

ÉTUDE EXPLORATOIRE SUR LA PRÉSENCE DE MICROPLASTIQUES DANS LES EAUX DE SURFACE DU HAUT-BASSIN VERSANT DE LA RIVIÈRE SAINT-CHARLES



RAPPORT FINAL



*Association pour la protection de l'environnement
du lac Saint-Charles et des Marais du Nord (APEL)*

Juin 2019

Équipe de réalisation

Analyse et rédaction

Ludvic Pagé-Laroche, M. Sc., biologiste, stagiaire en limnologie

Protocole d'échantillonnage

Andrea Morden, biologiste, chargée de projets en limnologie

Gabrielle Gosselin, M. Sc., biologiste, chargée de projets en limnologie

Échantillonnage et travaux terrain

Gabrielle Gosselin, M. Sc., biologiste, chargée de projets en limnologie

Alexandre Bérubé, B. Sc. A. et LL. B., biologiste, chargé de projets en environnement

Cartographie

Ludvic Pagé-Laroche, M. Sc., biologiste, stagiaire en limnologie

Révision

William Verge, ing. jr, chargé de projets en drainage urbain et environnement

Gabrielle Gosselin, M. Sc., biologiste, chargée de projets en limnologie

Sonja Behmel, géographe, M. Sc., Ph. D. ATDR, coordonnatrice scientifique

Mélanie Deslongchamps, directrice générale

Référence à citer

APEL (2019). *Rapport de l'étude exploratoire sur la présence de microplastiques dans les eaux de surface du haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles*, Association pour la protection de l'environnement du lac Saint-Charles et des Marais du Nord Québec, 52 pages.

Description de l'image de couverture

Vue aérienne du lac Saint-Charles en 2017, crédit : Mélanie Deslongchamps

Table des matières

1	Introduction et mise en contexte.....	1
1.1	Considérations générales concernant les microplastiques.....	1
1.2	Description de zone à l'étude.....	1
2	Revue de la littérature	5
2.1	Différents types de microplastiques	5
2.2	Méthodes d'échantillonnage	6
2.3	Méthodes de digestion.....	7
2.4	Méthodes de séparation	7
2.5	Filtration	7
2.6	Méthodes d'identification.....	8
2.7	Résultats des autres études	8
2.8	Risque potentiel des microplastiques	9
3	Méthodologie de l'étude.....	11
3.1	Échantillonnage et travaux sur le terrain	11
3.1.1	Échantillonnage	11
3.1.2	Mesures du contrôle de contamination.....	13
3.2	Analyses en laboratoire.....	15
3.2.1	Mesures du contrôle de contamination.....	15
3.2.2	Préparation et analyse des échantillons	15
4	Résultats et interprétation	22
4.1	Densité de microplastiques.....	22
4.2	Formes des microplastiques.....	26
4.3	Couleur des microplastiques	28
4.4	Spectroscopie FTIR	30
5	Conclusion	32
6	Recommandations	33
7	Références.....	35

Liste des figures

Figure 1 –	Cartographie de l'occupation du sol dans le haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles..	2
Figure 2 –	Catégories d'occupation du sol du haut bassin versant de la rivière Saint-Charles.....	4
Figure 3 –	Nomenclature des différentes tailles de microplastiques suggérée par the European MSFD technical subgroup on Marine Litter (MSFD GES Technical Subgroup on Marine Litter, 2013)	5
Figure 4 –	Localisation des stations d'échantillonnage de l'étude exploratoire sur la présence de microplastiques dans les eaux de surfaces du haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles	12
Figure 5 –	Rinçage et récolte des résidus du filtre 100 µm dans le bécher de 500 ml.....	16
Figure 6 –	Transfert de l'échantillon récolté dans le bocal en verre ambré de 250 ml.....	16
Figure 7 –	Préparation des échantillons avant la phase de digestion à l'étude.....	17
Figure 8 –	Digestion de la matière organique dans l'étuve.....	17
Figure 9 –	Filtration sous vide des échantillons après la digestion oxydative de la matière organique .	18
Figure 10 –	Sur la photo de gauche : une boîte de pétri contenant les filtres à analyser une fois le traitement complété. Sur la photo de droite : le stéréomicroscope de l'INRS (Leica Wild M10, 80X). Une caméra connectée à l'appareil permet de visualiser sur un écran l'image du microscope.....	19
Figure 11 –	Les photographies A et B présentent le comportement du nylon (fibre synthétique) avant (A) et après (B) le test de l'aiguille. Le nylon fond sous la chaleur. Les photographies C et D, présentent le comportement de la laine (fibre naturelle) avant (C) et après (D) le test de l'aiguille.	19
Figure 12 –	Photos références des différentes fibres textiles récoltées à l'école des métiers d'art de Québec (polyester (A), acrylique (B), acétate (C), rayonne (D), coton (E) et soie (F)).....	21
Figure 13 –	Appareil à spectroscopie FTIR.....	21
Figure 14 –	Densité des particules de plastiques/L (PP/L) selon les stations d'échantillonnage dans le bassin versant de la prise d'eau.....	24
Figure 15 –	Portrait de la contamination par les microplastiques (densité médiane, PP/L) des stations d'échantillonnage dans le haut bassin versant de la rivière Saint-Charles.....	25
Figure 16 –	Proportion des différentes formes de microplastiques retrouvées dans les échantillons d'eau de surface	26
Figure 17 –	Différents types de formes de particules de plastique (microfibres, fragments et mousses) retrouvées dans les échantillons d'eau de surface.....	27
Figure 18 –	Débris d'origines anthropiques retrouvés dans l'échantillon E54 du 17 novembre.	27
Figure 19 –	Fragments blancs et jaunes fluorescents des stations E04, E50 et E54 du 10 novembre.....	28
Figure 20 –	Proportions des différentes classes de couleurs retrouvées dans les échantillons d'eau de surface	29
Figure 21 –	Particules de plastique ayant été identifiées par spectroscopie FTIR. À partir de la photo à gauche en haut : FR transparent E02-17 nov, FR noir E54-17nov, FR bleu E54-17 nov, corde bleu, FR transparent gélatineux et amas bleu pâle E50-10 nov.	31

Liste des tableaux

Tableau 1 – Catégorie d’occupation du sol dans le haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles et sa superficie	2
Tableau 2 – Classification des plastiques retrouvés dans les échantillons d'eau et de sédiments des milieux aquatiques.....	6
Tableau 3 – Étude sur la contamination par les microplastiques dans les écosystèmes d'eau douce	9
Tableau 4 – Stations retenues pour l'échantillonnage de l'étude exploratoire sur les microplastiques....	11
Tableau 5 – Contextes de mesures lors de l'échantillonnage	14
Tableau 6 – Concentration des particules de plastique selon les stations et les journées d'échantillonnage	22
Tableau 7 – Compilation du nombre de particules de plastique de chacun des types de formes en fonction des journées d'échantillonnage	26
Tableau 8 – Compilation du nombre de particules de plastique de chacune des classes de couleur en fonction des journées d'échantillonnage	29
Tableau 9 – Identification de la composition par spectroscopie FTIR des différentes particules de plastique de chacune des stations.....	30
Tableau 10 – Liste des recommandations afin d'améliorer la qualité de l'eau du lac Saint-Charles.....	33
Tableau 11 – Liste des recommandations afin d'améliorer les protocoles d'échantillonnage et de laboratoire	34

Liste des annexes

Annexe 1 Tests statistiques	39
Annexe 2 Spectroscopie FTIR	41

Sommaire exécutif

En 2017, l'Association pour la protection de l'environnement du lac Saint-Charles et des Marais du Nord (APEL) a réalisé une étude exploratoire sur la présence de microplastiques dans les eaux de surface du haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles.

Ainsi, pendant l'automne 2017, 11 stations ont été échantillonnées (eaux de surface) à trois reprises sur les rivières Jaunes, Nelson, des Hurons, Saint-Charles ainsi que sur la décharge du lac Delage et du lac Saint-Charles. Des stations situées en amont et en aval des stations de traitement des eaux usées de la municipalité des cantons unis de Stoneham-et-Tewkesbury et de la ville de Lac-Delage ont été échantillonnées afin d'évaluer leur contribution en microplastiques.

Les analyses de laboratoire ont été réalisées à l'Institut national de la recherche scientifique (INRS) au mois de mars 2019 dans la salle blanche (pièce où la concentration particulaire est maîtrisée). Le protocole suivi a comporté les étapes suivantes :

1. prétraitement des échantillons avec du peroxyde d'hydrogène;
2. filtration sous vide;
3. analyse au stéréomicroscope.

La forme et la couleur des particules de plastique ont également été notées. La composition des microplastiques de plus de 500 µm a ensuite été vérifiée par spectroscopie FTIR.

Les fibres sont les microplastiques les plus communément retrouvées dans les échantillons d'eau de surface. La déposition atmosphérique ainsi que les effluents des stations de traitement des eaux usées sont probablement en cause. L'eau de lavage de vêtements faits de matériaux synthétiques peut représenter une source importante d'introduction de microfibrilles dans l'environnement. La catégorie de couleur la plus fréquemment observée est le noir/brun.

Dans ses critères de qualité de l'eau de surface, le ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (MELCC) ne prévoit pas de seuil de dépassement quant à la contamination par les microplastiques. En raison des variations des différentes étapes dans l'analyse des microplastiques dans la littérature scientifique, il est difficile de comparer les études entre elles et d'évaluer le degré de contamination par les microplastiques des eaux de surface du haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles.

À partir des résultats, les stations présentant les médianes les plus élevées sont celles situées à l'exutoire du lac Saint-Charles, les deux stations en aval de la station de traitement des eaux usées de la ville de Lac-Delage et celle en aval de la station de traitement des eaux usées de la municipalité des cantons unis de Stoneham-et-Tewkesbury. Il est important de rappeler que les effluents des deux stations de traitement des eaux usées se rejettent dans le lac Saint-Charles et dans la rivière des Hurons, principal affluent du lac. Les résultats d'analyse suggèrent que ces stations sont potentiellement des points d'introduction en microplastiques. Le lac Saint-Charles accumulerait donc possiblement des microplastiques. Le ruissellement de l'eau de pluie dans la partie urbaine contribue probablement aussi à cette pollution. Afin de mieux documenter le phénomène, des études sur la contamination des microplastiques dans les sédiments devraient être envisagées. Également, un suivi et des analyses plus poussées d'échantillon d'eau de surface devraient être réalisés, notamment près des stations de traitement des eaux usées et à l'exutoire du lac Saint-Charles.

Finalement, il est important de revoir et d'optimiser les différentes étapes d'analyse en laboratoire afin de nettoyer plus adéquatement les échantillons et de peaufiner le protocole d'échantillonnage. Cette étude exploratoire a notamment permis de tester les protocoles existants et d'identifier les modifications nécessaires pour intégrer le suivi des microplastiques dans le suivi long terme des eaux de surface effectué par l'APEL depuis 2010.

Mandat et objectifs

Cette étude exploratoire visait à évaluer la présence de microplastiques dans les eaux de surface du haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles, à Québec.

Les objectifs spécifiques de l'étude étaient de :

- réaliser une revue de la littérature sur les microplastiques;
- appliquer le protocole d'identification le mieux adapté aux objectifs de l'étude en fonction du temps et du budget alloués;
- tester les protocoles d'échantillonnage et d'analyse et proposer, le cas échéant des améliorations;
- quantifier la présence de microplastiques aux diverses stations échantillonnées.

1 Introduction et mise en contexte

1.1 Considérations générales concernant les microplastiques

Le plastique est un polymère synthétique durable, léger et peu coûteux. Ces caractéristiques en font un matériel de choix dans plusieurs secteurs d'activités. Servant de matière première dans la fabrication de plusieurs objets utilisés quotidiennement, la production de plastique a été estimée à près de 350 millions de tonnes en 2017 (*PlasticsEurope, 2018*). La mauvaise gestion des déchets de plastique et son faible taux de recyclage ont pour conséquence de contaminer l'environnement. Transportés par le vent, l'eau de pluie ou déversés directement dans la nature (p. ex. : par des accidents, des rejets industriels ou via les rejets d'eaux usées traitées ou non), ces débris se retrouvent souvent dans les écosystèmes aquatiques. Les microplastiques retrouvés dans l'environnement sont d'origines variées et ont donc des formes, des tailles, des densités et des compositions chimiques différentes.

Au Québec et au Canada, plusieurs études confirment la présence de ce micropolluant dans les sédiments et les eaux de surface du fleuve Saint-Laurent (*Castañeda et al. 2014*), des Grands Lacs (*Eriksen et al. 2013*), du lac Témiscamingue et de la rivière des Outaouais (*Vermaire et al. 2017*) notamment. La communauté scientifique craint que l'accumulation des microplastiques dans les systèmes d'eau douce (rivières et lacs) constitue une menace grave à l'environnement ainsi qu'aux communautés animales et humaines qui en dépendent (*Wagner et al. 2014; Dris et al. 2015*). Les microplastiques accumulent sur leur surface divers polluants organiques persistants qui, une fois consommés ou ingérés, sont transférés dans les organismes. Cela contribue au phénomène de bioaccumulation des contaminants dans la chaîne trophique.

Une certaine partie des microplastiques qui se retrouvent dans les milieux récepteurs est issue des usages domestiques. Ces microplastiques ne sont pas forcément filtrés par les stations de traitement des eaux usées (*Cole et al. 2011*).

Dans le bassin versant de la prise d'eau potable de la rivière Saint-Charles, deux stations de traitement des eaux usées (ville de Lac-Delage et municipalité des cantons unis de Stoneham-et-Tewkesbury) sont présentes et peuvent être des points d'introduction en microplastiques. Les autres sources potentielles incluent l'usure des pneus, la peinture routière, la dégradation des déchets en plastique, les installations septiques autonomes (ISA), la déposition atmosphérique ainsi que le ruissellement urbain.

1.2 Description de zone à l'étude

Situé au nord de la ville de Québec, le lac Saint-Charles est le principal réservoir d'eau potable de la région et approvisionne plus de 300 000 citoyens et citoyennes. Son bassin versant couvre une superficie de 167,7 km² et s'étend principalement sur trois municipalités : la municipalité des cantons unis de Stoneham-et-Tewkesbury, la ville de Lac-Delage et la ville de Québec. D'une superficie de 3,6 km², le lac se divise en deux bassins (sud et nord) et peut contenir jusqu'à 15 millions de mètres cubes d'eau. Ses principaux affluents sont la rivière des Hurons (82 %), le lac Delage (3,7 %) et ses 37 tributaires (11 %). Le lac se déverse au sud dans la rivière Saint-Charles qui se jette ensuite dans le fleuve Saint-Laurent (*APEL, 2019*).

Le lac Saint-Charles se situe dans le bassin versant de la prise d'eau potable de la rivière Saint-Charles, un territoire d'une superficie d'environ 350 km². Cette prise d'eau approvisionne une des quatre usines de traitement d'eau potable de la ville de Québec (UTE Québec). Les principaux sous-bassins alimentant la prise d'eau sont ceux de la rivière Jaune, de la rivière Nelson ainsi que de la rivière Saint-Charles en aval de la prise d'eau.

Le **Tableau 1** ainsi que la **Figure 2** illustrent la répartition de l'occupation du territoire du bassin versant de la prise d'eau selon les données géospatiales de 2013. La végétation (milieux boisés) couvre la majorité de la région, suivie par les milieux ouverts (herbaciaie, pelouse, arbustaie, friche). L'activité agricole est plutôt faible et représente 1,05 % de l'occupation du territoire. Un peu plus de 4 % du territoire est occupé par le réseau routier (voie carrossable).

Tableau 1 – Catégorie d'occupation du sol dans le haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles et sa superficie (2013)

Catégories	% de superficie	Superficie (km ²)
Agriculture	1,05	3,66
Bâtiment	0,99	3,45
Carrière/sablière	0,78	2,71
Cimetière voiture	0,04	0,13
Coupe/brûlis	1,68	5,86
Eau	2,98	10,40
Enfouissement	0,05	0,18
Golf	0,62	2,16
Infrastructure	0,24	0,84
Milieu humide	4,06	14,18
Milieu ouvert	10,62	37,10
Piscine	0,05	0,18
Ski	0,37	1,29
Sol nu	1,26	4,39
Végétation	70,89	247,71
Voie carrossable	4,35	15,20
Total	100,00	349,45

De plus, plusieurs infrastructures de traitement des eaux usées, autant municipales que privées sont présentes sur le territoire. Notamment, la présence de deux stations de traitement des eaux usées de type « étangs aérés » (**Figure 1**).

