la photo sous lampe blanche.



Image correspondante sous lumière blanche

- d) Créer l'image composite en additionnant l'image blanche sur l'image « noire ». Régler l'opacité pour obtenir le meilleur résultat.

(Image → Overlay → Add image...)

Enregistrer l'image sous un autre nom (Ici, ajout de « F+B » au nom de l'image).

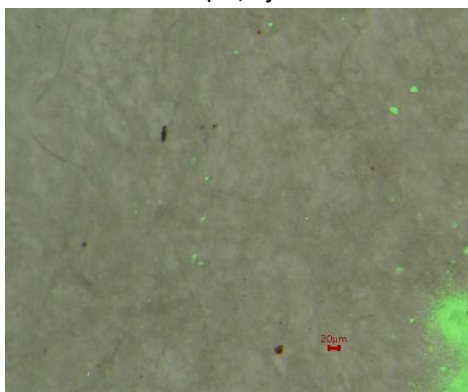


Image composite créée

## Annexe 6 : Code pour le dénombrement de particules fluorescentes

Le code développé par M.T Sturm - 2023 - *Development of an Inexpensive and Comparable MP Detection Method using Fluorescent staining with novel Nile Red derivatives* permet de compter le nombre de particules en définissant une limite inférieure et supérieure au niveau de la taille de celles-ci. Le programme mesurant l'aire en pixels de chaque particule détectée (surligné en rouge dans le code ci-dessous).

Le code décompose d'abord la photo prise sous fluorescence en 3 images dites RGB (Red-Green-Blue), les 3 couleurs primaires, et filtre chacune d'elle selon l'intensité de leur teinte, saturation et luminosité (les valeurs sont surlignées respectivement en jaune, cyan et vert dans le code ci-dessous). Ceci permet d'écartier certaines particules visibles, tout en mettant en lumière d'autres moins visibles. Il les superpose alors afin de n'obtenir qu'une seule image.

Les particules détectées sont entourées et comptées automatiquement par le programme selon les limites de détection fixées au préalable. Comme dit plus haut, ces limites sont déterminées par l'aire qu'occupe la particule. L'adaptation du code se fait en mesurant le nombre de pixels que représentent  $100\mu\text{m}$  selon le zoom établi. Dans notre cas, x20 et x50. Correspondant à 0.51px et 1.22px pour  $1\mu\text{m}$ , respectivement. Dans notre adaptation, nous avons choisi de se fixer une limite inférieure à  $50 \times 20\mu\text{m}$  ( $1000\mu\text{m}^2$ ), une coupure à  $100 \times 20\mu\text{m}$  ( $2000\mu\text{m}^2$ ) et une limite supérieure infinie. Ceci nous permettant de compter les particules de taille comprise entre 50 et  $100\mu\text{m}$ , ainsi que celles supérieures à  $100\mu\text{m}$ .

Dans la pratique, la limite de  $100 \times 20\mu\text{m}$  n'était pas suffisamment haute. En effet, beaucoup de particules inférieures à  $100\mu\text{m}$  ont été comptées comme supérieures à  $100\mu\text{m}$ . Une particule carrée de  $50\mu\text{m}$  de côté représente une aire de  $2500\mu\text{m}^2$ , supérieure à la limite imposée de  $2000\mu\text{m}^2$ . C'est pourquoi cette limite a été fixée à  $3600\mu\text{m}^2$  ( $60 \times 60\mu\text{m}$ ). Seules les fibres de taille supérieure à  $100\mu\text{m}$  tombent sous cette limite mais celles-ci sont aisément identifiables et sont donc manuellement soustraites au résultat.

## Image J-Script for automated particle counting.

for the saturation threshold and green for the brightness threshold.

```
min=newArray(3);
max=newArray(3);
filter=newArray(3);
a=getTitle();
run("HSB Stack");
run("Convert Stack to Images");
selectWindow("Hue");
rename("0");
selectWindow("Saturation");
rename("1");
selectWindow("Brightness");
rename("2");
min[0]=60;
max[0]=90;
filter[0]="pass";
min[1]=0;
max[1]=255;
filter[1]="pass";
min[2]=20;
max[2]=255;
filter[2]="pass";
for (i=0;i<3;i++){
selectWindow(""+i);
setThreshold(min[i], max[i]);
run("Convert to Mask");
if (filter[i]=="stop") run("Invert");
}
imageCalculator("AND create", "0","1");
imageCalculator("AND create", "Result of 0","2");
for (i=0;i<3;i++){
selectWindow(""+i);
close();
}
selectWindow("Result of 0");
close();
selectWindow("Result of Result of 0");
rename(a);
// Colour Thresholding-----
//setThreshold(255, 255);
run("Convert to Mask");
run("Analyze Particles...", "size=400-Infinity pixel show=Overlay display exclude clear include summarize
in_situ");
```

## Annexe 7 : Analyse des résultats de l'essai d'interlaboratoire DE17-2024

Trois échantillons d'eau et trois échantillons de sédiments ont été distribués. Leurs descriptions se trouvent dans le Tableau 1.

