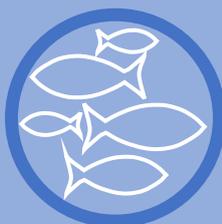
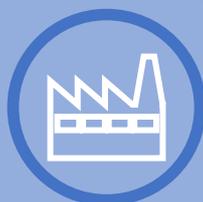


# MICROSCOP



## Rapport du projet MICROSCOP :

Caractérisation et maîtrise  
de la contamination en  
microplastiques dans les  
produits de la pêche.



UNION EUROPÉENNE



MINISTÈRE  
DE L'AGRICULTURE  
ET DE L'ALIMENTATION

*Liberté  
Égalité  
Fraternité*

1<sup>er</sup> Juillet 2021

au

30 Juin 2023



## Avant-propos

Ce projet a réuni plusieurs acteurs incluant : le chef de file, la CITPPM, l'Anses, l'ULCO, l'UMF. Le projet a également fait appel à un prestataire de services, le CRITT Agroalimentaire et Biotechnologies.

**Confédération des Industries de Traitement des Produits des Pêches Maritimes et de l'Aquaculture (CITPPM), 44 rue d'Alésia, 75014 Paris**

Elvire MESSINEO et Samir ZIANI

**Agence Nationale de Sécurité Sanitaire de l'Alimentation, de l'Environnement et du Travail (Anses), Laboratoire de Sécurité des Aliments – Site de Boulogne-sur-Mer, 6 Boulevard du Bassin Napoléon, 62200 Boulogne-sur-Mer**

Simge DUMAN, Alexandre DEHAUT et Guillaume DUFLOS

**Université du Littoral Côte d'Opale, UMRt 1158 BioEcoAgro, USC ANSES, INRAe, Université de l'Artois, Université Lille, Université Picardie Jules Verne, Université Liège, Junia, Quai Robert Masset 62200 Boulogne-sur-Mer**

Pauline MERVEILLIE, Périne DOYEN et Thierry GRARD

**Union du Mareyage Français (UMF), 212 Avenue du Maine, 75014 Paris**

Adrien SIMONNET

**CRITT Agro-Alimentaire et biotechnologies de la Rochelle, 1 rue Marie-Aline Dusseau, ZA Technocéan – Chef de Baie, 17000 La Rochelle**

Bruno LE FUR

Certains collègues ont participé à la production de données notamment sur le volet identification des particules, ils sont chaleureusement remerciés pour l'aide apportée.

# Table des matières

<b>Avant-propos</b> .....	<b>1</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>3</b>
<b>1. Phase 1 - Optimisation des méthodes</b> .....	<b>5</b>
1.1. Digestion.....	5
1.1.1. Méthode KOH .....	5
1.1.2. Cas particuliers des sardines .....	5
1.1.3. Cas particuliers des maquereaux .....	7
1.1.4. Cas particuliers des anchois.....	7
1.2. Filtration .....	7
1.3. Observation à la loupe binoculaire .....	7
1.4. Identification au FTIR .....	8
1.5. Maîtrise des contaminations tout au long du processus d'analyse .....	8
<b>2. Phase 2 – Caractérisation des potentielles contaminations de plastiques provenant de l'environnement des entreprises</b> .....	<b>9</b>
2.1. Entreprise A – Maquereau en conserve .....	9
2.2. Entreprise B – Thon en conserve .....	11
2.3. Entreprise C – Saumon fumé .....	14
2.4. Entreprise D – Cabillaud.....	15
<b>3. Phase 3 – Caractérisation des contaminations au cours des processus industriels</b> .....	<b>17</b>
3.1. Entreprise A – Maquereaux en conserve .....	17
3.1.1. Processus de fabrication, matériels et méthodes.....	17
3.1.2. Résultats.....	18
3.2. Entreprise B – Thons en conserve .....	23
3.2.1. Processus de fabrication, matériels et méthodes.....	23
3.2.2. Résultats.....	23
3.3. Entreprise C – Saumon fumé .....	29
3.3.1. Processus de fabrication, matériels et méthodes.....	29
3.3.2. Résultats.....	29
3.4. Entreprise D – Cabillauds sous atmosphère modifiée .....	36
3.4.1. Processus de fabrication, matériels et méthodes.....	36
3.4.2. Résultats.....	36
<b>4. Phase 4 – Etude des corrélations produits/sources potentielles de contamination.</b> .....	<b>40</b>
4.1. Entreprise A – Maquereaux en conserve .....	40
4.1.1. Contamination par les systèmes de convoyage .....	40
4.1.2. Contaminations par les EPI .....	41
4.1.3. Contamination d'origine inconnue spécifique à l'étape 2 .....	41
4.2. Entreprise B – Thons en conserve .....	42
4.2.1. Contamination via la matière première.....	42
4.2.2. Contamination d'origine inconnue à partir de l'étape 2 .....	42
4.2.3. Contamination via les EPI .....	43
4.2.4. Contamination via les planches à découper.....	44
4.3. Entreprise C – Saumons fumés.....	44
4.3.1. Contaminations par les EPI .....	44
4.3.2. Contamination par les systèmes de convoyage.....	45
4.4. Entreprise D – Cabillauds sous atmosphère modifiée .....	46
4.4.1. Contamination par les planches à découper .....	46
4.4.2. Contamination par les EPI.....	47
<b>5. Phase 5 – Eléments d'informations et recommandations pour les professionnels</b> .....	<b>48</b>
5.1. Nature et classification des principaux types de matières plastiques retrouvés dans les produits à base de poissons .....	48

---

5.2. Bilan des teneurs en particules et en microplastiques retrouvées dans les produits transformés pris en compte dans le cadre du projet MICROSCOP .....	49
5.3. Connaissances actuelles relatives au risque sanitaire lié aux microplastiques .....	50
5.4. Connaissances actuelles relatives à la contamination des autres matrices alimentaires que les produits à base de poissons .....	52
5.5. Recommandations simples à destination des opérateurs industriels pour limiter la contamination en particules et microplastiques au cours de la fabrication de leurs produits .....	53
<b>6. Conclusions.....</b>	<b>58</b>
<b>7. Valorisations des travaux.....</b>	<b>59</b>
7.1. Présentations auprès des opérateurs des filières .....	59
7.2. Article dans revue internationale à comité de lecture .....	59
7.3. Présentations orales lors de congrès scientifiques .....	59
7.4. Communication affichée lors de congrès scientifiques .....	59

**Annexes**

## Introduction

Les microplastiques (MP) sont une catégorie de différents contaminants ubiquitaires de l'environnement subséquents aux activités de l'être humain et à l'utilisation massive des matériaux plastiques depuis plus de 70 ans. Les microplastiques possèdent un ensemble de caractéristiques. La première est relative à la **taille**, puisqu'il s'agit de particules dont la taille est comprise entre 1 µm et 5 mm, cette définition n'est pas encore reconnue de tous, néanmoins c'est la gamme de taille qui a été retenue au cours de ce projet. Une autre caractéristique est la **composition chimique** des particules qui doivent provenir de molécules synthétiques, les polymères naturels ou faiblement transformés n'entrant pas dans ces catégories. Ainsi la cellulose bien que travaillée et potentiellement additivée n'est à l'heure actuelle pas considérée comme un microplastique, c'est pourquoi ce type de particule ne sera pas intégré aux déterminations de contaminations en microplastiques dans les échantillons analysés au cours de ce projet. Viennent ensuite d'autres caractéristiques plus difficiles à estimer comme leurs **formes, couleurs et origines primaires ou secondaires**.

Le projet MICROSCOP a visé à évaluer la contamination en microplastiques des produits de la pêche transformés. L'Anses, l'ULCO et le CRITT ont travaillé avec la CITPPM et l'UMF, qui sont des organisations professionnelles françaises de transformation des produits de la pêche et de l'aquaculture, pour adapter les méthodes à l'analyse des produits de la mer, quantifier les MP dans des produits transformés du marché, rechercher les principales sources de contamination et établir un premier niveau de recommandations pour limiter la contamination des produits, pour les professionnels. Le projet a examiné quatre types de produits transformés à base de poissons consommés en quantité importante, à savoir le thon et le maquereau en boîte de conserve métallique, le saumon fumé sous-vide et le filet de cabillaud en barquette polystyrène sous atmosphère modifiée. Au préalable des essais ont été menés sur les sardines et les anchois qui faisaient partie des produits initialement ciblés, cependant les résultats des développements méthodologiques n'ont pas été concluants et ces matrices n'ont pas été analysées ici.

Le projet proposé comprenait cinq phases qui seront développées ci-après :

- La **première phase** a porté sur l'adaptation de la méthode d'analyse des microplastiques aux spécificités de chaque type de produits de la mer.
- La **seconde phase** du projet s'est attachée à réaliser une cartographie de sources en plastiques au sein de sites de transformation de poissons. **Entreprise A** (maquereaux en boîtes de conserve), **Entreprise B** (thon en boîtes de conserve), **Entreprise C** (saumon fumé) et **Entreprise D** (cabillaud sous atmosphère modifiée).
- La **troisième phase** du projet a consisté à quantifier la présence de microplastiques dans différents échantillons : matière première, étapes intermédiaires, produits finis et ingrédients utilisés lors de la production sur les quatre sites de transformation industrielle.
- La **quatrième phase** du projet a porté sur l'étude de potentielles corrélations entre les microplastiques présents dans les produits finis et les sources de contaminations potentielles dans l'environnement industriel ou dans la matière première.
- L'objectif final des travaux *i.e.* **cinquième phase** du projet, a été de réaliser un bilan du projet et d'aboutir à la rédaction d'un premier niveau de recommandations pour les entreprises du secteur des produits aquatiques transformés visant à limiter les risques de contaminations des produits par les microplastiques lors des différents processus de transformation mis en œuvre.

A titre d'information le calendrier prévisionnel du déroulé des travaux est reproduit ci-après.

Phase	Intitulé	2021												2022						2023						Organisme concerné			
		7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6	CITPPM	UMF	ANSES	ULCO
Phase 1	Optimisation de la méthode d'analyses des microplastiques																												
	Caractérisation des contaminations environnementales dans les entreprises																												
Phase 2	Déplacement sur sites industriels pour réalisation des prélèvements																												
	Analyse de matières premières, ingrédients et produits finis pour 3 sites																												
Phase 3	Déplacement sur sites industriels pour réalisation des prélèvements																												
	Etude des corrélations produits finis / Sources de contamination potentielles																												
Phase 4	Rédaction d'un document de recommandations																												
	Lieu																												
Phase 5																													
Organisation des comités de pilotage du projet entre partenaires																													
Présentation des avancées du projet : commissions techniques CITPPM et AG de l'UMF																													
Diffusion de résultats dans un cadre scientifique																													

Planning prévisionnel du déroulé des travaux

## 1. Phase 1 - Optimisation des méthodes

La recherche de microplastiques nécessite un processus analytique relativement standard qui est proposé sur la **figure 1**. Après échantillonnage et éventuellement une étape de congélation ceux-ci sont hydrolysés par action chimique, chauffés et agités pendant une période s'étalant de 24 à 72h en général. A l'issue de cette digestion la solution obtenue est filtrée de façon à récupérer l'ensemble des particules solides, *i.e.* non dissoutes, à la surface d'un filtre généralement en fibre de verre. Chaque filtre est ensuite observé à la loupe binoculaire afin de localiser et caractériser chaque particule (forme, taille, couleur). En phase ultime, chaque particule est analysée à l'aide d'un microspectroscopie FT-IR équipé éventuellement d'un dispositif ATR afin d'en connaître la composition chimique et le classer ou non dans la catégorie des microplastiques.

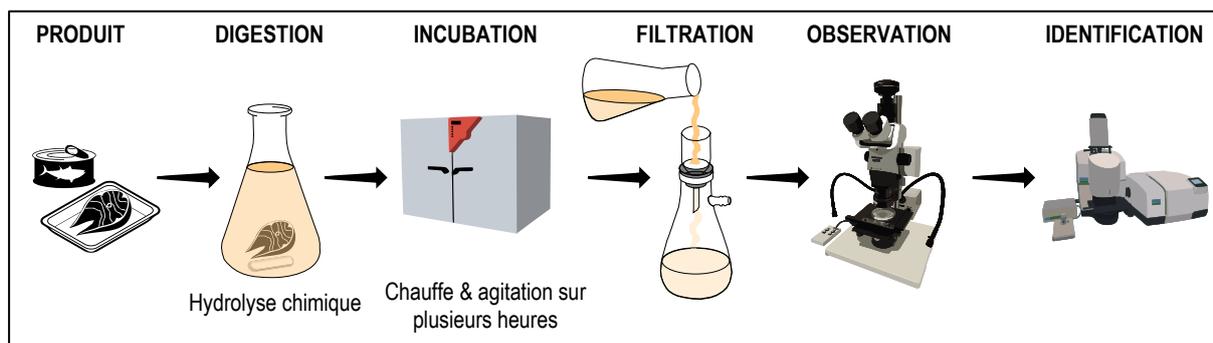


Figure 1 : Représentation schématique de l'ensemble du processus analytique pour la recherche de microplastiques dans des échantillons de produits de la pêche

Afin de valider la/les méthode(s) sur différentes matrices, il a été choisi de retenir les paramètres « filtration sans colmatage » et « obtention d'un filtre transparent/clair, observable à la loupe binoculaire » comme indicateurs d'une méthode efficace. Plusieurs méthodes ont ainsi été testées, elles seront présentées ci-après. Afin d'assurer la fiabilité des résultats pour chacun des essais, trois échantillons ont été prélevés et la même procédure de digestion et filtration a été répétée sur chacun d'eux.

### 1.1. Digestion

#### 1.1.1. Méthode KOH

Cette méthode s'est avérée efficace pour différentes matrices de poissons, telles que le maquereau au naturel, le thon au naturel, le saumon fumé, le cabillaud, ou d'autres matrices telles que l'anchois mariné, le saumon frais et le lieu noir. La technique consiste à agiter chaque tissu de poisson (environ 200g pour les filets et l'anchois sans la marinade, la boîte de thon entière et la boîte de maquereau divisée en 3) correspondant aux différentes matrices avec 800 mL d'une solution de KOH à 10%, à une vitesse d'agitation de 200 rpm, puis à les incubés à une température de  $40 \pm 1$  °C pendant 24 heures. Cependant, des cas particuliers ont été rencontrés pendant l'optimisation, nécessitant la réalisation de plusieurs essais afin de trouver des solutions adaptées pour chaque type de matrice.

#### 1.1.2. Cas particuliers des sardines

- Sardines au naturel

Il s'agit d'échantillons de sardines entières au naturel conditionnés avec de la saumure. La température pour chaque essai est de 40°C de façon à impacter le moins l'intégrité des polymères.

- Essais sur sardines entières au naturel avec du KOH 10% seul :

Avec ce réactif, aucun test ne s'est révélé concluant. Différents paramètres ont été testés comme le temps d'incubation, le volume de KOH, les quantités de produits et l'origine des produits (différentes marques). L'ensemble des combinaisons testées est présenté sous forme d'un tableau en **Annexe 1**.

