



(ID Modèle = 454988)

Ineris - 205970 - 2769488 - v1.0

06/07/2023

**C3Peaux - Contamination en
microPlastiques et Polluants organiques
Persistants associés dans les eaux
superficielles et souterraines**

Plan Régional
Santé
Environnement
Provence-Alpes-Côte d'Azur
2015-2021

PRÉAMBULE

Le présent document a été établi sur la base des informations transmises à l'Ineris. La responsabilité de l'Ineris ne peut pas être engagée, directement ou indirectement, du fait d'inexactitudes, d'omissions ou d'erreurs ou tous faits équivalents relatifs aux informations fournies.

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 présent document. Par conséquent, l'Ineris ne peut pas être tenu responsable en raison de l'évolution de ces éléments postérieurement à cette date. La prestation ne comporte aucune obligation pour l'Ineris d'actualiser le document après cette date.

L'établissement du présent document et la prestation associée sont réalisés dans le cadre d'une obligation de moyens.

Au vu de la mission qui incombe à l'Ineris au titre de l'article R131-36 du Code de l'environnement, celui-ci n'est pas décideur. Ainsi, les avis, recommandations, préconisations ou équivalents qui seraient proposés par l'Ineris dans le cadre de cette prestation ont uniquement pour objectif de conseiller le décideur. Par conséquent la responsabilité de l'Ineris 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. Tout destinataire du document utilisera les résultats qui y sont inclus intégralement ou sinon de manière objective. L'utilisation du présent document sous forme d'extraits ou de notes de synthèse s'effectuera également sous la seule et entière responsabilité de ce destinataire. Il en est de même pour toute autre modification qui y serait apportée. L'Ineris dégage également toute responsabilité pour toute utilisation du document en dehors de son objet.

En cas de contradiction entre les conditions générales de vente et les stipulations du présent préambule, les stipulations du présent préambule prévalent sur les stipulations des conditions générales de vente.

Nom de la Direction en charge du rapport : DIRECTION SITES ET TERRITOIRES

Rédaction : QUIOT Fabrice

Vérification : CHARMOILLE ARNAUD

Approbation : Document approuvé le 06/07/2023 par DUPLANTIER STEPHANE

Liste des personnes ayant participé à l'étude : Pascal WONG WAH CHUNG (LCE)

Table des matières

1	Contexte et objectifs	6
2	Démarche et moyens mis en œuvre	7
2.1	Etapes et zone d'étude	7
2.2	Echantillonnage des eaux superficielles et souterraines	10
2.3	Préparation des échantillons et analyses	12
3	Campagnes d'échantillonnage	14
3.1	Secteurs retenus.....	14
3.2	Informations associées aux campagnes réalisées	19
4	Résultats et interprétation.....	23
4.1	Présence de gros microplastiques (GMP).....	24
4.1.1	Etude des eaux superficielles	24
4.1.2	Etude des eaux souterraines	28
4.2	Présence de petits microplastiques (PMP).....	30
4.2.1	Etude des eaux superficielles	30
4.2.2	Etude des eaux souterraines	32
5	Conclusion et perspectives.....	35
6	Références	38

Liste des figures

Figure 1 : Etapes du projet C3PEaux (2020-2023)	7
Figure 2 : Points échantillonnés (hormis secteur industrialisé anonymisé)	9
Figure 3 : Prélèvement dans l'Arc (Aix-en-Provence), filet Manta (Photo Ineris, 23 mars 2022)	11
Figure 4 : Prélèvement dans ruisseau canalisé (Marseille), filet à plancton (Photo Ineris, 16 mars 2022)	11
Figure 5 : Prélèvement dans nappe d'eau souterraine (Aix en Provence), pompe immergée et collecteur (Photo Ineris, 17 mars 2022)	11
Figure 6 : C3PEaux - Recherche de microplastiques dans le milieu eau superficielle à l'aide d'un filet Manta (avec ici filet trainé depuis une embarcation)	14
Figure 7 : C3PEaux - Recherche de microplastiques dans le milieu eau souterraine à l'aide d'une pompe immergée.....	14
Figure 8 : Forage du parc Borély à Marseille (secteur E).....	21
Figure 9 : GMP observés à la loupe binoculaire (Estaque, secteur B) (Photo LCE, mars 2022)	24
Figure 10 : GMP observés à la loupe binoculaire (Arc, secteur A) (Photo LCE, mars 2022).....	24
Figure 11 : Points d'échantillonnage sur l'Arc (de l'amont Arc 1 - vers l'aval - Arc 4)	25
Figure 12 : Quantité et nature chimique des microplastiques observés au cours de 2 campagnes menées sur l'Arc (nombre pour la campagne du 23 mars 2022 à gauche, du 29 avril 2022 à droite) ..	26
Figure 13 : fragments observés à la loupe binoculaire (Puits, secteur D avec point 3 à gauche et point 4 à droite - échelle de l'ordre de 1 mm) (Photo LCE, mai 2022)	29
Figure 14 : Illustration de la migration d'une particule de microplastiques dans les eaux souterraines en fonction de la nature du réservoir (poreux en haut, fracturé en bas) (Viaroli et al., 2022)	29
Figure 15 : Distribution des PMP sur filtre inox (13 µm) - eau superficielle du secteur A (point 2 sur l'Arc en juin 2023).....	31
Figure 16 : Distribution des PMP sur les filtres inox (gauche filtre de 13 µm et droite filtre de 110 µm - eau souterraine du secteur C (prél. en surface au bailer dans Pz1 en novembre 2022)	32
Figure 17 : Distribution en taille et en nature chimique des PMP - eau souterraine du secteur C (prél. en surface au bailer dans Pz1 en novembre 2022).....	33
Figure 18 : Microplastiques dans l'Arc en aval d'Aix-en-Provence.....	36
Figure 19 : Microplastiques dans une nappe au droit d'une activité industrielle (surveillance ICPE) ...	37

Liste des tableaux

Tableau 1 : Outils et protocoles d'échantillonnage employés dans le cadre de C3PEaux	10
Tableau 2 : Protocoles de préparation et techniques d'analyse des microplastiques employés dans le cadre de C3PEaux	12
Tableau 3 : Différents types de polymères recherchés dans le cadre de C3PEaux (abréviation, exemples d'utilisation et densité)	13
Tableau 4 : Hydrocarbures aromatiques polycycliques et polychlorobiphényles recherchés dans les microplastiques dans le cadre de C3PEaux.....	13
Tableau 5 : Synthèse des secteurs retenus - projet C3PEaux (2020-2023)	16
Tableau 6 : Eléments de contexte – échantillonnage sur l'Arc (secteur A)	19
Tableau 7 : Eléments de contexte – échantillonnage sur ruisseau à ciel ouvert canalisé (secteur B) ..	19
Tableau 8 : Eléments de contexte – échantillonnage cours d'eau site ICPE en activité (secteur C)	19
Tableau 9 : Concentrations en POP (HAP et PCB) dans les microplastiques en PE (GMP) collectés dans l'Arc en mars et avril 2022	27
Tableau 10 : Concentrations, taille et nature chimique des GMP collectés dans l'Arc en juin 2023	28
Tableau 11 : Concentrations, taille et nature chimique des microplastiques dans les eaux superficielles (3 secteurs, campagnes de mai-juin 2023)	30
Tableau 12 : Concentrations, taille et nature chimique des PMP dans les eaux souterraines (secteurs C et E) (moyennes obtenues à partir de l'ensemble des analyses réalisées)	34

Résumé

Le projet C3PEaux pour « Contamination en microPlastiques et Polluants organiques Persistants associés dans les eaux superficielles et souterraines » a porté de 2020 à 2023 sur la réalisation dans la région de Marseille et ses environs d'un premier état des lieux (non exhaustif) concernant la présence dans les eaux superficielles et souterraines de microplastiques (entre 20 µm et 5 mm) voire de polluants associés (en particulier les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques ou HAP et les polychlorobiphényles ou PCB). Ce projet associant l'Ineris et le LCE a été financé par la DREAL PACA et par la Région Sud. Les résultats obtenus indiquent la présence de fragments de microplastiques dans les milieux étudiés, bien qu'une filtration se produise naturellement dans les eaux souterraines et limite la migration des plus gros fragments (entre 1 mm et 5 mm). A noter également dans les plus gros fragments observés sur un cour d'eau la présence de HAP et PCB.

Pour citer ce document :

Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques, C3Peaux - Contamination en microPlastiques et Polluants organiques Persistants associés dans les eaux superficielles et souterraines, Verneuil-en-Halatte : Ineris - 205970 - 2769488 - v1.0, 06/07/2023.

Mots-clés :

Microplastique, eau, état des lieux.

1 Contexte et objectifs

Moins visible et plus insidieuse que celle des macroplastiques, la pollution des cours d'eau ou des nappes par les microplastiques constitue pour les années à venir un enjeu pour la protection de la ressource en eau, et plus généralement pour la santé humaine et la biodiversité. En effet, compte-tenu des conséquences du changement climatique observés ces dernières années, il est essentiel de préserver la ressource en eau¹ d'une dégradation de qualité en lien avec la présence de microplastiques (Mintenig et al. 2019 ; Hoarau Belkhiri et al., 2022). Pour y parvenir, il est indispensable de disposer de techniques ou méthodes (d'échantillonnage et d'analyses) permettant de dresser un état des lieux et de surveiller l'évolution de la situation, l'efficacité des mesures prises.

Les microplastiques ont une taille comprise entre 1 µm et 5 mm. Leur présence aujourd'hui avérée dans l'environnement et dans les eaux peut être liée à différentes sources, notamment industrielles et domestiques (ex. rejets des eaux usées, des eaux pluviales). Leurs natures et leurs caractéristiques sont très variées, d'autant plus qu'en fonction de leur usage des additifs sont ajoutés durant leur production (Paluselli et al., 2018). En outre, au cours de leur migration et de leur dégradation dans l'environnement, un enrichissement en substances organiques (Polluants Organiques Persistants ou POP) ou inorganiques (Eléments Traces Métalliques ou ETM) a également été démontré (Bouhroum et al., 2019). Les microplastiques constituent ainsi des vecteurs de transfert pour d'autres substances, organiques et inorganiques, dans les eaux superficielles et souterraines.

Dans ce contexte, en réponse à l'Appel à Projets Santé Environnement (APSE 2020 et 2021), le projet C3Peaux, « Contamination en microPlastiques et Polluants organiques Persistants associés dans les eaux superficielles et souterraines », a eu pour ambition de réaliser dans la région de Marseille et ses environs un premier état des lieux (non exhaustif) concernant l'état qualitatif des eaux superficielles et souterraines vis-à-vis de la présence de microplastiques et de polluants associés (en particulier les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques ou HAP et les polychlorobiphényles ou PCB). Il a été financé par la DREAL PACA et par la Région Sud.

A noter au sujet des modalités d'échantillonnage puis d'analyses que le manque de méthodes d'échantillonnage et de caractérisation harmonisées constitue aujourd'hui un verrou majeur à l'évaluation robuste de l'exposition et du danger des microplastiques (AQUAREF, 2019). Le projet C3PEaux a donc aussi permis de tester différentes techniques afin de contribuer aux travaux de normalisation en cours et à venir.

C3PEaux s'est déroulé de 2020 à 2023 et s'est appuyé sur un partenariat entre l'Institut national de l'environnement industriel et des risques (Ineris)² et une unité de recherche CNRS-Aix Marseille Université (AMU), le Laboratoire de Chimie de l'Environnement (LCE, UMR CNRS 7376).