TABLEAU 1 : DESCRIPTION DES ÉCHANTILLONS DU DE17-2024

<b>Microplastics in water</b>	
Bouteille contenant 1000 g $\pm$ 10 g d'eau douce filtrée à 0.2 $\mu\text{m}$ provenant du ruisseau Renkumse Beek.	
QMP016FW	30+/- 1 particules de PE (212-250 $\mu\text{m}$ ) 20+/-1 particules de PMMA (250-300 $\mu\text{m}$ )
QMP017FW	MicroPRefs® tablette chiron 70-100 particules de PE-PET-PS (50-300 $\mu\text{m}$ )
QMP018FW	Blanc échantillon
<b>Microplastics in sand samples</b>	
Flacon contenant 60 g de sable de construction chauffé/purifié à 600°C pendant 4h dispersé dans 5 ml d'eau de ville (65 g éch au total)	
QMP019FW	MicroPRefs® tablette chiron 70-100 particules de PP-PC-PVC (50-300 $\mu\text{m}$ )
QMP020FW	20+/- 1 particules de PE (212-250 $\mu\text{m}$ ) 8+/-1 particules de PE (500-600 $\mu\text{m}$ ) 15+/-1 particules de PMMA (250-300 $\mu\text{m}$ )
QMP021FW	Blanc échantillon

### 1.1.1.1 Résultats obtenus

Les résultats devaient être rendus par type de MPs et répartis selon leur taille 300-5000  $\mu\text{m}$  et 50-299  $\mu\text{m}$ . Entre 15 et 31 laboratoires participants ont rendu des données pour les 6 échantillons distribués.

#### 1.1.1.1.1 QMP16FW

Pour l'échantillon d'eau QMP016FW, un dopage en PE et PMMA a été réalisé. L'analyse réalisée par l'ISSEP ne détecte pas ces deux types de MPs mais détecte des particules de PET, PP PS et PVC qui n'ont pas été ajoutées à l'échantillon. Les données statistiques et les résultats obtenus sont repris dans le Tableau 2. La Figure 1 représente les résultats obtenus par l'ISSEP en comparaison avec les données de dopage, de moyenne et de médiane pour tous les MPs.

TABLEAU 2 : DONNÉES STATISTIQUES DES RÉSULTATS OBTENUS POUR L'ÉCHANTILLON QMP16FW

QMP016FW	Valeur de dopage (no./kg)	ISSeP	N (nbr labo)	Moyenne (NDA)	Déviati on standard	Coeff de variation (%)	Médiane	Déviati on absolue médiane
PC	0	0	1	-	-	-	-	-
PE	30	0	21	25,22	17,66	70	25	9
PET	0	8	10	6,494	8,549	131,6	8	6,5
PMMA	20	0	16	11,33	7,04	62,1	11	5
PP	0	6	11	3,411	3,48	102	3	2
PS	0	5	6	2,757	2,449	88,8	2,5	1,5
PVC	0	7	4	1,309	0,951	72,7	1,5	0,5
Autres	0	0	12	6,88	15,79	229,5	10	8
MPs tot	50	26	31	38,63	30,59	79,2	41	20

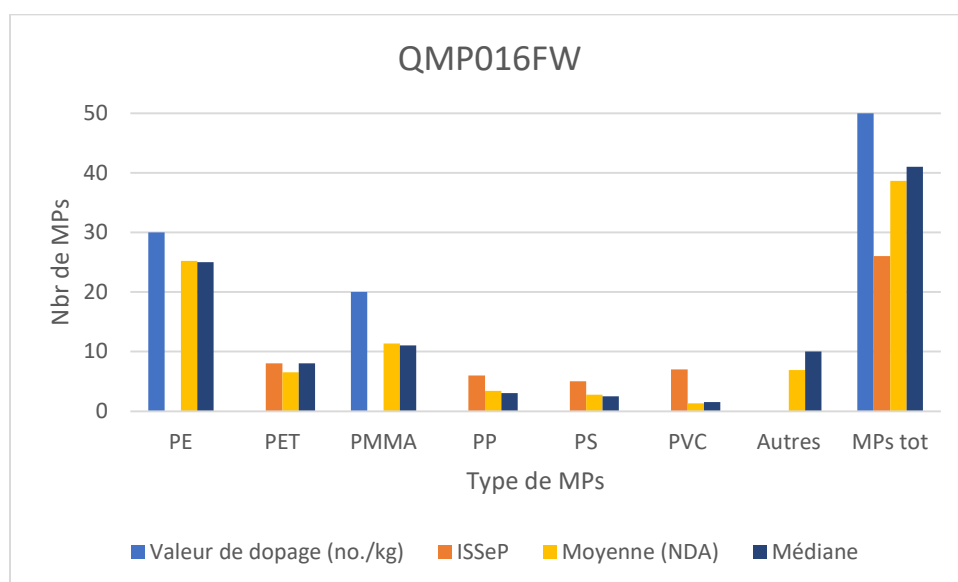


FIGURE 1 : REPRÉSENTATION DE LA VALEUR DE DOPAGE, LES RÉSULTATS DE L'ISSEP, DE LA MOYENNE ET DE LA MÉDIANE POUR LES MPs DE L'ÉCHANTILLON QMP016FW

Pour le PE, 30 particules ont été ajoutées à l'échantillon, les résultats obtenus par 21 laboratoires participants donnent une valeur moyenne de 25,22 et une médiane de 25,00.

Pour le PMMA, 20 particules ont été ajoutées dans l'échantillon, les résultats obtenus par 17 laboratoires participants donnent une valeur moyenne de 10,97 et une médiane de 9,00.

L'analyse réalisée par l'ISSeP montre la présence de 8 particules de PET, c'est aussi le cas de 9 autres laboratoires participants avec l'obtention d'une valeur moyenne de 6,5 et d'une valeur médiane de 8. Il en va de même pour le PP, avec une valeur de 6 particules identifiées, une valeur moyenne de 3,41 et une valeur médiane de 3 pour 11 laboratoires participants et pour le PS, avec une valeur de 5 particules identifiées, une valeur moyenne de 2,76 et une valeur médiane de 2,5 pour 6 laboratoires participants. 7 particules de PVC sont également identifiées, dans ce cas-ci seulement 3 autres laboratoires participants ont rendu une valeur. La moyenne est de 1,3 et la médiane 1,53.