➤ Essais sur sardines entières au naturel avec de la Javel 2,6% et du KOH 10% et 20% :

L'utilisation conjointe d'eau de Javel et de KOH 10% permet d'avoir une approche double, bénéficiant de l'activité oxydante de l'eau de Javel et de la modification de pH par le KOH. L'ajout de KOH 10% n'a pas été concluant, car en présence d'un volume d'eau de Javel, celui-ci est trop dilué pour avoir une action satisfaisante en matière de digestion, c'est pourquoi l'utilisation de KOH 20% a été réalisée en seconde intention. Seuls deux essais ont été concluants, néanmoins de nombreux débris d'arêtes ont été observés sur les échantillons entiers, rendant la recherche de microplastiques infructueuse. La technique a fonctionné sur des échantillons de filets de sardine au naturel, néanmoins au vu des niveaux de consommation faibles pour ce type de produits, la méthode n'a pas été conservée. L'ensemble des données relatives à ces essais est présenté sous forme d'un tableau en **Annexe 1**.

➤ Essais sur sardines entières au naturel avec de la javel 4.8% et du KOH 10% :

De façon à poursuivre les essais sur les sardines entières, nous avons tenté une approche couplant eau de javel et KOH 10%, mais avec une concentration en agent oxydant plus importante à 4,8%. Ceci n'a pas permis de filtrer correctement les digestats. Les données relatives à ces tests sont consignées en **Annexe 1**.

➤ Essais sur sardines entières au naturel avec de la javel 17% et du KOH 10% et 20%:

Un nouvel essai avec des concentrations plus importantes en Javel (17%) et KOH (10 et 20%) a été testé de façon à poursuivre l'approche par oxydation des tissus, mais ces essais n'ont pas été concluants. Les données sont reproduites dans l'**Annexe 1**.

➤ Essais sur sardines entières au naturel avec que de la javel :

Un dernier essai avec la javel a été réalisé de façon à évaluer la possible combinaisons de solutions de différentes concentrations en javel, mais ici encore les essais n'ont pas été concluants. L'ensemble des combinaisons testées est présenté sous forme d'un tableau en **Annexe 1**.

➤ Essais sur sardines entières au naturel avec que de l'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% :

Une dernière approche a été testée, bien que complexe à mettre en place au laboratoire, l'utilisation d'une solution d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Ce type de solution offre un potentiel d'oxydoréduction supérieur. Mais aucun résultat probant n'a été obtenu (**Annexe 1**).

- Sardines à l'huile d'olive vierge extra

Il s'agit d'échantillons de sardines entières à l'huile. Le temps de digestion pour chacun des essais a été fixé à 24h.

➤ Essais sur les sardines à l'huile avec que de la javel et du KOH 10% et 20% à 40°C:

Sur cette nouvelle matrice plusieurs essais ont été réalisés en combinant eau de javel et KOH à différentes concentrations. A l'image des résultats obtenus avec les sardines au naturel, aucun test n'a été probant. L'ensemble des paramètres testés est fourni en **Annexe 2**.

➤ Essais sur les sardines à l'huile avec que du KOH 10% à 40°C:

Comme pour le point précédent, les essais utilisant le KOH 10% n'ont pas été concluants malgré l'utilisation dans certains cas de filtre avec un diamètre de pore plus important de 30 µm (**Annexe 2**).

➤ Essais sur les sardines à l'huile avec que de l'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%:

L'utilisation d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> n'a pas permis de solutionner la digestion/filtration d'échantillons de sardines à l'huile comme cela est visible dans l'**Annexe 2**.

A l'issue de ces essais aucune méthode permettant de digérer correctement des sardines entières conditionnées en boîte de conserve, préparées au naturel ou à l'huile, n'a été obtenue.

### 1.1.3. Cas particuliers des maquereaux

Pour l'analyse des maquereaux au naturel, quelques ajustements ont dû être réalisés afin de digérer, filtrer et analyser les filtres. Tout d'abord le contenu de chaque boîte a été séparé en 3 sous-échantillons pour éviter toute saturation du filtre. Ensuite, la méthode de digestion utilisée est la même que celle décrite en 1.1.1, mais avec l'ajout de 2,6% d'eau de Javel (environ 10 mL) sur les filtres après la filtration des digestats. Cette dernière étape a permis d'observer les filtres plus facilement.

### 1.1.4. Cas particuliers des anchois

- Anchois marinés sous couverture d'huile de colza et d'olive vierge :

Avant de procéder à la digestion du tissu selon le protocole décrit en 1.1.1, une étape préliminaire a été nécessaire pour filtrer le contenu huileux présent dans l'emballage. Ce contenu a été filtré sur un filtre hydrophobe spécifique. Puis les anchois ont ensuite été digérés dans du KOH 10%.

- Anchois salés :

L'analyse des anchois salés s'est révélée impossible malgré les différents essais réalisés.

- Essais sur les anchois avec que du KOH 10% à 40°C pendant 24h:

L'utilisation de KOH 10% n'a pas permis de digérer les anchois convenablement, malgré des ratios KOH/échantillons très importants (**Annexe 3**).

- Essais sur les anchois avec que de l'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%:

Nous avons ensuite testé directement l'approche avec du H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% possédant le plus fort pouvoir oxydant, mais là encore aucun résultat concluant n'a été obtenu (**Annexe 3**).

A l'issue de ces essais aucune méthode permettant de digérer correctement des anchois au sel, n'a été obtenue.

## 1.2. Filtration

Après la digestion, les échantillons ont été filtrés avec un filtre en fibre de verre GF/A, puis laissés à température ambiante pendant 24H avant d'être observés pour réaliser la caractérisation des particules.

## 1.3. Observation à la loupe binoculaire

Avant de réaliser les identifications les particules doivent être observées à la loupe binoculaire afin de caractériser chaque particule : *i.e.* comptage, description de la forme et de la couleur, mesure de leur taille : longueur pour les fibres et diamètre de Féret moyen pour les autres.

Les observations ont été réalisées avec un stéréomicroscope Olympus SZX-16 (Rungis, France) équipé d'une caméra UC90 et d'un objectif SDFPLAPO PF 1x/0,15. Tous les filtres ont été observés à un grossissement de 4x, afin d'enregistrer une image de chaque particule observée. Une fois acquises, les images ont ensuite été traitées à l'aide du logiciel Olympus Cellsens 4.2 (3.2), afin de mesurer la taille de chaque particule. Deux catégories ont été définies en fonction de leur forme : les fibres et les fragments, respectivement mesurés à l'aide des outils de polyligne à main levée et de polygone à main levée. Les fibres ont été caractérisées par leur longueur et leurs couleurs, tandis que les fragments ont été caractérisés par leur diamètre moyen de Féret et leurs couleurs. Avant d'utiliser la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ( $\mu$ -FTIR), une stratégie a été établie (**figure 2**) afin de rationaliser le temps alloué à l'identification et de couvrir un maximum de diversité de microparticules.

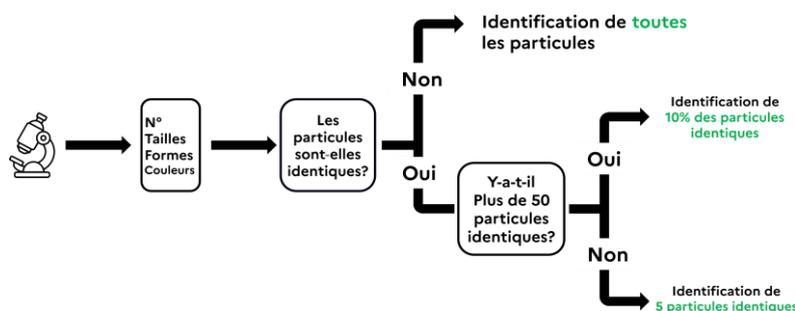


Figure 2 : Stratégie de sélection des particules à analyser en FT-IR.

Brièvement, les particules présentant des caractéristiques différentes, en tenant compte des formes et des couleurs, ont été systématiquement analysées. Parmi les particules restantes sur le filtre, deux cas de figure se présentaient. Si le nombre total de particules identiques était supérieur à 50, un sous-échantillon de 10 % était analysé, en dessous de 50, 5 particules étaient systématiquement analysées. Toutes les particules retenues pour l'identification ont été étiquetées sur le couvercle de la boîte de Petri en verre afin de faciliter leur repérage par  $\mu$ -FTIR par la suite.

#### 1.4. Identification au FTIR

Avant de procéder à leur identification, et pour permettre une bonne traçabilité, toutes les particules étiquetées lors de l'observation ont été observées à l'aide du microscope du  $\mu$ FT-IR afin de s'assurer que la particule ciblée était la bonne.

Les identifications ont été réalisées à l'aide d'un  $\mu$ -FTIR Perkin Elmer Spectrum-3-Spotlight™ 400 (Villebon-sur-Yvette, France), équipé d'un détecteur MCT et d'un module ATR automatique. Ensuite, toutes les particules présélectionnées ont été traitées. Une cartographie de la zone entourant la particule à cibler a été réalisée afin de s'assurer de la présence et des caractéristiques de cette particule. Après l'acquisition du fond, les spectres ont été enregistrés avec 25 acquisitions de 4000 à 600  $\text{cm}^{-1}$  avec une résolution de 4  $\text{cm}^{-1}$ . Ensuite, chaque spectre a été comparé avec différentes bases de données dont une base de données personnalisée de Perkin Elmer, Flopp/Flopp-e (De Frond et al., 2021) et Openspecy (Cowger et al., 2021). Une identification a été considérée comme valide lorsque le score était supérieur à 0,7.

#### 1.5. Maîtrise des contaminations tout au long du processus d'analyse

Afin d'éviter toute contamination, toute la verrerie, à l'exception des cylindres de mesure, des filtres en boîte de Petri et des outils entièrement en inox, qui ont été lavés au préalable, a été transférée dans le four à moufle Nabertherm L 40/11 (Lilienthal, Allemagne), et maintenue à 450 °C pendant 6 heures pour détruire des particules éventuellement présentes. Chaque solution employée pour les analyses a été filtrée sur un filtre GF/F de 90 mm et avec des pores de 0,7  $\mu\text{m}$  de Cytiva (Fribourg en Brisgau, France). Pour des raisons de stabilité, l'eau de Javel à 2,6 % a été filtrée extemporanément avec le même type de filtre. Toutes les manipulations ont été effectuées sous une enceinte à flux laminaire ThermoScientific Herasafe 2030i (Saint-Herblain, France) pour éviter les contaminations atmosphériques des échantillons. Avant de commencer les analyses, le banc de l'enceinte à flux laminaire ainsi que le cylindre de mesure ont été nettoyés avec de l'eau bi-distillée, une solution d'éthanol à 70 % (v/v) et de l'eau bi-distillée. Chaque matériau et tous les produits introduits ont été préalablement dépoussiérés avec du gaz sec comprimé (Argenteuil, France). En outre, un ensemble de contrôles différents décrits ci-dessous a été utilisé pour chaque lot d'analyses. Des contrôles atmosphériques ont été réalisés lors de chaque manipulation, un pour la préparation de la digestion et un pour la filtration, afin de surveiller le niveau de contamination de l'atmosphère intérieure de l'enceinte. Un contrôle négatif, c'est-à-dire un flacon Erlenmeyer contenant le même volume de KOH à 10 % sans échantillon, a été traité et analysé en même temps que les échantillons afin d'éviter toute contamination qui aurait pu se produire lors de la manipulation. Un contrôle positif a également été ajouté afin de contrôler l'efficacité de la récupération des microplastiques. Ce contrôle était composé d'une capsule de gélatine contenant trois particules de cinq MP différents (n=15) comprenant un fragment de PE (polyéthylène), PP (polypropylène) et PS (polystyrène), une section de monofilament PA-6 (Nylon) et des microfibrilles PES (polyester).

## 2. Phase 2 – Caractérisation des potentielles contaminations de plastiques provenant de l'environnement des entreprises

Des échantillons ont été prélevés pour chaque item composé de plastique utilisé dans les différents ateliers impliqués dans le processus de fabrication de chaque produit. Cette collecte a été réalisée dans le but de constituer une bibliothèque des plastiques identifiés pendant notre étude, ce qui nous permettra de comparer les spectres de polymères obtenus pour les particules observées avec ceux des différents plastiques présents dans l'entreprise.

### 2.1. Entreprise A – Maquereau en conserve

Le **tableau 1** résume l'ensemble des plastiques collectés.

Tableau 1 : Description et identification de l'ensemble des plastiques collectés dans l'entreprise A.

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP1	Seau laboratoire Partie transparente	PP	PP14 – Flopp (0,9714)	Utilisés pour l'eau et la saumure
	Seau laboratoire Partie jaune	PP	PP14 – Flopp (0,9112)	
FP2	Intercalaire emballage matière première	PE	Polyéthylène – Perkin (0,9274)	
FP3	Pelle partie blanche	PP	PP38 – Flopp-e (0,8469)	Matériel de nettoyage
	Pelle partie orange	PP	PP14 – Flopp (0,9765)	
FP4	Bac déchets	PE	PE12 – Flopp-e (0,9819)	
FP5	Tablier	PU	PU6 – Flopp (0,8557)	
FP6	Bloc plastique de séparation bain de cuisson	PE	PE22 – Flopp-e (0,9877)	
FP7	Gant froid Partie bleue	IR	IR, ATR Pol. (0,8876)	
	Gant froid Partie blanche	PET	polyester-17 – Flopp (0,9848)	
FP8	Tapis de convoyage décongélation partie bleue	PVC	PVC7 – Flopp-e (0,8011)	vers la cuisson
	Tapis de convoyage décongélation partie fibreuse	NI	-	
FP9	Tapis de convoyage sortie de bac décongélation	PET	PET22 – Flopp-e (0,8650)	
FP10	Tuyau	PVC	PVC – Perkin (0,7563)	
FP11	Bac à légume Partie transparente	PE	PE32 – Flopp (0,9927)	
	Bac à légume Partie verte	PE	PE4 – Flopp-e (0,9830)	
FP12	Bac plastique perforé curver	PP	PP14 – Flopp (0,9618)	Pour ranger boîte & poisson
FP13	Gant	NBR	NBR – ATR polymers (0,6835)	
FP14	Bache - grand sac	PE	PE12 – Flopp-e (0,9868)	
FP15	Fenwick	PEVA	PEVA5 – Flopp (0,7350)	Pour porter les bacs
FP16	Bac de stockage	PE	PE31 – Flopp (0,9924)	
FP17	Lamelle / rideau	PVC	PVC – Perkin (0,8701)	

Phase 2 – Caractérisation des potentielles contaminations de plastiques dans les entreprises