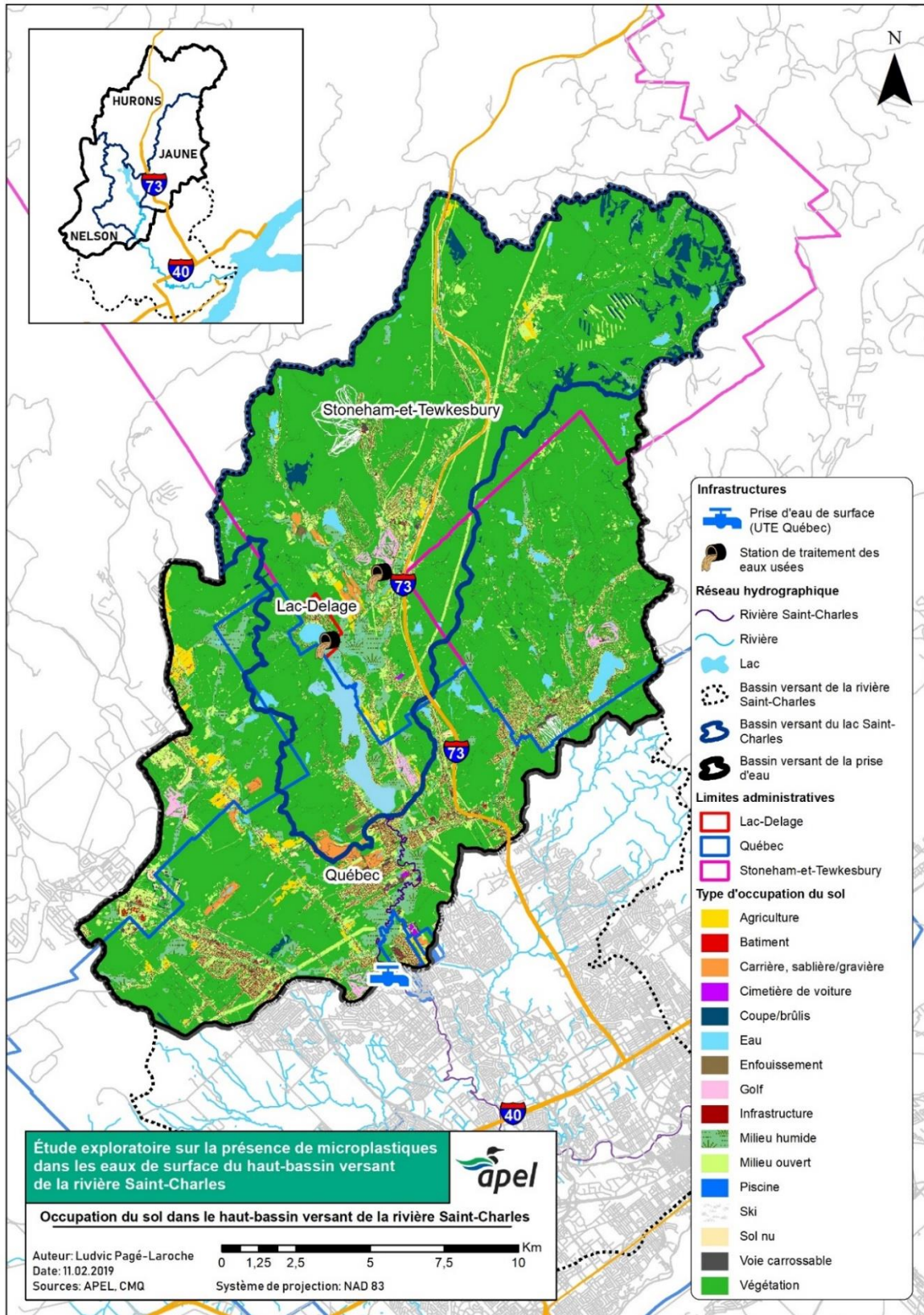
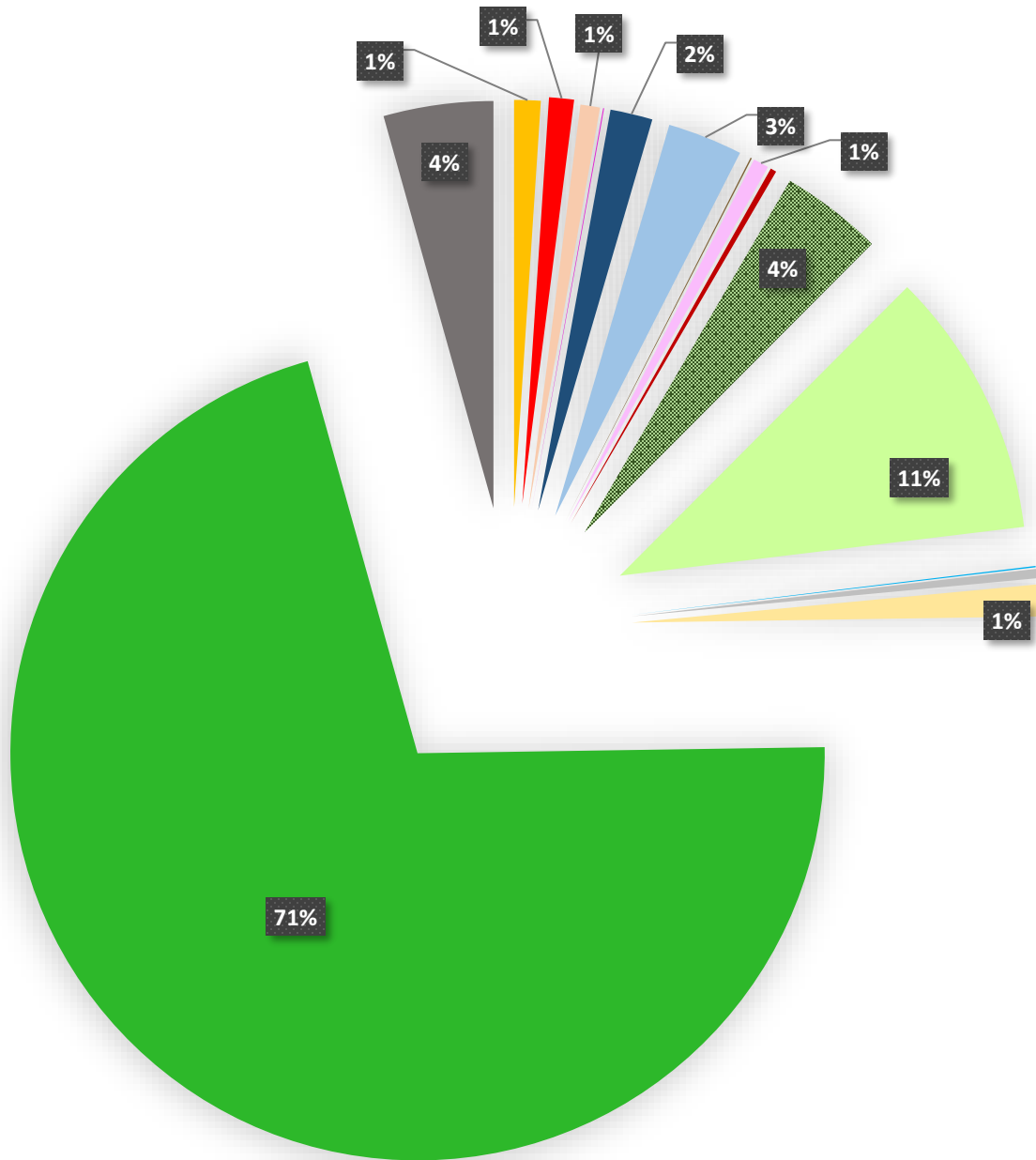


Figure 1 – Cartographie de l'occupation du sol dans le haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles (2013).



















 Agriculture	 Bâtiment	 Carrière/sablière	 Cimetière voiture
 Coupe/brûlis	 Eau	 Enfouissement	 Golf
 Infrastructure	 Milieu humide	 Milieu ouvert	 Piscine
 Ski	 Sol nu	 Végétation	 Voie carrossable

Figure 2 – Catégories d’occupation du sol du haut bassin versant de la rivière Saint-Charles (2013).

2 Revue de la littérature

L'étude récente des microplastiques et son engouement par la communauté scientifique en font un sujet d'actualité. Dans les dernières années, le nombre de publications sur le sujet n'a cessé d'augmenter. Cependant, bien que certaines des méthodes d'échantillonnage et d'analyse en laboratoire soient plus fréquemment utilisées, aucun protocole international standardisé n'a été établi concernant les étapes d'analyse : échantillonnage, traitement, quantification et identification. Par conséquent, la comparaison des données et résultats entre chacune de ces études devient particulièrement problématique. Un protocole international standardisé permettrait donc de mieux comparer ces données. Cette courte revue de littérature résume la situation actuelle en ce qui concerne l'analyse des microplastiques.

2.1 Différents types de microplastiques

De manière générale, les microplastiques peuvent être classés en fonction de leur taille (**Figure 3**), soit les petits (1 μm à 1 mm) et les plus longs (1 mm à 5 mm). Différentes classes sont utilisées d'une étude à l'autre, telles que 1 mm à 5 mm (*Baztan et al., 2014*), 250 μm à 4 mm (*Graham and Thompson, 2009*) ou 0,7 μm à 1 mm (*Vianello et al., 2013*). La plupart des études font référence à deux classes, soit de 500 μm à 5 mm et de 1-500 μm (*Hidalgo-Ruz et al. 2012*).

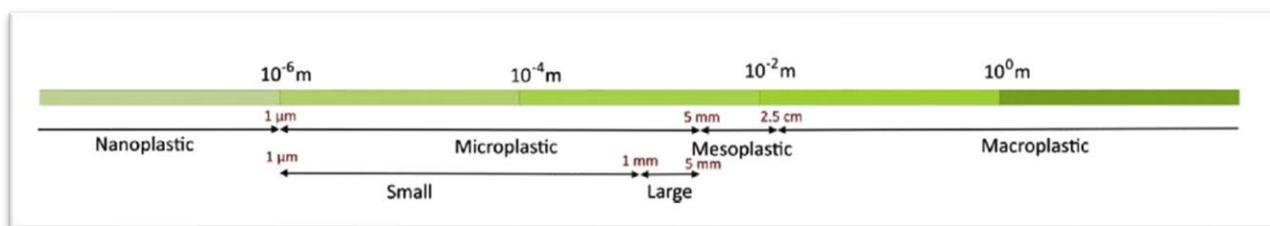


Figure 3 – Nomenclature des différentes tailles de microplastiques suggérée par the European MSFD technical subgroup on Marine Litter (MSFD GES Technical Subgroup on Marine Litter, 2013).

Source : Van Cauwenberghe et al. 2015

Les microplastiques retrouvés dans l'environnement proviennent de sources distinctes et ont donc des formes, des tailles, des densités et des compositions chimiques différentes. Les microplastiques primaires comme les microbilles (provenant des produits cosmétiques, médicaux ou de nettoyage) ou les microfibrilles (*Vermaire et al. 2017*) sont manufacturés pour avoir une taille millimétrique. Les microplastiques secondaires résultent de l'érosion (physique, chimique ou biologique) et de la fragmentation de plus larges particules de plastique. Les formes fréquemment rencontrées sont les microfibrilles, les microbilles, les fragments et les mousses de plastique. La couleur peut également être utilisée comme catégorie pour décrire les microplastiques. Le **Tableau 2** présenté à la page suivante, présente les particules de plastique généralement retrouvées dans les échantillons d'eau et de sédiments.

Tableau 2 – Classification des plastiques retrouvés dans les échantillons d'eau et de sédiments des milieux aquatiques

Classe de plastique	Acronyme	Densité spécifique (g/cm ³)	Principale utilisation
Mousse polystyrène expansé	XPS	0,028-0,045	Gobelets en mousse, flotteurs, isolant thermique.
Polypropylène	PP	0,905	Emballage alimentaire, pots de yaourt, de margarine, gourdes de sport, chaises de plastique.
Polyéthylène à basse densité	LDPE	0,92	Sacs de congélation et de poubelles, films alimentaires.
Polyéthylène à haute densité	HDPE	0,96	Bouteilles de détergent, de jus de fruits, de lait, flacons pour cosmétiques.
Polychlorure de vinyle	PVC	1,35-1,39	Fabrication de jouets, de tuyaux de plastique, industrie du bâtiment.
Polyuréthane	PUR	1,2	Matelas, siège de voiture, mousse, sous forme élastomère peut produire du Lycra.
Polystyrène	PS	1,05-1,07	Couvercles et plats en plastique jetables, gobelets de plastique.
Les polyesters et le polyéthylène téréphtalate	PET	0,96-1,45 (moyenne 1,38-1,41)	Bouteilles d'eau, emballages jetables de toutes sortes, vêtements.
Polyamide (nylon)	PA	1,02-1,06	Textile, vêtements de sport, tapis, pièces moulées.
Polycarbonate	PC	1,20-1,22	CD, vitrage de sécurité, composante de bâtiment ou d'automobile.
Polyméthacrylate de méthyle (acrylique)	PMMA	1,09	Verres transparents (plexiglas), composantes médicales.
Polytétrafluoroéthylène (téflon)	PTFE	2,1-2,3	Revêtement antiadhésif, plomberie, Gore-Tex, ustensiles de cuisine.

Révisé de Rodríguez-Seijo et Pereira 2017

2.2 Méthodes d'échantillonnage

Deux méthodes d'échantillonnage sont principalement utilisées, soit l'analyse d'un volume réduit et l'analyse d'une quantité précise prélevée. L'échantillonnage se fait généralement à la surface de l'eau, plus précisément dans les premiers 15 cm où 95 % des débris de plastique se concentrent (*Crawford et Quinn 2017a*).

Pour la méthode d'échantillonnage d'un volume réduit, l'utilisation d'un filet à neuston/plancton ou d'un « manta trawl » tracté par un bateau est largement répandue (*Li et al. 2018*). La grosseur des mailles des filets fréquemment utilisés est de 330 µm. Il est aussi possible de faire passer à travers une grille ou un filet une certaine quantité d'eau à l'aide d'un contenant (*Vermaire et al. 2017*) ou d'une pompe (*Wang et al. 2017*). L'avantage est de pouvoir couvrir de larges zones ou quantité d'eau. Cependant, elle augmente le risque de sous-estimer l'abondance, en raison des pertes de microplastiques, et d'accroître les risques de contamination. La seconde méthode d'échantillonnage consiste à prélever un volume fixe à l'aide d'un contenant pouvant contenir entre un et quelques litres. Cette méthode permet en théorie d'observer tous

les microplastiques présents et de réduire les risques de contaminations. Les échantillons d'eau sont directement ramenés et filtrés au laboratoire (*Crawford et Quinn 2017a*).

2.3 Méthodes de digestion

Les échantillons prélevés nécessitent un nettoyage de la matière organique par digestion. Il existe principalement quatre avenues possibles : l'utilisation d'un acide, d'une base, d'enzymes ou de peroxyde d'hydrogène (*Munno et al. 2018*). La première méthode est efficace, mais l'acide nitrique (HNO_3) chauffé fait fondre la plupart des fibres de nylon. Concernant la seconde méthode, l'utilisation d'une base, des solutions de 10 % KOH ainsi que de l'hydroxyde de sodium (NaOH) sont fréquemment utilisées. La troisième méthode, plus récente, est l'utilisation de différentes enzymes, surtout employées lors de la digestion de tissu biologique, lors de l'étude des microplastiques dans les tissus des moules (*Catarino et al. 2017*) par exemple. Finalement, la méthode la plus répandue est la digestion au peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) avec ou sans catalyseur (Fe (II)) qui apparaît notamment dans le guide produit par « National Oceanic and Atmospheric Administration » pour l'analyse des microplastiques dans l'eau et dans les sédiments (*Masura et al. 2015*). Plusieurs températures (de la température ambiante jusqu'à 100°C) et temps de digestion (quelques heures à 1 semaine) ont été testés (*Masura et al. 2015; Erni-Cassola et al. 2017; Nuelle et al 2014; Dris et al 2015*). L'efficacité varie selon l'échantillon à traiter.

2.4 Méthodes de séparation

Les microplastiques doivent souvent être isolés des particules de sable et de matières organiques par des techniques de séparation. Les techniques d'extraction par densité sont les plus fréquentes. Le chlorure de sodium (NaCl, densité de 1,2 g/ml) a abondamment été utilisé, mais plusieurs plastiques de densité supérieure peuvent être manqués. D'autres sels comme le chlorure de zinc (ZnCl_2 , 1,2 g/ml) et l'iodure de sodium (NaI, densité de 1,8 g/ml) ont aussi été testés, mais sont plus dispendieux et risqués à travailler en laboratoire (*Crichton et al. 2017*). Le temps de séparation peut aussi être considérable. Une nouvelle méthode décrite par *Herrera et al. 2018* est l'utilisation d'éthanol à 96 % (EtOH, densité de 0,805-0,812) pour isoler les microplastiques des échantillons riches en matière végétale. Cependant, cette méthode n'est pas efficace pour enlever les sédiments (grains de sable) qui ont une densité élevée. Finalement, une autre méthode plus complexe développée par *Crichton et al. (2017)*, mais rapide et peu coûteuse, est l'extraction avec de l'huile, utilisant ainsi le caractère oléophile¹ des plastiques.

2.5 Filtration

Une fois les échantillons nettoyés, ils sont filtrés avant l'étape d'identification des microplastiques. La revue de *Li et al. (2018)* sur la contamination par les microplastiques dans les systèmes d'eau douce indique l'utilisation de différents substrats de séparation. D'abord, de type tamis (grilles métalliques) allant de quelques μm jusqu'à 1,6 mm. Puis, des filtres de différentes membranes (polycarbonate, microfibre et nitrate de cellulose) ayant des grosseurs de pores de 0,45 μm jusqu'à 100 μm .

¹ Oléophile : Qui absorbe préférentiellement les corps gras (TERMIUM Plus®, la banque de données terminologiques et linguistiques du gouvernement du Canada).

2.6 Méthodes d'identification

L'identification visuelle au stéréomicroscope est une méthode simple, rapide et peu coûteuse. Elle ne permet cependant pas de confirmer la composition chimique de la particule. Il existe aussi un risque de ne pas voir les particules les plus fines et d'identifier faussement des microplastiques (pouvant surestimer leur présence de 20 % à 70 %, *Crawford et Quinn 2017b*). Pour réduire les risques d'erreur d'identification, un test simple fréquemment utilisé est celui de l'aiguille chaude (*De Witte et al. 2014*). Il permet la distinction entre le plastique, qui réagit en fondant ou en se courbant, contrairement à la matière organique qui ne réagit pas ou brunit.

De plus, il arrive que les fibres transparentes soient écartées lors de l'identification en raison de la confusion probable avec les fibres de plantes et les antennes d'organismes, risquant ainsi de sous-représenter les microplastiques dans l'échantillon (*Norén et al. 2007*). Lorsque décomptés et en cas de doute, une vérification plus détaillée est fortement suggérée. La spectroscopie FTIR ou Raman peut aussi être utilisée en complémentarité afin de confirmer l'origine des particules, mais l'équipement est dispendieux et le travail est fastidieux et chronophage. Lorsque les particules sont plus petites que 500 μm , l'équipement de microspectroscopie FTIR ou Raman, adapté aux particules fines, doit être utilisé. La coloration des particules au « Nile Red » et l'identification au microscope fluorescent est aussi une technique utilisée (*Maes et al. 2017; Shim et al. 2016*). Elle nécessite cependant des échantillons exempts de matière organique afin d'éviter les faux positifs. Plus récemment, *Erni-Cassola et al. (2017)* ont combiné cette méthode avec un logiciel de traitement d'image permettant l'identification automatique des petits microplastiques (de 20 μm à 1000 μm). Enfin, une autre méthode utilisée, peu répandue et complexe, est l'utilisation d'un microscope électronique à balayage ainsi que la pyrolyse (chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (Pyr-GC-MS) qui est une technique d'analyse thermique.