¹ A noter qu'en France métropolitaine les 2/3 de l'eau douce distribuée pour l'alimentation en eau proviennent des eaux souterraines (MTE, 2020).

² Implantation d'Aix-en-Provence (cf. nos implantations et plans d'accès sur Ineris.fr).

2 Démarche et moyens mis en œuvre

2.1 Etapes et zone d'étude

Le projet C3PEaux a suivi les étapes décrites ci-dessous à la Figure 1, de fin 2020 à mi 2023.



Figure 1 : Etapes du projet C3PEaux (2020-2023)

C3PEaux a débuté en toute fin d'année 2020. Au cours du premier semestre 2021, les travaux menés dans le cadre de l'étape 1 ont conduit à réaliser :

- étude documentaire ;
- visite des secteurs sélectionnés et validation ;
- campagne test.

La recherche de secteurs d'intérêt a pu s'appuyer sur une opération pilote menée dans la région de Marseille par la Métropole Aix-Marseille Provence (MAMP) afin de réduire les flux de déchets plastiques (macroplastiques) vers la mer Méditerranée dans la perspective des jeux olympiques 2024. Cette étude a notamment concerné l'estimation des flux de déchets plastiques sur les bassins de rétention, les ruisseaux, les réseaux d'eaux pluviales et unitaire pouvant impacter le littoral (pour étudier la faisabilité du piégeage de ces déchets avant le rejet au milieu naturel). Dans le cadre de C3PEaux, ces informations et d'autres ont été utilisées afin de sélectionner, au regard de différents critères, des secteurs d'intérêt. Ces critères ont notamment porté sur :

- les « points noirs » mis en exergue par l'étude de la Métropole en cours à cette époque (avec flux important de macroplastiques) ;
- la présence et l'accessibilité d'un cours d'eau, d'un rejet (industriel, domestique), d'une nappe d'eau souterraine ;
- l'existence d'une prise d'eau, d'un puits ou d'un forage (d'un usage par des particuliers, la commune).

Les informations collectées ont été mises en perspectives au travers de schémas conceptuels dans le but de disposer *a minima* au sein d'un même secteur d'une source, d'un milieu de transfert (cours d'eau, nappe), d'un enjeu.

Parmi les éléments relevés au travers de cette étude documentaire, il s'avère que le contexte hydrogéologique au droit de la commune de Marseille a limité la possibilité de réaliser un échantillonnage à la fois des eaux superficielles et des eaux souterraines à proximité de plusieurs « points noirs » issus de l'étude de la Métropole. En particulier au nord-ouest de la ville, où l'eau souterraine circule dans le bassin Oligocène (Stampien) constitué principalement de matériaux détritiques de nature argileuse (cf. l'exploitation de carrières d'argile et la présence d'usines de tuiles), la circulation de l'eau souterraine s'avère donc limitée à certains niveaux lenticulaires (grés,

conglomérats) ce qui explique notamment l'absence de points d'eau (de puits) accessibles dans cette zone³.

Les points retenus et concernés par la suite sont localisés en Figure 2 et présentés au chapitre 3.

Au cours des mois suivants, plusieurs campagnes d'échantillonnage ont été menées dans le cadre de l'étape 2. A noter toutefois que compte-tenu de l'absence de précipitations notables au cours de cette période, certains secteurs retenus lors de la précédente étape du projet et en lien avec la présence d'activités industrielles n'ont pu être échantillonnés en l'absence d'eau. Des points complémentaires ont été considérés afin d'éprouver les étapes de prélèvements, de mesures et de préparation des échantillons avant de pouvoir retourner sur les secteurs prévus après des précipitations de fin d'été, début d'automne. Il s'avère que la faible pluviométrie constatée en 2022 s'est poursuivie tout au long de l'année et jusqu'à la fin du projet en 2023. Ces conditions climatiques ont parfois limité la réalisation de campagnes initialement prévues.

L'étape 2 s'est finalement poursuivie jusqu'au premier semestre 2023 et au terme du projet. L'étape 3 a été menée au premier semestre 2023, le projet devant s'achever en juin 2023.

Comme indiqué, les secteurs identifiés initialement ont été complétés voire remplacés au cours du projet (absence d'eau) et la zone d'étude a concerné une partie du territoire de la Métropole Aix-Marseille Provence (MAMP), entre Marseille et Aix-en-Provence. Certains points retenus ne sont ni localisés, ni détaillés par la suite dans un souci d'anonymat (ils appartiennent au secteur C présenté au Tableau 5).

³ Cf. couche « g3M. Grès, conglomérats, marnes et argiles du bassin de Marseille » (BRGM, carte géologique Martigues-Marseille XXXI-44-45, 2^{ème} édition).



Figure 2 : Points échantillonnés (hormis secteur industrialisé anonymisé)

2.2 Echantillonnage des eaux superficielles et souterraines

En fonction des milieux concernés et des points d'échantillonnage retenus les outils et protocoles de mesures et prélèvements ont été adaptés.

Comme l'Ineris a déjà pu le faire dans un autre cadre (Ineris, 2018), une démarche de comparaison des techniques employées a été initiée : des moyens « classiques » avec des matériaux en plastiques ou des outils exempts de plastiques en inox, en téflon-PTFE ont été utilisés pour étudier le risque de contamination croisée, la « performance » associée.

Le Tableau 1 synthétise les informations relatives aux outils et protocoles mis en œuvre.

Tableau 1 : Outils et protocoles d'échantillonnage employés dans le cadre de C3PEaux

	Outils et protocoles	Remarque
Eaux superficielles	Filet Manta (collecteur 300 µm) Filet Plancton (collecteur 100 µm) Filet Plancton (collecteur 335 µm) Débitmètre Sonde multiparamètres (pH, potentiel redox, température, conductivité, turbidité)	Positionnement du filet Manta ou Plancton au niveau d'une zone d'écoulement préférentielle Filet Manta de dimensions à l'entrée du filet (rectangle) de 0,70 m x 0,40 m et de 2,60 m de long, immergé dans l'eau pendant une vingtaine de minutes (associé à mesure du débit, débitmètre immergé et mesures avant mise en place filet) Filet Plancton de dimensions à l'entrée du filet (cercle) de 0,40 m de diamètre et de 1 m de long, immergé dans l'eau pendant une vingtaine de minutes (associé à mesure du débit) ⁴ Echantillons non filtrés et filtrés
Eaux souterraines	Préleveurs à usages uniques (PVC, PTFE) ou pompes immergées (PVC, inox) Collecteur 100 µm Collecteur 335 µm Sonde multiparamètres (pH, potentiel redox, température, conductivité, turbidité)	Préleveurs à usages uniques avec mesure du volume prélevé Pompes immergées avec mesure du débit et du volume pompé Echantillons non filtrés et filtrés

Les Figure 3, Figure 4 et Figure 5 illustrent une partie de ces informations lors de campagnes d'échantillonnage.

⁴ filets à plancton constitués de Monyl et de PVC pour le collecteur.



*Figure 3 : Prélèvement dans l'Arc (Aix-en-Provence), filet Manta
(Photo Ineris, 23 mars 2022)*



*Figure 4 : Prélèvement dans ruisseau canalisé (Marseille), filet à plancton
(Photo Ineris, 16 mars 2022)*



*Figure 5 : Prélèvement dans nappe d'eau souterraine (Aix en Provence), pompe immergée et collecteur
(Photo Ineris, 17 mars 2022)*

2.3 Préparation des échantillons et analyses

Les protocoles mis en œuvre dans cette étude se sont intéressés à l'identification et à la caractérisation des microplastiques et des polluants organiques persistants (POP) associés compte-tenu de la forte capacité des fragments ou particules plastiques à adsorber ce type de composés organiques.

Pour les microplastiques, deux gammes de taille de particules ont été explorées : les petits et les gros microplastiques (PMP et GMP) dont la taille est respectivement comprise entre 20 et 1000 μm et entre 1 et 5 mm. Ainsi, des protocoles et des techniques de spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) différentes ont été employés comme décrit au Tableau 2.

Tableau 2 : Protocoles de préparation et techniques d'analyse des microplastiques employés dans le cadre de C3PEaux

Type de microplastiques	Petits microplastiques (PMP) (de 20 μm à 1 mm)	Gros microplastiques (GMP) (de 1 à 5 mm)	
Mode de prélèvement	Tous les modes	Filet Manta, Plancton	Autres modes
Protocole de préparation	Filtration multiple sur filtres de 1000 μm à 13 μm Digestion oxydante avec H_2O_2 Séparation par densité avec ZnCl_2 ou K_2CO_3	Tamissage sur tamis inox (2 mm et 0,31 mm) Tri visuel Digestion oxydante avec H_2O_2	Filtration sur des filtres de 1,2 μm de porosité Observation au stéréomicroscope
Technique analytique	Microscope imageur IRTF (Spotlight 400, Perkin Elmer)	ATR ⁵ -FTIR (Frontier, Perkin Elmer)	

Il est à noter que pour l'étude des GMP plusieurs protocoles ont été envisagés en fonction du mode de prélèvement des eaux. Les échantillons prélevés au filet Manta ou Plancton ont subi un traitement différent du fait de la très grande quantité de débris végétaux ou organiques (feuilles, tiges, insectes...). Par ailleurs, l'étape de digestion a été réalisée pour les GMP lorsque la matière organique présente à leur surface perturbait l'identification de la nature polymérique du débris.

Pour les autres échantillons, essentiellement les eaux souterraines, une simple filtration sur des filtres en verre microporeux a été mise en œuvre pour l'identification des GMP, compte-tenu de la faible charge en débris divers.

Pour l'identification des PMP, un protocole spécifique a été développé. Celui-ci implique une procédure basée sur des filtrations multiples en cascade à l'aide de filtres en inox de taille de maille variable et intégrant les étapes de digestion oxydante (étape non systématique, fonction notamment de la présence de matière organique) et de séparation par densité à l'aide de sel permettant d'atteindre des densités de l'ordre de 1,6 et 1,54 g/cm^3 respectivement pour ZnCl_2 et K_2CO_3 . Le choix de ses sels a été guidé par la volonté de permettre la récupération de la grande majorité des polymères par débordement du surnageant.

⁵ ATR pour réflexion totale atténuée

A l'aide de ces protocoles, il nous a été permis de rechercher, mettre en évidence les principaux polymères utilisés dans la fabrication de plastiques. Ils sont rappelés au Tableau 3.

Tableau 3 : Différents types de polymères recherchés dans le cadre de C3PEaux (abréviation, exemples d'utilisation et densité)

Polymères	Abréviation	Exemples d'utilisation	Densité (g/cm³)
Polyéthylène haute densité	PEHD	Emballages, boites, tuyaux	0,94-0,98
Polyéthylène basse densité	PEBD	Emballages, sacs, films, tuyaux	0,89-0,93
Polypropylène	PP	Barquettes alimentaires, mobilier de jardin, flacons, pare-chocs	0,85-0,93
Polystyrène	PS	Emballages, stylos-billes, boîte CD	0,96-1,05
Polyéthylène téréphtalate	PET	Bouteilles, textiles	1,34-1,39
Polyamide	PA	Nylons, filets de pêche, textiles	1,12-1,14
Polyuréthane	PUR	Mousses d'isolation, matelas	1,20-1,26
Acide polylactique	PLA	Emballages biodégradables	1,21-1,43
Polychlorure de vinyle	PVC	Canalisations, gaines de câbles	1,38-1,45
Polycarbonate	PC	Verres, gobelets, vitrage	1,20-1,22
Acrylonitrile butadiène Styrene	ABS	Jouets, tuyaux	1,04-1,06

Les POP considérés dans ce projet appartiennent à la famille des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et des polychlorobiphényles (PCB).