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP18	Tapis de convoyage	PP	PP14 – Flopp (0,979)	
FP19	Tapis avant four	PP	PP14 – Flopp (0,9794)	
FP20	Pelle pour pousser maquereaux (refroid.)	PP	PP14 – Flopp (0,8980)	
FP21	Tapis de la trieuse Partie transparente	PET	polyester20 – Flopp (0,9945)	
	Tapis de la trieuse Partie bleue	NI	-	
FP22	Tabouret	PP	PP14 – Flopp (0,9788)	
FP23	Pistolet jet d'air	NI	-	
FP24	Emballage des couvercles	PE	PE22 – Flopp-e (0,9647)	
FP25	Rideau de protection covid	PVC	PVC – Perkin (0,8432)	
FP26	Goulotte de déchet	PE	PE12 – Flopp-e (0,9202)	
FP27	Couteau	PP	PP14 – Flopp (0,7597)	
FP28	Table de parage	NI	-	Présence de graisse
FP29	Sur-tablier	PE	PE12 – Flopp (0,9604)	
FP30	Bac de nettoyage des couteaux	PE	PE31 – Flopp (0,9904)	
FP31	Bâche de protection machine	NI	-	
FP32	Combinaison de nettoyage	PVC	PVC5 – Flopp (0,8477)	
FP33	Blouson de nettoyage	PET	PET17 – Flopp-e (0,9639)	
FP34	Blouson de maintenance	PET	polyester7 – Flopp (0,9661)	
FP35	Blouse	PET	polyester20 – Flopp (0,9904)	
FP36	Charlotte	PP	PP54 – Flopp-e (0,9700)	
FP37	Tapis	POM	-	Confirm. Py-GC-MS
FP38	Tapis	PP	PP14 – Flopp (0,9788)	
	Bâton de liaison du tapis	PET	PP22 – Flopp-e (0,9914)	
FP39	Conserve	NI	-	
	Couvercle de conserve	SBR	SBR – ATR Pol. (0,7700)	
FP40	Tuyau jet d'air	PE	PE12 – Flopp-e (0,9819)	
FP41	Tuyau saumure	SR	SR1 – Flopp-e (0,9809)	
FP42	Tuyau d'arrosage	PVC	PVC – Perkin (0,8218)	
FP43	Manchette	PE	PE – Flopp-e (0,9665)	
FP44	Cache barbe	PP	PP52 – Flopp-e (0,9510)	
FP45	Gant	NBR	NBR – ATR Pol. (0,8759)	
FP46	Gant	NBR	NBR – ATR Pol. (0,8927)	
FP47	Gant anticoupure	NI	-	Présence de graisse

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP48	Gant de coupe	NI	-	Présence de graisse
FP49	Chiffon maintenance	PET	-	Confirm. Py-GC-MS

<sup>a</sup> Polypropylène (PP), Polyéthylène (PE), Polyuréthane (PU), Polyisoprène(IR), Polytéraphthalate d'éthylène (PET), Polychlorure de vinyle (PVC), Poly(acrylonitrile butadiène) (NBR), Polyéthylène acétate de vinyle (PEVA), Poly(styrene:butadiène) (SBR), Silicone rubber (SR), Non identifié (NI).

<sup>b</sup> Les bases Flopp et Flopp-e sont disponibles dans la publication suivante :

De Frond, H., Rubinovitz, R., & Rochman, C. M. (2021).  $\mu$ ATR-FTIR Spectral Libraries of Plastic Particles (FLOPP and FLOPP-e) for the Analysis of Microplastics. *Analytical Chemistry*, 93(48), 15878-15885. doi: <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.1c02549>

Les bases ATR polymers (ATR Pol.) et Perkin ont été fournies par la société PerkinElmer.

Un total de 54 items a été collecté dont 25 étaient présents dans l'ensemble des ateliers, 5 dans le premier atelier (matière première), 20 dans le second atelier pour les 2 étapes étudiées et 2 dans le troisième atelier (produit fini). En outre un item plastique a été échantillonné dans le laboratoire.

## 2.2. Entreprise B – Thon en conserve

Concernant la production de conserves de thon, l'ensemble des plastiques collectés est présenté dans le **tableau 2**.

Tableau 2 : Description et identification de l'ensemble des plastiques collectés dans l'entreprise B.

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP1	Tuyau eau	Rubber	R14.GreenRubber - Flopp (0,7003)	
FP2	Manche tuyau eau	Rubber	R8.WhiteBikeTire - Flopp (0,7133)	
FP3	Rideau transparent	PVC	PVC – Perkin (0,8414)	
FP4	Manche couteau	PP	-	Confirm. Py-GC-MS
FP5	Bac bleu déchets	PE	PE31 – Flopp (0,9939)	
FP6	Sac plastique	PE	PE32 – Flopp (0,9903)	
FP7	Bac coloré	PE	PE46 – Flopp-e (0,7107)	
FP8	Gros plastique	PE	PE31 – Flopp (0,9834)	
FP9	Roue	NI	-	
FP10	Stylo	PP	PP36 – Flopp-e (0,9657)	
FP11	Tapis	PET	polyester7 – Flopp (0,9906)	
FP12	Gant épais	NI	-	
FP13	Corde pour accrocher le thon de petite taille	PA	Nylon13 – Flopp – (0,9590)	
FP14	Sac poubelle	PE	PE12 – Flopp-e (0,9575)	
FP15	Tapis métaux non utilisé	PET	PET12 – Flopp-e (0,9638)	
FP16	Plastique pour couvrir les poissons	PE	PE4 – Flopp-e (0,9871)	
FP17	Planche à découper	PE	PE22 – Flopp-e (0,9840)	
FP18	Affuteur	PP	PP23 – Flopp-e (0,8831)	
FP19	Affuteur joint	NI		Methenamine en Py-GC-MS
FP20	Tablier	PU	PU14 – Flopp (0,9019)	

Phase 2 – Caractérisation des potentielles contaminations de plastiques dans les entreprises

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP21	Pelle	PP	PP14 – Flopp (0,9096)	Matériel de nettoyage
FP22	Tapis après métaux Particule bleue	PU	PU15 – Flopp (0,9453)	
	Tapis après métaux Partie fibre	PET	PET12 – Flopp-e (0,9616)	
FP23	Bac plastique perforé Curver transport matière	PP	PP14 – Flopp (0,9787)	
FP24	Bac plastique curver blanc couteau	PE	PE4 – Flopp-e (0,8842)	
FP25	Couteau Partie bleue	PP	PP14 – Flopp (0,9647)	
	Couteau Partie verte	PP	PP33 – Flopp-e (0,8915)	
FP26	Protection Covid	PC	PC – Flopp (0,9934)	
FP27	Tapis transportant les longes	PU	PU20 – Flopp (0,7859)	
FP28	Tapis trieuse 1	PU	PU20 – Flopp (0,7983)	
FP29	Tapis trieuse 2	PU	PU14 – Flopp (0,9082)	
FP30	Gant	NBR	NBR – ATR polymers (0,7476)	
FP31	Gant manchette Partie bleue	NBR	NBR – ATR polymers (0,9098)	
	Gant manchette Fibre blanche	PET	polyester7 – Flopp (0,9674)	
FP32	Seaux	PP	PP14 – Flopp (0,9814)	
FP33	Plastique bord ligne	PE	PE11 – Flopp (0,9850)	
FP34	Soufflette	NI		Methenamine en Py-GC-MS
FP35	Protège boîte sur le bord des lignes	PU	PU20 – Flopp (0,9394)	
FP36	Levier	PVC	PVC24 – Flopp (0,9466)	
FP37	Tuyau	PVC	PVC7 – Flopp-e (0,8795)	
FP38	Emballage couvercle	PE	PE12 – Flopp-e (0,9846)	
FP39	Pistolet jet d'air	PA	Nylon13 – Flopp (0,9672)	
FP40	Manche	PP	PP - Primpke - OS (0,8700)	
FP41	Bâche de protection monitor des machines	PVC	PVC24 – Flopp (0,7558)	
FP42	Tapis plastique sur le coté	PE	PE12 – Flopp-e (0,9839)	
FP43	Tapis boîte vide avant emboitage	POM	POM - Primpke - OS (0,8900)	
FP44	Tuyau épais	ABS	ABS - Primpke - OS (0,9500)	
FP44 bis	Tuyau épais	ABS	ABS - Primpke - OS (0,9600)	
FP46	Gant coupe	PET	PET17 – Flopp-e (0,8379)	
FP47	Film plastique	PE	PE5 – Flopp-e (0,9652)	
FP48	Blouse	PET	PET12 – Flopp-e (0,9193)	
FP49	Joint sur les roues	PA	Nylon5 – Flopp (0,9699)	

## Phase 2 – Caractérisation des potentielles contaminations de plastiques dans les entreprises

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP50	Fournisseur 1 - Boudin de conditionnement plastique	PA	Nylon11 – Flopp (0,9576)	
FP51	Fournisseur 2 - Boudin de conditionnement plastique	PA	Nylon11 – Flopp (0,9771)	
FP61	Boite métal vide	PET	PET8 – Flopp (0,8397)	
FP61 bis	Joint couvercle	Rubber	R12 – Flopp (0,7686)	
FP62	Filet boudin	PE	PE31 – Flopp (0,9961)	
FP63	Manchette	PE	PE4 – Flopp-e (0,9835)	
FP64	Gants antidérapants	NBR	NBR - ThermoFisher - OS (0,8400)	
FP65	Surchaussure	PE	PE12 – Flopp-e (0,9690)	
FP65 bis	Surchaussure	PP	PP54 – Flopp-e (0,9569)	
FP66	Cache barbe	PP	PP9 – Flopp (0,9666)	
FP67	Gant nylon	NBR	NBR – ATR polymers (0,8784)	
FP68	Tapis	PE	PE22 – Flopp-e (0,9300)	
FP68 bis	Bâton liaison tapis	PE	PE31 – Flopp (0,9868)	
FP69	Tapis n°6	PE	PE22 – Flopp-e (0,9870)	
FP70	Tapis	POM	POM - Primpke - OS (0,9300)	
FP71	Joint	Silicone	PDMS - ThermoFisher - OS (1,0000)	PDMS = silicone
FP72	Tapis	POM	POM - Primpke - OS (0,9100)	
FP73	Pochette	PE	PE12 – Flopp-e (0,9664)	
FP74	Charlotte	PP	PP54 – Flopp-e (0,9491)	

L'entreprise B avait également par le passé récupéré des morceaux de plastiques dans différents échantillons, ceux-ci ont pu être analysés à l'aide du FT-IR afin d'en connaître la nature polymérique.

*Remarque : les intitulés des échantillons donnés ci-dessous sont spécifiques à l'entreprise*

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP52	Ech – « Roue de bénot »	PU	PU15 – Flopp (0,9825)	
FP53	Ech – Tuyau eau	PU	PU20 – Flopp (0,8456)	
FP54	Ech – Tirette porte auto.	NI	-	Présence de graisse
FP55	Ech – Inconnu	PET	PET14 – Flopp (0,72852)	
FP56	Ech – Fil de pêche	PA	Polyamide – Perkin (0,698628)	
FP57	Ech – Fil big bag	PP	PP14 – Flopp (0,9775)	
FP58	Ech – Inconnu	ABS	ABS10 – Flopp (0,69394)	
FP59	Ech – Fragment	NI	-	Présence de graisse
FP60	Ech – « Morceau Boisseau »	PE	PE4 – Flopp-e (0,9795)	

## 2.3. Entreprise C – Saumon fumé

L'ensemble des plastiques collectés dans l'usine de production de saumon fumé est présenté dans le **tableau 3** ci-dessous.

Tableau 3 : Description et identification de l'ensemble des plastiques collectés dans l'entreprise C.

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP1	Gant coupe bleu	PET	polyester5 – Flopp (0,9709)	
FP2	Gant froid Partie jaune	PET	PET5 – Flopp-e (0,9450)	
	Gant froid Partie blanche	PET	polyester19 – Flopp (0,9871)	
FP3	Gant coupe gris	PA	PA2 – Flopp-e (0,9581)	
FP4	Tenue de laveur Fibre blanche	PET	PET9 – Flopp-e (0,9486)	
	Tenue de laveur Particule blanche	PVC	PVC5 – Flopp (0,8094)	
FP5	Table de coupe	PET	PE14 – Flopp (0,9749)	
FP6	Tapis de convoyage	PU*	Non analysé	Identification basée sur la fiche du matériel
FP7	Tablier Partie bleue	PVC	PVC – Perkin (0,7845)	
	Tablier Fibre	PET	polyester5 – Flopp (0,9776)	
FP8	Bâche Fibre	PET	polyester5 – Flopp (0,9861)	
FP9	Bac poubelle	PE	PE4. Blue Pellet - Flopp-e (0,9124)	
FP10	Gant manchette Partie bleue	NBR	NBR – ATR polymers (0,9151)	
	Gant manchette Partie blanche	PET	PET15 – Flopp-e (0,9648)	
FP11	Blouse	PET	polyester7 – Flopp (0,9752)	
		Coton	Cotton13 – Flopp (0,9752)	
FP12	Film plastique pour protéger l'écran	PET	Polyethylene – Perkin (0,9634)	
FP13	Plateau de transport	PP	PP23 – Flopp-e (0,9539)	
FP14	Matériel de nettoyage	PP	PP14 – Flopp (0,9621)	
FP15	Bobine Film imprimé pour emballage	PET	PET17 – Flopp-e (0,9392)	
FP16	Bobine film transparent pour emballage PF	PE	PE2 – Flopp-e (0,9855)	
FP17	Affuteur	PP	PP14 – Flopp (0,8604)	
FP18	Chaise bureau	PE	PE4 – Flopp-e (0,9721)	
FP19	Tapis tranchage	PU	PU15 – Flopp (0,9338)	
FP20	Ciseaux de bureau	PP	PP14 – Flopp (0,8964)	
FP21	Pistolet jet d'eau	Rubber	R13. Pink Rubber - Flopp (0,8590)	
FP22	Tuyau	PVC	PVC7 – Flopp-e (0,9163)	
FP23	Pistolet jet d'air	NI		Présence de graisse

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP24	Brassard	NI		Présence de graisse
FP25	Cuve nettoyage	PE	PE33. BlueTarpaulin -Flopp (0,9065)	Confirm. par OS
FP26	Caoutchouc du robinet de la cuve de nettoyage	PVC	PVC2 – Flopp (0,7775)	
FP27	Carton	PET	PET3 – Flopp-e (0,9736)	
FP28	Sac de sel	PE	PE22 – Flopp-e (0,9821)	
FP29	Gant	NBR	NBR – ATR polymers (0,7682)	
FP30	Charlotte	PP	PP54 – Flopp-e (0,9735)	
FP31	Couteau	PP	PP14 – Flopp (0,8912)	
FP32	Tuyau épais	Rubber	R13. Pink Rubber - Flopp (0,7868)	
FP32 bis	Tuyau épais	Rubber	R15. Yellow Rubber - Flopp (0,8391)	
FP33	Manchette	PE	Polyethylene – Perkin (0,9665)	
FP34	Sac	PE	PE12 – Flopp-e (0,9484)	
FP35	Tapis	POM	POM - Pimpke - OS (0,9100)	
FP36	Blouse jetable	PE	PE22 – Flopp-e (0,9875)	
FP37	Sachet d'emballage	PE	PE22 – Flopp (0,9810)	

<sup>a</sup> Polypropylène (PP), Polyéthylène (PE), Polyuréthane (PU), Polytétraphtalate d'éthylène (PET), Polychlorure de vinyle (PVC), Poly(acrylonitrile butadiène) (NBR), Caoutchouc (Rubber) Non identifié (NI).