Pour la valeur totale en MPs, l'ISSeP obtient un total de 26 particules pour une valeur de dopage de 50 avec une valeur moyenne de 38,63 et une valeur médiane de 41 pour 31 laboratoires participants.

#### 1.1.1.1.2 QMP17FW

Pour l'échantillon d'eau QMP17FW, il s'agit d'une pastille qui contient 70 à 100 particules de PE-PET-PS (50-300 µm) dispersée dans l'eau. La valeur de dopage n'est pas connue précisément, elle est estimée à 28 pour les 3 MPs. Les données statistiques et les résultats obtenus sont repris dans le Tableau 3. La Figure 2 représente les résultats obtenus par l'ISSeP en comparaison avec les données de dopage, de moyenne et de médiane pour tous les MPs.

TABLEAU 3 : DONNÉES STATISTIQUES DES RÉSULTATS OBTENUS POUR L'ÉCHANTILLON QMP17FW

QMP017FW	Valeur de dopage (no./kg)	ISSeP	N (nbr labo)	Moyenne (NDA)	Déviat ion standard	Coeff de variation (%)	Médiane	Déviat ion absolue médiane
PE	+/-28	12	18	13,41	12,27	91,5	13	7
PET	+/-28	29	17	14,7	18,22	123,9	17	12
PMMA	0	0	5	1,357	0,681	50,2	1	-
PP	0	20	10	1,348	1,336	99,1	1,5	0,5
PS	+/-28	9	17	19,36	12,08	62,4	20	10
PVC	0	0	5	2	1,544	77,2	2	1
Autres	0	0	9	16,14	36,6	226,7	23	21
MPs tot	+/-85	70	27	56,32	50,02	88,8	70	37

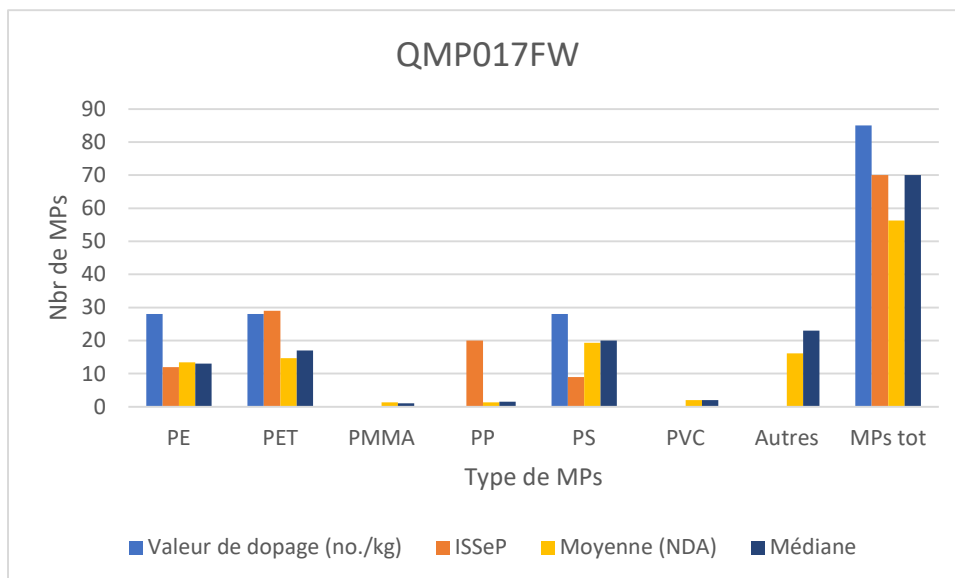


FIGURE 2 : REPRÉSENTATION DE LA VALEUR DE DOPAGE, LES RÉSULTATS DE L'ISSeP, DE LA MOYENNE ET DE LA MÉDIANE POUR LES MPs DE L'ÉCHANTILLON QMP017FW

Pour cet échantillon, 12 particules de PE ont été identifiées par l'ISSeP, 18 laboratoires participants ont rendu un résultat pour une valeur moyenne de 13,41 et une valeur médiane de 13,00. 29 particules de PET ont été identifiées, 17 laboratoires participants ont rendu un résultat pour une valeur moyenne de 14,7 et une valeur médiane de 17,00. 9 particules ont été identifiées de PS, 17 laboratoires participants ont rendu un résultat pour une valeur moyenne de 19,36 et une valeur médiane de 20,00.

L'analyse réalisée par l'ISSeP montre la présence de 20 particules de PP, 9 autres laboratoires participants ont rendu un résultat avec l'obtention d'une valeur moyenne de 1,35 et d'une valeur médiane de 1,5.

Pour la valeur totale en MPs, l'ISSeP obtient un total de 70 particules pour une valeur de dopage de 85 avec une valeur moyenne de 56,32 et une valeur médiane de 70 pour 27 laboratoires participants.

#### 1.1.1.1.3 QMP18FW, blanc échantillon

L'analyse réalisée par l'ISSeP montre la présence de 7 particules de PA et 1 particule de PET.

#### 1.1.1.1.4 QMP19FW

Pour l'échantillon de sédiment QMP19FW, il s'agit d'une pastille qui contient 70 à 100 particules de PP-PC-PVC (50-300 µm) dispersée dans 65 g d'échantillon séché. La valeur de dopage n'est pas connue précisément, elle est estimée à 436 particules par kg d'échantillon pour les 3 MPs. Les données statistiques et les résultats obtenus sont repris dans le Tableau 4. La Figure 3 représente les résultats obtenus par l'ISSeP en comparaison avec les données de dopage, de moyenne et de médiane pour tous les MPs.