2.7 Résultats des autres études

De manière générale, la contamination par les microplastiques dans les milieux marins a davantage été étudiée que celle dans les écosystèmes d'eau douce tels que les lacs et les rivières. À titre indicatif, le **Tableau 3** résume certaines études pertinentes sur l'abondance des microplastiques dans les écosystèmes d'eau douce. L'amplitude dans les résultats (presque nuls à plusieurs millions de particules de plastique par m^3) est d'une part dû aux différences dans les méthodes et les lieux d'échantillonnage, aux protocoles de laboratoires ainsi qu'aux activités humaines et aux conditions naturelles inhérentes (*Li, Liu, et Paul Chen 2018*). Les échantillons d'eau de surface sont généralement exprimés par « particule par km^2 » ou « particule par volume » pour exprimer les abondances (*Hidalgo-Ruz et al. 2012*). Ainsi, il devient pratiquement impossible de comparer les études entre elles, puisqu'aucune méthodologie n'est standardisée.

Tableau 3 Étude sur la contamination par les microplastiques dans les écosystèmes d'eau douce

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

Source : Li, Liu, et Paul Chen 2018

2.8 Risque potentiel des microplastiques

L'étude des microplastiques est récente et les effets sur les animaux, et encore plus sur les humains, restent méconnus. Néanmoins, les recherches montrent déjà que plusieurs animaux marins (bivalves, crustacés, poissons, etc.) sont affectés par ceux-ci. Une fois ingérés, les microplastiques peuvent altérer physiquement les parois intestinales ou les obstruer, pouvant causer une mort prématurée. Une fois dans le corps, ils sont susceptibles d'être retenus, excrétés ou bien transférés dans d'autres tissus ou liquides organiques (Dris et al. 2015; Brennecke et al. 2015; Triebkorn et al 2018).

Ces polymères peuvent adsorber différents polluants organiques persistants, métaux, nanoparticules ou pathogènes pouvant causer des effets indésirables (Wagner et al. 2014) et agir comme perturbateur endocrinien. Les contaminants peuvent ensuite s'accumuler dans les tissus (bioaccumulation), puis potentiellement être transférés dans la chaîne trophique (bioamplification).

Selon une récente étude menée conjointement par la firme Dalberg et l'Université de Newcastle en Australie pour la « *World Wildlife Fund* » (WWF), visant à faire l'analyse et la synthèse de la littérature sur l'ingestion de microplastiques, une personne pourrait en moyenne ingérer jusqu'à 5 grammes de plastique par semaine, soit l'équivalent d'une carte de crédit (WWF, 2019). La source la plus importante d'ingestion de plastique provient de l'eau potable (sont incluses l'eau du robinet et l'eau en bouteille). Les autres sources potentielles comprennent les fruits de mer, la bière ainsi que le sel de mer. Un autre facteur non négligeable est l'air inhalé par l'Homme, dont la quantité en microplastiques varie énormément selon l'environnement et l'emplacement sur le globe terrestre (WWF, 2019). Les effets à long terme sur les humains ne sont pas encore bien compris. Certaines études ont démontré une légère inflammation du système respiratoire (Gasperi et al 2018) tandis que d'autres recherches ont démontré la toxicité *in vitro*² dans les cellules pulmonaires, du foie et du cerveau (GESAMP, 2015).

De plus, la présence de plastique peut altérer les conditions du sol, ce qui peut impacter la santé de la faune et augmenter le risque de lessivage de produits chimiques nocifs dans le sol (De Souza et al. 2018).

² Se dit des réactions chimiques, physiques, immunologiques ou de toutes les expériences et recherches pratiquées au laboratoire, en dehors d'un organisme vivant. (On réalise *in vitro* des cultures de tissus, la synthèse d'hormones, etc.) (Définition du Larousse)

3 Méthodologie de l'étude

3.1 Échantillonnage et travaux sur le terrain

3.1.1 Échantillonnage

Onze stations d'échantillonnage ont été choisies par l'APEL en 2017 afin de répondre aux objectifs de l'étude. Ces stations, localisées sur le **Figure 4**, sont présentées dans le **Tableau 4** suivant :

Tableau 4 – Stations retenues pour l'échantillonnage de l'étude exploratoire sur les microplastiques

Station	Emplacement	Rivière
P08RH	Station témoin dans les montagnes au nord du bassin versant.	des Hurons
E07	En amont de l'effluent de la station de Stoneham-et-Tewkesbury.	des Hurons
E55	Les effluents de la station de traitement des eaux usées de Stoneham-et-Tewkesbury.	des Hurons
E01	Station intégratrice de la rivière des Hurons, en amont du lac Saint-Charles et en aval de l'effluent de la station de traitement des eaux usées de Stoneham-et-Tewkesbury.	des Hurons
E02	La décharge du lac Delage ainsi que l'amont de la station de traitement des eaux usées de la ville de Lac-Delage.	Décharge du lac Delage
E54	Les effluents de la station de traitement des eaux usées.	Décharge du lac Delage
E50	En aval de l'effluent de la station de traitement des eaux usées de la ville de Lac-Delage et en amont du lac Saint-Charles.	Décharge du lac Delage
E04	Exutoire du lac Saint-Charles.	Saint-Charles
E28	En aval de la rivière Jaune, avant sa confluence avec la rivière Saint-Charles.	Jaune
E06	En aval de la rivière Nelson, sa confluence avec la rivière Saint-Charles se situe juste en aval de la prise d'eau potable.	Nelson
UTE	La prise d'eau potable de la ville de Québec.	Saint-Charles

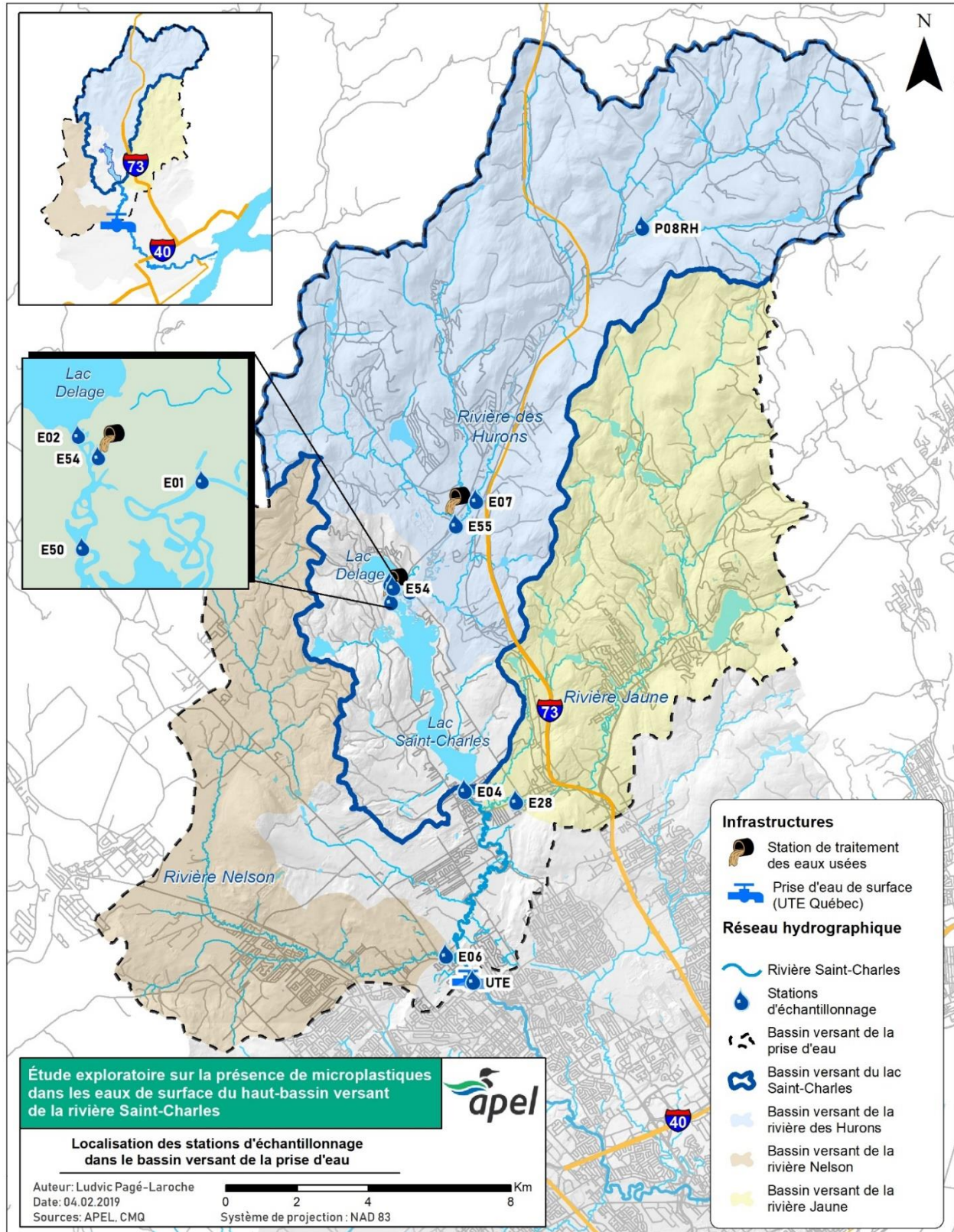


Figure 4 – Localisation des stations d'échantillonnage de l'étude exploratoire sur la présence de microplastiques dans les eaux de surfaces du haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles.

L'échantillonnage de l'eau de surface des onze stations a eu lieu le 26 octobre ainsi que les 10 et 17 novembre 2017. La saison automnale a été choisie afin de réduire les quantités de matières organiques dans les échantillons à digérer. À chacune des stations, un échantillon témoin³ a été prélevé en plus de l'échantillon d'eau.

L'échantillonnage a été effectué selon ce protocole, qui est largement inspiré par celui de Vermaire et al. (2017) :

1. Noter les contextes de mesures : profondeur, vitesse de l'eau, vitesse du vent, température ambiante, type de précipitation, météo sur 24 h ainsi que les coordonnées géographiques (**Tableau 5**).
2. Stocker les filtres de 100 µm dans un nouveau « Whirl-pak » (sacs d'échantillonnage stérilisés refermables) avant et après l'échantillonnage, les inspecter avec une loupe avant utilisation;
3. Fixer un filtre de 100 µm au bout du tuyau en PVC en utilisant le collier de serrage;
4. Rincer le seau trois fois avec l'eau locale avant de prendre les échantillons;
5. Échantillonner à la surface de l'eau en utilisant le seau de volume fixe ou attacher la corde bleue au seau pour les stations où les accès à l'eau sont plus en hauteur pour échantillonner (p. ex. pont), passer l'eau dans le tuyau afin de collecter les résidus sur le filtre;
6. Collecter et faire passer 200 litres d'eau sur le filtre à chaque station;
7. Détacher le filtre et le ranger dans le « Whirl-pak », en s'assurant de replier les bords sur lui-même deux fois pour limiter les pertes de résidus;
8. Suivre les mêmes étapes avec le filtre pour l'échantillon « témoin », mais ne pas verser de l'eau dans le tuyau.

Les échantillons ont ensuite été conservés au congélateur avant d'être analysés.

3.1.2 Mesures du contrôle de contamination

Il est important de prendre des mesures de sécurité afin de minimiser la contamination des microplastiques par les opérateurs et les instruments utilisés. Les différentes précautions qui suivent ont été appliquées :

- Rincer tout l'équipement dans l'eau trois fois avant de prendre les échantillons;
- Utiliser de nouveaux « Whirl-paks » pour le transport des filtres;
- Laver et inspecter les filtres avant l'échantillonnage;
- Prendre des échantillons témoins.

³ Définition des échantillons témoins : les filtres sont analysés de la même manière que les filtres des vrais échantillons, sauf que l'eau du site n'est pas passée à travers du filtre. Ils servent à quantifier l'accumulation de microplastiques qui se déposent sur les filtres pendant le processus d'échantillonnage et d'analyse et qui ne proviennent pas de l'eau (déposition atmosphérique, contamination des vêtements, etc.).

Tableau 5 – Contextes de mesures lors de l'échantillonnage

Date	Station	Température ambiante(°C)	Volume filtré (L)	Ciel	Type de précipitations	Vent (mhp)	Vitesse du courant (m/s)
26-oct-17	E04	14,9	200	Nuageux	Pluie	NA	NA
	UTE	14,1	200	Nuageux	Pluie	NA	0,15
	E06	12,5	200	Nuageux	Pluie	NA	0,44
	E28	12,2	200	Nuageux	Pluie	NA	0,19
	E01	12,5	200	Nuageux	Pluie	NA	0,14
	*E54	10,6	200	Nuageux	Pluie	NA	NA
	E02	11,7	200	Nuageux	Pluie	NA	0,54
	*E50	12,6	200	Nuageux	Pluie	NA	0,1
	E55	13,4	200	Nuageux	Pluie	NA	NA
	E07	12,7	200	Nuageux	Pluie	NA	0,61
	P08RH	12,1	200	Nuageux	Pluie	NA	0,46
10-nov-17	E04	-4,5	200	Nuageux	Neige dernières 24 h	NA	NA
	UTE	-7	200	Ciel variable	Neige dernières 24 h	3,0	NA
	E06	-6,4	200	Ciel variable	Neige dernières 24 h	0,6	NA
	E28	-4,6	200	Beau	Neige dernières 24 h	0,6	0,15
	E01	-6	200	Ciel variable	Neige dernières 24 h	1,5	0,21
	*E54	-6	200	Beau	Neige dernières 24 h	0,6	NA
	*E02	-4	200	Ciel variable	Neige dernières 24 h	1,7	1,17
	*E50	-6,5	200	Ciel variable	Neige dernières 24 h	4,6	0,18
	E55	-4,7	200	Nuageux	Neige dernières 24 h	1,0	NA
	E07	-6,5	200	Nuageux	Neige dernières 24 h	2,2	0,78
	P08RH	-6,4	200	Nuageux	Neige dernières 24 h	0,9	NA
17-nov-17	E04	0,1	200	Nuageux	Pluie dernières 24 h	3,0	0,26
	UTE	0,2	200	Beau	Pluie dernières 24 h	2,8	0,05
	E06	-1,3	200	Ciel variable	Pluie dernières 24 h	4,0	0,4
	E28	2,2	200	Ciel variable	Pluie dernières 24 h	1,5	0,13
	E01	3,6	200	Ciel variable	Pluie dernières 24 h	0,6	0,08
	*E54	-0,9	200	Nuageux	Pluie dernières 24 h	2,0	NA
	E02	-1,5	200	Nuageux	Pluie dernières 24 h	1,4	0,54
	*E50	-0,7	200	Nuageux	Pluie dernières 24 h	1,5	0,02
	E55	1,2	200	Nuageux	Pluie dernières 24 h	1,1	NA
	E07	-2,7	200	Nuageux	Pluie dernières 24 h	1,2	0,68
	P08RH	-2,3	200	Nuageux	Pluie dernières 24 h	1,2	0,42

* = Corde bleue utilisée lors de l'échantillonnage

3.2 Analyses en laboratoire

Les analyses de laboratoire ont été réalisées à l'INRS du 6 au 25 mars 2019. Comme mentionné précédemment, plusieurs méthodes existent pour séparer, isoler et identifier les microplastiques, mais aucun protocole standardisé n'a été établi dans la communauté scientifique. Il est important de noter que le protocole de laboratoire a été élaboré selon les ressources financières, humaines et matérielles disponibles. La contrainte temporelle du stage (7 janvier au 15 avril) était aussi à considérer. Finalement, il convient de rappeler que l'étude est exploratoire.

L'analyse des échantillons s'est faite en quatre étapes :

1. traitement de la matière organique;
2. filtration;
3. tri visuel;
4. identification des particules (lorsque possible).

3.2.1 Mesures du contrôle de contamination

Il est essentiel de prendre des mesures pour prévenir au maximum la contamination par les microplastiques provenant de l'air ambiant et des opérateurs (p. ex. : microfibrilles de vêtements synthétiques) pendant les manipulations. Celles-ci ont donc été réalisées dans la salle blanche de l'INRS (classe 1000, ISO 6) sous une hotte laminaire afin de réduire au maximum la contamination. Les échantillons ont été recouverts (dans une boîte de Petri) en tout temps, à l'exception des observations sous le stéréomicroscope. Les mesures suivantes ont donc été prises :

- les échantillons témoins de terrains ont été analysés de la même manière que les vrais échantillons;
- les opérateurs ont porté des vêtements de fibre naturelle à tout moment;
- les surfaces et les équipements dans le laboratoire ont été nettoyés et inspectés avant de commencer les manipulations (serviettes en papier et de l'eau distillée (Chricton et al. 2017));
- les échantillons ont été recouverts en permanence et les manipulations ont eu lieu sous la hotte laminaire dans la salle blanche;
- des échantillons d'eau du laboratoire de l'INRS ont aussi été prélevés et analysés. Ainsi, 10 litres d'eau distillée ont été filtrés directement par filtration sous vide et analysés au stéréomicroscope.

3.2.2 Préparation et analyse des échantillons

Étape 1 : Digestion

Sous la hotte laminaire, les filtres étaient retirés du « Whirl-pak » (100 µm), puis lavés soigneusement à l'aide d'un flacon laveur et du peroxyde d'hydrogène 30 % (H₂O₂) dans un bécher de 500 ml afin de récolter le maximum de particules sur le filtre (**Figure 5**). Puisque cette méthode est la plus fréquemment utilisée selon la littérature, la digestion au peroxyde d'hydrogène 30 % a été favorisée. Le temps de digestion a été choisi à la suite des tests réalisés au laboratoire de l'INRS.