Les 16 HAP répertoriés comme polluants prioritaires par l'agence de protection de l'environnement aux USA (US EPA) ainsi que les 7 PCB indicateurs choisis par le bureau Communautaire de Référence de la Commission Européenne comme composés prioritaires ont été recherchés dans les microplastiques identifiés (Tableau 4).

Tableau 4 : Hydrocarbures aromatiques polycycliques et polychlorobiphényles recherchés dans les microplastiques dans le cadre de C3PEaux

HAP	PCB
Indéno(1,2,3-cd)pyrène, Benzo(k)fluoranthène, Benzo(a)pyrène, Benzo(g,h,i)pérylène, Fluoranthène, Naphtalène, Anthracène, Phénanthrène, Acénaphthène, Chrysène, Benzo(a)anthracène, Dibenzo(a,h)anthracène, Acénaphtylène, Pyrène, Fluorène, Benzo(b)fluoranthène	PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153 et 180

Afin d'identifier et de quantifier ces composés dans les microplastiques, une triple extraction par solvant (dichlorométhane-hexane, 1 :1, v/v, 10 mL, 24h, 200 tr/min) a été réalisée sur les GMP (masse d'environ 100 mg) de même nature chimique pour chaque point de prélèvement. En effet, pour les PMP, les masses trop faibles de particules ne nous ont pas permis d'explorer leur contenu en POP en suivant un protocole identique. A l'issue de cette étape de préparation, les extraits récupérés des GMP ont été évaporés et redissous dans de l'hexane avant leur analyse par GC-MS (Clarus 600/600C Perkin Elmer) avec des limites de quantification situées entre 0,51 et 8,55 µg/L.

3 Campagnes d'échantillonnage

3.1 Secteurs retenus

Comme indiqué, C3PEaux a porté sur la recherche de microplastiques et de polluants associés (HAP, PCB) dans les milieux eaux superficielles et souterraines (Figure 6 et Figure 7).



Figure 6 : C3PEaux - Recherche de microplastiques dans le milieu eau superficielle⁶ à l'aide d'un filet Manta (avec ici filet trainé depuis une embarcation)

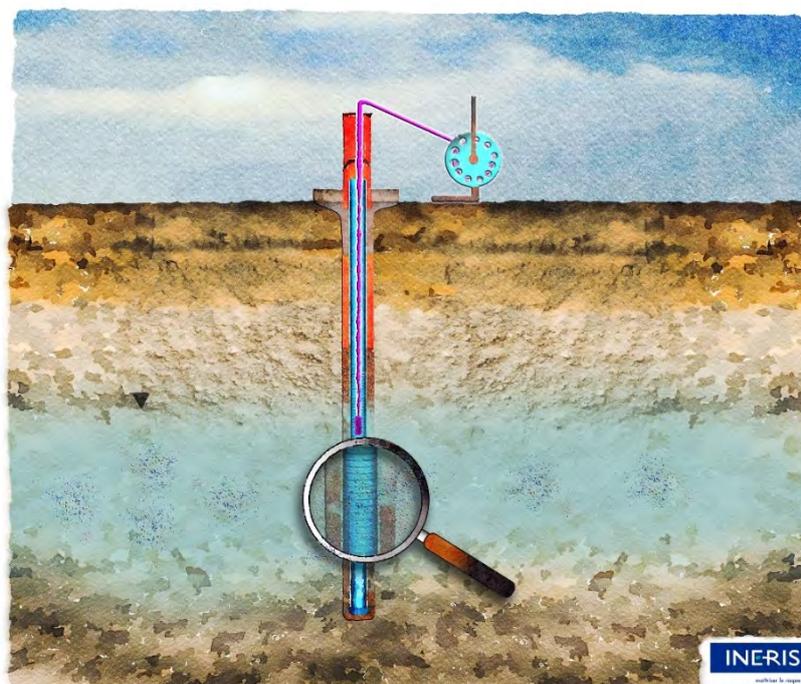


Figure 7 : C3PEaux - Recherche de microplastiques dans le milieu eau souterraine à l'aide d'une pompe immergée

Au cours du projet, certains secteurs préalablement sélectionnés ont dû être abandonnés en l'absence d'eau au cours de la période dédiée à l'étape d'échantillonnage (étape 2, Figure 1), en particulier sur la commune de Marseille.

Sur la plupart des secteurs mentionnés au Tableau 5, plusieurs campagnes ont été réalisées afin de tenir compte d'éventuelles variations notamment saisonnières (en ce qui concerne le débit d'un cours d'eau ou le niveau piézométrique de la nappe et donc le transfert de déchets plastiques).

⁶ Ce schéma illustre également la relation entre eau superficielle (cours d'eau) et eau souterraine (nappe).

Tableau 5 : Synthèse des secteurs retenus - projet C3PEaux (2020-2023)

	Description	Photos	Campagne
<p>Secteur A (eau superficielle)</p>	<p>Cours d'eau Arc, de l'amont – Aix en Provence - vers l'aval – Berre l'Étang</p> <p>Présence de stations d'épuration des eaux (domestiques)</p>		<p>23 mars 2022 29 avril 2022 8 Juin 2023</p>
<p>Secteur B (eau superficielle)</p>	<p>Au sud de l'Estaque, avant rejet direct en mer, ruisseau à ciel ouvert canalisé où circule les eaux pluviales provenant du nord du 16^{ème} arrondissement</p> <p>(Marseille, 16^{ème} arrondissement)</p>	 	<p>16 mars 2022 23 et 25 mai 2023</p>

	Description	Photos	Campagne
<p align="center">Secteur C (eau superficielle/eau souterraine)</p>	<p>Installation Classée pour la Protection de l'Environnement (ICPE), présence d'une nappe et d'un cours d'eau (sans rejet direct, en communication via nappe)</p> <p>Activité conduisant à gérer des déchets plastiques depuis plusieurs années</p> <p>(Aix-en-Provence)</p>		<p>10 mai 2021</p> <p>15 mars 2022</p> <p>15 novembre 2022</p> <p>23 mai 2023</p>
<p align="center">Secteur D (eau souterraine)</p>	<p>Puits de particuliers entre l'étang de Berre au nord et la chaîne de la Nerthe au sud</p>		<p>30 mai 2022</p>

	Description	Photos	Campagne
<p>Secteur E (eau souterraine)</p>	<p>Puits Parc Borély (commune de Marseille)</p>		<p>17 mars 2022 25 mai 2023</p>

3.2 Informations associées aux campagnes réalisées

Avant de présenter les résultats, il convient d'apporter des éléments de contexte qui pourront être exploités au chapitre suivant dans le cadre de l'interprétation. A noter que toutes ces campagnes ont été menées préférentiellement à la suite de précipitations notables afin de bénéficier d'un contexte favorable au transfert de déchets plastiques (macroplastiques et microplastiques).

Eaux superficielles

Secteur A : Cours d'eau Arc, 4 points de l'amont vers l'aval

Tableau 6 : Eléments de contexte – échantillonnage sur l'Arc (secteur A)

	Mars 22	Avril 22	Juin 23
Débit (m/s) (moy. 4 points)	0,65	0,62	0,86
Volume filtré (moy. 4 points) (m ³)	199	199	145
Turbidité (NTU)	2,6	Non mesurée	Non mesurée

Secteur B : Ruisseau à ciel ouvert canalisé

Tableau 7 : Eléments de contexte – échantillonnage sur ruisseau à ciel ouvert canalisé (secteur B)

	Mars 22	Mai 23
Débit (m/s)	0,14	0,56
Volume filtré (m ³)	2,1	9,1
Turbidité (NTU)	1,7	59

Secteur C : ICPE avec présence d'un cours d'eau (pas de rejet direct mais selon conditions naturelles transfert depuis la nappe vers ce cours d'eau)

Tableau 8 : Eléments de contexte – échantillonnage cours d'eau site ICPE en activité (secteur C)

	Mars 21	Mai 23
Débit (m/s)	1	0,29
Volume filtré (m ³)	37,8	16,4
Turbidité (NTU)	Non mesurée	3,4

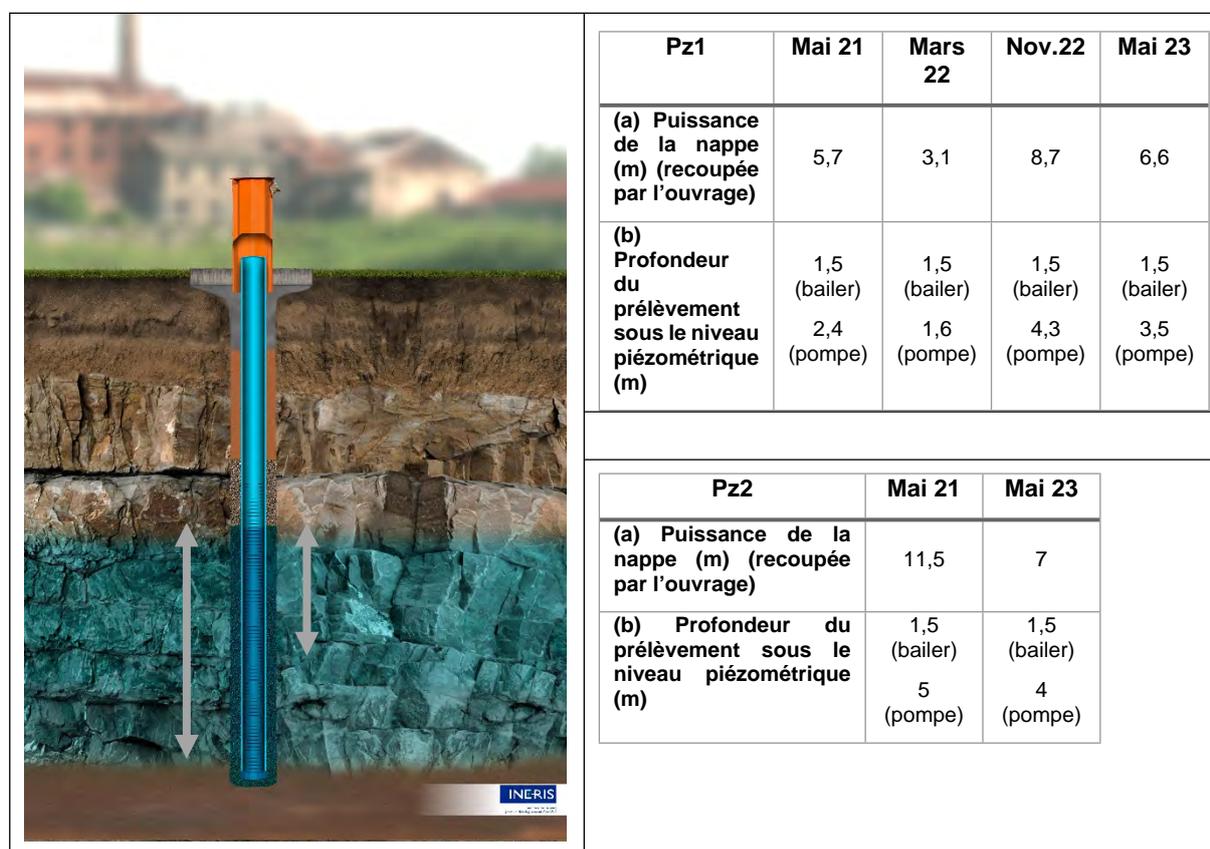
Eaux souterraines

Secteur C : ICPE avec présence d'une nappe

Au droit de cette ICPE, l'eau souterraine circule au sein de roches calcaires affectées par des fissures, fractures, en présence d'argiles (typologie karstique). Le niveau de la nappe ou niveau piézométrique s'établit au cours des campagnes menées à une profondeur de l'ordre de 20 à 25 m selon le piézomètre et la saison. Deux piézomètres ici nommés Pz1 et Pz2 ont été privilégiés au sein de ce site industriel en activité afin de se placer en aval hydraulique (précédemment identifié) d'une source de microplastiques (présumée). Ces piézomètres utilisés pour accéder à l'eau souterraine atteignent une profondeur de l'ordre de 30 m, Pz1 date de 2015, Pz2 de 1999 et leur tubage est en PVC. Leur diamètre est de 2 pouces soit 52/60 mm (respectivement interne-externe).