TABLEAU 4 : DONNÉES STATISTIQUES DES RÉSULTATS OBTENUS POUR L'ÉCHANTILLON QMP19FW

QMP019MS	Valeur de dopage	ISSeP Q3759	N (nbr labo)	Moyenne (NDA)	Déviati on standard	Coeff de variation (%)	Médiane	Déviati on absolue médiane
PC	+/-436	0	14	164,6	130,2	79,1	158,5	98,5
PE	0	0	12	57,78	75,46	130,6	61,5	46,5
PET	0	2215	10	84,7	154	176,2	100,1	77,6
PMMA	0	0	-	-	-	-	-	-
PP	+/-436	92	18	166,9	181,5	108,8	214,5	138,7
PS	0	0	6	29,91	37,87	126,6	30,7	15,7
PVC	+/-436	15	15	199	209,6	105,3	230,8	170,2
Autres	0	0	9	442,8	506,7	114,4	492,3	461,3
MPs tot	+/-1308	2323	23	737	873,8	118,6	810	672

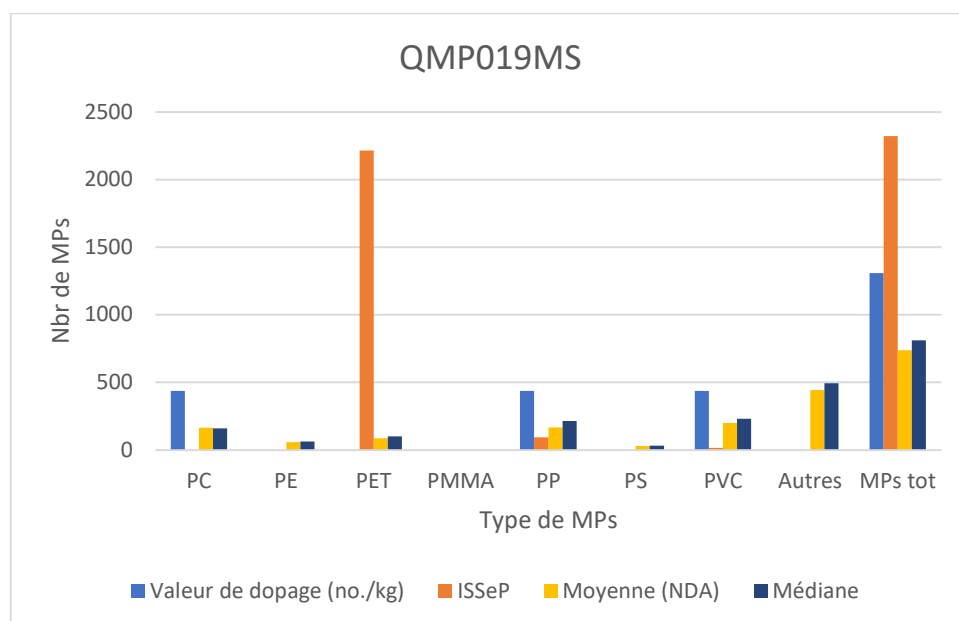


FIGURE 3 : REPRÉSENTATION DE LA VALEUR DE DOPAGE, LES RÉSULTATS DE L'ISSeP, DE LA MOYENNE ET DE LA MÉDIANE POUR LES MPs DE L'ÉCHANTILLON QMP019FW

L'analyse réalisée par l'ISSeP ne détecte pas de PC, de faibles quantités de PP et PVC mais détecte des particules de PET en très grande quantité qui n'ont pas été ajoutées à l'échantillon.

Pour cet échantillon, 92 particules de PP par kg d'échantillon ont été identifiées par l'ISSeP, 18 laboratoires participants ont rendu un résultat pour une valeur moyenne de 166,9 et une valeur médiane de 214,5. 15 particules de PVC par kg d'échantillon ont été identifiées, 15 laboratoires participants ont rendu un résultat pour une valeur moyenne de 199 et une valeur médiane de 230,8.

L'analyse réalisée par l'ISSeP montre la présence de 2215 particules de PP par kg d'échantillon, 9 autres laboratoires participants ont rendu un résultat avec l'obtention d'une valeur moyenne de 84,7 et d'une valeur médiane de 100,1.

Pour la valeur totale en MPs, l'ISSeP obtient un total de 2323 particules pour une valeur de dopage de 1308 avec une valeur moyenne de 737 et une valeur médiane de 810 pour 23 laboratoires participants.

#### 1.1.1.1.5 QMP20FW

Pour l'échantillon de sédiment QMP020FW, un dopage en PE et PMMA a été réalisé. L'analyse réalisée par l'ISSeP ne détecte pas ces deux types de MPs mais détecte des particules de PET qui n'ont pas été ajoutées à l'échantillon. Les données statistiques et les résultats obtenus sont repris dans le Tableau 5. La Figure 4 représente les résultats obtenus par l'ISSeP en comparaison avec les données de dopage, de moyenne et de médiane pour tous les MPs.