Les grands morceaux de plastique ou de matière organique dans l'échantillon étaient retirés à l'aide de pinces. Les morceaux étaient ensuite rincés avec le peroxyde dans le bécher afin de s'assurer que tous les microplastiques collés sur celui-ci étaient récupérés.

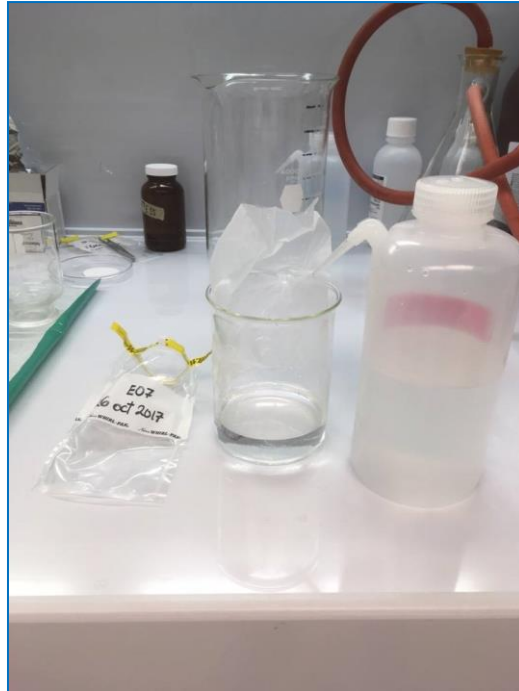


Figure 5 – Rinçage et récolte des résidus du filtre 100 µm dans le bécher de 500 ml.



Figure 6 – Transfert de l'échantillon récolté dans le bocal en verre ambré de 250 ml.

Une fois tous les résidus du filtre récoltés, ils étaient transvidés dans un bocal de 250 ml (**Figure 6**). Le bécher était rincé trois fois avec le peroxyde d'hydrogène pour récolter toutes les particules sur les parois du contenant. Il est important d'utiliser le H_2O_2 afin de garder une concentration de 30% pour la phase de digestion oxydative.

Les mêmes étapes étaient répétées pour chacun des 22 échantillons d'une même journée d'échantillonnage (**Figure 7**).

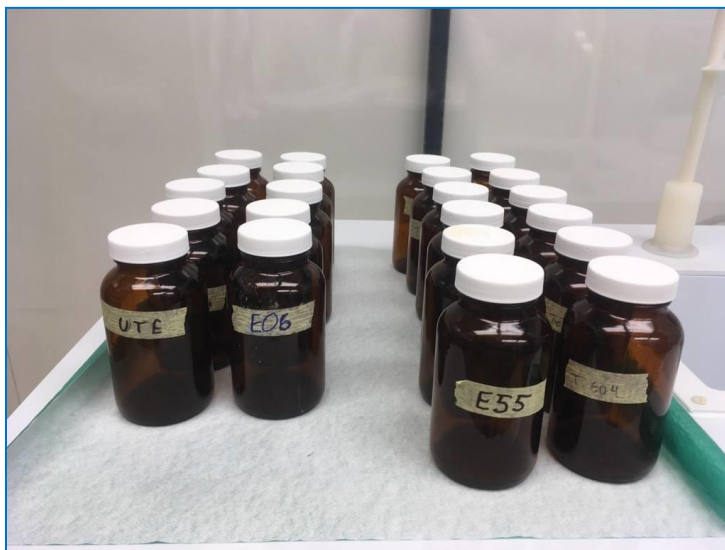


Figure 7 – Préparation des échantillons avant la phase de digestion à l'étude.



Figure 8 – Digestion de la matière organique dans l'étuve.

Les échantillons étaient ensuite déplacés à l'étuve pour la phase de digestion pendant 6 h à 65 °C (**Figure 8**). Une fois cette étape complétée, les échantillons étaient retirés, puis laissés au repos dans la chambre froide jusqu'à l'atteinte de la température ambiante.

Étape 2 : Filtration sous vide

Les échantillons étaient ensuite filtrés sous vide à l'aide de la pompe (filtre de fibre de verre Whatman de 47mm, 1,7 µm). Sur les filtres, sept lignes parallèles équidistantes étaient tracées afin de simplifier le tri visuel au stéréomicroscope (**Figure 9**).



Figure 9 – Filtration sous vide des échantillons après la digestion oxydative de la matière organique.

Étape 3 : Identification au stéréomicroscope

Le filtre était ensuite déposé dans une boîte de Petri identifiée et conservée pour des analyses ultérieures en microscopie. Les analyses ont été effectuées avec un stéréomicroscope *Leica Wild M10* (80X) de l'INRS. Les microplastiques ont ensuite été dénombrés un à un selon leur forme et leur couleur (**Figure 10**). Les particules de plastique de moins de 100 µm n'étaient pas prises en compte, puisqu'elles auraient normalement traversé le filtre lors de l'échantillonnage et il aurait été difficile de les identifier de manière fiable.



Figure 10 – Sur la photo de gauche : une boîte de pétri contenant les filtres à analyser une fois le traitement complété. Sur la photo de droite : le stéréomicroscope de l'INRS (Leica Wild M10, 80X). Une caméra connectée à l'appareil permet de visualiser sur un écran l'image du microscope.

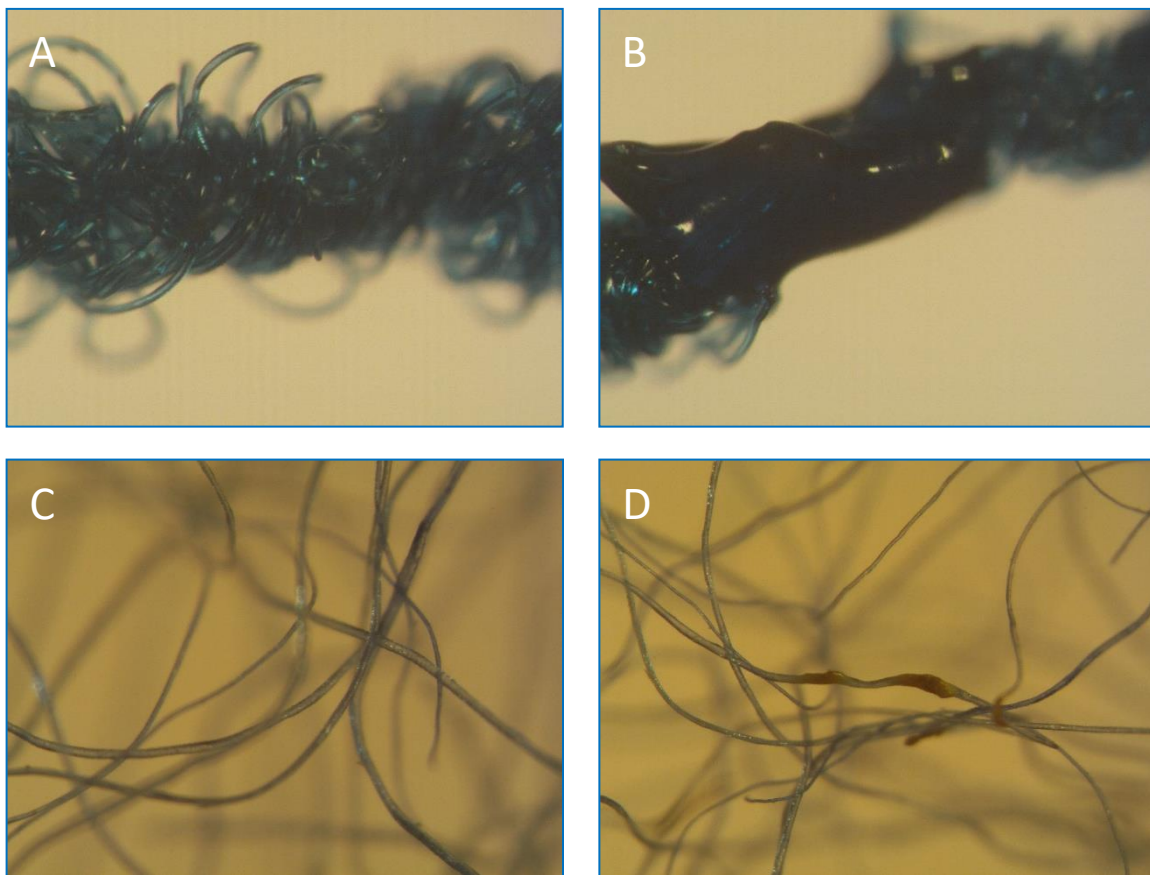
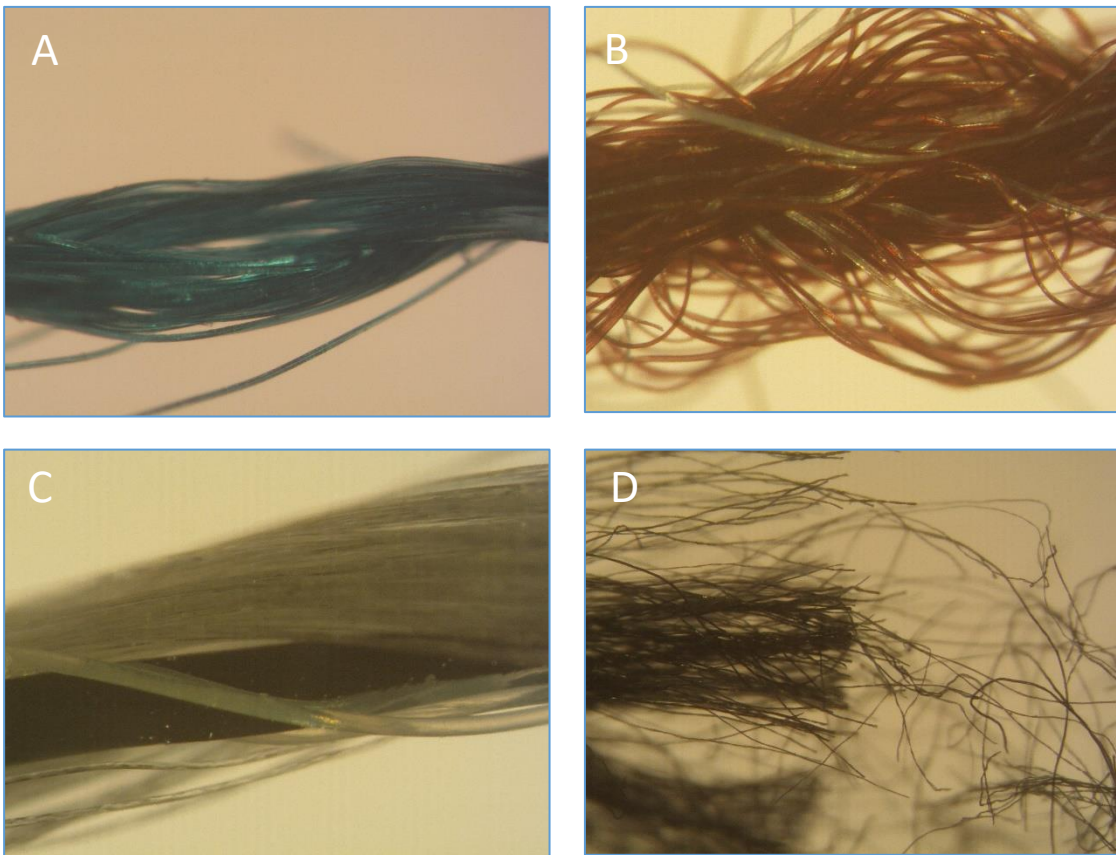


Figure 11 – Les photographies A et B présentent la réaction du nylon (fibre synthétique) avant (A) et après (B) le test de l'aiguille. Le nylon fond sous la chaleur. Les photographies C et D, présentent la réaction de la laine (fibre naturelle) avant (C) et après (D) le test de l'aiguille.

Les microplastiques sont généralement de la même épaisseur sur la totalité de la longueur et ne devraient pas être effilés à la pointe. Les particules teintées sont habituellement colorées de manière homogène. Les fibres n'apparaissent pas tordues ou segmentées. Même avec ces critères, il existe plusieurs exceptions et il est difficile d'identifier correctement tous les microplastiques. Ainsi, dans cette analyse, les particules ont été analysées de manière conservatrice en appliquant les critères mentionnés plus haut et en appliquant le test de l'aiguille. En effet, ce test permet généralement de distinguer le matériel biologique des pièces de plastique. Le plastique fond ou se courbe lorsqu'approché avec une aiguille chaude (**Figure 11**). Les fibres transparentes ont été exclues du dénombrement en raison de leur similarité avec les antennes et les fibres des différents organismes (animaux, plantes et protistes; *Norén et al. 2007*). Afin de vérifier, la forme et le comportement des différentes fibres naturelles et synthétiques, des fibres ont été récupérées au département de textile à la Maison des métiers d'art de Québec (MMAQ) (**Figure 12**) :

- Fibres naturelles : coton, laine, laine de mérinos, lin, soie;
- Fibres synthétiques : acétate, acrylique, nylon, polyester;
- Fibres artificielles (semi-synthétiques) : rayonne (fait à partir de cellulose).



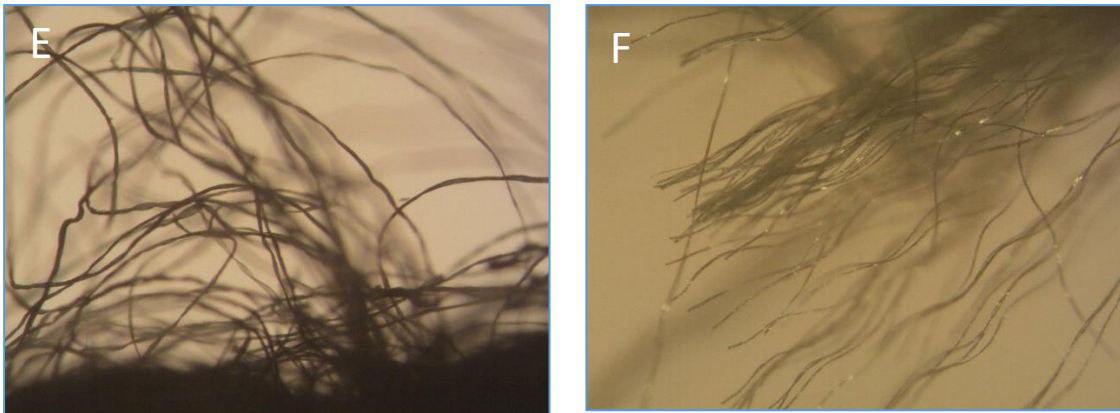


Figure 12 – Photos références des différentes fibres textiles récoltées à l'école des métiers d'art de Québec (polyester (A), acrylique (B), acétate (C), rayonne (D), coton (E) et soie (F)).

Certaines fibres telles que la laine et la rayonne présentent les mêmes caractéristiques que les fibres synthétiques, mais ne fondent pas, d'où l'avantage de faire le test de l'aiguille. La soie ressemble au plastique et se comporte de manière similaire à l'approche d'une aiguille chaude.

Somme toute, en excluant les fibres translucides ou transparentes, le risque de compter des fibres naturelles (faux positif) est relativement faible.

Étape 4 : Identification de la composition par spectroscopie FTIR



Figure 13 – Appareil à spectroscopie FTIR.

L'identification de la composition des particules ayant un diamètre de plus de 500 μm (minimum pour le lecteur de l'appareil) a ensuite été vérifiée par spectroscopie FTIR (Nicolet ISO50 FT-IR) au laboratoire de l'INRS.

L'appareil permet le tracé d'un spectre de longueur d'onde spécifique à l'échantillon, qui peut ensuite être comparé à la bibliothèque de spectre de l'INRS pour être identifié.

4 Résultats et interprétation

4.1 Densité de microplastiques

Des microplastiques ont été retrouvés dans tous les échantillons d'eau de surface collectés aux onze stations d'échantillonnage (n = 32).

Des microplastiques ont aussi été dénombrés sur tous les échantillons témoins (n = 32). Il a donc eu contamination lors des manipulations et/ou de la déposition atmosphérique. Afin de soustraire l'accumulation de microplastiques ne provenant pas de l'eau de surface, la densité des échantillons témoins a été soustraite à la densité des échantillons d'eau de surface. Les échantillons qui ont présenté des concentrations de plastique plus élevées sur leur témoin ont été écartés. Les échantillons E06 du 17 novembre et E07 du 26 octobre ont donc été retirés lors des analyses. Au laboratoire de l'INRS, 10 litres d'eau distillée ont été filtrés et aucun microplastiques n'a été détecté. En raison d'un manque de données sur la station E07, celle-ci n'a pas été prise en compte lors de l'analyse.

Les résultats sont exprimés en particules de plastique par litre (PP/L) et sont présentés au **Tableau 6**. Les valeurs négatives (en rouge) ont été écartées lors des analyses.

La contamination par la matière organique et les sédiments a été problématique. Même après la digestion, certains filtres étaient encore très contaminés ce qui réduisait la visibilité. De plus, en raison d'un certain manque de capacité de contrôle de l'instrument, la température a atteint plus de 70 °C. Une telle température peut causer la perte de certains types de microplastiques (*Munno et al. 2018*), et peut se traduire par une sous-estimation des quantités réelles de particules.