Ci-dessous sont reportées, sur l'illustration « schématique » d'un piézomètre, la puissance de la nappe (recoupée par l'ouvrage : longueur la plus importante des deux illustrées) et la profondeur du prélèvement sous le niveau piézométrique au cours des campagnes réalisées.

Le volume filtré est de 2,5 L.



Secteur D : Puits de particuliers

Il s'agit de puits utilisés par des particuliers pour l'arrosage (cas des puits 1 à 3 dont potager) ou sans usage (cas des puits 4 et 5). La plupart de ces puits sont implantés dans des matériaux sablo-graveleux en présence de niveaux argileux. Le puits le plus au sud (puits 4) traverse des terrains calcaires (en lien avec la nature géologique de la chaîne de la Nerthe).

Le puits 1 date de 2021, sa profondeur est de 3,5 m et lors de la campagne le niveau piézométrique s'établissait à 2,9 m de profondeur (non nivelé), ce qui représente une hauteur d'eau de 0,6 m dans le puits. Le puits 2 date de 2000, sa profondeur est de 5,2 m et la nappe était à 3,4 m de profondeur (non nivelé), soit 1,8 m d'épaisseur de nappe recoupée par l'ouvrage. Le puits 3 date de 2021, sa profondeur

est de 9,6 m et lors de la campagne le niveau piézométrique était à 2 m de profondeur (non nivelé), soit 7,6 m d'épaisseur de nappe recoupée.

Pas d'informations concernant les puits 4 et 5, leur profondeur mesurée est respectivement de 72 et 4,3 m, pour un niveau d'eau à 3,3 et 2,5, soit une colonne d'eau de 69 m et 1,8 m de puissance.

Le volume filtré est de 4 à 5 L.

Secteur E : Puits du Parc Borély

Ce puits alimente en eau d'arrosage le Parc Borély à Marseille. Il est référencé dans la Banques de données du Sol et du Sous-Sol (BSS) avec l'identifiant national ; BSS002KVBR (ancien code – avant 2017 – 10438X0628/F).

Il capte l'eau souterraine d'une nappe alluviale, naturellement en lien avec l'Huveaune⁷ mais également avec la mer (biseau salé et remontée de l'eau de mer dans le lit de la rivière). Sa profondeur est de 15,7 m.

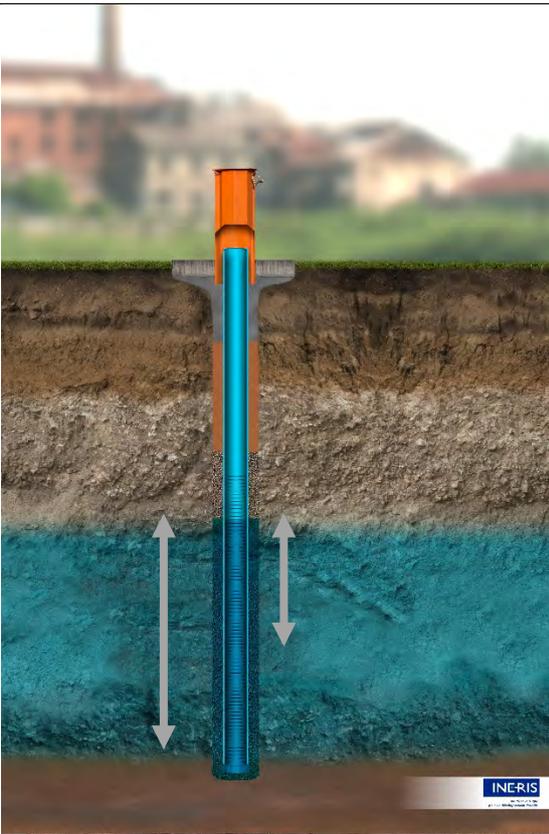
La partie visible du forage est en acier et de grand diamètre.



Figure 8 : Forage du parc Borély à Marseille (secteur E)

Le volume filtré est de 2,5 L.

⁷ Aujourd'hui le cours d'eau est dévié, ses eaux sont traitées puis rejetées dans la calanque de Cortiou. En cas de fortes précipitations, le trop-plein est toutefois évacué par l'ancien lit naturel (qui jouxte le parc Borély).



Puits	Mars 22	Mai 23
(a) Puissance de la nappe (m) (recoupée par l'ouvrage)	10,6	12,9
(b) Profondeur du prélèvement sous le niveau piézométrique (m)	1,5 (bailer)	1,5 (bailer)

4 Résultats et interprétation

L'analyse du contenu en microplastiques et en POP a donc été abordée en distinguant deux classes de microplastiques : ceux de taille comprise entre 20 µm et 1000 µm (ou 1 mm, PMP) et ceux de taille comprise entre 1 et 5 mm (GMP). La recherche de POP n'a été possible que sur les GMP pour une masse de fragments supérieure à 100 mg.

Les résultats sur les GMP et la caractérisation de POP sont présentés dans un premier temps avant d'aborder les résultats sur les PMP.

Il convient de préciser que la recherche des PMP menée à l'aide d'un microscope imageur IRTF nécessite la mise en œuvre d'un protocole de préparation et d'analyse des échantillons spécifique et long (entre 4 et 5 jours), ainsi, il s'est avéré impossible de traiter l'ensemble des échantillons avant la fin du projet. L'identification de microplastiques dans des eaux naturelles demeure à ce jour une analyse peu répandue et représente un coût financier important si externalisée (environ 1000 € l'analyse d'un échantillon d'eau).

Différentes techniques de prélèvements ont été mises en œuvre, notamment pour le prélèvement des eaux souterraines et seule une partie des résultats obtenus sur les PMP sera présentée dans ce rapport. Des analyses complémentaires sont en cours avec pour objectif de contribuer à la normalisation, pour l'instant inexistante à notre connaissance sur les techniques de prélèvement de ce milieu dans le cadre de la recherche de microplastiques. Ainsi, les résultats sur les PMP se limiteront à ceux obtenus lors de l'analyse des échantillons d'eau souterraine prélevés au moyen d'un bailer en PTFE ou d'une pompe immergée en inox et de tuyau en PTFE, conditions pour lesquelles le risque de contamination croisée est considéré comme limité.

4.1 Présence de gros microplastiques (GMP)

4.1.1 Etude des eaux superficielles

Concernant les eaux superficielles, trois secteurs ont été étudiés au cours du projet : l'Arc (secteur A), un ruisseau canalisé à l'Estaque (secteur B), un cours d'eau (secteur C). Les données présentées ici concernent la recherche de gros microplastiques ou GMP dans les eaux superficielles réalisée sur des eaux collectées à partir de matériels (filets) qui induisent une filtration (100, 300, 335 μm , Tableau 2).

Les résultats les plus notables et décrits ci-après concernent les secteurs A et B.

Sur le site de l'Estaque, la campagne de mars 2022 conduite à l'aide d'un filet Plancton (100 μm) a permis d'identifier trois petits fragments de polyméthyle méthacrylate (PMMA) (Figure 9) ainsi que trois autres fragments dont la nature chimique n'a pu être validée du fait de leur taille insuffisante pour des analyses en ATR-FTIR.



Figure 9 : GMP observés à la loupe binoculaire (Estaque, secteur B) (Photo LCE, mars 2022)

Sur l'Arc, l'analyse des échantillons acquis à l'aide du filet Manta (300 μm) a permis d'identifier des particules plastiques lors des trois campagnes menées et sur les 4 sites de prélèvement (Figure 10).

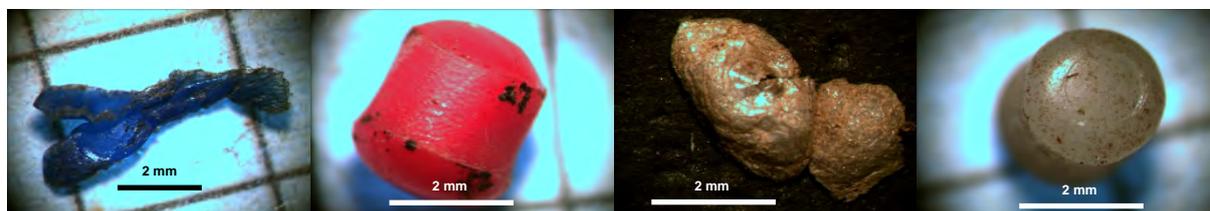


Figure 10 : GMP observés à la loupe binoculaire (Arc, secteur A) (Photo LCE, mars 2022)

Ces images font apparaître des typologies de microplastiques assez variables avec aussi bien des fragments que des granulés de plastiques de forme et couleur variables (cf. biomédias et plus particulièrement Biobeads, Irstea, doc. Technique n°38 & Surfrider Foundation Europe, 2018).

La détection de biomédias, en particulier au point Arc 2 pourrait s'expliquer en partie par la présence en amont de deux stations de traitement des eaux usées (STEP) : la station de la Pioline et la station d'épuration ouest d'Aix-en-Provence, comme indiqué en Figure 11. A noter que ces stations traitent un volume plus important que celles en aval⁸ ce qui pourrait expliquer l'absence de biomédias au point Arc 3 et qui plus est au point Arc 4 situé pourtant en aval immédiat d'une STEP. Ce type de traitement est généralement mis en place sur des stations similaires au deux premières (la Pioline, station ouest), sur lesquelles les volumes à traiter sont élevés.

⁸ D'après l'annexe sanitaire du PLU d'Aix-en-Provence, de l'amont vers l'aval, la STEP de la Pioline a une capacité de 165000 EqH (équivalents habitants), celle plus à l'ouest (entre St Pons et Roquefavour) a une capacité de 45000 EqH.