TABLEAU 5 : DONNÉES STATISTIQUES DES RÉSULTATS OBTENUS POUR L'ÉCHANTILLON QMP20FW

QMP020MS	Valeur de dopage (no./kg)	ISSeP	N (nbr labo)	Moyenne (NDA)	Déviat ion standard	Coeff de variation (%)	Médiane	Déviat ion absolue médiane
PC	0	0	2	-	-	-	16,03	0,63
PE	431	0	19	288,4	152,8	53	283,3	114,3
PET	0	2877	7	96,7	153,6	158,8	108	92
PMMA	231	0	11	163,2	60,4	37	162	27
PP	0	0	5	75,24	93,21	123,9	75	58,33
PS	0	92	4	63,24	64,08	101,3	61	38,3
PVC	0	15	1	-	-	-	-	-
Autres	0	0	3	67,93	75,85	111,7	92,3	47,3
MPs tot	662	2985	21	409,9	343,5	83,8	501	171

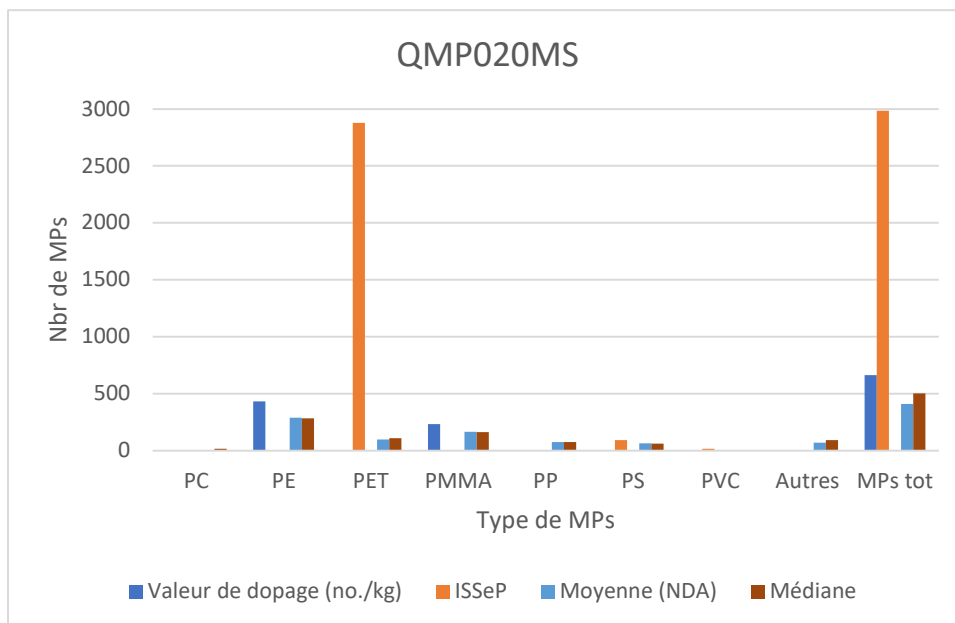


FIGURE 4 : REPRÉSENTATION DE LA VALEUR DE DOPAGE, LES RÉSULTATS DE L'ISSeP, DE LA MOYENNE ET DE LA MÉDIANE POUR LES MPs DE L'ÉCHANTILLON QMP020FW

Pour le PE, 431 particules par kg d'échantillon ont été ajoutées à l'échantillon, les résultats obtenus par 19 laboratoires participants donnent une valeur moyenne de 288,4 et une médiane de 283,3.

Pour le PMMA, 231 particules par kg d'échantillon ont été ajoutées dans l'échantillon, les résultats obtenus par 11 laboratoires participants donnent une valeur moyenne de 163,2 et une médiane de 162.

L'analyse réalisée par l'ISSeP montre la présence de 2877 particules par kg d'échantillon de PET, 7 autres laboratoires participants ont rendu un résultat avec l'obtention d'une valeur moyenne de 96,7 et d'une valeur médiane de 108. Il en va de même pour le PS, avec une valeur de 92 particules identifiées, une valeur moyenne de 63,24 et une valeur médiane de 61 pour seulement 4 laboratoires participants. 15 particules de PVC par kg d'échantillon sont également identifiées, aucun autre laboratoire participant n'a rendu de résultat.

Pour la valeur totale en MPs, l'ISSeP obtient un total de 2985 particules pour une valeur de dopage de 662 avec une valeur moyenne de 409,9 et une valeur médiane de 501 pour 21 laboratoires participants.

#### 1.1.1.1.6 QMP21FW, blanc échantillon

L'analyse réalisée par l'ISSeP montre la présence de 31 particules de PA et 10323 particules de PET par kg d'échantillon.

#### 1.1.1.2 Discussion sur les résultats de l'essai DE17-2024

Cette participation à ce type d'essai interlaboratoire est une première et permet de mieux évaluer les problèmes qui peuvent survenir lors de l'analyse des MPs par microFTIR.

Globalement, les résultats sont meilleurs pour les échantillons d'eau que pour les échantillons de sédiment. La majorité des laboratoires participants a éprouvé des difficultés à atteindre les valeurs de dopage. Cela peut se justifier par des pertes lors des étapes de préparation de l'échantillon précédents l'analyse. Certains MPs sont identifiés alors qu'ils n'ont pas été ajoutés aux échantillons. Cela peut s'expliquer par des contaminations ou des erreurs d'identification lors de l'analyse des spectres FTIR. En effet, le pourcentage de match comme expliqué dans la section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** est de première importance.

Suite au rapport envoyé par Quasimeme et les résultats obtenus, une recherche approfondie a été réalisée sur les données obtenues par microFTIR.

*Pour les échantillons d'eau (QMP16FW à QMP18FW) :*

Pour le QMP16FW, le PMMA et le PE n'ont pas été détectés. Le microFTIR identifie les particules par contraste, dans ce cas-ci il n'a pas identifié les microbilles blanches ou transparentes de PMMA et PA, ce qui pourrait justifier l'absence de réponse. Pour effectuer, la détection complète de tous les MPs par l'appareil, l'analyse devrait être répétée successivement avec une détection en contraste clair et en contraste sombre.