<sup>b</sup> Les bases Flopp et Flopp-e sont disponibles dans la publication suivante :

De Frond, H., Rubinovitz, R., & Rochman, C. M. (2021).  $\mu$ ATR-FTIR Spectral Libraries of Plastic Particles (FLOPP and FLOPP-e) for the Analysis of Microplastics. *Analytical Chemistry*, 93(48), 15878-15885. doi: <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.1c02549>

La base OS correspond à la consultation du site openspecy qui agrège les spectres FT-IR de divers travaux (<https://openanalysis.org/openspecy/>)

Les bases ATR polymers (ATR Pol.) et Perkin ont été fournies par la société PerkinElmer.

## 2.4. Entreprise D – Cabillaud

Concernant la production de cabillaud, le **tableau 4** résume l'ensemble des plastiques collectés.

Tableau 4 : Description et identification de l'ensemble des plastiques collectés dans l'entreprise D.

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP1	Caisse plastique rigide	PE	PE34 – Flopp-e (0,829338)	
FP2 a	Manche couteau	PE	PE – Perkin (0,846394)	
FP2 b	Table de découpe	PE	PE3 – Flopp (0,996943)	
FP2 c	Range couteau	PA	Nylon4 – Flopp (0,62296)	
FP3	Tapis de convoyage	PE	PE22 – Flopp-e (0,993347)	
FP4 a	Aiguiseur	PP	PP14 – Flopp (0,987865)	

Dénomination	Description	Identification <sup>a</sup>	Bases <sup>b</sup> et scores	Commentaires
FP4 b	Robinet du tuyau	POM	POM – Perkin (0,722568)	
FP4 t	Tuyau	Rubber	R9.GreyRubber – Flopp (0,767884)	
FP8 (9a)	Enrouleur tuyau	PA	Nylon21 – Flopp (0,8945)	
FP8 t	Tuyau	Rubber	R13.PinkRubber – Flopp (0,822286)	
FP9 t	Tuyau	PVC	PVC2 – Flopp (0,891228)	
FP11	Petit tuyau	PVC	PVC – Perkin (0,800379)	
FP11 b	Gros tuyau	PVC	PVC – Perkin (0,794931)	
FP12	Sac poubelle	PE	PE7 – Flopp (0,925653)	
FP13	Film plastique	PE	PE22 – Flopp-e (0,994051)	
FP14	Film plastique	PE	PE22 – Flopp-e (0,99567)	
FP15	Surchaussure (blanche)	PE	PE33 – Flopp (0,98898)	
FP16	Surchaussure (bleue)	PP	PP47 – Flopp-e (0,738416)	
FP17	Bouchon d'oreille jetable	PU	PU14 – Flopp (0,741187)	
FP18	Charlotte	PP	PP40 – Flopp-e (0,987953)	
FP19	Gant en nitrile	SBR	Styrene/Butadiene – Polyatr (0,733896)	
FP20	Collier serrage	PP	PP26 – Flopp-e (0,969863)	
FP21	Barquette (transparent)	PET	PET3 – Flopp-e (0,973763)	
FP22	Barquette (blanc)	PE	PE32 – Flopp (0,997245)	
FP23	Surblouse	PE	PE9 – Flopp (0,99426)	

<sup>a</sup> Polypropylène (PP), Polyéthylène (PE), Polyuréthane (PU), Polytéréphtalate d'éthylène (PET), Polychlorure de vinyle (PVC), Polyamide (PA), Poly(styrene:butadiène) (SBR), Polyoxyméthylène (POM), Non identifié (NI).

<sup>b</sup> Les bases Flopp et Flopp-e sont disponibles dans la publication suivante :

De Frond, H., Rubinovitz, R., & Rochman, C. M. (2021).  $\mu$ ATR-FTIR Spectral Libraries of Plastic Particles (FLOPP and FLOPP-e) for the Analysis of Microplastics. *Analytical Chemistry*, 93(48), 15878-15885. doi: <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.1c02549>

Les bases Polyatr et Perkin ont été fournies par la société PerkinElmer.

### 3. Phase 3 – Caractérisation des contaminations au cours des processus industriels

#### 3.1. Entreprise A – Maquereaux en conserve

Au sein de cette entreprise, nous avons analysé un processus de fabrication de filets de maquereaux au naturel conditionnés en boîtes de conserve.

##### 3.1.1. Processus de fabrication, matériels et méthodes

- Echantillonnage :

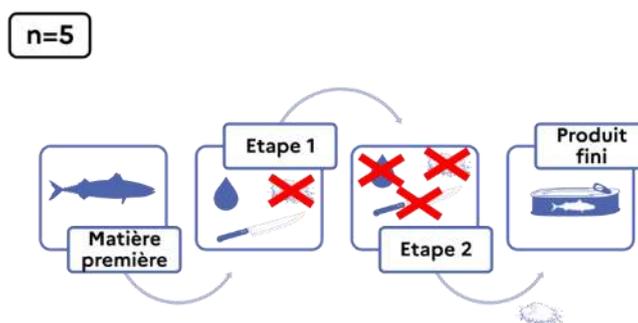


Figure 3 : Représentation schématique du plan d'échantillonnage retenu pour l'étude du processus de fabrication de conserves de maquereaux au naturel. Le symbole de la goutte d'eau matérialise une étape de rinçage, celui du couteau une découpe et celui de la poudre un ajout d'ingrédient(s).

	Matière Première	Etape 1	Etape 2	Produit fini
<b>Nom</b>	-	Après pré-cuisson	Après emboitage	-
<b>Atelier</b>	Atelier 1	Atelier 2	Atelier 3	Atelier 4

En plus de la matière première et du produit fini, deux étapes distinctes ont été échantillonnées (**figure 3**). Pour chaque point de prélèvement, n=5 échantillons différents ont été prélevés, par exemple : 5 poissons entiers pour la matière première et 5 boîtes de maquereaux pour le produit fini. Par la suite, 90 à 190 g de chair pour chacun des 5 échantillons de chaque étape ont été analysés.

Des contrôles de l'environnement, ainsi que des échantillonnages d'ingrédients ont été réalisés. Des boîtes de Petri ont été exposées à l'air environnant dans les 4 ateliers de l'entreprise avec des répliques (n=3). Entre outre 1L de saumure (n=3) et 1 L d'eau du réseau (n=3) ont également été collectés pour être analysés.

- Méthodologie

La méthode utilisée correspond à la méthode décrite dans le cadre de la phase 1. Brièvement, les échantillons, séparés en différents sous-échantillons (**tableau 5**), ont été digérés avec 800 mL de solution de KOH 10% à une vitesse de 200 rpm incubé à une température de  $40 \pm 1$  °C pendant 24 heures. A l'issue de la filtration le filtre a été traité avec de l'eau de Javel à 2,6% (cf. **1.1.3**).

Tableau 5 : Nombre de sous-échantillons réalisés pour les extractions en fonction des étapes étudiées

Etapes	Nombre de sous-échantillons
Matière première	2 (1 par filet)
Etape 1	3 (parts égales)
Etape 2	3 (parts égales)
Produit fini	3 (parts égales dont une avec saumure)

### 3.1.2. Résultats

- Matière première

Lors du traitement de la matière première, malgré les développements méthodologiques entrepris en début de projet, deux échantillons n'ont pu être traités en raison du colmatage des filtres, les résultats seront donc présentés sous forme d'un triplicat.

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 27 particules a pu être extrait des 508,18 g d'échantillons (masse moyenne  $169,4 \pm 11,8$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $5,2 \pm 0,4$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée.

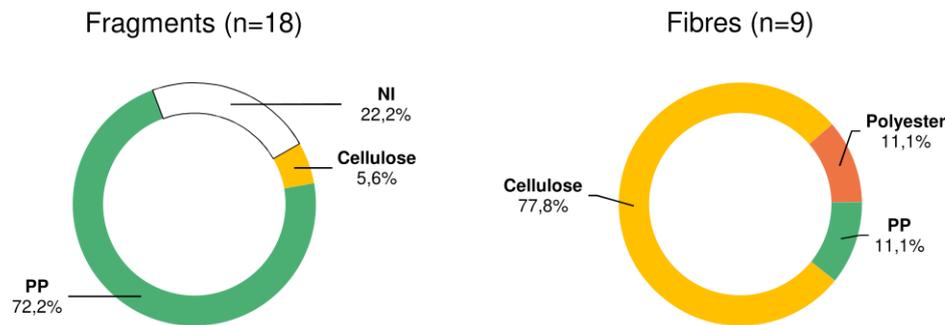


Figure 4 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons dans la matière première du processus de fabrication de l'entreprise B.

Concernant les microplastiques, la teneur en fragments et en fibres est respectivement de  $2,6 \pm 1,3$  MP / 100g et  $0,4 \pm 0,3$  MP / 100g. Il convient de noter qu'un échantillon sur les trois analysés ne contenait aucune fibre de MP. La grande majorité des fragments identifiés sont composés de PP (**figure 4**), quand les fibres sont dans trois quart des cas composées de cellulose, et ensuite en égales proportions de polyester et de PP. La teneur globale en MP est de  $3 \pm 1,2$  MP / 100g.

- Etape 1

Pour cette première étape du processus de transformation, 96 particules ont été extraites à partir des 480,2 g d'échantillons (masse moyenne de  $96 \pm 24,5$  g), une teneur en particules moyenne de  $21,2 \pm 8,8$  particules / 100g d'échantillons est ainsi mesurée.

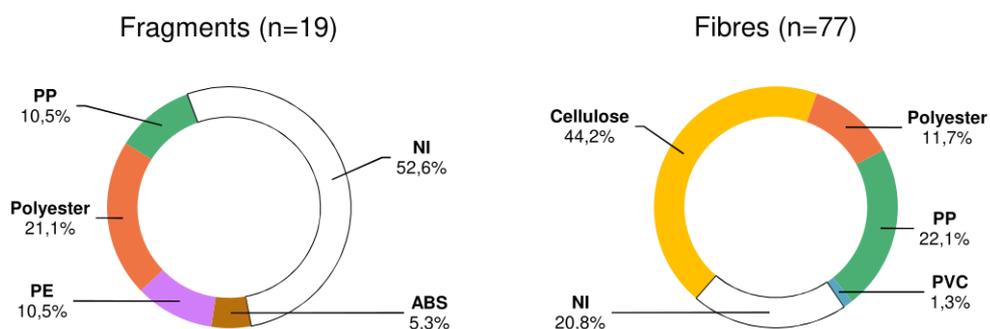


Figure 5 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de l'étape 1 du processus de fabrication de l'entreprise B. 7,3% des identifications sont estimées par extrapolation.

En matière de fragments de MP trois nouveaux polymères sont identifiés à cette étape : le polyester, le polyéthylène et l'ABS (**figure 5**). La teneur en fragments de MP totaux est de  $1,7 \pm 1,6$  MP / 100g, il convient de noter que deux des cinq échantillons ne comportaient aucun MP sous forme de fragments. Pour cette étape, le nombre de fibres isolées est plus important que celui du nombre de fragments. En termes d'identification, là encore cellulose, polyester et PP composent la grande majorité des fibres

isolées. La teneur en fibres synthétiques est de  $5,8 \pm 2,3$  MP / 100g. Ainsi, la teneur globale en microplastiques dans ces échantillons est de  $7,6 \pm 3,4$  MP / 100g.

- Etape 2

A la seconde étape du processus, un total de 250 particules a été isolé à partir des 499,3 g d'échantillons ( $99,9 \pm 6,2$  g), ce qui conduit à une teneur moyenne de  $50,9 \pm 21$  particules / 100g. L'écart-type important indique une certaine hétérogénéité entre les échantillons, de nouveau le nombre de fragments est plus important que celui des fibres.

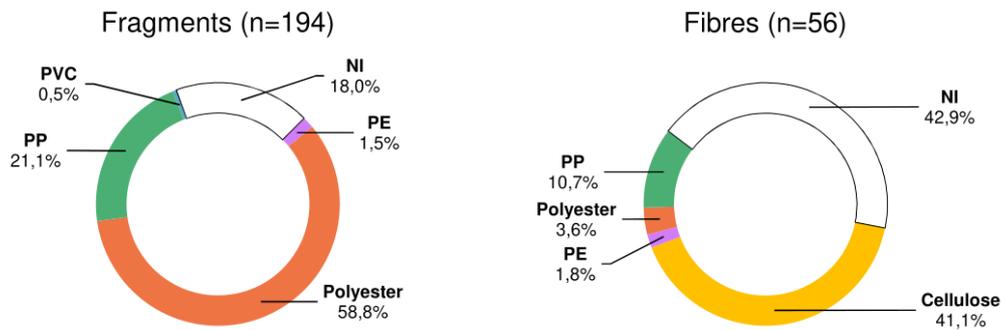


Figure 6 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de l'étape 2 du processus de fabrication de l'entreprise A. 15,1% des identifications sont estimées par extrapolation.

En termes d'identification, les fragments synthétiques sont essentiellement composés de polyester (58,8%) et de PP (21,1%) (figure 6). La teneur moyenne en MP sous forme de fragments est de  $32,4 \pm 14,5$  MP / 100g. Parmi les fragments de polyester, près de deux tiers se trouvent être des fragments de couleur bleu/transparents, qui étaient absents des étapes précédentes, de même près des deux tiers des PP sont présents sous forme de particules marrons. Concernant les fibres, les identifications restent similaires aux précédentes étapes avec une majorité de cellulose et pour les fibres synthétiques la présence de polyester et de PP (figure 6). La teneur en MP sous forme de fibres est de  $1,8 \pm 1,3$  MP / 100g avec un échantillon pour lequel aucune fibre synthétique n'a pu être identifiée. Globalement pour la seconde étape du processus de fabrication de l'entreprise A, qui est également l'étape pour laquelle le plus de particules ont été isolées, la teneur moyenne en microplastiques était de  $34,2 \pm 14,2$  MP / 100g. Il convient de noter qu'à cette étape une fibre verte de cellulose d'une longueur supérieure à 5 mm a pu être isolée.

- Produit fini

Dans le produit fini 193 particules ont été isolées à partir des 914,8 g d'échantillons analysés ( $183,0 \pm 2,2$  g), la teneur moyenne en particules était ainsi de  $21,0 \pm 4,9$  particules / 100g. Il y a donc moins de particules dans le produit fini en comparaison avec les échantillons de l'étape 2.