Tableau 6 – Concentration des particules de plastique selon les stations et les journées d'échantillonnage

Station	PP/L			Moyenne	Écart-type	Médiane
	26 octobre	10 novembre	17 novembre			
UTE	0,040	0,055	0,005	0,033	0,026	0,040
P08RH	0,000	0,030	0,020	0,017	0,015	0,020
E01	0,015	0,035	0,010	0,020	0,013	0,015
E02	0,015	0,050	0,055	0,040	0,022	0,050
E04	0,100	0,060	0,095	0,085	0,022	0,095
E06	0,070	0,035	-0,035	0,053	0,025	0,053
E07	-0,015	N/D	0,020	N/A	N/A	N/A
E28	0,125	0,050	0,020	0,065	0,054	0,050
E50	0,070	0,065	0,020	0,052	0,028	0,065
E54	0,030	0,080	0,160	0,090	0,066	0,080
E55	0,015	0,060	0,065	0,047	0,028	0,060

La concentration de microplastiques moyenne observée la plus faible est de 0,017 PP/L à la station P08RH. Cette station est située sur la rivière des Hurons dans les montagnes au nord du bassin versant du lac Saint-Charles, une région comptant peu d'habitations. La concentration moyenne maximale observée est de 0,090 PP/L à la station E54, soit plus de cinq fois plus élevées que la moyenne observée la plus faible. Cette station est située en aval de la station de traitement des eaux usées de la ville de Lac-Delage. La station E04 située à l'exutoire du lac Saint-Charles présente la seconde densité moyenne la plus élevée (0,085 PP/L), suivi par la station E28 sur la rivière Jaune (0,065 PP/L), la station E06 (0,053 PP/L) sur la rivière Nelson et par la station E50 (0,052 PP/L) située en amont du lac Saint-Charles.

Selon le test d'ANOVA ($\alpha = 0,05$ avec une P-value de 0,197), il n'y a pas de différence significative entre les densités de chacune des stations d'échantillonnage. Les hypothèses de base, soit de normalité et d'homoscédasticité (homogénéité des variances), ont été vérifiées. Ces tests sont présentés en annexe à la toute fin du présent rapport.

La **Figure 14** illustre la densité des particules de plastique par station d'échantillonnage. La médiane de la densité de microplastiques observée la plus élevée sur le bassin versant de la prise d'eau est celle à l'exutoire du lac Saint-Charles (E04; 0,095 PP/L). La station en aval de la station de traitement des eaux usées de la ville de Lac-Delage (E54 ; 0,080 PP/L) présente la deuxième médiane la plus élevée, alors que la station en amont du lac Saint-Charles, également située en aval de l'effluent de l'usine de traitement (E50 ; 0,065 PP/L), présente la troisième médiane la plus élevée, suivie de la station en aval de la station de traitement des eaux usées de la ville de Stoneham-et-Tewkesbury (E55 ; 0,060 PP/L). La station ayant la médiane la plus faible est celle en aval de la rivière des Hurons (E01 ; 0,015 PP/L), suivie de près par la station témoin P08RH (0,020 PP/L). La **Figure 15** présente la contamination des microplastiques, densité (PP/L) médiane de chacune des stations d'échantillonnage dans le bassin versant de la prise d'eau.

La densité diminue considérablement entre les stations E55 et E01, suggérant potentiellement une déposition des particules pendant le parcours (4,25 km) pouvant être causée par l'hydrodynamisme et le chemin sinueux de la partie aval de la rivière des Hurons. En effet, cet environnement turbulent peut entraîner l'agrégation de particules en suspension avec les microplastiques qui coulent ensuite au fond et qui s'accumulent dans les sédiments (*Crawford et Quinn 2017a*). Ce phénomène est positivement corrélé avec les événements de pluie qui apportent davantage de sédiments et de contaminants directement vers les lacs et les rivières. Les densités de plastique en aval de l'effluent (E54) de la station de la ville de Lac-Delage sont 1,6 fois plus grandes que l'amont (E02), et 4 fois plus importantes qu'à la station témoin P08RH, mais non significatives dans les deux cas (*T-test : P-value de 0,3367 et 0,1998*). La seule donnée disponible directement en amont de la station de traitement des eaux usées de la ville de Stoneham-et-Tewkesbury (E07) est de 0,02 PP/L. Il est difficile de tirer des conclusions avec seulement une donnée, mais en considérant cette valeur comme représentative, la concentration de microplastiques serait 3 fois plus élevée en aval de la station de traitement des eaux usées de Stoneham-et-Tewkesbury (E55).

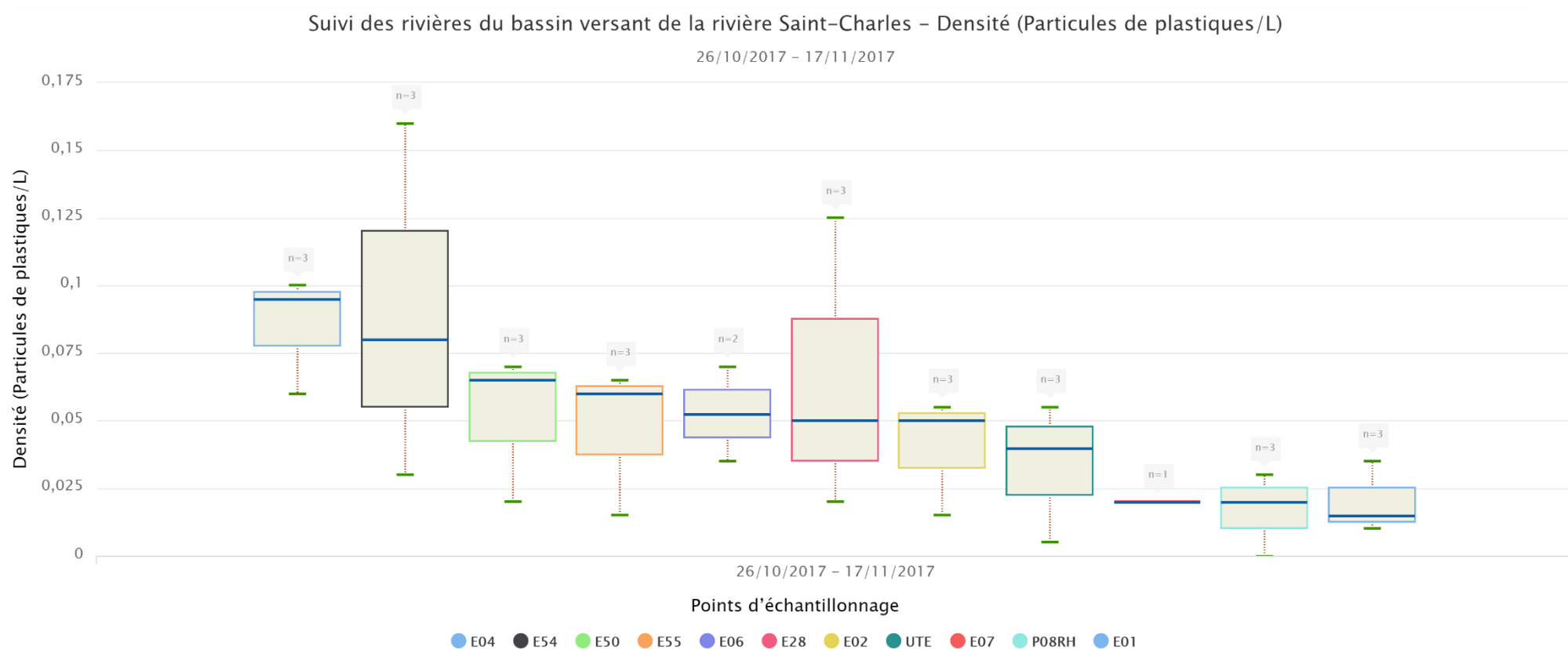


Figure 14 – Densité des particules de plastiques/L (PP/L) selon les stations d'échantillonnage dans le bassin versant de la prise d'eau.

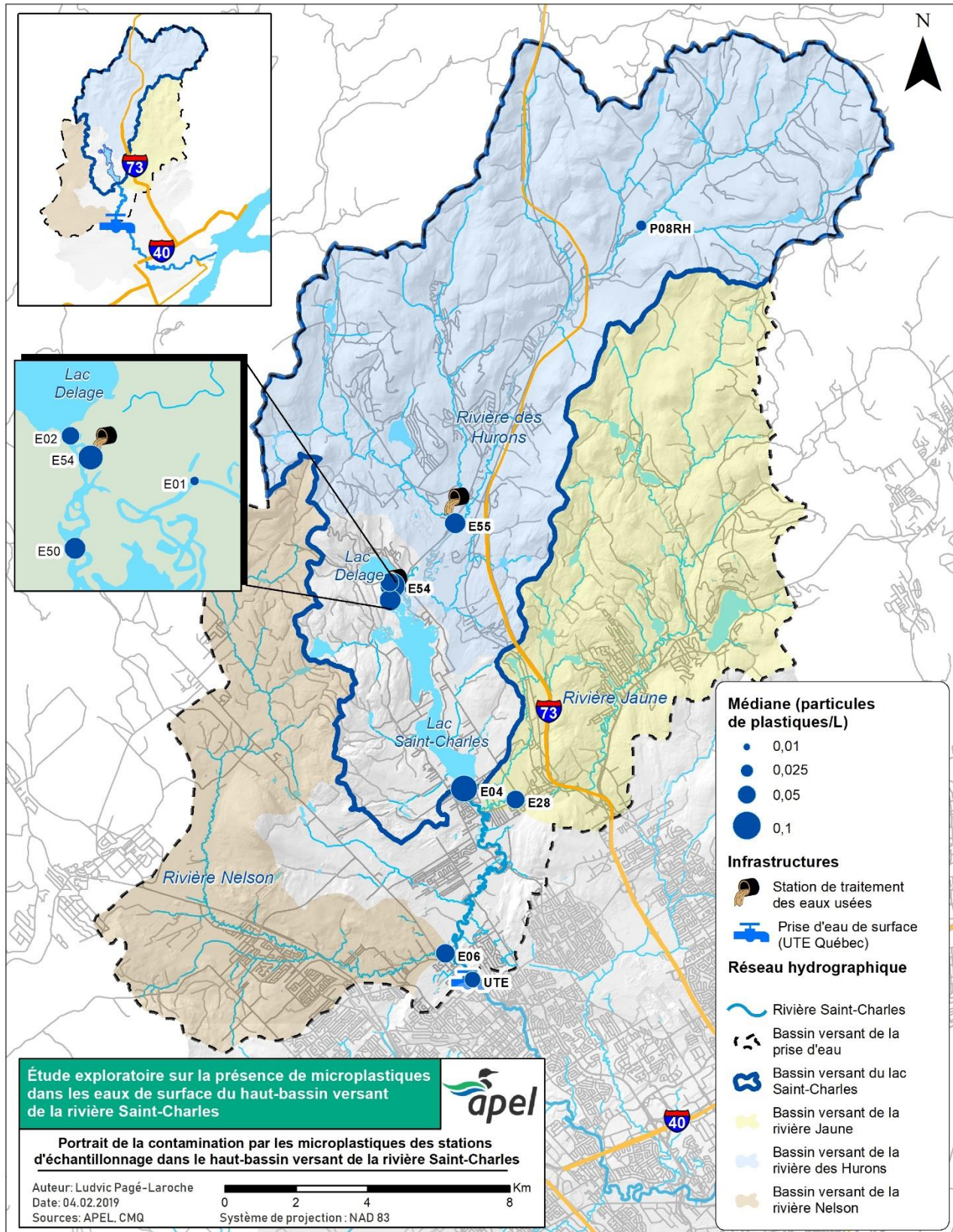


Figure 15 – Portrait de la contamination par les microplastiques (densité médiane, PP/L) des stations d'échantillonnage dans le haut bassin versant de la rivière Saint-Charles.

4.2 Formes des microplastiques

Afin de calculer la proportion de chaque forme, les quantités trouvées sur les filtres témoins, correspondant à la déposition atmosphérique (ou contamination), ont été soustraites des échantillons d'eau de surface pour chaque station. Ainsi, la vaste majorité des particules de plastique trouvées dans les échantillons étaient des microfibrilles (68 %), suivies des fragments (27 %), puis des mousses (5 %) (**Tableau 7** et **Figure 16**). Des exemples des différents types de formes sont montrés à la **Figure 17**. Les sources des microfibrilles sont généralement les effluents des stations de traitement des eaux usées, les rejets industriels, le lavage de vêtements synthétiques ou bien la déposition atmosphérique. Le ruissellement apporte aussi plusieurs contaminants de toutes formes et d'origine distinctes, en plus de contribuer à la fragmentation de plus larges particules. L'étendue des longueurs observées était de 100 µm à 3 mm.

Tableau 7 – Compilation du nombre de particules de plastique de chacun des types de formes en fonction des journées d'échantillonnage

Nombre de particules Formes	26-oct			10-nov			17-nov			Grand total
	Échantillon	Témoin	Total	Échantillon	Témoin	Total	Échantillon	Témoin	Total	
Microfibrilles	165	77	88	153	65	88	98	67	31	207
Fragments	6	2	4	10	2	8	71	0	71	83
Microbilles	0	0	0	0	0	0	1	0	1	1
Mousses	1	0	1	8	0	8	6	0	6	15
Total	172	79	93	171	67	104	176	67	109	306

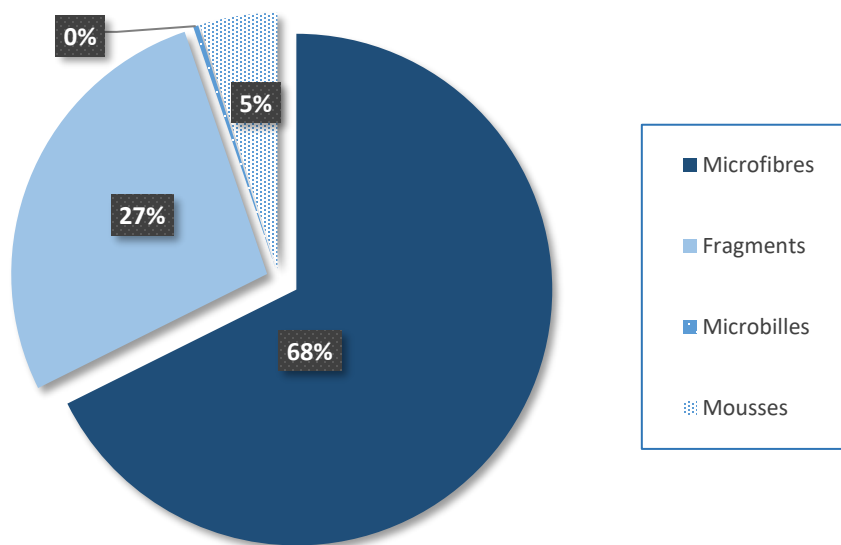


Figure 16 – Proportion des différentes formes de microplastiques retrouvées dans les échantillons d'eau de surface.

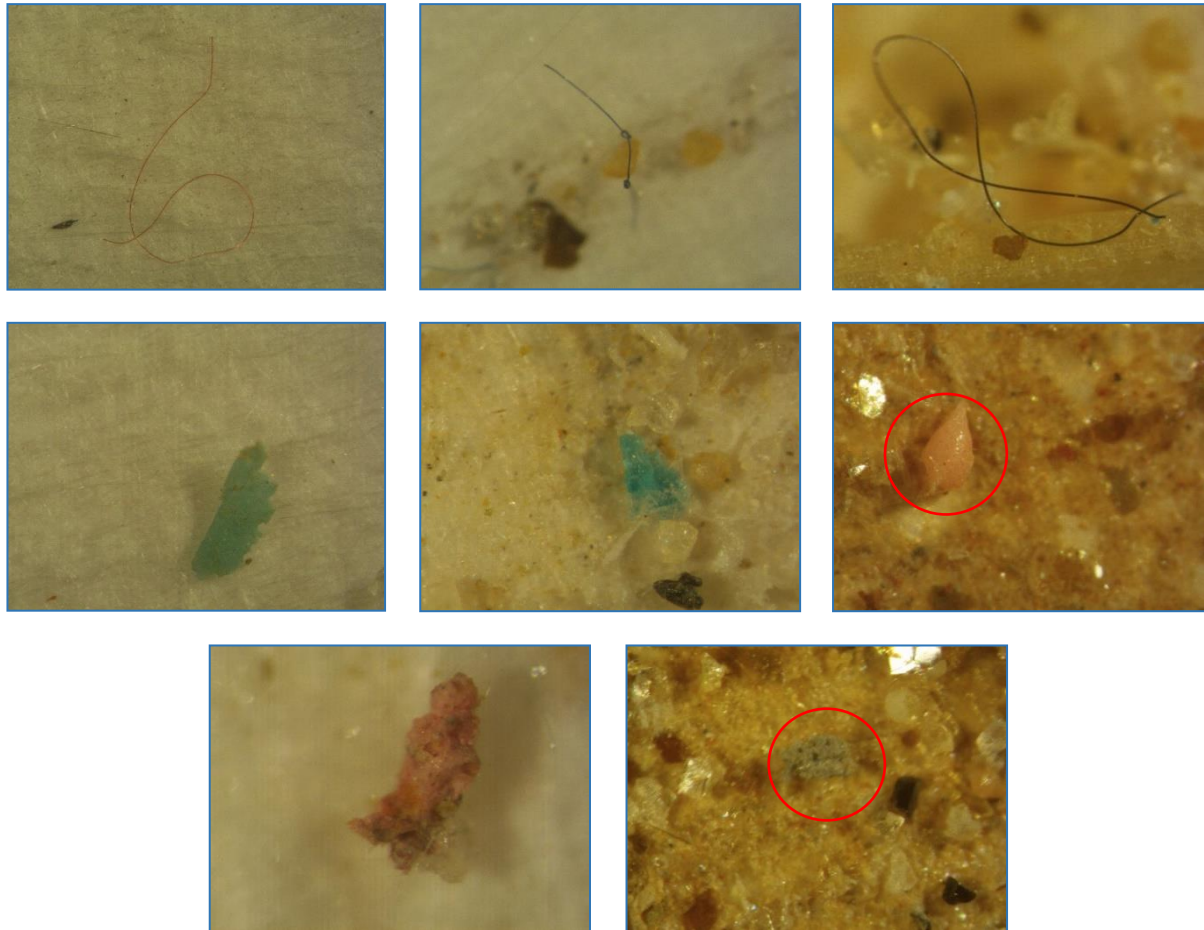


Figure 17 – Différents types de formes de particules de plastique (microfibres, fragments et mousses) retrouvées dans les échantillons d'eau de surface.