Au niveau des pourcentages de match, les MPs dopés dans l'échantillon QMP17FW avaient un pourcentage moyen de match supérieur à 80% pour ceux qui ont été identifiés. En revanche les MPs identifiés mais non dopés dans les échantillons QMP16FW, QMP17FW et QMP18FW (blanc) présentent un pourcentage moyen de match proche de 75% à l'exception du PP qui présente un pourcentage de match de 87% et le PET dans le blanc avec un pourcentage de match de 89%. Précisons que les 75 % de match sont la valeur minimum de détection.

*Pour les échantillons de sédiments (QMP19FW à QMP21FW) :*

Pour le QMP19FW et le QMP20FW, 4 et 3 filtres ont été nécessaires lors de la préparation du protocole d'analyse. On constate que les filtres présentent des résidus. Il y aurait eu une mauvaise interprétation du logiciel sur l'identification des particules dû à une séparation par densité médiocre. De plus, ces résidus pourraient justifier le manque d'identification des particules dopées qui auraient masqué les MPs.

Au niveau des pourcentages de match, on arrive au même constat que pour les eaux avec des pourcentage moyen inférieur à 80% pour les MPs non dopés sauf pour le PP qui une nouvelle fois atteint les 87%.

#### *Commentaires de l'organisateur sur les résultats de l'essai DE17-2024*

La dispersion des résultats entre laboratoires est encore assez importante, et il est donc également très difficile de calculer ce que l'on appelle les z-scores (mesure normalisée de la performance, calculée à partir du résultat du participant, de la valeur assignée et de l'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude) à ce stade. Dans de nombreux cas, on trouve également des particules dans la catégorie des 300-5000 µm. En principe, toutes les particules devraient être inférieures à 300 µm, mais il n'est

pas exclu qu'une seule particule ait pu être plus grande que 300  $\mu\text{m}$ . En général, les performances des laboratoires ont considérablement augmenté par rapport aux études précédentes. Ce qui est assez positif et rassurant. La recherche avance.

## Annexe 8 : Données de caractérisation des boues prélevées

Identification échantillon	Taux de matière sèche (%)	pH	$\delta_{\text{moy}}$ (mS/cm)	Taux de matière organique (%)	C/N ratio
AMA-013	26,99	8,2	3,79	57,14	6,44
AMA-043	29,19	7,5	7,01	65,52	7,73
AMA-086	38,89	12,6	5,49	41,55	5,22
AMA-181	23,22	7,5	2,79	69,51	8,91
ARL-003	19,4	12,0	5,63	66,14	7,65
ARL-035	27,17	10,6	4,72	61,71	7,45
ARL-102	29,83	9,6	7,86	32,11	6,52
ARL-177	31,21	9,7	9,46	68,42	7,65
AVE-010	23,17	7,2	5,76	59,89	8,66
AVE-040	21,82	5,9	15,17	56,78	9,16
AVE-089	16,41	7,4	3,35	53,60	7,89
AVE-184	24,20	6,5	9,84	43,31	9,44
AWN-174	15,31	7,1	8,59	62,81	9,55
CHA-200	30,51	7,4	2,00	27,19	5,75
COM-066	16,31	6,4	6,22	51,91	8,92
COR-026	ND	10,1	4,46	51,71	5,98
COR-056	31,54	12,3	6,73	70,69	4,77
COR-122	29,23	12,2	5,14	75,47	4,99
COR-142	27,26	12,3	7,01	65,43	5,39
GEN-023	26,90	11,7	4,71	73,02	6,20
GEN-119	40,80	12,5	6,10	62,17	3,85
GEN-155	23,18	10,2	3,26	88,62	5,53
GHI-033	14,35	7,2	6,38	77,60	8,21
GHI-063	32,68	12,4	6,94	ND	5,17
GHI-106	22,67	12,5	7,48	79,16	5,78
GHI-129	26,87	12,2	7,30	76,87	5,17
GOD-139	31,49	10,5	2,98	51,71	5,70
HAM-082	11,21	7,0	2,46	35,59	7,90
HNR-046	11,31	6,9	2,54	71,22	10,67
HNR-092	24,89	6,9	2,27	75,60	8,92
HNR-193	13,68	6,7	9,64	45,55	5,82
HOD-076	28,53	7,1	4,23	50,54	9,44
LAG-095	21,73	6,7	2,48	46,94	5,51

ND : non déterminé

Identification échantillon	Taux de matière sèche (%)	pH	$\delta_{\text{moy}}$ (mS/cm)	Taux de matière organique (%)	C/N ratio
MOU-112	35,98	12,5	6,97	66,35	4,75
MRN-059	28,47	6,3	6,07	31,78	6,92
NAM-125	22,56	10,6	2,88 <sup>2</sup>	58,93	6,45
NIV-158	31,42	12,1	4,47	61,19	5,16
ORE-073	51,64	6,6	4,01	51,36	7,57
OUF-079	11,52	6,8	3,15	73,86	6,82
QUI-030	18,78	6,5	12,21	43,70	10,79
QUI-069	24,75	6,3	14,01	39,11	9,53
QUI-109	22,12	7,0	4,30	46,39	8,90
QUI-132	21,30	7,2	7,78	44,79	8,79
RMY-190	18,57	7,0	5,15	47,77	8,18
ROU-020	20,17	7,9	4,08	62,97	7,34
ROU-050	31,52	11,2	3,94	50,60	5,58
ROU-116	36,03	12,4	7,96	72,98	6,94
ROU-145	29,87	11,6	4,02	50,52	5,93
SCL-006	23,87	8,2	16,51	79,45	8,67
SCL-017	ND	9,6	6,05	44,98	8,75
SCL-099	31,75	9,5	6,12	80,40	7,02
SCL-171	23,86	8,2	11,84	79,53	7,71
VAL-161	39,05	11,1	4,73	74,29	6,17
WAS-135	24,52	7,5	3,24	58,93	7,19
WTL-197	30,74	11,8	3,38	47,71	7,91
WVR-167	51,00	12,6	7,17	63,33	4,05