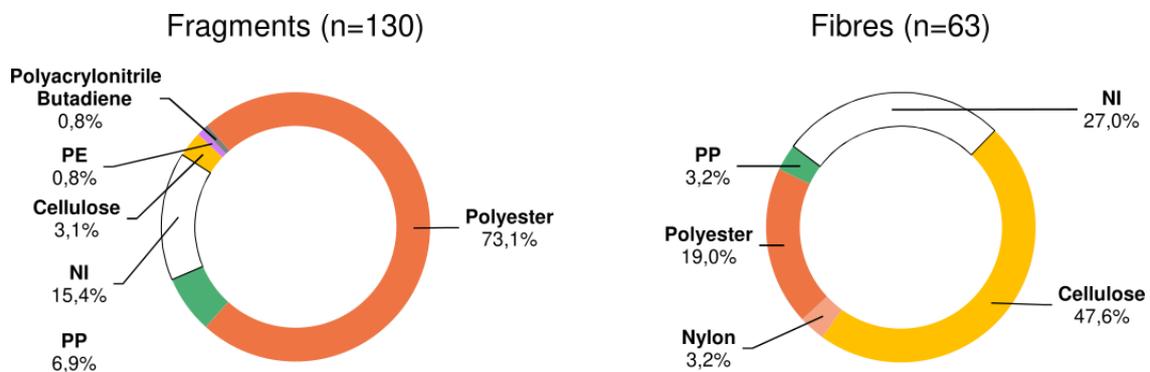


Figure 7 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de produits finis du processus de fabrication de l'entreprise A. 13,0% des identifications sont estimées par extrapolation.

Concernant les fragments isolés il s'agit en très grande majorité de polyester (73,1%), le second polymère le plus représenté étant le PP (6,9%) (figure 7). La teneur moyenne en MP sous forme de

fragments est de  $11,5 \pm 4,1$  MP / 100g. Au sein des fragments de polyester, il convient de préciser que plus de la moitié de ces fragments sont des fragments bleus, translucides soit 40,2% des fragments totaux isolés dans les produits finis, ils sont similaires à ceux apparus à l'étape 2. En revanche, les fragments de PP isolés dans les produits finis sont différents de ceux présents à l'étape 2. Concernant les fibres, outre une majorité de fibres en cellulose, la plupart des fibres synthétiques sont à base de polyester, pour le reste deux fibres de PP et deux fibres de nylon ont également été identifiées. La teneur moyenne en MP sous forme de fibres est ainsi de  $1,8 \pm 1,3$  MP / 100g. Ainsi globalement, la teneur moyenne en MP dans les produits finis de l'entreprise A est de  $13,3 \pm 4,3$  /100g.

- Synthèse

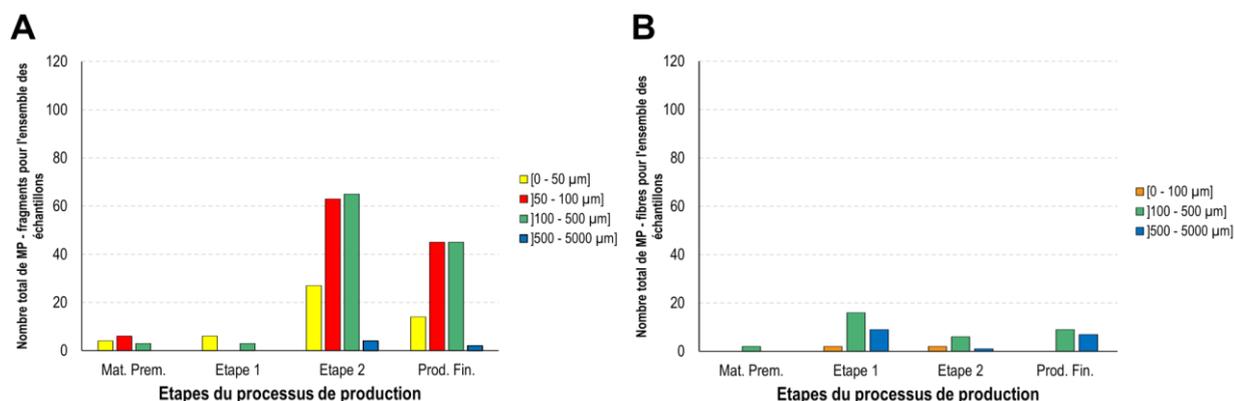


Figure 8 : Diagrammes en bâton représentant le nombre de microplastiques par classes de tailles dans l'ensemble des échantillons prélevés en fonction des étapes du processus analysées pour l'entreprise A. Avec (A) les données concernant les fragments (n=287) et (B) les données concernant les fibres (n=54).

L'étude du processus de production de l'entreprise A montre qu'il y a plus de microplastiques sous forme de fragments que sous forme de fibres. En termes de taille, les fragments de taille inférieure à 100 µm sont les plus importants, lorsque la classe de taille ]100 – 500 µm] est la plus représentée chez les fibres (figure 8). C'est à partir de l'étape 2 que la plupart des fragments de microplastiques sont présents (figure 8). En revanche, c'est à l'étape 1 que les teneurs en fibres les plus importantes sont retrouvées avec des valeurs supérieures à celles des fragments.

Concernant les fragments il y a clairement une contamination en polyester en cours du processus (tableau 6) et ce à partir de l'étape 2, il convient de préciser qu'il s'agit de particules similaires sur les deux dernières étapes d'un bleu translucide. Une diminution est observée entre l'étape 2 et le produit fini. Concernant le PP, l'étape 2 est marquée par un pic de fragments marrons, qui ressemblent à des films et sont différents des autres étapes.

Tableau 6 : Teneurs moyennes en particules pour 100g d'échantillon, pour chaque type de particule identifié et pour chacune des étapes du processus de fabrication de l'entreprise A. Les données sont exprimées en moyenne ± écart-type (n=5), à l'exception de la matière première pour laquelle n=3.

		NI	Cellulose	PE	PP	PS	Polyester	PVC	Nylon	ABS	NBR
Frag. / 100g	Mat. Première*	0,7 ± 0,8	0,2 ± 0,3	0 ± 0	2,6 ± 1,3	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Etape 1	2,3 ± 2,6	0 ± 0	0,4 ± 0,5	0,4 ± 0,6	0 ± 0	0,8 ± 0,7	0 ± 0	0 ± 0	0,1 ± 0,3	0 ± 0
	Etape 2	7,1 ± 2,6	0 ± 0	0,6 ± 0,9	8,3 ± 5,4	0 ± 0	23,3 ± 11,4	0,2 ± 0,4	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Prod. fini	2,2 ± 2	0,4 ± 0,6	0,1 ± 0,3	1 ± 1,3	0 ± 0	10,4 ± 2,8	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,1 ± 0,2
Fibres / 100g	Mat. Première*	0 ± 0	1,3 ± 0,2	0 ± 0	0,2 ± 0,3	0 ± 0	0,2 ± 0,3	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Etape 1	3,7 ± 2	7,7 ± 3,4	0 ± 0	3,7 ± 1,8	0 ± 0	1,9 ± 1,3	0,3 ± 0,6	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Etape 2	4,9 ± 2,8	4,7 ± 3,4	0,2 ± 0,4	1,2 ± 1,2	0 ± 0	0,4 ± 0,6	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Prod. fini	1,9 ± 1,9	3,3 ± 1,7	0 ± 0	0,2 ± 0,5	0 ± 0	1,3 ± 0,9	0 ± 0	0,2 ± 0,5	0 ± 0	0 ± 0

NI : particules non-identifiées, PE : polyéthylène, PP : polypropylène, PS : polystyrène, PVC : poly(chlorure de vinyle), ABS : Acrylonitrile Butadiène Styrene, NBR : Poly(acrylonitrile butadiène)

\* Pour cette étape du processus, seuls 3 échantillons ont pu être analysés.

En ce qui concerne les fibres, celles composées de cellulose et de couleur bleue sont majoritaires, avec un pic à l'étape 1. Pour les polymères synthétiques, les fibres de PP et polyester sont majoritaires à l'étape 1 également. Les fibres de PP sont majoritairement de couleur bleue, quand celles de PES sont bleues et noires.

- Eau du réseau

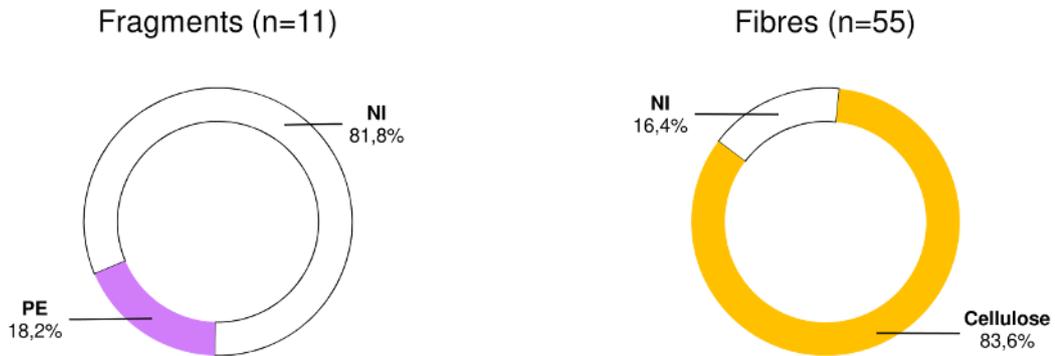


Figure 9 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons d'eau du réseau de l'entreprise A. 6,0% des identifications sont estimées par extrapolation.

Un total de  $22,1 \pm 13,1$  particules par litre a été mesuré dans l'eau du réseau de l'entreprise A. Une majorité de fibres a été retrouvée, mais aucune d'elles n'était composée de polymère synthétique, puisqu'une majorité de fibre était composée de cellulose (**figure 9**). Concernant les 11 fragments isolés, seule une petite partie a pu être identifiée, il s'agissait de fragments de PE (**figure 9**) différents de ceux retrouvés dans les échantillons. La teneur totale en MP de l'eau du réseau est donc  $0,7 \pm 1,2$  MP / L.

- Saumure

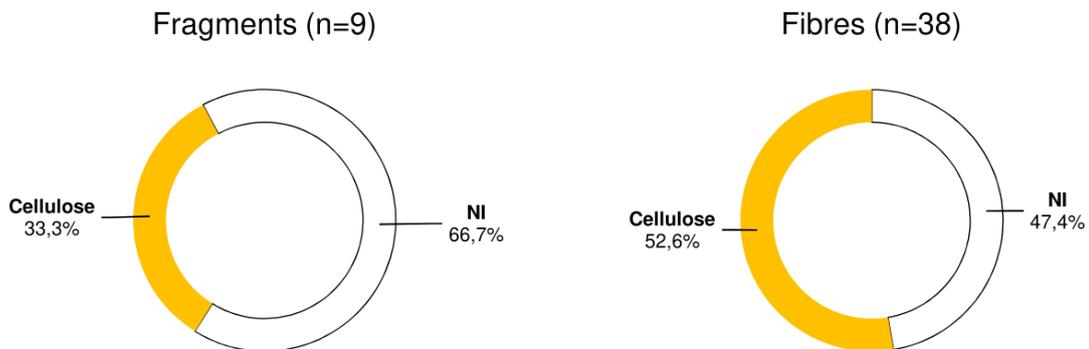


Figure 10 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de saumure de l'entreprise A. 22,4% des identifications sont estimées par extrapolation.

Dans la saumure une teneur en particules  $15,7 \pm 1,5$  particules par litre a été estimée. Il y avait plus de fibres que de fragments (**figure 10**). En termes de composition, aucun polymère synthétique n'a été identifié dans la saumure (**figure 10**). Le seul polymère ayant été identifié est la cellulose. Deux fibres, l'une jaune et l'autre rose et d'une longueur supérieure à 5 mm, ont été isolées dans ces échantillons sans qu'aucune identification n'ait pu être obtenue.

- Dépôts d'air environnant

Les collectes de dépôts d'air environnant réalisées au sein des différents ateliers de l'entreprise A ont permis d'isoler près de 1000 particules dont 780 fragments et 213 fibres (**figure 11**). Très peu de fragments ont été identifiés (5,2%), et parmi eux quelques polymères synthétiques ont été identifiés : PE, polyester et POM (**figure 11**). Parmi les fibres, dont 48,8% ont été identifiées, deux polymères synthétiques ont été observés : polyester et PP. La cellulose composait la majorité des fibres identifiées

(figure 11). La majorité des fibres isolées sont de couleur grise ce qui n'a pas été retrouvé dans les différents échantillons de l'entreprise A, aucun lien entre l'air environnant et la contamination des échantillons ne peut être réalisé.

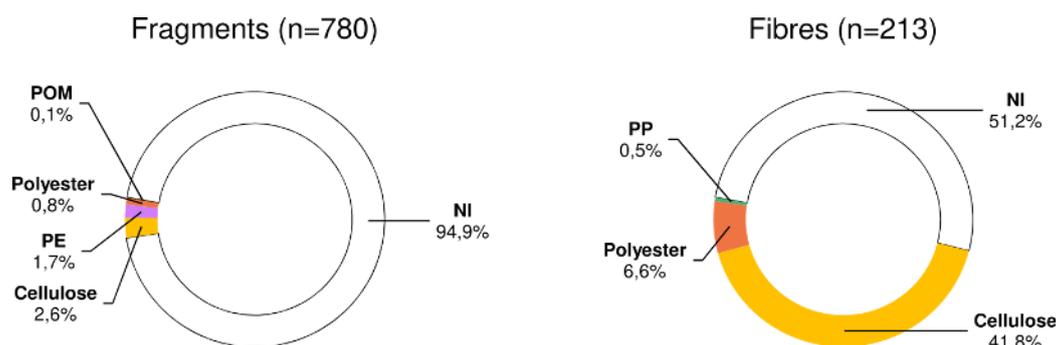


Figure 11 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les dépôts d'air environnant des quatre ateliers de l'entreprise A. 22,4% des identifications sont estimées par extrapolation.

Une certaine hétérogénéité des dépôts a été observée comme le montre le **tableau 7**. En effet, si les dépôts sont homogènes sur les ateliers 1 à 3, l'atelier 4 présente des dépôts en particules de  $517,1 \pm 93,3$  /m<sup>2</sup>/min quand il est compris entre  $12,7 \pm 0,2$  et  $33,1 \pm 29,4$  pour les ateliers 1 à 3. L'atelier 2 est celui pour lequel les dépôts de MP de l'air environnant sont les plus faibles  $0,8 \pm 1,4$  MP/m<sup>2</sup>/min et le dépôt en MP est le plus important, à  $15,1 \pm 10,2$  MP/m<sup>2</sup>/min, pour l'atelier 4. Concernant la forme des microplastiques la plus isolée, il n'y a pas d'observation particulière, puis dans les ateliers 1 et 3, les microplastiques isolés sont plus retrouvés sous forme de fibres que de fragments, alors que l'inverse est observé pour les ateliers 2 et 4. En outre une fibre grise non identifiée d'une longueur supérieure à 5 mm a également été observée pour l'ensemble des échantillons.

Tableau 7 : Données de dépôts de l'air environnant dans les différents ateliers de l'entreprise A. Les données sont exprimées en nombre d'item par m<sup>2</sup> et par minute. Les données sont présentées pour les particules et les microplastiques. Dans chacune des catégories les données sont disponibles pour l'ensemble des particules/MP mais avec une distinction entre fragments et fibres également.