Certains fragments ont été compilés en tant que débris d'origines anthropiques (DOA), mais écartés lors des analyses puisque le manque d'information n'a pas permis d'identifier les particules. En effet, les fragments étant trop petits pour être examinés par spectroscopie FTIR, il a été impossible de confirmer leur composition. De plus, la présence anormalement élevée de 95 fragments dans l'échantillon E54 suggère une potentielle contamination des échantillons.



Figure 18 – Débris d'origines anthropiques retrouvés dans l'échantillon E54 du 17 novembre.

Certains fragments blancs et jaunes fluorescents ont été exclus des analyses en raison de leur similarité avec les vestes de sécurité portées par les observateurs.

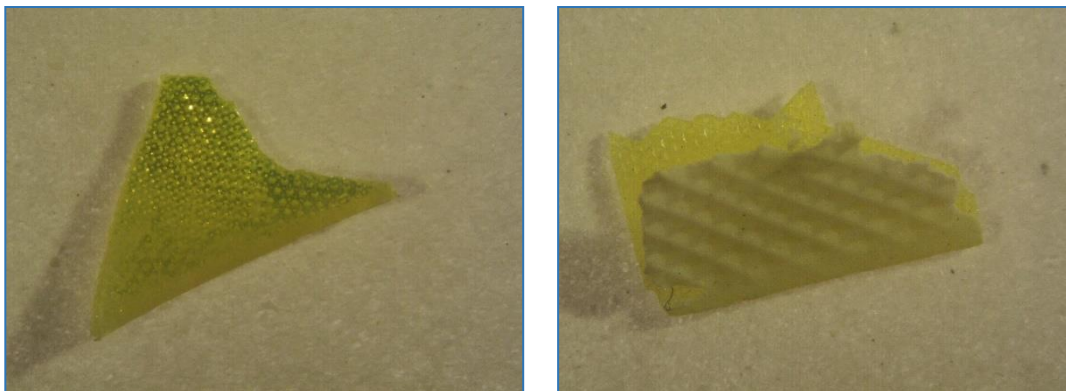


Figure 19 – Fragments blancs et jaunes fluorescents des stations E04, E50 et E54 du 10 novembre.

4.3 Couleur des microplastiques

La proportion de chacune des catégories de couleur a été calculée de la même manière que les différents types de formes. Les couleurs les plus fréquemment rencontrées sont le noir/brun (44 %), le bleu (18 %) et le rouge (13 %), toutes catégories de formes confondues (**Tableau 8** et **Figure 20**). Il est important de préciser que les fibres transparentes/translucides n'ont pas été comptées en raison de la ressemblance avec le matériel biologique, résultant probablement d'une sous-estimation des quantités réelles de microplastiques dans les échantillons. Bien que la couleur ne soit pas la caractéristique la plus déterminante de l'impact environnemental (*Gallagher et al 2016*), elle est reliée à l'adsorption des contaminants et peut être associée aux polluants organiques persistants (*Castro et al. 2016*). De plus, une gamme de couleur élargie indique que les plastiques proviennent d'un large éventail de source (*Gallagher et al. 2016*).

Finalement, les microplastiques bleu pâle ont été exclus des analyses lorsque la corde bleue était utilisée pour récolter l'eau (**Tableau 5**) puisque des quantités élevées ont été retrouvées dans ceux-ci. L'analyse par spectroscopie IR confirme aussi que la composition des particules est la même (voir la section 4.4 spectroscopie FTIR).

Tableau 8 – Compilation du nombre de particules de plastique de chacune des classes de couleur en fonction des journées d'échantillonnage

Classe de couleur	26 octobre 2017			10 novembre 2017			17 novembre 2017			Grand total
	Échantillon	Témoin	Total	Échantillon	Témoin	Total	Échantillon	Témoin	Total	
Noir/Brun	88	51	37	93	38	55	82	40	42	134
Rouge	11	7	4	23	3	20	22	6	16	40
Bleu	35	10	25	28	7	21	20	11	9	55
Bleu pâle	4	0	4	1	0	1	23	0	23	28
Blanc	3	0	3	1	0	1	9	0	9	13
Vert	2	2	0	5	2	3	3	3	0	3
Jaune/Orange	10	3	7	9	13	-4	3	4	-1	2
Gris	17	6	11	11	4	7	6	3	3	21
Transparent	2	0	2	0	0	0	8	0	8	10
Total	172	79	93	171	67	104	176	67	109	306

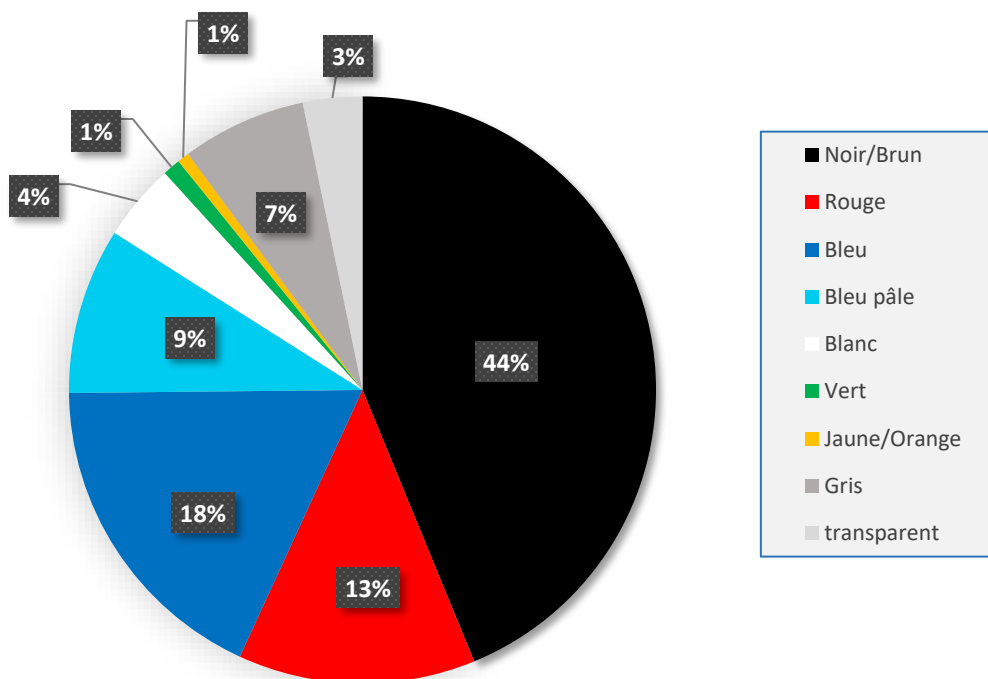


Figure 20 – Proportions des différentes classes de couleurs retrouvées dans les échantillons d'eau de surface.

4.4 Spectroscopie FTIR

Lorsque nécessaire, l'identification finale de certaines particules a été effectuée par spectroscopie FTIR. Le spectre de l'échantillon obtenu est alors comparé au standard connu des polymères de la base de données de l'INRS⁴, et les correspondances de plus de 70 % sont acceptées (*MSFD GES Technical Subgroup on Marine Litter, 2013*).

Tableau 9 – Identification de la composition par spectroscopie FTIR des différentes particules de plastique de chacune des stations

Identification	Date	Couleur	Forme	Composé (en anglais)	Accord (%)	Bibliothèque (en anglais)	Index
E54-10 nov	2019-03-18	Jaune réfléchissant	FR	Polyvinyl Chloride #4	85,28	Polymer Additives and Plasticizers	522
	2019-03-18	Bleu	FR	Polystyrene Resin	94,31	Polymer Additives and Plasticizers	179
E04-10 nov	2019-03-18	Blanc	FR	Polyvinyl Chloride #4	76,26	Polymer Additives and Plasticizers	522
E50-10 nov	2019-03-18	Amas bleu pâle	FR/F	Polypropylene+poly(ethylene:propylene)	94,76	Hummel Polymer and Additives	322
	2019-03-18	Jaune fluorescent	FR	Polyvinyl Chloride #4	81,36	Polymer Additives and Plasticizers	522
E02-17 nov	2019-03-18	Transparent	FR	Polyethylene type F	94,89	Polymer Additives and Plasticizers	305
P08RH-17 nov	2019-03-18	Transparent Gelatineux	FR	Poly(ethylene:propylene:diene)	92,64	Hummel Polymer Sample Library	32
E54-17 nov	2019-03-18	Noir	FR	Polyether urethane, PPO+MBI, pyrol.	76,82	Hummel Polymer and Additives	265
	2019-03-18	Bleu	FR	Polystyrene Resin	92,49	Polymer Additives and Plasticizers	179
E55-17 nov	2019-03-25	Transparent	FR	Polyethylene oxidized high molecular weigh	87,11	HR Aldrich polymer	212
Corde Bleu	2019-03-25	Bleu	F	Polypropylene+poly(ethylene:propylene)	87,25	Hummel Polymer and Additives	322

* Les éléments en rouge ont été identifiés comme étant des éléments de contamination.

⁴ Base de données de la bibliothèque de polymère de l'INRS : Aldrich polymer, HR aldrich polymers, HR coatings technology, HR hummel polymer and additives, HR industrial coatings, HR polymer additives and plasticizers, hummel polymer and additives, hummel polymer sample library, polymer additives and plasticizers.

Parmi ceux-ci, la veste de sécurité (fragments jaunes et blancs, E54, E04 et E50 du 10 novembre) ainsi que les microplastiques bleu pâle de la station E50 du 10 novembre qui possèdent le même spectre que la corde bleue utilisée lors de l'échantillonnage. Pour cette raison, les fragments présents aux stations l'ayant utilisée ont été exclus lors des analyses.

La **Figure 21** présente divers plastiques dont la composition a été identifiée par spectroscopie FTIR. L'équipement de laboratoire ne permettait pas l'identification des particules inférieures à 500 µm. Aucune fibre n'a donc pu être identifiée à l'aide de cette technique.

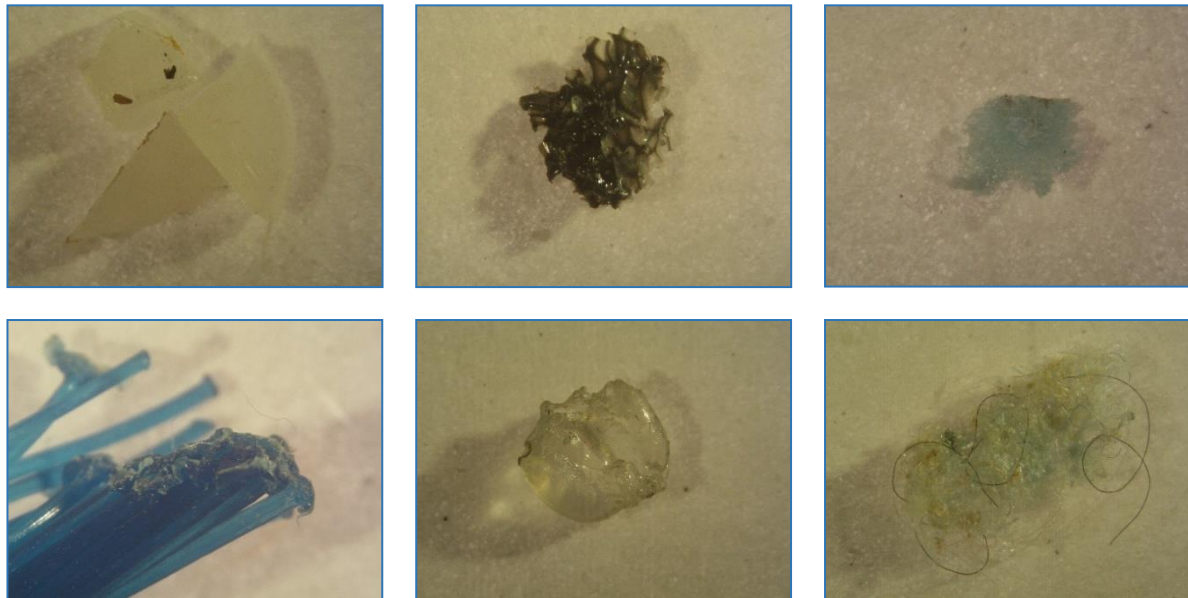


Figure 21 – Particules de plastique ayant été identifiées par spectroscopie FTIR. À partir de la photo à gauche en haut : FR transparent E02-17 nov, FR noir E54-17nov, FR bleu E54-17 nov, corde bleue, FR transparent gélatineux et amas bleu pâle E50-10 nov.

5 Conclusion

L'engouement et les récentes études ont démontré la nécessité de réaliser une étude préliminaire sur la présence des microplastiques dans le haut bassin versant de la rivière Saint-Charles et, plus précisément, dans le lac Saint-Charles et ses tributaires. Il a également été question d'évaluer l'importance des stations de traitement des eaux usées de la ville de Lac-Delage et de la municipalité des cantons unis de Stoneham-et-Tewkesbury en tant que sources en microplastiques.

La réalisation d'une revue de littérature sur les microplastiques a permis d'élaborer un protocole de laboratoire adapté aux objectifs de l'étude en fonction du temps et du budget alloués.

Ainsi, les différentes étapes de l'étude (analyse cartographique, échantillonnage des différentes stations sur le bassin versant de la prise d'eau et analyse laboratoire) ont permis à l'APEL de dresser un premier portrait de la présence de microplastiques dans les cours d'eau du territoire. Ils ont également permis de tester les protocoles d'échantillonnage et d'analyse en laboratoire.

Les densités des médianes retrouvées sur le territoire s'étendent de 0,015 PP/L à 0,095 PP/L. Les zones les plus contaminées présentant les médianes les plus élevées sont E04 (0,095 PP/L), E54 (0,08 PP/L), E50 (0,065 PP/L) et E55 (0,06PP/L).

La contamination de la station E04, située à l'exutoire du lac Saint-Charles, suggère que le lac accumulerait des microplastiques provenant d'une ou plusieurs sources. Emmagasinant sur leur surface divers polluants organiques persistants, les microplastiques une fois ingérés, peuvent contribuer au phénomène de bioaccumulation des contaminants dans la chaîne trophique.

Une partie pourrait être expliquée par les stations de traitement des eaux usées. En effet, les stations E54 et E50 en aval de la station de traitement des eaux usées de Lac-Delage et la station E55 en aval de la station de Stoneham-et-Tewkesbury présentent toutes des médianes de densité plus élevées qu'en amont. L'hypothèse que les stations de traitement des eaux usées contribuent à cette augmentation est envisageable. L'urbanisation et l'imperméabilisation des sols augmentent le ruissellement des eaux de pluie et pourraient contribuer à la contamination par les microplastiques. Les ISA sur le territoire pourraient possiblement contribuer à cette pollution. Une autre source pourrait être la déposition atmosphérique.

L'abondance des différentes méthodes d'échantillonnage, de traitement des échantillons et d'identification des microplastiques rend la comparaison avec les autres études très ardue. Une étude semblable effectuée par *Vermaire et al. (2017)* rapporte une étendue de médiane de 0,05 à 0,24 fragment par litre dans la rivière des Outaouais, ce qui est supérieur aux valeurs présentées dans ce rapport.

Pour le moment, il est difficile d'évaluer le degré de contamination du lac Saint-Charles par les microplastiques. Afin de mieux documenter le phénomène, des études sur la contamination des microplastiques dans les sédiments devraient être envisagées. Également, un suivi et des analyses plus poussées d'échantillon d'eau de surface devraient être réalisés, notamment près des stations de traitement des eaux usées, à l'exutoire et sur le lac Saint-Charles. Finalement, il est nécessaire d'optimiser les différentes étapes d'analyse en laboratoire afin de nettoyer plus adéquatement les échantillons et de

peaufiner le protocole d'échantillonnage. Il est essentiel de limiter l'utilisation de matériaux de plastique lors de l'échantillonnage sur le terrain, afin de réduire les risques de contamination.

6 Recommandations

Le **Tableau 10** suivant dresse une liste des actions pouvant être entreprises afin d'améliorer la qualité de l'eau dans le bassin versant de la prise d'eau potable en regard à la présence de microplastiques.

Tableau 10 – Liste des recommandations afin d'améliorer la qualité de l'eau du lac Saint-Charles

Stations	Problèmes détectés	Sources potentielles	Actions à entreprendre
E50, E54 et E55 (stations en aval des stations de traitement des eaux usées)	Présence de microplastiques	Stations de traitement des eaux usées, eau de lavage de vêtements synthétiques, déposition atmosphérique, installations septiques autonomes	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Raccordement au réseau d'égout des stations de traitement des eaux usées en aval de la prise d'eau. Sinon, regarder la possibilité d'ajouter un système de filtration ou autre traitement plus avancé ▪ Sensibilisation des citoyens à la contamination par les microplastiques des cours d'eau, discussion des enjeux et solutions afin de réduire la contamination (p. ex. : dans une lettre de sensibilisation). ▪ Utilisation de sac de lavage récupérant les fibres (p. ex. : « Guppy friends »). ▪ Utilisation de technologie filtrante (p. ex. : « Lint LUV-R ») qui se branche à la laveuse (McIlwraith et al. 2019).
E04	Présence de microplastiques	Stations de traitement des eaux usées, déposition atmosphérique, eaux de ruissellement, installations septiques autonomes, équipements nautiques récréatifs	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Idem que précédemment. ▪ Vérifier la contamination dans les sédiments et les berges. ▪ Vérification de la présence de microplastiques dans l'eau du lac Saint-Charles. ▪ Étudier l'impact des installations septiques autonomes en tant que contaminants de microplastiques.
Entre la station E55 et E01	Diminution de la densité de microplastiques entre les deux stations	Stations de traitement des eaux usées, eau de lavage de vêtements synthétiques	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Ajouter des stations d'échantillonnage entre les deux stations. ▪ Vérifier la contamination dans les sédiments et l'eau de surface.