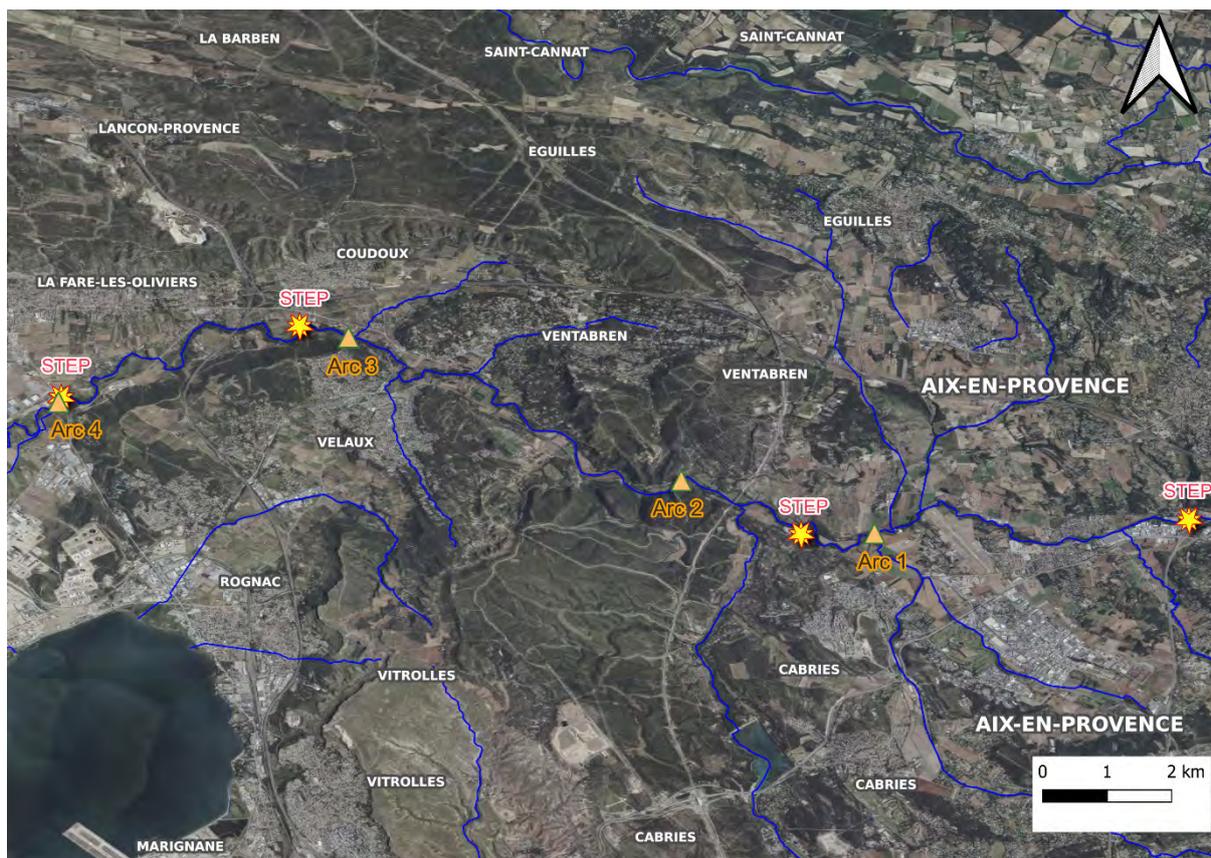


Figure 11 : Points d'échantillonnage sur l'Arc
(de l'amont Arc 1 - vers l'aval – Arc 4)

La Figure 12 montre que la quantité de particules plastiques (en nombre) varie de 4 à 22 particules en fonction du point de prélèvement avec des natures polymériques regroupant trois familles : polyéthylène, polypropylène et polystyrène.

Le polyéthylène ou PE⁹ s'avère le plus présent dans ce cours d'eau et en particulier au point 3 lors de la seconde campagne (15 fragments). Le flux de particules qui en découle (maximum de 0,11 particules/m³) reste toutefois bien inférieur aux flux mesurés dans d'autres cours d'eau voire fleuves tels que le Rhin (5-24 particules/m³) ou encore la Meuse (2-17 particules/m³) (Wilco Urget, 2015).

⁹ PEHD ou PEBD dans Tableau 3.

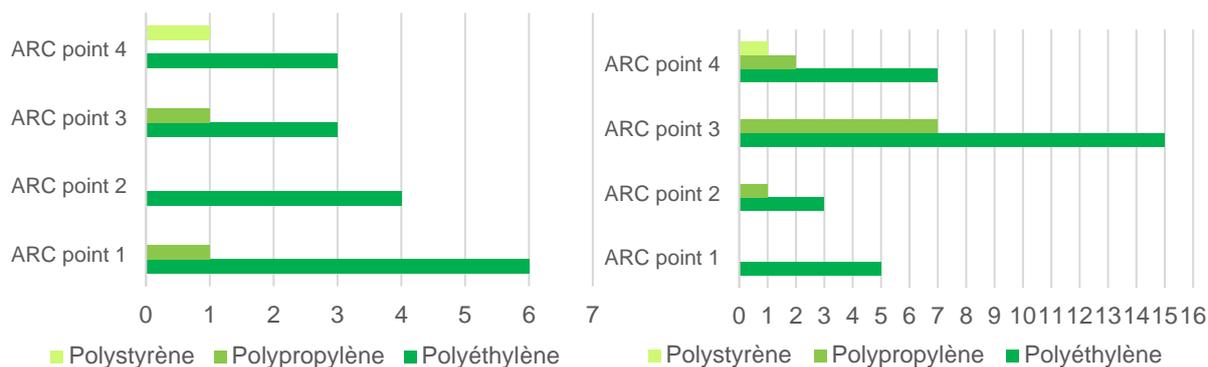


Figure 12 : Quantité et nature chimique des microplastiques observés au cours de 2 campagnes menées sur l’Arc (nombre pour la campagne du 23 mars 2022 à gauche, du 29 avril 2022 à droite)

La seconde campagne s’est déroulée après un épisode pluvieux plus marqué que la première ce qui pourrait expliquer la variabilité du nombre de particules observées entre ces deux campagnes 2022, plus importante en avril 2022 et en particulier au point 3.

La recherche de polluants organiques persistants associés à ces fragments a été effectuée dans les microplastiques en PE lors des deux campagnes de mars et avril 2022, ces derniers étant en masse suffisante (> 0,1 g) pour une recherche de ces composés à l’état de traces. Les concentrations (C) en HAP et en PCB en ng par gramme de plastique mis en évidence sont présentées au Tableau 9.

Tableau 9 : Concentrations en POP (HAP et PCB) dans les microplastiques en PE (GMP) collectés dans l'Arc en mars et avril 2022

	Campagne du 23 mars 2022		Campagne du 29 avril 2022	
	PCB ou HAP	C (ng/g)	PCB ou HAP	C (ng/g)
ARC Point 1	Phen	7446,7	Phen	1248,8
	Fl	441,6	PCB52	207,6
	PCB101	13,9	Fl	48,4
	PCB118	42,5	Pyr	1,2
	PCB153	48,4	PCB101	441,4
	PCB138	55,9	PCB118	1231,7
	BaPyr	6588,2	PCB153	1877,3
			PCB138	1988,7
		PCB180	87,7	
	Somme	14637,2	Somme	7132,8
ARC Point 2	Phen	6,0		
	Fl	44,2		
	Pyr	4,0	Phen	727,3
	PCB101	719,0	PCB52	190,0
	PCB118	224,7	Fl	43,2
	PCB153	842,6	PCB101	191,4
	PCB138	898,0	PCB153	652,3
	PCB180	266,5	PCB138	542,7
	BbFl	285,2		
BkFl	102,7			
	Somme	3392,9	Somme	2346,9
ARC Point 3	Phen	2789,2	Phen	71,8
	Fl	35,9	Fl	554,9
	Pyr	9,6	PCB101	27,1
	PCB138	63,1	PCB118	14,1
	Chry	29,5	PCB153	303,0
			PCB138	127,8
		PCB180	80,8	
	Somme	2927,3	Somme	1179,5
ARC Point 4	F	2789,2	F	82,0
	Phen	5721,2	Phen	27,3
	Fl	70,5	Fl	21,1
	Pyr	19,2	Pyr	1,4
	PCB138	127,3	PCB101	79,5
	Chry	60,4	PCB118	26,1
			PCB153	210,9
		PCB138	163,7	
		Chry	1,0	
		PCB180	99,6	
	Somme	8787,8	Somme	712,6

Au regard de ces résultats, les microplastiques étudiés contiennent tous des HAP et des PCB avec une certaine variabilité à la fois spatiale et temporelle. En effet, le nombre de composés varie de 5 (point 3 mars 2022) à 10 (point 4 avril 2022) selon le point et la campagne, néanmoins, 3 HAP (Phénanthrène - Phen), Fluoranthène - FI), Pyrène - Pyr) ainsi que 4 PCB (n°101,118,138, 153) sont régulièrement présents.

Les concentrations totales en POP mesurées varient de quelques centaines de ng/g à plusieurs milliers de ng/g (de l'ordre de 713 pour le point 4 lors de la seconde campagne à près de 14637 ng/g pour le point 1 lors de la première campagne, avec des concentrations individuelles comprises entre quelques unités à plusieurs milliers de ng/g). Ces niveaux de concentrations correspondent à ce qui a été observé dans des déchets plastiques marins côtiers (Bouhroum et al., 2019). Les HAP et PCB précédemment cités comme étant les plus récurrents sont également associés aux concentrations les plus importantes, en particulier le phénanthrène (Phen) et le fluoranthène (FI) ou encore le PCB 118.

Les concentrations mesurées semblent plus importantes au niveau du point 1 (point le plus en amont) et ont tendance à diminuer pour les points de prélèvements en aval avant d'augmenter de nouveau au point 4 lors de la première campagne. Lors de cette seconde campagne 2022, les concentrations sont plus faibles que celles de la première, quel que soit le point de prélèvement considéré, ce constat pourrait être lié aux précipitations ayant précédé la seconde campagne. En effet, lors du lessivage et d'une mise en solution, le retour à l'équilibre entre POP dans l'eau et dans les microplastiques conduit à une désorption plus importante et donc à une diminution de la teneur en POP dans les microplastiques.

Le Tableau 10 donne les résultats disponibles concernant la dernière campagne conduite le 8 juin 2023 (échantillons acquis à l'aide du filet Manta 300 µm).

Tableau 10 : Concentrations, taille et nature chimique des GMP collectés dans l'Arc en juin 2023

Point	Nombre de fragments	Nombre de GMP	Concentration (MP/m ³)	Nature chimique
1	21	14	0,097	PE (46%)
2	42	33	0,223	PE (62%)

De nombreux fragments ont été détectés et leur nombre y compris le nombre de GMP (taille > 5 mm) apparaît plus élevé que précédemment. En outre, contrairement aux résultats de 2022, le point 2 contient plus de fragments et de GMP que le point 1. Aucun biomédia n'a été observé mais à noter cette fois-ci la présence de nombreux granulés blancs en PE. Ces données mettent donc en exergue une nette variation entre les campagnes 2022 et cette campagne 2023 en termes de nombre, de forme, de couleur bien que le PE reste la nature chimique prépondérante. Ces variations pourraient être liées aux conditions climatiques associées aux prélèvements et à une mobilisation plus ou moins importante de fragments d'origines diverses.

Ces résultats montrent qu'en lien avec l'activité humaine, des microplastiques sont régulièrement présents dans des eaux superficielles du territoire, notamment des GMP. Sur l'Arc, les quantités disponibles ont permis d'observer également la présence de HAP et de PCB et donc un transfert de POP en association avec les fragments microplastiques vers l'aval hydraulique (ici l'étang de Berre). Bien que la présence de POP sur des PMP n'aient pu être démontré, il est fort probable qu'elle ait également lieu.

4.1.2 Etude des eaux souterraines

Dans toutes les eaux souterraines prélevées et analysés, aucune particule plastique (GMP) n'a pu être identifiée et ceci quel que soit le secteur (C, D ou E). Néanmoins, dans de nombreux échantillons de ces 3 secteurs, comme illustré ci-après, la présence de petits fragments pour certains colorés pourrait correspondre à des particules de plastiques (mais aucune confirmation par spectroscopie ATR-IRTF n'a pu être menée compte-tenu de la faible dimension de ces particules).