	Particules/m <sup>2</sup> /min*			MP/m <sup>2</sup> /min*		
	Fragments	Fibres	Total	Fragments	Fibres	Total
<b>Atelier 1</b>	16,7 ± 9,5	16,4 ± 25,8	33,1 ± 29,4	0 ± 0	4,1 ± 7,1	4,1 ± 7,1
<b>Atelier 2</b>	5,7 ± 6,2	8,7 ± 1,5	14,4 ± 7,6	0,8 ± 1,4	0 ± 0	0,8 ± 1,4
<b>Atelier 3</b>	6,7 ± 6,3	6 ± 6,5	12,7 ± 0,2	0,8 ± 1,4	1,4 ± 1,3	2,3 ± 2,6
<b>Atelier 4</b>	418 ± 106,6	99,1 ± 38,8	517,1 ± 93,3	10 ± 13,3	5 ± 4,5	15,1 ± 10,2

\* Données exprimées sous forme de moyenne ± écart-type (n=3)

## 3.2. Entreprise B – Thons en conserve

### 3.2.1. Processus de fabrication, matériels et méthodes

- Echantillonnage :

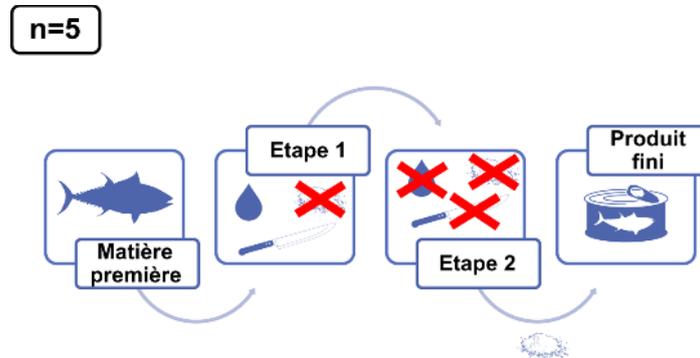


Figure 12 : Représentation schématique du plan d'échantillonnage retenu pour l'étude du processus de fabrication de conserves de thon au naturel. Le symbole de la goutte d'eau matérialise une étape de rinçage, celui du couteau une découpe et celui de la poudre un ajout d'ingrédients.

	Matière Première	Etape 1	Etape 2	Produit fini
<b>Nom</b>	-	Après parage	Après emboitage	-
<b>Atelier</b>	Atelier 1	Atelier 2	Atelier 3	Atelier 3

En plus de la matière première et du produit fini, deux étapes différentes ont été échantillonnées (**figure 12**). Pour chaque point de prélèvement, n=5 échantillons différents ont été prélevés. Par la suite, 110 à 180 g pour chacun des 5 échantillons de chaque étape ont été prélevés pour réaliser l'analyse.

Des contrôles de l'environnement, ainsi que des échantillonnages d'ingrédients ont été réalisés. Ainsi, 9 boîtes de Petri ont été exposées à l'air dans différents ateliers avec des répliqués de n=3. Entre outre, 1L de saumure (n=3) et 1 L d'eau du réseau (n=3) ont également été collectés pour être analysés.

- Méthodologie :

La méthode utilisée correspond à la méthode 1 décrite dans le cadre de la phase 1.

### 3.2.2. Résultats

- Matière première

Un gros morceau de longe a été prélevé sur 5 poissons différents. Les échantillons ont été congelés puis décongelés au moment de lancer l'analyse. Lors de celle-ci, c'est le cœur du morceau qui a été utilisé, c'est-à-dire que toutes les parties en contact avec l'extérieur ont été enlevées.

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 622 particules a pu être extrait des 873,41 g d'échantillons (masse moyenne  $174,7 \pm 29,8$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $71 \pm 84,7$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée.

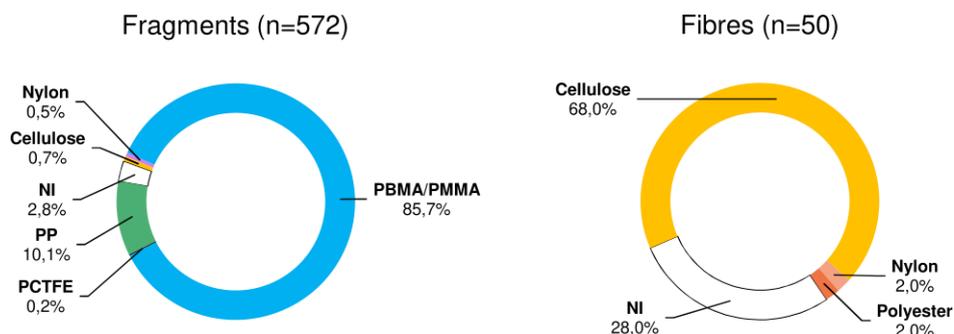


Figure 13 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de matière première du processus de fabrication de l'entreprise B. 75,7% des identifications sont estimées par extrapolation.

Concernant les microplastiques les teneurs en fragments et en fibres sont respectivement de  $63,4 \pm 81,4$  MP / 100g et  $0,2 \pm 0,3$  MP / 100g. La grande majorité des fragments identifiés, 85,7% est de couleur bleue et composée de PBMA/PMMA (**figure 13**), les spectres FT-IR de ces deux types de polymères étant très proches. Il convient de noter qu'une forte variabilité existe entre les échantillons comme cela est visible sur les écarts-types. Concernant les fibres, outre la cellulose majoritaire, des proportions identiques de polyester et de nylon sont observées. Trois échantillons sur 5 ne contiennent aucune fibre à base de polymère synthétique, ainsi la teneur moyenne en MP sous forme de fibre est de  $0,2 \pm 0,3$  MP/ 100g. Pour cette étape la teneur globale en MP est de  $63,6 \pm 81,6$  MP / 100g. Cette concentration mesurée dans la matière première n'est néanmoins pas le fruit d'une contamination analytique, puisqu'aucun fragment de PBMA/PMMA n'a été retrouvé dans les contrôles. Cette contamination semble cependant très spécifique du lot étudié ici, puisque l'analyse de longes de thon d'autres espèces et d'autres fournisseurs n'a pas conduit à l'obtention de résultats du même ordre.

- Etape 1

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 546 particules a pu être extrait des 740,72 g d'échantillons (masse moyenne  $148,1 \pm 19,5$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $69,7 \pm 55$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée. Une fibre bleue de cellulose, d'une taille supérieure à 5 mm, a également été observée sans être comptabilisée.

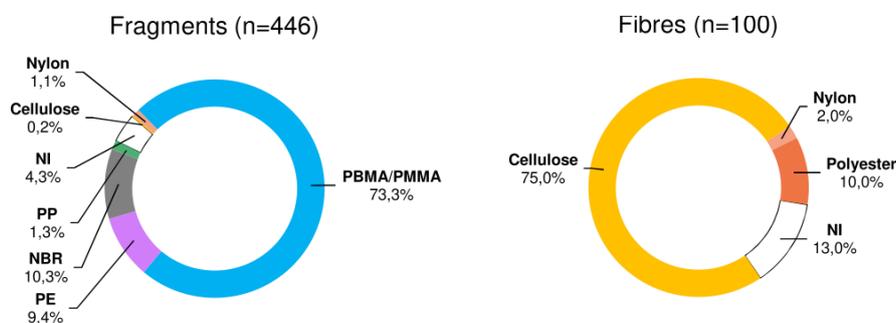


Figure 14 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de l'étape 1 du processus de fabrication de l'entreprise B. 55,6% des identifications sont estimées par extrapolation.

En termes d'identification, des fragments bleus de PBMA/PMMA sont toujours présents en grande quantité. Il convient de noter que des fragments de NBR, exclusivement bleus, et de PE, quasiment exclusivement transparents, sont également identifiés pour respectivement 10,3 et 9,4% des fragments isolés (**figure 14**). La quantité de fragments de MP est de  $54,1 \pm 50,9$  MP/100g. Pour cette étape également une certaine hétérogénéité des teneurs en MP sous forme de fragment est observée notamment pour un des échantillons. En matière de fibres, les identifications sont de nouveau dominées par la cellulose, le polyester est le second polymère le plus représenté avec 10 % des identifications, la teneur moyenne en fibres de MP est de  $1,5 \pm 1,3$  MP/100g. Il convient de noter qu'un échantillon ne contenait aucun MP sous forme de fibre. A cette étape, une teneur globale de MP de  $55,6 \pm 51,5$  MP/100g est mesurée.

- Etape 2

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 2605 particules a pu être extrait des 597,12 g d'échantillons (masse moyenne  $119,4 \pm 10,2$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $434,9 \pm 150,2$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée. Il s'agit de la teneur la plus élevée mesurée pour ce processus de transformation.

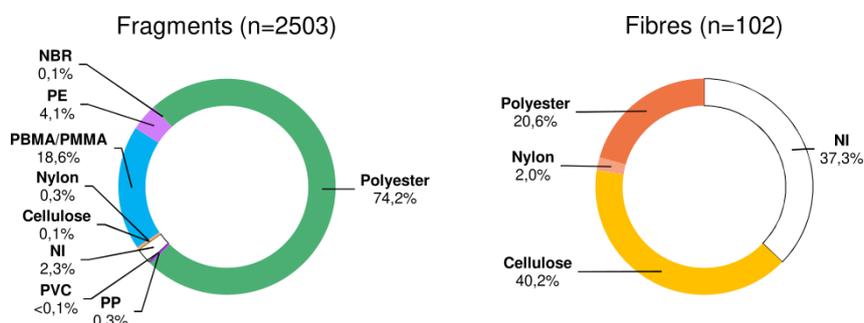


Figure 15 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de l'étape 2 du processus de fabrication de l'entreprise B. 80,7% des identifications sont estimées par extrapolation.

Une modification du profil des identifications est observée avec des fragments majoritairement composés de polyester (74,2% - **figure 15**) dont 98,7% sont de couleur bleue. Il y a moins d'identification relatives de fragments de PBMA/PMMA (18,6%), mais en valeur absolue, une augmentation de la teneur en PBMA/PMMA est observée à cette étape. La teneur en fragments de MP est de  $407,3 \pm 148,1$  MP/100g, marquant de nouveau une certaine hétérogénéité parmi les échantillons. En matière de fibres, la proportion et le nombre de fibres de polyester augmentent à cette étape, mais la cellulose reste le polymère le plus retrouvé parmi les fibres. A l'étape 2, la teneur en MP sous forme de fibre est de  $3,9 \pm 2,4$  MP/100g, ce qui fait qu'une teneur globale en MP de  $411,3 \pm 149,9$  MP/100g est obtenue.

- Produit fini

Dans le produit fini, un total de 1538 particules a pu être extrait des 884,35 g d'échantillons (masse moyenne  $176,9 \pm 3,3$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $173,9 \pm 33$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée.

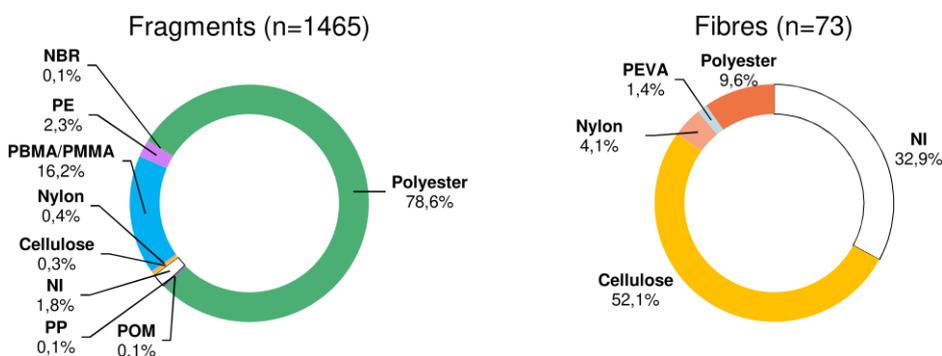


Figure 16 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de produits finis du processus de fabrication de l'entreprise B. 75,5% des identifications sont estimées par extrapolation.

Dans le produit fini, le nombre de fragments est plus faible en comparaison avec l'étape 2, mais les profils d'identification sont similaires (**figure 16**) avec une prépondérance du polyester de nouveau. La teneur en MP sous forme de fragment est de  $162,1 \pm 35,3$  MP/100g. En matière de fibres, là aussi le profil d'identification est similaire aux étapes précédentes avec une majorité de cellulose et de polyester. A noter qu'une fibre de PEVA a été mise en évidence. La teneur moyenne en microplastiques sous forme de fibre est ici de  $1,3 \pm 0,7$  MP/100g, ce qui conduit à une teneur globale de  $163,3 \pm 35$  MP/100g.

• Synthèse

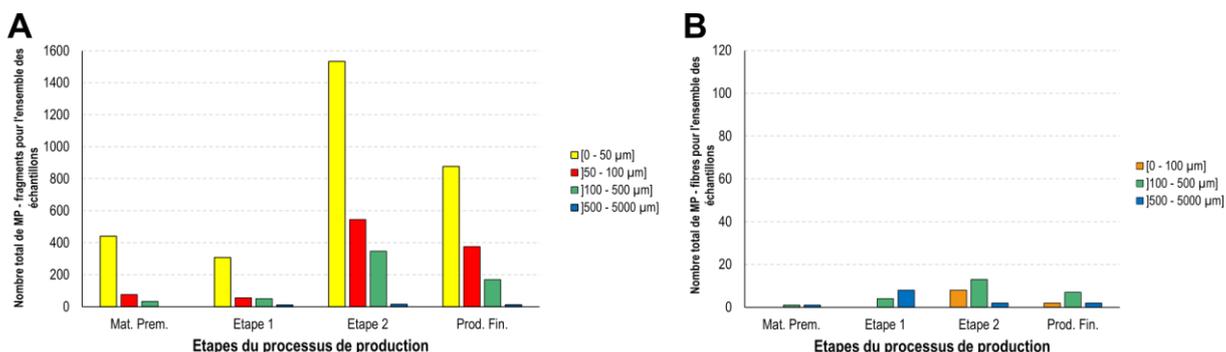


Figure 17 : Diagrammes en bâton représentant le nombre de microplastiques par classes de tailles dans l'ensemble des échantillons prélevés en fonction des étapes du processus analysées pour l'entreprise B. Avec (A) les données concernant les fragments (n=4854) et (B) les données concernant les fibres (n=48).

Outre le nombre important de fragments, comme le montre la **figure 17**, les fragments de petites tailles [0 – 50 µm] sont les plus importants et ce à chaque étape du processus de transformation. L'étape 2 marque une nette augmentation du nombre de fragments avant que cela décroisse légèrement dans le produit fini. Comme pour l'entreprise A, très peu de fibres de MP ont été isolées dans les échantillons de l'entreprise B avec une quasi-absence dans la matière première, une dizaine de fibres pour l'ensemble des échantillons des étapes 1 et dans le produit fini et une vingtaine à l'étape 2. La classe de taille la plus représentée dans ces échantillons est la classe ]100 -500 µm] (**figure 17**) comme cela a déjà été constaté (**figure 8**).

Tableau 8 : Teneurs moyennes en particules pour 100g d'échantillon, pour chaque type de particule identifié et pour chacune des étapes du processus de fabrication de l'entreprise B. Les données sont exprimées en moyenne ± écart-type (n=5).