ND : non déterminé

## Annexe 9 : Résultats des MPs dans les effluents (OUT) pour l'ensemble des échantillons analysés en microFTIR

STEP	Nombre de MPs par taille			TOT
	20-50µm	50-100µm	100-200µm	
AMA2	2	1	0	3
AMA3	0	0	0	0
ARL2	59	148	19	226
ARL3	0	0	1	1
ARL4	0	0	1	1
AV1	88	286	104	478
AV2	2	10	8	20
AV3	0	1	0	1
AV4	0	2	3	5
AWN	1	1	1	3
COM	12	25	20	57
COR1	3	9	7	19
COR2	5	17	9	31
COR3	0	0	3	3
FRE	0	2	0	2
GEN1	7	16	4	27
GEN2	24	69	10	103
GEN3	0	0	0	0
GEN4	0	0	0	0
GHI1	0	2	1	3
GHI2	121	210	81	412
GHI3	0	3	4	7
GOD	0	1	2	3

STEP	Nombre de MPs par taille			TOT
	20-50µm	50-100µm	100-200µm	
HAM	0	4	2	6
HNR2	28	32	8	68
HNR3	0	0	2	2
HOD	45	109	64	218
LAG	0	0	0	0
MOU	0	0	0	0
MRL	0	0	0	0
NAM	0	0	1	1
NIV	0	0	0	0
ORE	0	1	1	2
OUF	0	5	1	6
QUI1	0	0	0	0
QUI2	14	0	0	14
QUI3	0	1	2	3
QUI4	1	2	0	3
ROU1	0	0	0	0
ROU2	42	53	5	100
ROU3	0	2	2	4
SCL2	0	2	0	2
SCL3	26	20	8	54
SCL4	0	0	0	0
WTL	0	4	10	14
<b>Moyenne</b>				<b>42</b>
<b>Médiane</b>				<b>3</b>

## Annexe 10 : Bilan ponctuel de 5 STEPs pour les MPs de taille de 20 à 200 µm

Le Tableau 6 reprend les dates et les données météorologiques de prélèvements. Ces prélèvements ont été réalisés dans des conditions météorologiques différentes avec des températures allant de 6,0 à 30,5 °C et d'une météo allant d'un temps sec à un temps humide.

TABLEAU 6 : DONNÉES DE PRÉLÈVEMENT DES STEPs SÉLECTIONNÉES

	Date de prélèvement	Température (°C)	Météo	Précipitations cumulées 2j précédents	Temps
ARL3	01-09-23	16,0	Pluie	22.9mm	Humide
AWN	16-02-24	12,0	Couvert	2.1mm	Sec
GHI3	07-09-23	30,5	Ensoleillé	0mm	Sec
MRL	02-02-24	6,0	Couvert	5.2mm	Humide
SCL4	16-02-24	12,0	Couvert	4.9mm	Sec

Le Tableau 7 et le Tableau 8 reprennent respectivement le nombre de MPs dans les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT) dans les STEPs sélectionnées en fonction de leurs tailles et de leur nature. Les données inférieures à 80% de match ont été écartées suite au constat fait lors de la participation à l'essai interlaboratoire (voir section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** du rapport). Le nombre de MPs étant très faible et majoritairement en dessous de la LQ, on constate une diminution entre le nombre de MPs dans les eaux brutes et les effluents. Il y a plus une tendance inversée qui pourrait être le résultat de la fragmentation de particules de taille plus importante dans le processus de traitement des eaux.

TABLEAU 7 : NOMBRE DE MPs EN FONCTION DE LEURS TAILLES DANS LES EAUX BRUTES (IN) ET LES EFFLUENTS (OUT) DANS 5 STEPs (PRÉLÈVEMENT PONCTUEL)

STEP	Nombres de MPs par litre							
	20-50µm		50-100µm		100-200µm		TOT	
	IN	OUT	IN	OUT	IN	OUT	IN	OUT
ARL3	0	0	1	0	0	1	1*	1*
AWN	0	2	1	1	5	1	6*	4*
GHI3	0	0	0	3	0	4	0	7*
MRL	0	0	0	0	0	0	0	0
SCL4	0	0	0	0	0	0	0	0
<b>Moyenne</b>							1,4*	2,4*
<b>Médiane</b>							0	1

\*inférieur à la limite de quantification

TABLEAU 8 : NOMBRE DE MPs DE TAILLE DE 20 À 200 µm EN FONCTION DE LEURS NATURES DANS LES EAUX BRUTES (IN) ET LES EFFLUENTS (OUT) DANS LES 5 STEPS SÉLECTIONNÉES

STEP	Nombres de MPs par litre													
	PET		PA		PP		PE		PS		PVC		PU	
	IN	OUT	IN	OUT	IN	OUT	IN	OUT	IN	OUT	IN	OUT	IN	OUT
ARL3	1*	1*	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
AWN	1*	1*	5	2	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
GHI3	0	5	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
MRL	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SCL4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

\*inférieur à la limite de quantification

## Annexe 11 : Bilan ponctuel de 4 STEPs pour les MPs de taille 20 à 200 µm incluant les boues

Le Tableau 9 reprend les données des 4 STEPS en MPs de taille de 20 à 200 µm par litre pour les eaux et par kg pour les boues. La Figure 5 illustre ces données. Comme cela est le cas pour les particules de taille supérieure à 100 µm, on constate que les valeurs les plus importantes en MPs dans les boues ne correspondent pas à une diminution importante de quantité de MPs entre les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT). C'est le cas des STEPs de MRL et SCL4. Ce constat est lié au fait que les prélèvements des eaux brutes (IN) et des effluents (OUT) correspondent à des prélèvements ponctuels alors que les échantillons boues sont le résultat d'un traitement d'un grand volume d'eaux brutes.