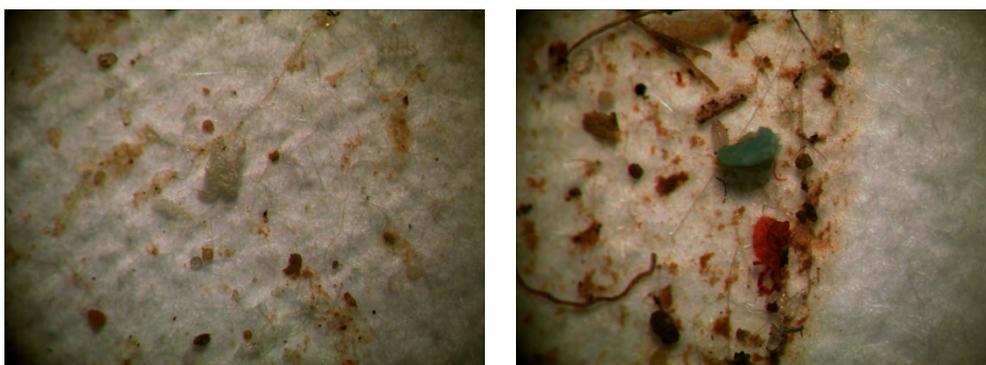


Figure 13 : fragments observés à la loupe binoculaire (Puits, secteur D avec point 3 à gauche et point 4 à droite - échelle de l'ordre de 1 mm) (Photo LCE, mai 2022)

Ce constat peut renvoyer à la nature même de ces eaux circulant dans le sol où une filtration naturelle se produit : soit dans un milieu poreux (secteur D et E), soit dans un milieu fissuré ou fracturé avec ici la présence d'argiles de décalcification entre bancs calcaires (secteur C).

Compte-tenu des résultats obtenus, les roches (sables, graviers, limons, argiles) constituant le réservoir au sein duquel l'eau circule dans les secteurs étudiés semblent retenir les fragments les plus gros (GMP) et éventuellement des POP associés.

Cette observation souligne qu'en fonction du contexte hydrogéologique, la présence de microplastiques (GMP) peut fortement varier, ainsi, l'étude d'un éventuel transfert dans les eaux souterraines doit pouvoir s'appuyer sur une bonne connaissance de ce contexte car selon qu'il s'agisse d'une nappe alluviale (milieu poreux) ou d'un massif cristallin voire karstique (milieu fracturé) les conditions de migration des particules de microplastiques ne seront pas les mêmes (Figure 14).

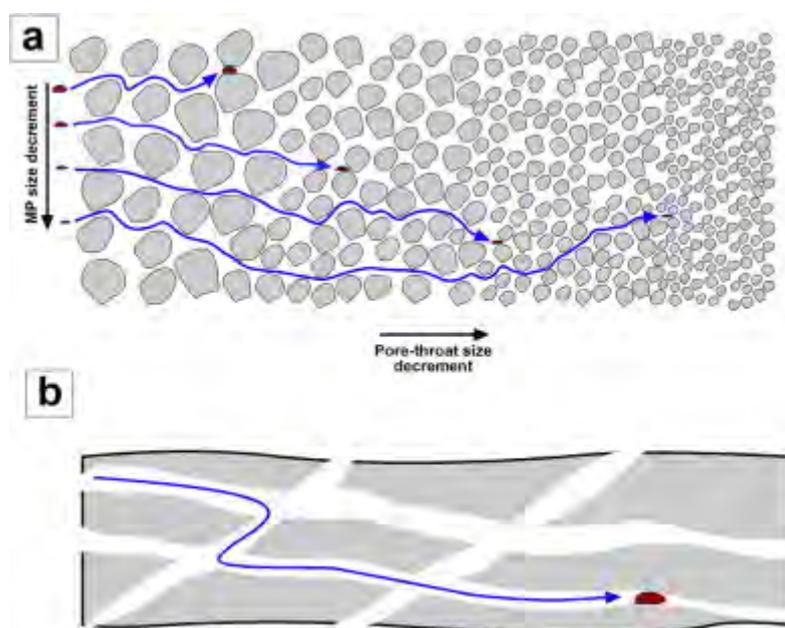


Figure 14 : Illustration de la migration d'une particule de microplastiques dans les eaux souterraines en fonction de la nature du réservoir (poreux en haut, fracturé en bas) (Viaroli et al., 2022)

4.2 Présence de petits microplastiques (PMP)

4.2.1 Etude des eaux superficielles

Les données présentées ci-après concernent la recherche de petits microplastiques ou PMP dans les eaux superficielles, il s'agit d'eaux brutes collectées sans filtration préalable (sans filet et collecteur). En effet, en première approche, le choix a été fait de privilégier les analyses sur des échantillons prélevés directement dans le milieu en immergeant le flaconnage.

Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 11, ils portent sur la campagne la plus récente, précédée des plus fortes précipitations, mais à noter que les résultats sur le point le plus en aval sur l'Arc (point 4, secteur A) ne sont pas encore disponibles.

Tableau 11 : Concentrations, taille et nature chimique des microplastiques dans les eaux superficielles (3 secteurs, campagnes de mai-juin 2023)

Secteur	Référence échantillon	Date	Concentration (MP/L)	Taille (µm)	Nature chimique (abondance)
A	Point 1	Juin 2023	20,1	75-175	PP, PVC, PET, PI (pour Polyisoprène)
	Point 2		36,7	25-175	PP(64%), PE
	Point 3		0	0	-
	B	Mai 2023	48,3	50-150	PP (72,5%)
	C	Mai 2023	5,0	50-100	PE, PP, PS

Ces données ont été acquises à la même période, marquée par des précipitations entre le 23 mai et le 8 juin 2023. Il apparaît d'ores et déjà que des PMP sont identifiés sur les 3 secteurs et qu'il existe une variabilité spatiale dans ces résultats en termes de concentrations et de nature, et dans une moindre mesure de taille car il s'agit de particules de faibles dimensions inférieures à 175 µm.

Le cours d'eau du secteur C est le moins concerné par la présence de PMP avec 5 microplastiques par litre d'eau, les particules trouvées sont de petite taille, inférieure à 100 µm. L'eau du secteur B, à l'Estaque, est également marqué par la présence de microplastiques de petite taille, de 50 à 150 µm mais en concentration plus élevée avec plus de 48 particules par litre.

Sur le secteur A, dans l'Arc, les concentrations les plus importantes sont au niveau du point 2 ce qui est également le cas pour les GMP lors de cette dernière campagne (avec données au point 1 et au point 2, voir en 4.1.1).

Les PMP identifiés sont principalement en PP, PE ou PET. Concernant le PP ou polypropylène, il s'agit du type de plastique le plus présent quel que soit le secteur. Comme l'indique le Tableau 3, le polypropylène est utilisé dans de nombreux objets de notre quotidien : barquettes alimentaires, mobilier de jardin, flacons pare-chocs automobiles...

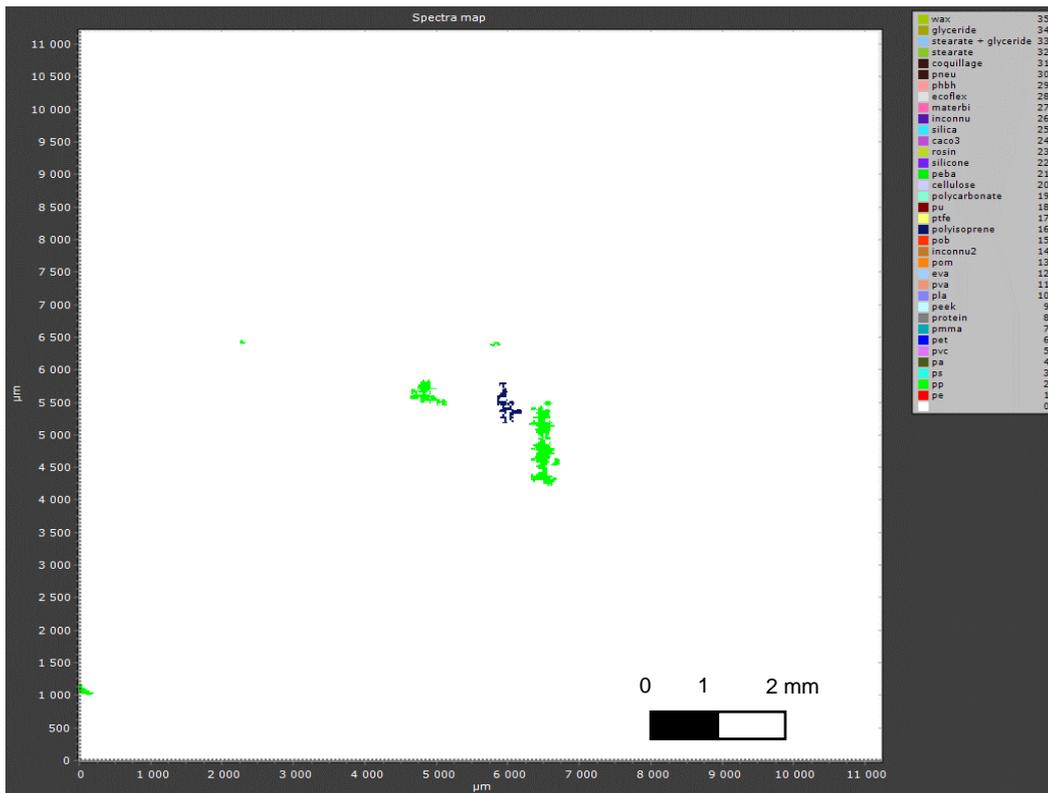


Figure 15 : Distribution des PMP sur filtre inox (13 µm) - eau superficielle du secteur A (point 2 sur l'Arc en juin 2023)

La Figure 15 permet de visualiser des fragments plastiques à l'aide du logiciel de traitement siMPle. Sur ce filtre à 13 µm il s'agit principalement du PP en vert.

En lien avec les résultats obtenus pour les GMP, des PMP sont donc également présents dans des eaux superficielles du territoire, notamment dans le ruisseau canalisé situé à l'Estaque.

4.2.2 Etude des eaux souterraines

Dès l'initiation de ce projet, il est apparu que les eaux souterraines étaient beaucoup moins étudiées que les eaux superficielles (Re, 2019) et notamment pour ce qui concerne la présence de PMP. Deux secteurs ont été privilégiés ici, les secteurs C et E compte-tenu de l'activité industrielle menée sur le secteur C et de la situation urbaine du secteur E. Il s'agit également d'eaux brutes collectées sans filtration préalable (sans filet et collecteur).

Comme pour les eaux superficielles, il a été possible à partir des données Infrarouge des différents filtres d'accéder à la visualisation des fragments plastiques à l'aide du logiciel de traitement siMPle (Figure 16).