Le **Tableau 11** dresse une liste de recommandations afin d'améliorer le protocole d'échantillonnage et de laboratoire

Tableau 11 – Liste des recommandations afin d'améliorer les protocoles d'échantillonnage et de laboratoire

Protocole	Problèmes détectés	Sources potentielles	Actions à entreprendre
Échantillonnage	Contamination	Vêtements et équipements synthétiques, déposition atmosphérique	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Éviter l'utilisation de matériel et équipement synthétiques lors de l'échantillonnage. ▪ Afin d'éviter le plus possible la contamination, récupérer une quantité fixe. (p. ex. : 4L) et filtrer directement au laboratoire (très peu de chance de contamination). Faire des essais afin de connaître la quantité suffisante. ▪ Filtrer moins d'eau sur le filtre (p. ex. : 50 L).
Échantillonnage	Comparaison des données	N/A	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Faire des transects avec un filet pour plancton afin de comparer la densité de particules de plastique de manière plus précise avec les autres études. ▪ Tester l'utilisation de filet pour plancton/neuston dans les rivières (<i>Karlsson et al. 2018</i>). ▪ Échantillonner à d'autres moments de l'année afin de vérifier la variation saisonnière.
Laboratoire	Protocole à optimiser	N/A	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Afin de vérifier l'efficacité de récupération des microplastiques, faire des échantillons témoins avec des quantités précises de chaque type, calculer ensuite le pourcentage de récupération. ▪ Optimiser chacune des étapes du protocole afin de nettoyer plus adéquatement les échantillons.
Échantillonnage et laboratoire	Protocole à optimiser	N/A	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Prévoir une rencontre avec le centre d'expertise en analyse environnemental du Québec (CEAEQ) pour discuter de leur protocole d'échantillonnage et de laboratoire.

7 Références

- APEL (2019). *Le lac Saint-Charles*. [En ligne] <http://www.apel-maraisdunord.org/apel/territoire/lac-saint-charles/>.
- Baztan, J., Carrasco, A., Chouinard, O., Cleaud, M., Gabaldon, J.E., Huck, T., Jaffes, L., Jorgensen, B., Miguelez, A., Paillard, C., Vanderlinden, J.-P. (2014). *Protected areas in the Atlantic facing the hazards of micro-plastic pollution: first diagnosis of three islands in the Canary Current*. *Mar. Pollut. Bull.* 80, 302e311. [En ligne] <http://dx.doi.org/10.1016/j.marpolbul.2013.12.052>.
- Brennecke D., Ferreira E. C., Costa T. M. M., Appel D., da Gama B. A. P., & Lenz M. (2015). Ingested microplastics (>100µm) are translocated to organs of the tropical fiddler crab *Uca rapax*. *Marine Pollution Bulletin*, 96(1-2), 491 - 495. doi:10.1016/j.marpolbul.2015.05.001.
- Castañeda, Rowshyra A., Suncica Avlijas, M. Anouk Simard, et Anthony Ricciardi. (2014). « Microplastic pollution in St. Lawrence River sediments ». *Canadian Journal of Fisheries and Aquatic Sciences* 71 (12): 1767-71. <https://doi.org/10.1139/cjfas-2014-0281>.
- Catarino AI, Thompson R, Sanderson W, Henry TB. (2017). *Development and optimization of a standard method for extraction of microplastics in mussels by enzyme digestion of soft tissues*. *Environ Toxicol Chem* 36:947–951.
- Cole M., Lindeque P., Halsband C., & Galloway T. S. (2011). Microplastics as contaminants in the marine environment: A review. *Marine Pollution Bulletin*, 62(12), 2588–2597. doi:10.1016/j.marpolbul.2011.09.025.
- Castro R.O., Silva M.L., Marques M.R.C., de Araujo F.V. (2016). *Evaluation of microplastics in Jurujuba Cove, Niterói, RJ, Brazil, an area of mussels farming*. *Mar. Pollut. Bull.* 110, 555–558. [En ligne] <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.05.037>.
- Crawford, Christopher Blair, et Brian Quinn. (2017a). *Microplastic Collection Techniques*. In *Microplastic Pollutants*, 179-202. Elsevier. [En ligne] <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809406-8.00008-6>.
- Crawford, Christopher Blair, et Brian Quinn. (2017b). *Microplastic Identification Techniques*. In *Microplastic Pollutants*, 219-67. Elsevier. [En ligne] <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809406-8.00010-4>.
- Crichton Erika M., Marie Noël Esther A. Gies, et Peter S. Ross. (2017). *A Novel, Density-Independent and FTIR-Compatible Approach for the Rapid Extraction of Microplastics from Aquatic Sediments*. *Analytical Methods* 9 (9): 1419-28. [En ligne] <https://doi.org/10.1039/C6AY02733D>.
- Erni-Cassola Gabriel, Matthew I. Gibson, Richard C. Thompson et Joseph A. Christie-Oleza. (2017). *Lost, but Found with Nile Red: A Novel Method for Detecting and Quantifying Small Microplastics (1 Mm to 20 Mm) in Environmental Samples*. *Environmental Science & Technology* 51 (23): 13641-48. [En ligne] <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b04512>.

- Eriksen, Marcus, Sherri Mason, Stiv Wilson, Carolyn Box, Ann Zellers, William Edwards, Hannah Farley, et Stephen Amato. (2013). « Microplastic Pollution in the Surface Waters of the Laurentian Great Lakes ». *Marine Pollution Bulletin* 77 (1-2): 177-82. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2013.10.007>.
- De Witte B., Devriese L., Bekaert K., Hoffman S., Vandermeersch G., Cooreman K., Robbens K. (2014). Quality assessment of the blue mussel (*Mytilus edulis*): Comparison between commercial and wild types. *Marine Pollution Bulletin*, 85(1):146-155. doi: 10.1016/j.marpolbul.2014.06.006.
- De Souza Machado et al. (2018). *Microplastics as an Emerging Threat to Terrestrial Ecosystems*. [En ligne] <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/29245177>.
- Dris Rachid, Imhof Hannes, Sanchez Wilfried, Gasperi Johnny, Galgani François, Tassin Bruno, Laforsch Christian (2015). *Beyond the ocean: contamination of freshwater ecosystems with (micro-)plastic particles*. *Environmental Chemistry* 12, 539-550.
- Gallagher A., et al. (2016). Microplastics in the Solent estuarine complex, UK: An initial assessment. *Marine Pollution Bulletin*. [En ligne] <http://dx.doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.04.002>.
- Gasperi J., Wright S. L., Dris R., Collard F., Mandin C., Guerrouache M., Langlois Valérie, Kelly Frank J., Tassin B. (2018). *Microplastics in air: Are we breathing it in? Current Opinion in Environmental Science & Health*, 1, 1–5. doi:10.1016/j.coesh.2017.10.002.
- GESAMP. (2015). *Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment: part two of a global assessment*. [En ligne] <http://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=XF2017002714>.
- Graham E.R., Thompson J.T. (2009). *Deposit- and suspension-feeding sea cucumbers (Echinodermata) ingest plastic fragments*. *J. Exp. Mar. Biol. Ecol.* 368, 22e29. [En ligne] <http://dx.doi.org/10.1016/j.jembe.2008.09.007>.
- Herrera Alicia, Paloma Garrido-Amador, Ico Martínez, María Dolores Samper, Juan López-Martínez, May Gómez, et Theodore T. Packard. (2018). Novel Methodology to Isolate Microplastics from Vegetal-Rich Samples. *Marine Pollution Bulletin* 129 (1): 61-69. [En ligne] <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.02.015>.
- Hidalgo-Ruz Valeria, Lars Gutow, Richard C. Thompson, et Martin Thiel. (2012). *Microplastics in the Marine Environment: A Review of the Methods Used for Identification and Quantification*. *Environmental Science & Technology* 46 (6): 3060-75. [En ligne] <https://doi.org/10.1021/es2031505>.
- Li Jingyi, Huihui Liu, et J. Paul Chen. (2018). *Microplastics in Freshwater Systems: A Review on Occurrence, Environmental Effects, and Methods for Microplastics Detection*. *Water Research* 137 (juin): 362-74. [En ligne] <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.12.056>.
- Masura J., et al. (2015). *Laboratory methods for the analysis of microplastics in the marine environment: recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments*. NOAA Technical Memorandum NOS-OR&R-48.
- Maes Thomas, Rebecca Jessop, Nikolaus Wellner, Karsten Haupt, et Andrew G. Mayes. (2017). *A Rapid-Screening Approach to Detect and Quantify Microplastics Based on Fluorescent*

- Tagging with Nile Red*. Scientific Reports 7 (1). [En ligne] <https://doi.org/10.1038/srep44501>.
- McIlwraith Hayley K., Jack Lin, Lisa M. Erdle, Nicholas Mallos, Miriam L. Diamond, et Chelsea M. Rochman. (2019). Capturing Microfibers – Marketed Technologies Reduce Microfiber Emissions from Washing Machines. *Marine Pollution Bulletin* 139 (février): 40-45. [En ligne] <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.12.012>.
- Munno Keenan, Paul A. Helm, Donald A. Jackson, Chelsea Rochman, et Alina Sims. (2018). *Impacts of Temperature and Selected Chemical Digestion Methods on Microplastic Particles: Impacts of Temperature and Digestion Method on Microplastics*. *Environmental Toxicology and Chemistry* 37 (1): 91-98. [En ligne] <https://doi.org/10.1002/etc.3935>.
- MSFD GES Technical Subgroup on Marine Litter. (2013). *Monitoring Guidance for Marine Litter in European Seas*, Draft Report. European Commission, Brussels.
- Norén F. (2007). *Small plastic particles in Coastal Swedish waters*. KIMO Sweden.
- Nuelle M.-T., Dekiff J. H., Remy D., & Fries E. (2014). *A new analytical approach for monitoring microplastics in marine sediments*. *Environmental Pollution*, 184, 161–169. doi:10.1016/j.envpol.2013.07.027.
- Rodríguez-Seijo Andrés, et Ruth Pereira. (2017). *Morphological and Physical Characterization of Microplastics*. In *Comprehensive Analytical Chemistry*, 75:49-66. Elsevier. [En ligne] <https://doi.org/10.1016/bs.coac.2016.10.007>.
- Shim Won Joon, Young Kyoung Song, Sang Hee Hong et Mi Jang. (2016). Identification and Quantification of Microplastics Using Nile Red Staining. *Marine Pollution Bulletin* 113 (1-2): 469-76. [En ligne] <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.10.049>.
- Triebskorn R., Braunbeck T., Grummt T., Hanslik L., Huppertsberg S., Jekel M., Knepper P. T., Kraiss S., Müller Y., Pittroff M., Ruhl Aki S., Schmiege H., Schür C., Strobel C., Wagner M., Zumbülte N., Köhler, H.-R. (2018). *Relevance of nano- and microplastics for freshwater ecosystems: a critical review*. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. doi:10.1016/j.trac.2018.11.023.
- PlasticsEurope. (2018). *An analysis of European plastics production, demand and waste data*. The Association of Plastics Manufacturers in Europe and EPRO. [En ligne] <https://www.plasticseurope.org/en/resources/market-data>.
- Van Cauwenberghe L., Devriese L., Galgani F., Robbens J., Janssen C.R., *Microplastics in sediments: A review of techniques, occurrence and effects*, *Marine Environmental Research* (2015). doi: 10.1016/j.marenvres.2015.06.007.
- Vermaire Jesse C., Carrington Pomeroy, Sofia M. Herczegh, Owen Haggart, et Meaghan Murphy. (2017). *Microplastic Abundance and Distribution in the Open Water and Sediment of the Ottawa River, Canada, and Its Tributaries*. Édité par Daniel E. Schindler. *FACETS* 2 (1): 301-14. [En ligne] <https://doi.org/10.1139/facets-2016-0070>.
- Vianello A., Boldrin A., Guerriero P., Moschino V., Rella R., Sturaro A., Da Ros L. (2013). *Microplastic particles in sediments of Lagoon of Venice, Italy: first observations on occurrence, spatial patterns and identification*. *Estuar. Coast. Shelf Sci.* 130, 54e61. [En ligne] <http://dx.doi.org/10.1016/j.ecss.2013.03.022>.

- Wagner et al. (2014). *Microplastics in freshwater ecosystems : what we know and what we need to know*. Environmental Sciences Europe. [En ligne] <http://www.enveurope.com/content/26/1/12>.
- Wang Wenfeng, Anne Wairimu Ndungu, Zhen Li, et Jun Wang. (2017). *Microplastics Pollution in Inland Freshwaters of China: A Case Study in Urban Surface Waters of Wuhan, China*. Science of The Total Environment 575 (janvier): 1369-74. [En ligne] <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.09.213>.
- WWF. (2019). *No plastic in nature: assessing plastic ingestion from nature to people*. An analysis for the World Wildlife Fund by Dalberg and the University of Newcastle Australia. [En ligne]

Annexe 1 Tests statistiques

T-TEST entre E54 et P08RH

	E54	P08RH
Moyenne	0,09	0,016666667
Variance	0,0043	0,000233333
Observations	3	3
Différence hypothétique des moyennes	0	
Degré de liberté	2	
Statistique t	1,886484437	
P(T<=t) unilatéral	0,099933868	
Valeur critique de t (unilatéral)	2,91998558	
P(T<=t) bilatéral	0,199867736	
Valeur critique de t (bilatéral)	4,30265273	

T-TEST entre E54 et E02

	E54	E02
Moyenne	0,09	0,04
Variance	0,0043	0,000475
Observations	3	3
Différence hypothétique des moyennes	0	
Degré de liberté	2	
Statistique t	1,253267979	
p(T<=t) bilatéral	0,168381734	
Valeur critique de t (unilatéral)	2,91998558	
P(T<=t) bilatéral	0,336763468	
Valeur critique de t (bilatéral)	4,30265273	

Tests des hypothèses de base :

Test de l'hypothèse de normalité des résidus (Particules de plastique/L) :

W	0,947
p-value (bilatérale)	0,153
alpha	0,05

Interprétation du test :

H0 : Les résidus suivent une loi Normale.

Ha : Les résidus ne suivent pas une loi Normale.

Etant donné que la p-value calculée est supérieure au niveau de signification
seuil $\alpha=0,05$, on ne peut pas rejeter l'hypothèse nulle H0.

**Test d'homoscédasticité des résidus (Particules de plastique/L) – Station
(Test levene) :**

F	1,971
DDL1	9
DDL2	19
p-value (bilatérale)	0,102
alpha	0,05

Interprétation du test :

H0 : Les résidus sont homoscédastiques

Ha : Les résidus sont hétéroscédastiques

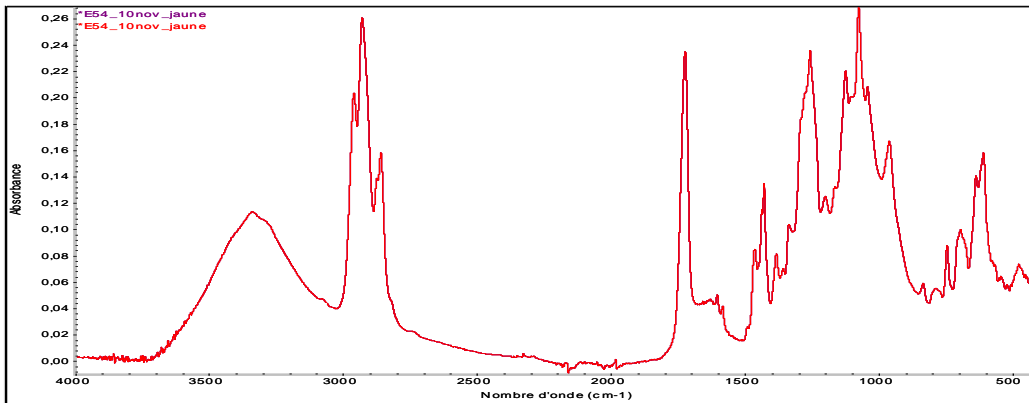
Etant donné que la p-value calculée est supérieure au niveau de signification
seuil $\alpha=0,05$, on ne peut pas rejeter l'hypothèse nulle H0.