		NI	Cellulose	PE	PP	Polyester	PBMA/PMMA	Nylon	PEVA	PCTFE	NBR
Frag. / 100g	Mat. prem.	1,9 ± 1,4	0,5 ± 0,9	0 ± 0	6 ± 6,5	0 ± 0	56,9 ± 77,7	0,3 ± 0,5	0 ± 0	0,1 ± 0,3	0 ± 0
	Etape 1	2,5 ± 2,4	0,2 ± 0,4	5,5 ± 3,8	0,9 ± 1,8	0 ± 0	40,6 ± 53,2	0,6 ± 0,7	0 ± 0	0 ± 0	6,4 ± 2
	Etape 2	9,8 ± 3,8	0,5 ± 0,8	17,2 ± 12,8	1,1 ± 1,1	311 ± 133,2	76 ± 54,5	1,4 ± 1,7	0 ± 0	0 ± 0	0,5 ± 0,7
	Prod. fin.	3,1 ± 1,5	0,5 ± 0,3	3,9 ± 2,2	0,2 ± 0,3	129,8 ± 43	27 ± 14,4	0,7 ± 0,9	0 ± 0	0 ± 0	0,2 ± 0,5
Fibres / 100g	Mat. prem.	1,5 ± 1,6	3,5 ± 3,5	0 ± 0	0 ± 0	0,1 ± 0,2	0 ± 0	0,1 ± 0,3	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Etape 1	1,5 ± 2,7	9,9 ± 4,1	0 ± 0	0 ± 0	1,3 ± 1,4	0 ± 0	0,3 ± 0,4	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Etape 2	6,4 ± 3,5	6,9 ± 1,6	0 ± 0	0 ± 0	3,6 ± 2,4	0 ± 0	0,4 ± 0,5	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Prod. fin.	2,7 ± 1,8	4,3 ± 2,1	0 ± 0	0 ± 0	0,8 ± 0,6	0 ± 0	0,3 ± 0,5	0,1 ± 0,3	0 ± 0	0 ± 0

NI : particules non-identifiées, PE : polyéthylène, PP : polypropylène, PBMA/PMMA : Polybutylméthacrylate / Polyméthylméthacrylate, PEVA : éthylène-acétate de vinyle, PCTFE : polychlorotrifluoroéthylène, NBR : Poly(acrylonitrile butadiène)

A la lecture du **tableau 8**, plusieurs contaminations par des fragments de MP sont visibles, elles interviennent à différentes étapes du processus. Tout d'abord le PBMA/PMMA, présent dès la matière première, a été retrouvé à toutes les étapes du processus de transformation, néanmoins sa teneur diminue sur la globalité du processus. Il s'agit vraisemblablement d'une source unique de contamination en témoigne la couleur bleue unique observée pour l'ensemble de ces particules. Des particules de PE transparent et de NBR bleues ont été retrouvées à partir de l'étape 1. Ces fragments de PE ont une teneur maximale à l'étape 2, quand la teneur en NBR est maximale à l'étape 1. Ces teneurs ont tendance à diminuer dans le produit fini. Enfin, de très nombreuses particules bleues de polyester apparaissent à l'étape 2 du processus de fabrication, malgré une diminution de la teneur, il reste en moyenne 129,8 MP/100g de ce type de particules dans le produit fini.

Concernant les fibres, celles à base de cellulose et de couleur bleue sont les plus retrouvées à toutes les étapes du processus. En termes de polymères synthétiques, les fibres de polyester sont celles ayant la teneur moyenne la plus importante au cours du processus de transformation avec un maximum à

l'étape 2 (**tableau 8**). Néanmoins dans le produit fini il y a moins d'une fibre de polyester pour 100g d'échantillon.

- Eau du réseau

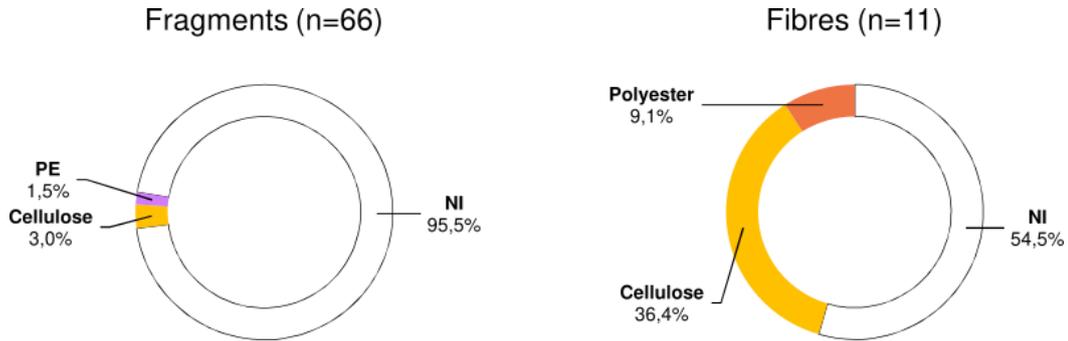


Figure 18 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons d'eau du réseau de l'entreprise B. 61,0% des identifications sont estimées par extrapolation.

Un total de  $25,7 \pm 6,1$  particules par litre a été mesuré dans l'eau du réseau de l'entreprise B. Une majorité de fragments a été retrouvée, mais plus de 95% de ceux-ci n'ont pas été identifiés (**figure 18**). Concernant les fibres une majorité de celles identifiées était composée de cellulose, pour le reste une fibre de polyester a été isolée (**figure 18**). Une teneur globale en MP de l'eau du réseau est donc  $0,7 \pm 0,6$  MP / L, mais les MP retrouvés dans l'eau sont différents de ceux retrouvés dans les échantillons.

- Saumure

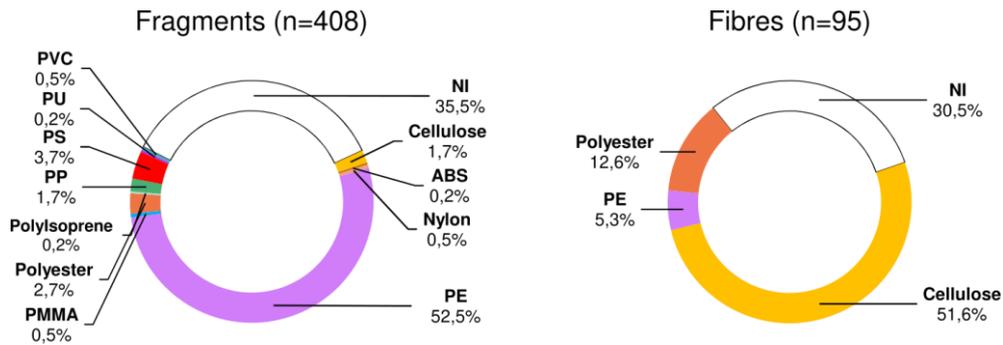


Figure 19 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de saumure utilisés par l'entreprise B. 33,5% des identifications sont estimées par extrapolation.

La teneur moyenne en particules est plus élevée dans la saumure puisque  $83,0 \pm 23,0$  particules/L ont été isolées. Ces particules proviennent vraisemblablement des ingrédients ajoutés à la saumure. La majorité des fragments de MP est composée de PE (**figure 19**), avec diverses couleurs et très peu de particules transparentes. De même, les fragments de polyester sont différents de ceux retrouvés dans les échantillons. Enfin il convient de noter que du PS est retrouvé dans 3,7% des fragments de la saumure alors qu'ils sont absents des échantillons testés. En ce qui concerne les fibres, la moitié est composée de cellulose, quand 5 fibres de PE et 12 fibres de polyester ont été observées (**figure 19**). Une teneur globale en MP de l'eau du réseau est donc  $6,3 \pm 3,1$  MP / L, mais ici aussi aucun lien n'a pu être établi entre les MP présents dans la saumure et ceux retrouvés dans les échantillons.

- Dépôts d'air environnant

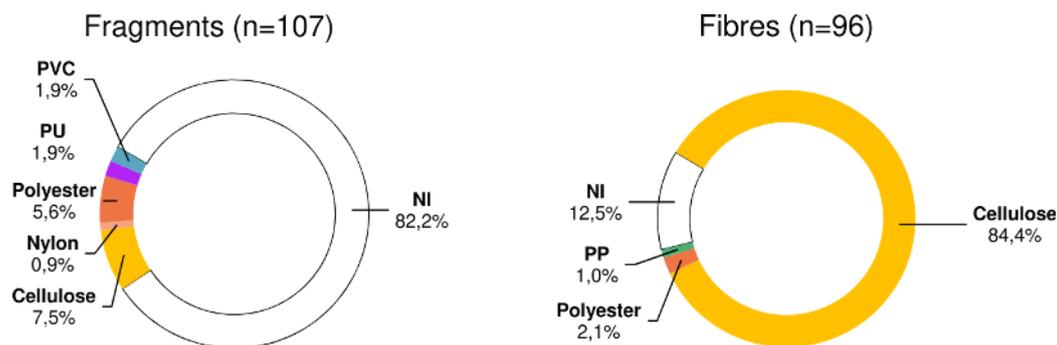


Figure 20 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les dépôts d'air environnant des cinq ateliers de l'entreprise B. 28,8 % des identifications sont estimées par extrapolation.

Au sein de l'entreprise B, près 200 particules ont été isolées dans les 3 ateliers analysés. Près de la moitié de ces particules sont des fragments (**figure 20**). Le taux d'identification des fragments est relativement faible (17,8%), parmi eux des fragments de polyester sont identifiés. Les fragments de polyester isolés dans l'atelier 3 sont similaires à ceux retrouvés dans les échantillons à partir de l'étape 2. Concernant les fibres, une majorité de fibres bleues de cellulose est retrouvée similaire à celles retrouvées dans les échantillons.

Tableau 9 : Données de dépôts de l'air environnant dans les différents ateliers de l'entreprise B. Les données sont exprimées en nombre d'item par m<sup>2</sup> et par minute. Les données sont présentées pour les particules et les microplastiques. Dans chacune des catégories les données sont disponibles pour l'ensemble des particules/MP mais avec une distinction entre fragments et fibres également.

	Particules/m <sup>2</sup> /min*			MP/m <sup>2</sup> /min*		
	Fragments	Fibres	Total	Fragments	Fibres	Total
<b>Atelier 1</b>	24,6 ± 5	29,6 ± 18,2	54,2 ± 17,3	2,3 ± 1,6	2,3 ± 2,9	4,6 ± 2,8
<b>Atelier 2</b>	14,1 ± 7,7	15,9 ± 5,3	30 ± 9,9	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
<b>Atelier 3</b>	25,3 ± 19	11,4 ± 10,9	36,7 ± 29,5	5,2 ± 6,9	0 ± 0	5,2 ± 6,9

\* Données exprimées sous forme de moyenne ± écart-type (n=3)

Pour l'entreprise B, le dépôt depuis l'air environnant est également relativement hétérogène comme cela est visible dans le **tableau 9**. Il convient de noter qu'aucun MP n'a été identifié dans les dépôts de l'air environnant pour l'atelier n°2. Dans l'atelier 1 des vitesses de dépôts similaires en MP sous forme de fibres et de fragments sont enregistrées de l'ordre de 2,3 particules/m<sup>2</sup>/min (**tableau 9**). Le dernier atelier est celui pour lequel les dépôts de fragments de MP sont les plus importants de l'ordre de 5,2 ± 6,9 MP/m<sup>2</sup>/min, avec une forte hétérogénéité en fonction des répliqués de prélèvements.

### 3.3. Entreprise C – Saumon fumé

#### 3.3.1. Processus de fabrication, matériels et méthodes

- Echantillonnage:

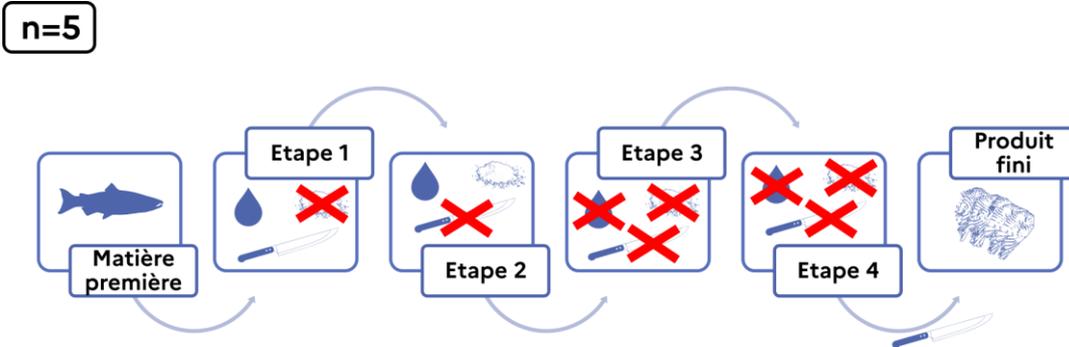


Figure 21 : Représentation schématique du plan d'échantillonnage retenu pour l'étude du processus de fabrication du saumon fumé. Le symbole de la goutte d'eau matérialise une étape de rinçage, celui du couteau une découpe et celui de la poudre un ajout d'ingrédient.

	Matière Premère	Etape 1	Etape 2	Etape 3	Etape 4	Produit fini
<b>Nom</b>	-	Avant Salage	Après Dessalage	Après Fumage	Avant tranchage	-
<b>Atelier</b>	Atelier 1	Atelier 1	Atelier 2	Atelier 3	(Salle stockage)	Atelier 4 (tranchage)

En plus de la matière première et du produit fini, quatre étapes différentes ont été échantillonnées (**figure 21**). Pour chaque point de prélèvement, n=5 échantillons différents ont été prélevés. Par la suite, 100 à 200 g pour chacun des 5 échantillons de chaque étape ont été prélevés pour réaliser l'analyse.

Des contrôles de l'environnement, ainsi que des échantillonnages d'ingrédients ont été réalisés. Ainsi, 14 boîtes de Petri ont été exposées à l'air dans différents ateliers avec des répliqués allant de n=2 à n=3. En outre 100g de sel (n=3) et 1 L d'eau du réseau (n=3) ont également été collectées pour être analysés.

- Méthodologie

La méthode utilisée correspond à la méthode 1 décrite dans le cadre de la phase 1. Brièvement, les échantillons ont été digérés avec 800 mL de solution de KOH 10% à une vitesse de 200 rpm incubés à une température de  $40 \pm 1$  °C pendant 24 heures.

#### 3.3.2. Résultats

Comme dans les précédents paragraphes, les données seront présentées pour chaque étape avant qu'une synthèse globale soit réalisée, et que l'étude des données issues des ingrédients et de l'environnement soit présentée.

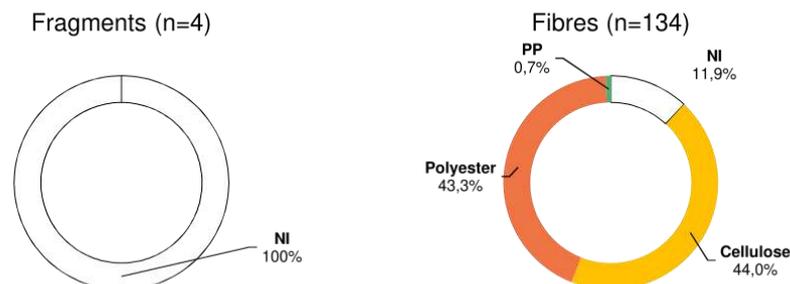


Figure 22 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de matière première de l'entreprise C. 13,7% des identifications sont estimées par extrapolation.