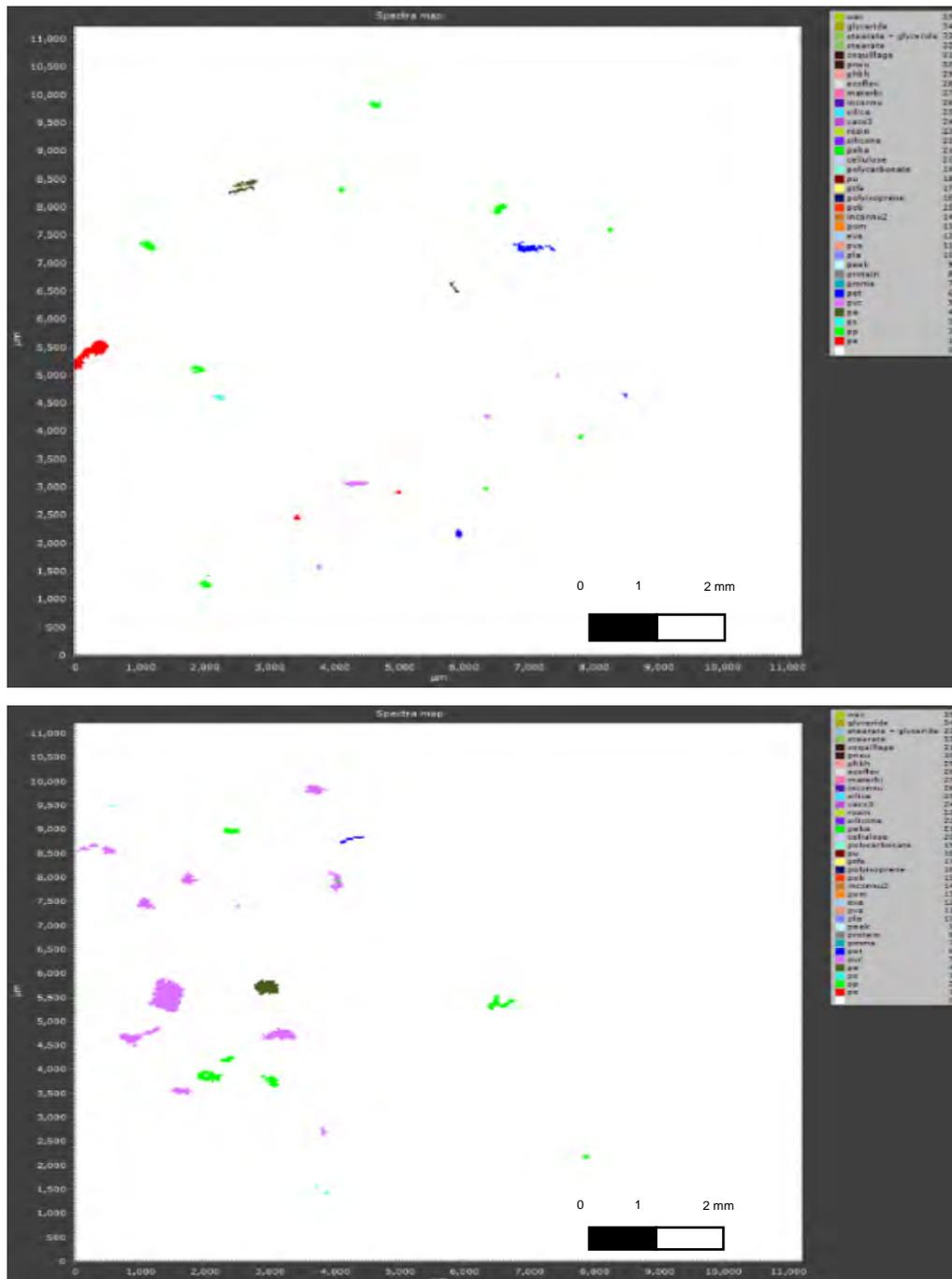


Figure 16 : Distribution des PMP sur les filtres inox (gauche filtre de 13 µm et droite filtre de 110 µm - eau souterraine du secteur C (prél. en surface au bailer dans Pz1 en novembre 2022))

De nombreux fragments de plastiques sont visibles sur la Figure 16 avec des dimensions et des couleurs variables selon leur nature chimique (par exemple : PE en rouge, PVC en violet ou encore PP en vert).

A partir du traitement de ces données, il a été possible d'accéder au contenu des eaux souterraines en PMP en prenant en compte le nombre de particules par litre (MP/L), mais aussi en considérant leur distribution en taille (μm) et nature de polymère pour un échantillon issu du Pz1 (secteur C).

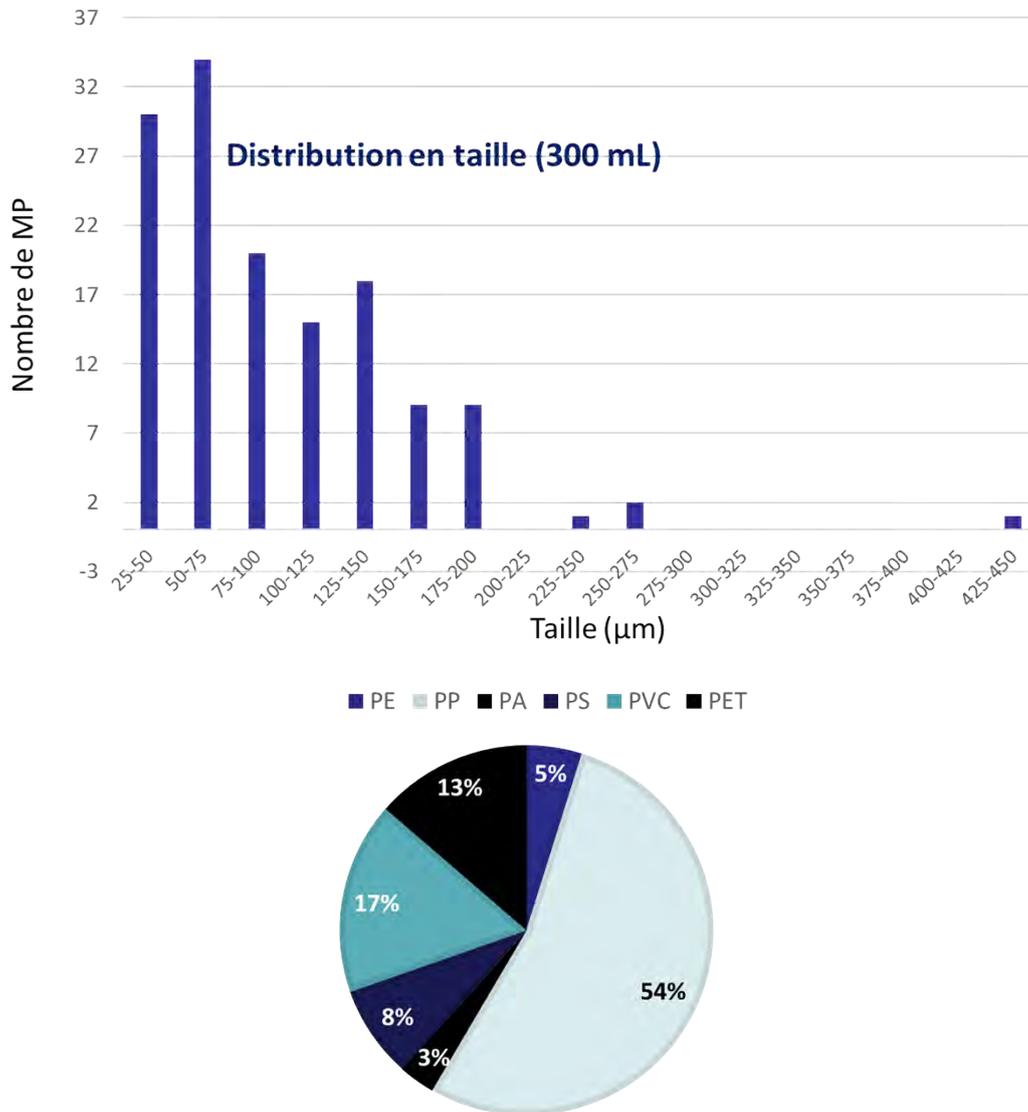


Figure 17 : Distribution en taille et en nature chimique des PMP - eau souterraine du secteur C (prél. en surface au bailer dans Pz1 en novembre 2022)

Pour cet échantillon issu d'un piézomètre implanté sur site industriel, prélevé à l'aide d'un bailer en PTFE, les fragments sont majoritairement d'une taille comprise entre 25 et 200 μm et en PP bien que du PVC et du PE soit également mis en évidence.

Un traitement similaire a été appliqué à d'autres échantillons d'eaux souterraines : sur Pz1 pour le prélèvement à la pompe inox avec flexible PTFE, pour les échantillons de Pz2 et du puits du parc Borély en mai 2023. Les résultats obtenus sont rassemblés au Tableau 12.

Tableau 12 : Concentrations, taille et nature chimique des PMP dans les eaux souterraines (secteurs C et E) (moyennes obtenues à partir de l'ensemble des analyses réalisées)

Secteur	Réf	Colonne d'eau	Date	Concentration (MP/L)	Taille (µm)	Nature chimique (abondance)
C	Pz1	Surface*	Novembre 2022	440 ± 34	25-200	PP (55%), PVC (11%) PE (10%)
	Pz1	Milieu		520 ± 23	25-350	PP (82%), PVC (13%)
	Pz2	Surface	Mai 2023	330	25-175	PE(39%), PET(39%)
	Pz2	Milieu		77	25-175	PET(42%) PP(17%) PE(17%)
E		Surface	Mai 2023	203	25-150	PP (77%)

* : correspond à profondeur de prélèvement de l'ordre de 1,5 m sous le niveau d'eau (section 3.2).

Ces résultats indiquent la présence de PMP dans les eaux souterraines avec des concentrations comprises entre 77 et 520 MP/L. Une prédominance de fragments en polypropylène ou PP est à noter, la taille de ces particules varie de 25 à 350 µm.

Le fait que le polypropylène ou PP soit le PMP le plus couramment détecté dans les échantillons est en accord avec la littérature (Kim et al. 2023). Cette observation s'explique par ses nombreux usages (Tableau 3) mais aussi par le fait que le PP se dégrade plus rapidement sous l'effet de la lumière UV que le polyéthylène (PE) et qu'il existe donc plus de petites particules dans l'environnement (Song et al. 2017). En effet, lorsque des fragments de PP sont exposés à une source UV et à une contrainte mécanique, ils se fragmentent en plus de 6000 particules par fragment. Dans les mêmes conditions, la fragmentation du PE ne produit que 20 particules par fragment.

Les particules de PVC détectées dans les échantillons d'eau souterraine du Pz1 peuvent potentiellement être liées à la dégradation du tubage du piézomètre (en PVC) et donc à une contamination croisée, toutefois, il n'y a pas de PVC en Pz2 (bien que le tubage soit également en PVC et que l'ouvrage soit plus ancien). Le forage du secteur E est quant à lui en acier, il n'y a pas de fragments en PVC.

Au global, des quantités importantes de PMP sont observées allant jusqu'à 520 MP/L au milieu de la colonne d'eau, ce qui s'avère bien supérieur à ce qui existe actuellement dans la littérature (Viaroli, 2022). Citons notamment une concentration de l'ordre de 10 MP/L obtenue en Inde (pour des particules de tailles allant de 120 µm à 2,5 mm donc PMP et GMP) ou encore des concentrations de 38 ± 8 MP/L en Australie. En lien avec l'activité industrielle, une récente étude (Ledieu et al. 2023) mentionne jusqu'à 106,7 MP/L dans les eaux souterraines circulant au droit d'une ancienne installation de stockage de déchets (déchets ménagers).

A ce stade, les modalités de recherche des microplastiques étant variées (et souvent non totalement renseignées dans les articles identifiés : outils et protocoles, profondeur, contexte hydrogéologique...), il convient d'être prudent avec ce type de comparaison.