TABLEAU 9 : NOMBRE DE MPs DE TAILLE DE 20 À 200 µm DANS LES EAUX BRUTES (IN), LES EFFLUENTS (OUT) ET LES BOUES DE 5 STEPS

STEP	Nombres de MPs par litre pour les eaux et par kg pour les boues		
	TOT		
	IN	OUT	Boue
AWN	6*	4*	137
GHI3	0	7*	38
MRL	0	0	422
SCL4	0	0	670
Moyenne	1,4	2,4	317
Médiane	0	1	280

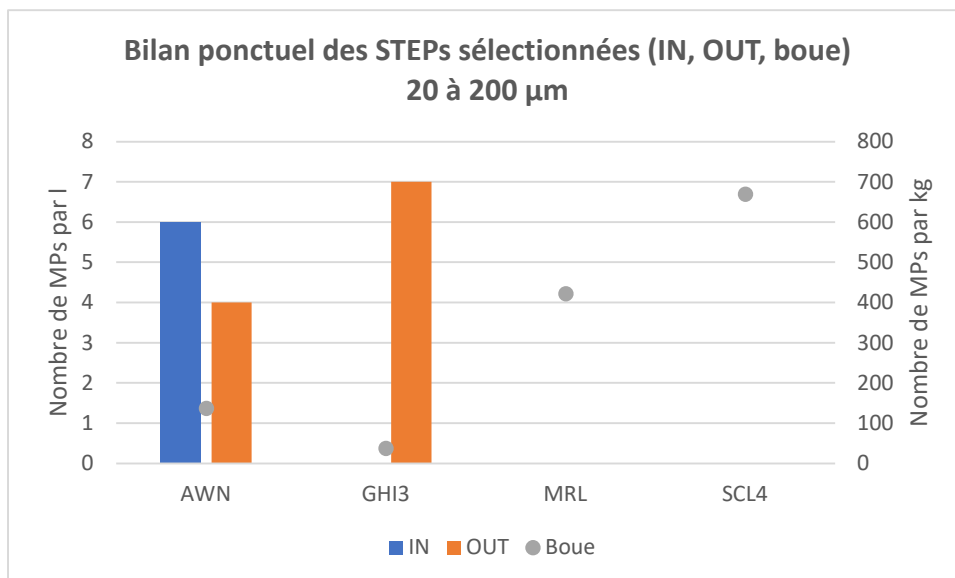


FIGURE 5 : NOMBRE DE MPs DE TAILLE DE 20 À 200 µm POUR L'EAU BRUTE (IN), LES EFFLUENTS (OUT) ET LES BOUES POUR LES ÉCHANTILLONS DE 4 STEPs (PRÉLEVEMENT PONCTUEL)

Concernant la répartition de la nature des MPs dans les eaux brutes (IN), les effluents (OUT) et les boues, la Figure 6 montre que le PA et le PET sont majoritaires dans les trois types d'échantillons avec une proportion plus importante du PA dans les eaux brutes (IN) et du PET dans les effluents (OUT) et les boues. On constate également que les boues contiennent une plus grande variété de MPs de nature différente que les eaux brutes (IN) et les effluents (OUT). Ce qui appuie l'hypothèse du regroupement des boues dans certaines STEPs et le fait que les boues correspondent au traitement d'un grand volume d'eaux brutes.

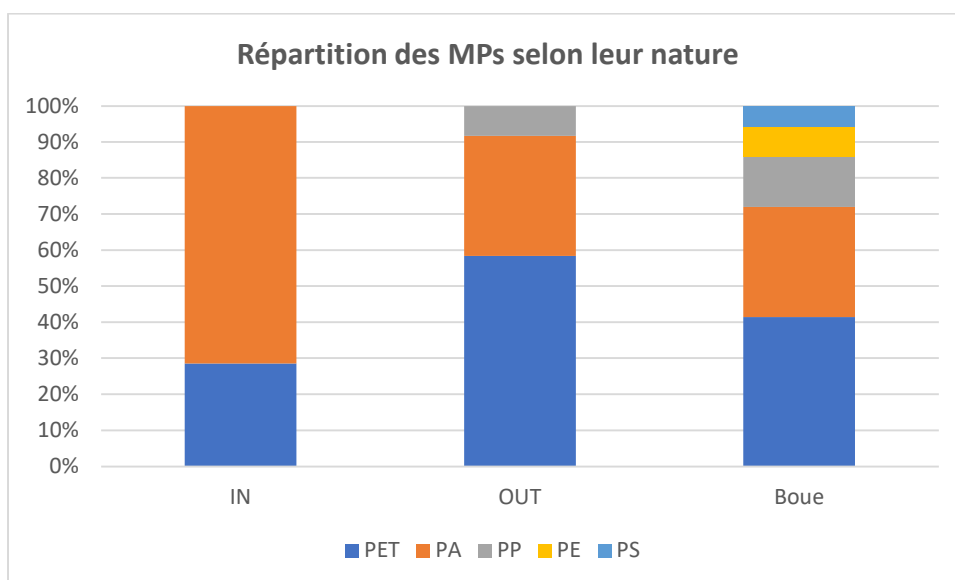


FIGURE 6 : RÉPARTITION DES MPs SELON LEURS NATURE POUR L'EAU BRUTE (IN), L'EFFLUENT (OUT) ET LA BOUE POUR LES LES ÉCHANTILLONS DE 4 STEPs (PRÉLEVEMENT PONCTUEL)