**Analyse de la variance (Particules de
plastique/L) :**

Source	DDL	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F	Pr > F
Modèle	9	0,016	0,002	1,562	0,197
Erreur	19	0,022	0,001		
Total corrigé	28	0,039			

Calculé contre le modèle $Y=\text{Moyenne}(Y)$

Annexe 2 Spectroscopie FTIR



Lun Mar 18 09:27:50 2019 (GMT-04:00)

RECHERCHE:

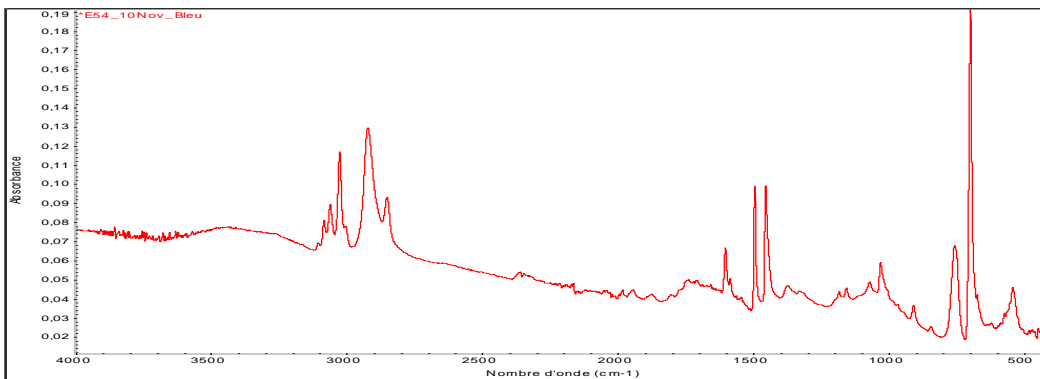
Spectre: *E54_10nov_jaune

Région: 3994,34-455,13

Recherche par: Corrélation

Liste accords:

Index	Accord	Composant	Bibliothèque
522	85,28	POLYVINYL CHLORIDE #4	Polymer Additives and Plasticizers
522	82,70	POLYVINYL CHLORIDE #4	HR Polymer Additives and Plasticizers
444	81,91	TYGON B-44-4X	Polymer Additives and Plasticizers
646	81,76	LYNCOR PVC	HR Industrial Coatings
444	81,53	TYGON B-44-4X	HR Polymer Additives and Plasticizers
1668	81,50	GEON 137	HR Industrial Coatings
521	80,99	POLYVINYL CHLORIDE #3	Polymer Additives and Plasticizers
454	79,79	TYGON S-50-HL	Polymer Additives and Plasticizers
459	79,21	FLUOROCARBON - FEP #1	Polymer Additives and Plasticizers
454	78,50	TYGON S-50-HL	HR Polymer Additives and Plasticizers



Lun Mar 18 09:39:38 2019 (GMT-04:00)

RECHERCHE:

Spectre: *E54_10Nov_Bleu

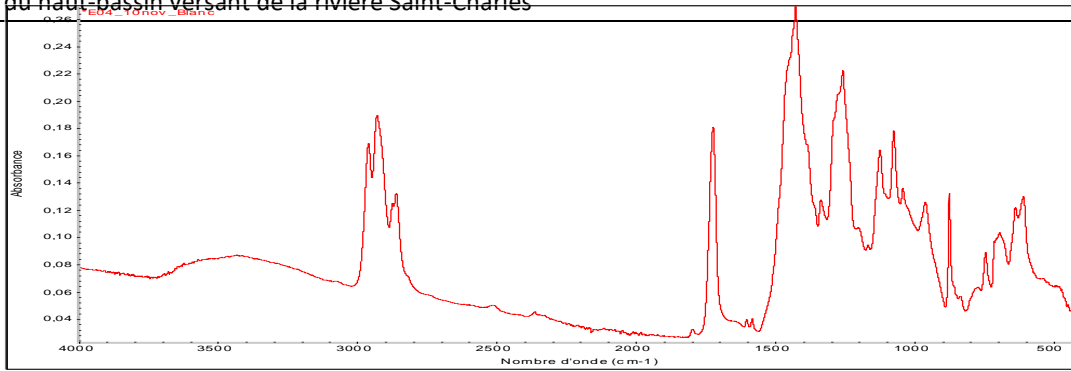
Région: 3994,34-455,13

Recherche par: Corrélation

Liste accords:

Index	Accord	Composant
179	94,31	POLYSTYRENE RESIN
1499	89,94	POLYSTYRENE #4
333	89,36	POLYSTYRENE, DICARBOXY TERMINATED, AVERAGE MW CA. 100,000
322	88,95	POLYSTYRENE STANDARD, TYPICAL MW 50,000
335	88,45	POLYSTYRENE #3
193	87,75	Poly(styrene), dicarboxy terminated
318	87,67	POLYSTYRENE STANDARD, TYPICAL MW 4,000

Étude exploratoire sur la présence de microplastiques dans les eaux de surface
du haut-bassin versant de la rivière Saint-Charles



Lun Mar 18 09:56:30 2019 (GMT-04:00)

RECHERCHE:

Spectre: *E04_10nov_Blanc

Région: 3994,34-455,13

Recherche par: Corrélation

Liste accords:

Index	Accord	Composant	Bibliothèque
522	76,26	POLYVINYL CHLORIDE #4	Polymer Additives and Plasticizers
444	75,06	TYGON B-44-4X	Polymer Additives and Plasticizers
521	73,17	POLYVINYL CHLORIDE #3	Polymer Additives and Plasticizers
646	73,01	LYNCOR PVC	HR Industrial Coatings
1668	72,70	GEON 137	HR Industrial Coatings
454	71,86	TYGON S-50-HL	Polymer Additives and Plasticizers
459	70,62	FLUOROCARBON - FEP #1	Polymer Additives and Plasticizers
444	70,06	TYGON B-44-4X	HR Polymer Additives and Plasticizers
522	68,82	POLYVINYL CHLORIDE #4	HR Polymer Additives and Plasticizers
453	66,59	TYGON R-1000	Polymer Additives and Plasticizers
346	87,28	POLYSTYRENE, MONOCARBOXY TERMINATED, AVERAGE MW CA. 200,000	
179	87,16	POLYSTYRENE RESIN	
326	86,85	POLYSTYRENE STANDARD, TYPICAL MW 900,000	

Lun Mar 18 10:07:44 2019 (GMT-04:00)

RECHERCHE:

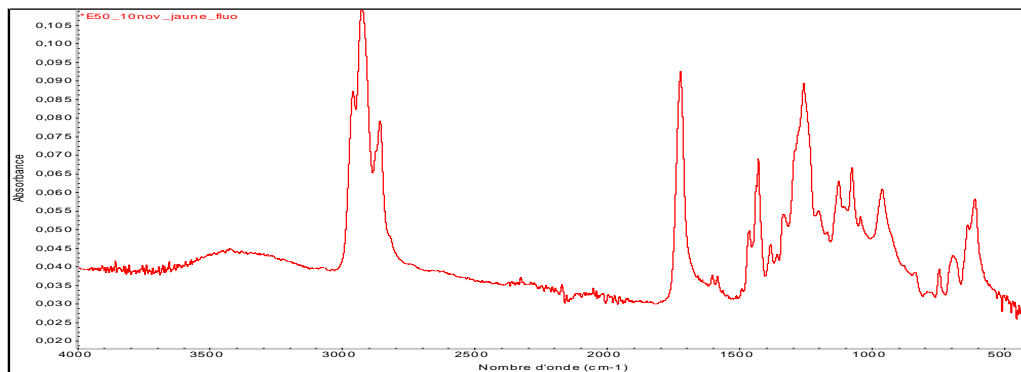
Spectre: *E50_10nov_bleu_pale

Région: 3994,34-455,13

Recherche par: Corrélation

Liste accords:

Index	Accord	Composant	Bibliothèque
322	94,76	Polypropylene+poly(ethylene:propylene)	Hummel Polymer and Additives
324	91,15	Polypropylene+poly(ethylene:propylene)	Hummel Polymer and Additives
322	89,52	Polypropylene+poly(ethylene:propylene)	HR Hummel Polymer and Additives
323	89,38	Polypropylene+poly(ethylene:propylene)	Hummel Polymer and Additives
975	87,89	Polypropylene+Vistalon 404, 1:1	Hummel Polymer and Additives
499	87,46	Poly(propylene:ethylene),83mol%C3	Hummel Polymer and Additives
324	87,33	Polypropylene+poly(ethylene:propylene)	HR Hummel Polymer and Additives
978	85,47	Polypropylene+Vistalon 719, 1:1	Hummel Polymer and Additives
41	85,38	POLY(PROPYLENE), ATACTIC	Hummel Polymer Sample Library
566	85,31	Polypropylene, atactic	Hummel Polymer and Additives



Lun Mar 18 10:15:46 2019 (GMT-04:00)

RECHERCHE:

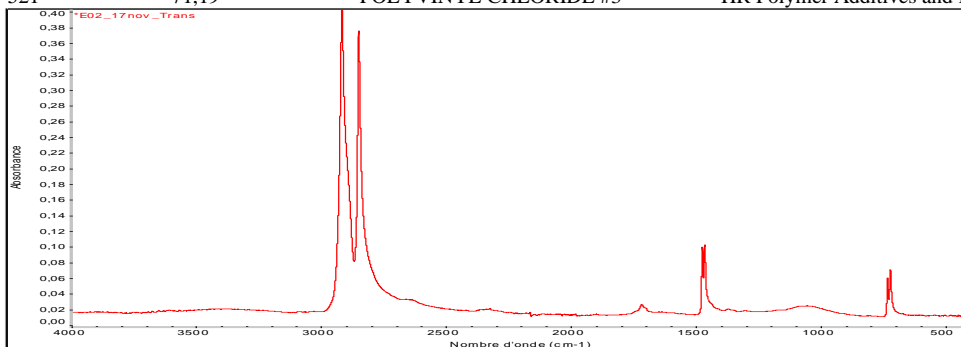
Spectre: *E50_10nov_jaune_fluo

Région: 3994,34-455,13

Recherche par: Corrélation

Liste accords:

Index	Accord	Composant	Bibliothèque
522	81,36	POLYVINYL CHLORIDE #4	Polymer Additives and Plasticizers
522	77,96	POLYVINYL CHLORIDE #4	HR Polymer Additives and Plasticizers
646	76,18	LYNCOR PVC	HR Industrial Coatings
521	75,88	POLYVINYL CHLORIDE #3	Polymer Additives and Plasticizers
444	74,45	TYGON B-44-4X	Polymer Additives and Plasticizers
459	73,15	FLUOROCARBON - FEP #1	Polymer Additives and Plasticizers
454	72,75	TYGON S-50-HL	Polymer Additives and Plasticizers
1668	72,65	GEON 137	HR Industrial Coatings
444	71,85	TYGON B-44-4X	HR Polymer Additives and Plasticizers
521	71,19	POLYVINYL CHLORIDE #3	HR Polymer Additives and Plasticizers



Lun Mar 18 10:25:27 2019 (GMT-04:00)

RECHERCHE:

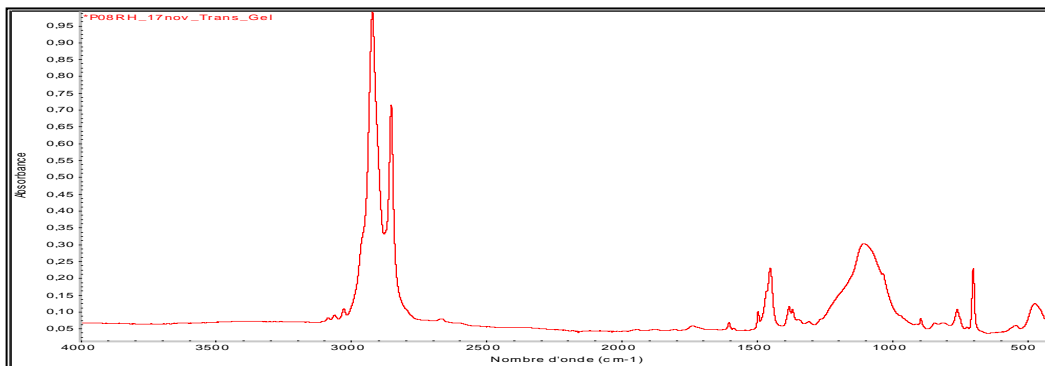
Spectre: *E02_17nov_Trans

Région: 3994,34-455,13

Recherche par: Corrélation

Liste accords:

Index	Accord	Composant	Bibliothèque
305	94,89	POLYETHYLENE TYPE F	Polymer Additives and Plasticizers
305	90,89	POLYETHYLENE TYPE F	HR Polymer Additives and Plasticizers
306	89,59	POLYETHYLENE KR 16	Polymer Additives and Plasticizers
174	89,24	POLYETHYLENE, LOW DENSITY	HR Aldrich Polymers
2164	87,80	Slip-Ayd SL-26	HR Coatings Technology
2425	86,70	A-C 715	HR Coatings Technology
1	86,44	Poly(ethylene), low density	Aldrich Polymers
1355	84,69	Octadecanoic acid; Stearic acid	HR Hummel Polymer and Additives
306	84,38	POLYETHYLENE KR 16	HR Polymer Additives and Plasticizers
1355	80,56	Octadecanoic acid; Stearic acid	Hummel Polymer and Additives



Lun Mar 18 10:33:14 2019 (GMT-04:00)

RECHERCHE:

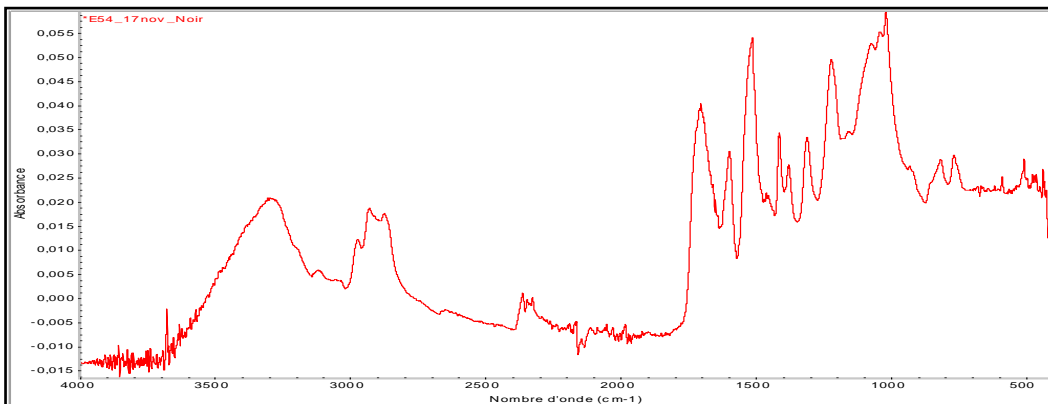
Spectre: *P08RH_17nov_Trans_Gel

Région: 3994,34-455,13

Recherche par: Corrélation

Liste accords:

Index	Accord	Composant	Bibliothèque
32	92,64	POLY(ETHYLENE:PROPYLENE:DIENE)	Hummel Polymer Sample Library
328	92,62	Poly(ethylene:propylene:diene)	Hummel Polymer and Additives
491	91,06	Poly(ethylene:4-methyl-1-pentene),77%E	Hummel Polymer and Additives
3	90,74	Poly(ethylene), oxidized, low m.w.	Aldrich Polymers
329	90,66	Poly(ethylene:propylene:ethylidenenorbornene)	Hummel Polymer and Additives
490	90,27	Polyethylene, linear	Hummel Polymer and Additives
337	90,18	Poly(ethylene:propylene:ethylidenenorbornene)	Hummel Polymer and Additives
330	89,74	Poly(ethylene:propylene:diene)	Hummel Polymer and Additives
1	89,66	Poly(ethylene), low density	Aldrich Polymers
708	89,64	Polyethylene, LD	Hummel Polymer and Additives



Lun Mar 18 10:43:49 2019 (GMT-04:00)

RECHERCHE:

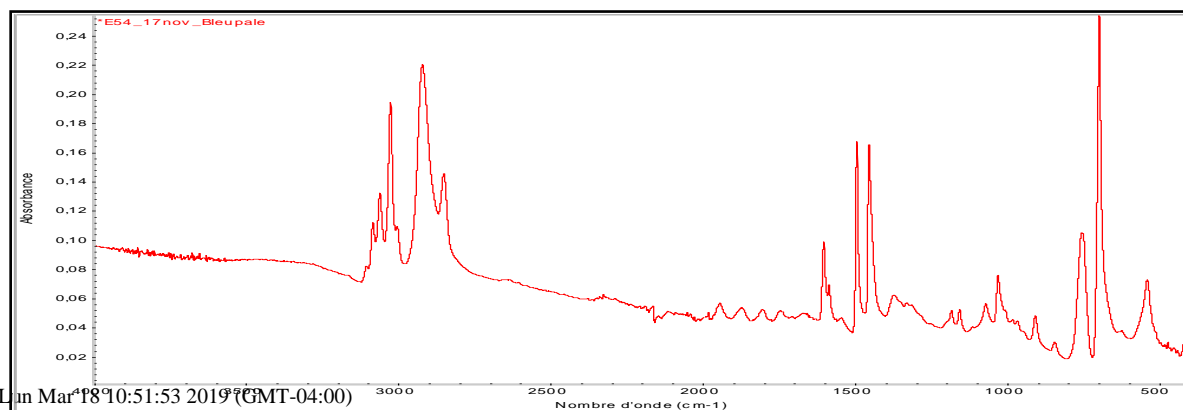
Spectre: *E54_17nov_Noir

Région: 3994,34-455,13

Recherche par: Corrélation

Liste accords:

Index	Accord	Composant	Bibliothèque
265	76,82	Polyether urethane, PPO+MBI, pyrol.	Hummel Polymer and Additives
271	76,27	Polyether urethane, PPO+MBI, pyrol.	Hummel Polymer and Additives
541	70,37	Polyether urethane, PPO+MBI	Hummel Polymer and Additives
271	69,79	Polyether urethane, PPO+MBI, pyrol.	HR Hummel Polymer and Additives
265	69,28	Polyether urethane, PPO+MBI, pyrol.	HR Hummel Polymer and Additives
313	69,20	RIGID POLYURETHANE THERMOPLASTIC	Polymer Additives and Plasticizers
272	67,86	Poly(ether-ester urethane), PPO+MBI, pyrol.	Hummel Polymer and Additives
211	67,84	Polyether urethane, PBO+MBI	Hummel Polymer and Additives
22	67,81	POLYETHERURETHANE	Hummel Polymer Sample Library
341	67,37	Poly(ester urethane), MBI	Hummel Polymer and Additives



Mon Mar 18 10:51:53 2019 (GMT-04:00)

RECHERCHE:

Spectre: *E54_17nov_Bleupale

Région: 3994,34-455,13

Recherche par: Corrélation

Liste accords:

Index	Accord	Composant	Bibliothèque
179	92,49	POLYSTYRENE RESIN	Polymer Additives and Plasticizers
322	90,09	POLYSTYRENE STANDARD, TYPICAL MW 50,000	HR Aldrich Polymers
179	89,99	POLYSTYRENE RESIN	HR Polymer Additives and Plasticizers
323	89,15	POLYSTYRENE STANDARD, TYPICAL MW 90,000	HR Aldrich Polymers
327	89,14	POLYSTYRENE STANDARD, TYPICAL MW 2,000,000	HR Aldrich Polymers
326	89,13	POLYSTYRENE STANDARD, TYPICAL MW 900,000	HR Aldrich Polymers
325	89,02	POLYSTYRENE STANDARD, TYPICAL MW 400,000	HR Aldrich Polymers
346	88,86	POLYSTYRENE, MONOCARBOXY TERMINATED, AVERAGE MW CA. 200,000	HR Aldrich Polymers
320	88,80	POLYSTYRENE STANDARD, TYPICAL MW 20,000	HR Aldrich Polymers
49	86,48	POLYSTYRENE #2	Polymer Additives and Plasticizers