5 Conclusion et perspectives

Le projet C3PEaux pour « Contamination en microPlastiques et Polluants organiques Persistants associés dans les eaux superficielles et souterraines » avait pour principal objectif de réaliser dans la région de Marseille et de ses environs un premier état des lieux (non exhaustif) concernant la présence de particules microplastiques et de polluants associés dans les eaux superficielles et souterraines. Il devait également permettre de tester différentes techniques ou méthodes d'échantillonnage, de préparation des échantillons et d'analyses afin d'étudier par exemple un éventuel risque de contamination croisée lors du prélèvement, puis pouvoir contribuer aux travaux de normalisation en cours et à venir.

Dans un premier temps, plusieurs secteurs susceptibles d'être marqués par la présence de microplastiques d'origine industrielle et/ou domestique ont été identifiés. Par la suite, au regard des difficultés rencontrées en 2022-2023 pour réaliser des campagnes d'échantillonnage après ou pendant des périodes de précipitations, il s'est avéré impossible de réaliser l'ensemble des analyses des échantillons prélevés avant la fin du projet mais ces échantillons seront étudiés et valorisés ultérieurement.

Deux gammes de taille de particules ont été recherchées à partir de techniques analytiques différentes : les petits microplastiques (PMP) dont la taille est comprise entre 20 et 1000 μm et les gros microplastiques (GMP) dont la taille se situe entre 1 et 5 mm.

Les résultats acquis sur les eaux superficielles dans 3 secteurs montrent que des microplastiques sont régulièrement présents dans des eaux superficielles du territoire, aussi bien des GMP que des PMP bien que le nombre, la taille et la couleur des fragments puisse varier d'une campagne à une autre.

Sur l'Arc, des biomédias potentiellement en lien avec l'activité de traitement des eaux usées ont été identifiés en 2022 (2 campagnes) mais pas en 2023 (une campagne) (Figure 18). Le polyéthylène s'avère le plus présent. A titre d'exemple, le flux de particules microplastiques estimé au cours d'une campagne en avril 2022 est de 0,11 particules/ m^3 . Les quantités disponibles (en GMP) lors de cette campagne ont aussi permis d'observer la présence de HAP et de PCB et donc un transfert de POP en association avec les fragments microplastiques vers l'aval et sans doute jusqu'à l'étang de Berre. La présence de POP sur des PMP n'a pas pu être vérifiée compte-tenu d'une masse trop faible mais il est fort probable que les PMP contiennent aussi des POP.

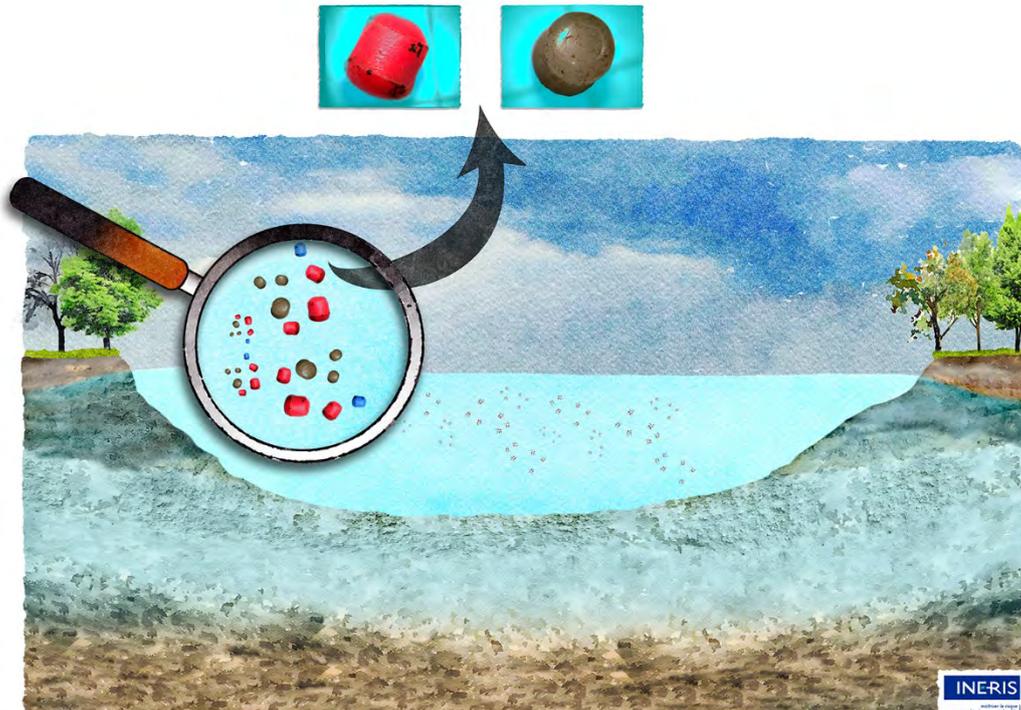


Figure 18 : Microplastiques dans l'Arc en aval d'Aix-en-Provence

Il est important de préciser qu'à ce jour, peu d'études se sont intéressées à la présence de microplastiques dans les eaux souterraines bien que celles-ci représentent une ressource importante d'eau douce. En effet, en France, les deux tiers du volume d'eau prélevé en vue de l'alimentation en eau potable sont d'origine souterraine.

Concernant ce milieu, l'absence de GMP a pu être constatée sur 3 secteurs, ce résultat confirme que la nature même de ces eaux circulant dans le sol conduit à une filtration naturelle et empêche ou limite la migration des plus gros fragments.

Toutefois, sur les mêmes secteurs, des PMP ont été mis en évidence dans les eaux souterraines, et parfois en grande quantité. Ainsi, au sein d'un site industriel dont l'activité conduit à la gestion de plastiques depuis plusieurs décennies, en aval d'une source présumée, il s'est avéré que les PMP étaient nombreux, entre 77 et 520 MP/L, et de nature variée bien que le polypropylène soit le plus fréquent (Figure 19).

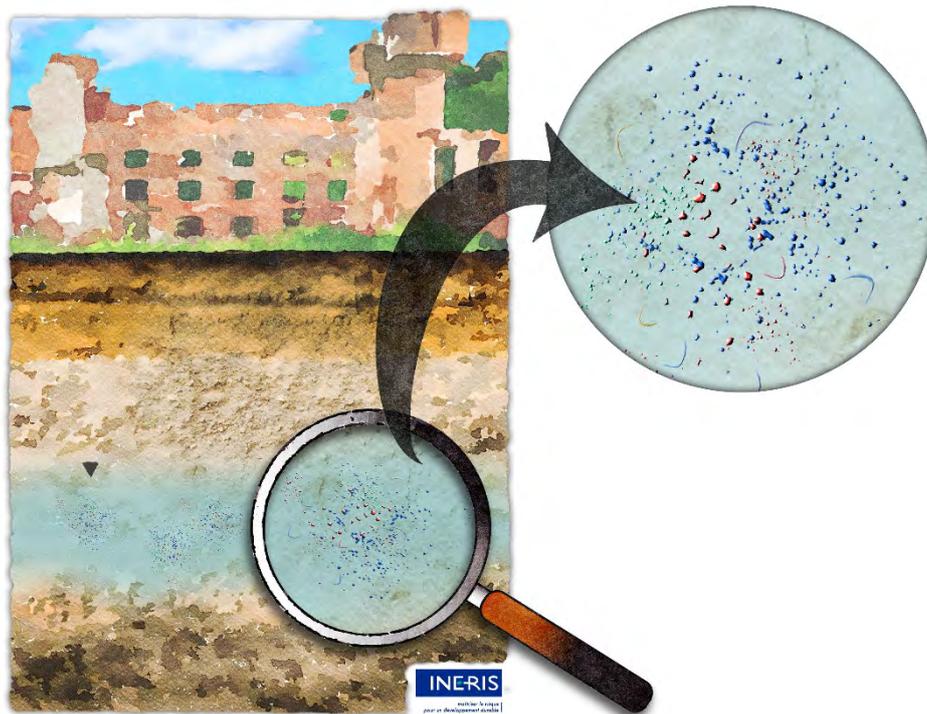


Figure 19 : Microplastiques dans une nappe au droit d'une activité industrielle (surveillance ICPE)

L'ensemble de ces résultats acquis dans le cadre du PRSE 3 (PACA) confirme la présence de particules de microplastiques dans les eaux superficielles (de 20 μm à 5 mm) et dans les eaux souterraines (de 20 μm à 1 mm) du territoire étudié (Marseille et ses environs). L'origine de ces fragments peut pour tout ou partie être reliée dans deux cas à l'activité humaine : le traitement des eaux usées sur l'Arc, la gestion de plastiques sur un site industriel. Des points d'attention comme la nature des outils de prélèvement ou de l'ouvrage permettant d'accéder à l'eau souterraine (piézomètres, puits ou forage) ont pu être soulevés.

D'autres analyses sont en cours, l'interprétation des résultats complets conduira à affiner cet état des lieux en fonction des périodes d'échantillonnage et à disposer de données factuelles pour recommander des techniques (d'échantillonnage et d'analyses) permettant de dresser un état des lieux et de surveiller dans le temps l'évolution de la situation, l'efficacité des mesures prises.

6 Références

AQUAREF, 2019, « Microplastiques dans les eaux de surface continentales ».

Bouhroum et al., « Concentrations and fingerprints of PAHs and PCBs adsorbed onto marine plastic debris from the Indonesian Cilacap coast and the North Atlantic gyre », *Regional studies in Marine Science*, 2019, vol. 29.

Ministère de la Transition Ecologique (MTE), 2020. « Eau et milieux aquatiques, chiffres clés 2020 ».

Mintenig et al. « Low numbers of microplastics detected in drinking water from ground water sources », *Sci Total Environ*, 2019, vol. 648.

Hoarau Belkhir et al. « State of knowledge and future research needs on microplastics in groundwater », *J Water Health*, 2022, vol. 20.

Irstea, Doc. Technique n°38 (non daté) « Les procédés MBBR pour le traitement des eaux usées – Cas du Procédé R3F ».

Ineris, 2018. « Contamination des eaux souterraines dans le contexte des ICPE et des sites pollués - comparaison d'outils et de protocoles d'échantillonnage ».

Paluselli et al. « Distribution of phthalates in Marseille Bay (NW Mediterranean Sea), *Science of the Total Environment*, 2018, vol. 621.

Re, « Shedding light on the invisible: addressing the potential for groundwater contamination by plastic microfibers ». *Hydrogeol J*, 2019, vol. 27.

Song et al. « Combined Effects of UV Exposure Duration and Mechanical Abrasion on Microplastic Fragmentation by Polymer Type », *Environ. Sci. Technol.*, 2017, vol. 51.

Surfrider Foundation Europe, 2018 « Supports de prolifération bactériologique et Pollution des milieux aquatiques ».

Viaroli et al. «Microplastics contamination of groundwater: Current evidence and future perspectives. A review », *Science of The Total Environment*, vol 824, 2022.

Wilco Urgert, 2015. « Microplastics in the rivers Meuse and Rhine. Developing guidance for a possible future monitoring program ». Master's thesis for Master of Science Environmental Sciences. Department of Science, Faculty of Management, Science & Technology, Open University of the Netherlands, Heerlen.

Young-In et al. « Microplastic Contamination in Groundwater on a Volcanic Jeju Island of Korea », *Environmental Research* 226, 2023, vol. 226.