- Matière première

Un filet a été prélevé sur 5 poissons différents. Les échantillons ont été congelés puis décongelés au moment de lancer l'analyse. Lors de celle-ci, c'est le cœur du filet qui a été utilisé, c'est-à-dire que toutes les parties en contact avec l'extérieur ont été enlevées.

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 138 particules a pu être extrait des 598,5 g d'échantillons (masse moyenne  $119,7 \pm 11,6$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $22,1 \pm 8,2$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée.

Lorsque l'on regarde l'identification de ces particules, aucun fragment de microplastiques n'a été identifié dans la matière première. En revanche, une teneur de  $9,7 \pm 5,3$  fibres de MP / 100g a été mesurée. Deux échantillons sur cinq ne présentaient aucun MP sous forme de fragment au sein de leur chair. Concernant les MP isolés, il s'agit en très grande majorité de fibres de polyester (**figure 22**) qui sont largement présentes dans les textiles. Parmi les fibres de polyester isolées, près de 20% sont décrites de couleur verte quand le reste est décrit comme de couleur bleue. Pour les fibres de cellulose, 70% des fibres sont de couleur verte. La teneur globale en MP, incluant les fragments et les fibres, est de  $5 \pm 6,2$  MP/100g. En outre, une fibre de cellulose bleue d'une longueur supérieure à 5 mm a été observée.

- Etape 1

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 191 particules a pu être extrait des 552,3 g d'échantillons (masse moyenne  $110,5 \pm 22,8$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $34,9 \pm 7,6$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée.

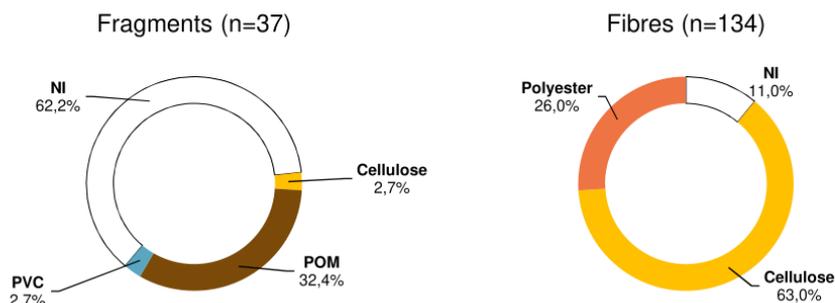


Figure 23 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de l'étape 1 du processus de fabrication de l'entreprise C. 27,2% des identifications sont estimées par extrapolation.

En matière d'identification, des fragments sont présents dont certains sont à base de PVC et de polyoxyméthylène (POM) (**figure 23**). La quantité de fragments de MP est de  $2,2 \pm 2,3$  MP/100g. Il convient de noter que deux échantillons sur cinq ne présentaient aucun MP sous forme de fragment. En matière de fibres, les identifications sont de nouveau dominées par la cellulose et le polyester qui représente 25% des identifications de fibres, la teneur moyenne en fibres de MP est de  $6,8 \pm 2,9$  MP/100g. Parmi les fibres de polyester, 27,5% des fibres sont de couleur verte, quand 73,3% des fibres de cellulose sont de couleur verte. A cette étape, une teneur globale de MP de  $9,0 \pm 4,0$  MP/100g est mesurée.

- Etape 2

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 523 particules a pu être extrait des 840,88 g d'échantillons (masse moyenne  $168,1 \pm 13,8$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $62,9 \pm 35,4$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée.

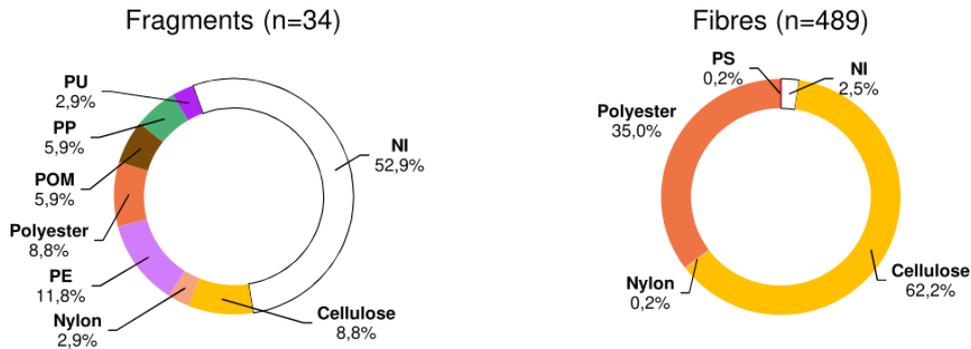


Figure 24 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de l'étape 2 du processus de fabrication de l'entreprise C. 45,7% des identifications sont estimées par extrapolation.

A cette étape le nombre total de fragments est similaire à l'étape précédente, mais une diversité plus importante de polymères est enregistrée (**figure 24**). La teneur en MP sous forme de fragment est de  $1,5 \pm 0,8$  MP/100g. La quantité de fibre est grandement augmentée ici, et 35% des fibres sont en polyester. La teneur de MP sous forme de fibres est de  $20,9 \pm 13,1$  MP/100g. En matière de couleur, 18,1 % des fibres de polyester étaient de couleur verte, contre 76,6% pour celles composées de cellulose. Pour terminer la teneur globale en MP dans ces échantillons était de  $22,4 \pm 13,4$  MP/100g.

- Etape 3

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 576 particules a pu être extrait des 596,6 g d'échantillons (masse moyenne  $119,3 \pm 20,4$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $108,9 \pm 109,3$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée.

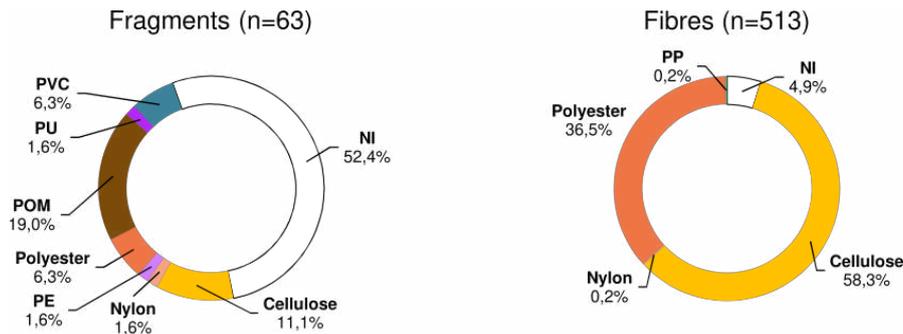


Figure 25 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de l'étape 3 du processus de fabrication de l'entreprise C. 31,3% des identifications sont estimées par extrapolation.

De toutes les étapes du processus de fabrication de l'entreprise C, c'est à cette étape que la teneur moyenne de particule est la plus importante. En termes de fragments, 36,4% des échantillons isolés sont de nature polymérique, ce qui correspond à une teneur de MP pour cette classe de forme de  $3,9 \pm 2,3$  MP/100g. Les fibres sont de nouveau plus nombreuses, avec une répartition des identifications similaires à l'étape précédente (**figure 25**). La teneur de MP sous forme de fibres est de  $37,1 \pm 47,8$  MP/100g ce qui indique une certaine hétérogénéité entre les échantillons. A cette étape, 30% des fibres en polyester sont de couleur verte et 76,3% des fibres de cellulose sont de cette même couleur. Pour terminer sur l'étape 3, il convient de noter que la teneur moyenne en MP globale, fibres et fragments, est de  $41,0 \pm 48,8$  MP/100g.

- Etape 4

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 239 particules a pu être extrait des 591,05 g d'échantillons (masse moyenne  $118,2 \pm 27,8$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $49,4 \pm 56,1$  particules/100 g d'échantillon a pu être estimée.

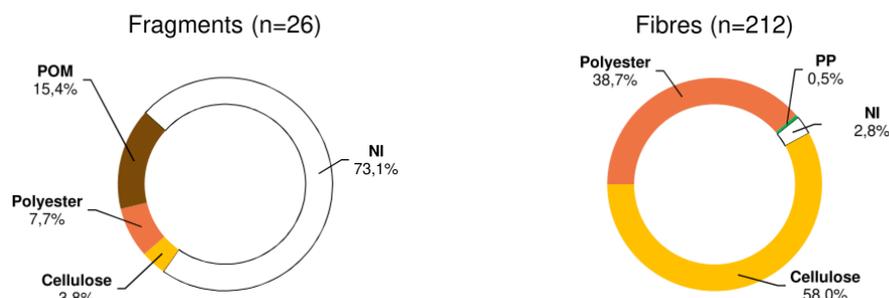


Figure 26 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de l'étape 4 du processus de fabrication de l'entreprise C. 35,1% des identifications sont estimées par extrapolation.

A cette étape pour les fragments, la diversité du nombre de polymères identifiés baisse avec du POM et du polyester identifiés (**figure 26**). La teneur moyenne en MP sous forme de fragments est de  $1,3 \pm 1,6$  MP/100g. Il convient de noter que deux échantillons sur cinq ne présentaient aucun fragment de MP. Encore une fois les fibres sont majoritaires essentiellement composées de cellulose et de polyester. La teneur moyenne de MP sous forme de fibres est ici de  $18,3 \pm 26,2$  MP/100g ce qui souligne de nouveau une hétérogénéité entre échantillons. La part relative des fibres vertes est de 41,7% pour les fibres de polyester et de 63,2% pour les fibres de cellulose. En agglomérant les données des fibres et des fragments, la teneur moyenne en MP globale est de  $19,6 \pm 27,7$  MP/100g. Enfin, il convient de noter que deux fibres de polyester, l'une bleue et l'autre transparente, ainsi qu'une fibre rose de cellulose, toutes d'une longueur supérieure à 5 mm, ont été isolées sur les échantillons de cette étape sans être prise en compte dans les comptes de particules et de MP.

- Produit fini

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 301 particules a pu être extrait des 733,29 g d'échantillons (masse moyenne  $146,7 \pm 1,9$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $41,0 \pm 16,8$  particules / g d'échantillon a pu être estimée.

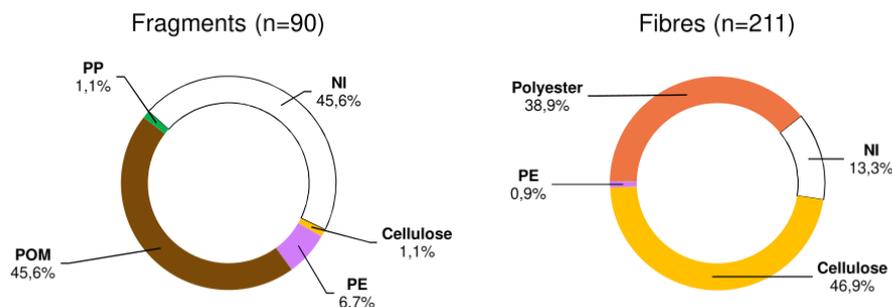


Figure 27 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de produits finis du processus de fabrication de l'entreprise C. 25,2% des identifications sont estimées par extrapolation.

Pour le produit fini, près de la moitié des fragments isolés était composée de POM, les autres polymères isolés, plus anecdotiques, sont le PP et le PE (**figure 27**). La teneur en MP sous forme de fragments est de  $6,5 \pm 5,8$  MP/100g ce qui illustre une certaine hétérogénéité des échantillons. Il convient de noter qu'un échantillon, sur les cinq analysés, ne présentait aucun fragment de MP. En matière de fibres, la grande majorité des fibres est de nouveau composée de cellulose et de polyester. La teneur moyenne de MP sous forme de fibres est ici de  $11,4 \pm 5,9$  MP/100g. Concernant les fibres de polyester verte, leur part relative était de 18,3%, ce pourcentage est de 67,7% pour les fibres de cellulose. Pour terminer, la teneur globale en MP était de  $18 \pm 11,3$  MP/100g.

- Synthèse

Afin d'avoir une vision plus dynamique, le présent paragraphe propose une synthèse des données pour l'ensemble du processus de fabrication de saumon fumé par l'entreprise C.

En matière de taille des particules et si l'on considère uniquement des microplastiques, *i.e.* toutes les particules à l'exception des non-identifiées (NI) et de la cellulose, les données sont consignées dans les graphiques ci-dessous.

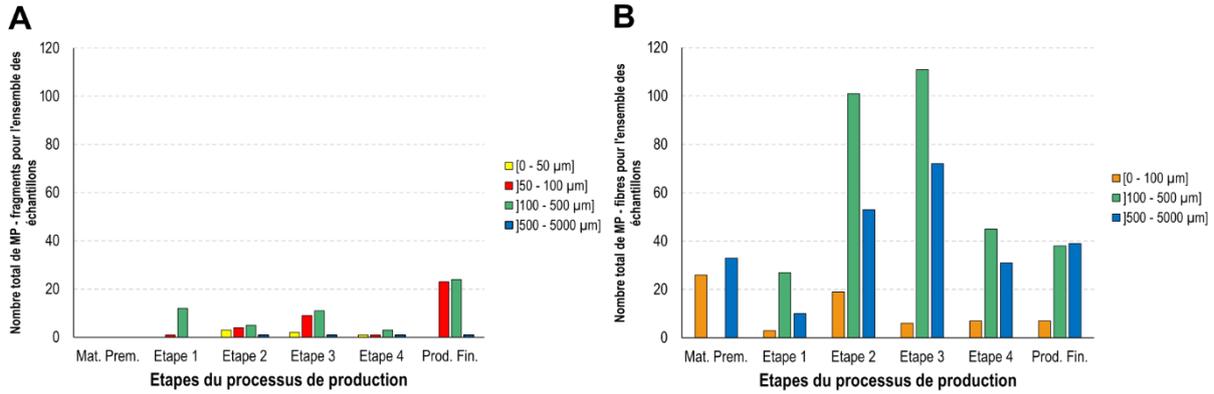


Figure 28: Diagrammes en bâton représentant le nombre de microplastiques par classes de tailles dans l'ensemble des échantillons prélevés en fonction des étapes du processus analysées pour l'entreprise C. Avec (A) les données concernant les fragments (n=103) et (B) les données concernant les fibres (n=628)

A lecture de la **figure 28**, il apparaît qu'il y a bien moins de fragments dans les échantillons en comparaison avec les fibres. Les classes de tailles de fragments les plus retrouvées dans les échantillons sont les classes [50 – 100 μm] et [100 – 500 μm]. Des petits fragments de MP (< 50 μm) ne sont présents qu'aux étapes 2, 3 et 4. Le produit fini est l'étape pour laquelle le plus de fragments des classes [50 – 100 μm] et [100 – 500 μm] sont retrouvés en comparaison avec les autres étapes. Sur cette même figure, il apparaît que les classes de taille de fibres les plus représentées sont les classes [100 – 500 μm] et [500 – 5000 μm]. Les étapes 2 et 3 sont celles pour lesquelles un nombre plus important de fibres a été enregistré.

Tableau 10 : Teneurs moyennes en particules pour 100g d'échantillon, pour chaque type de particule identifié et pour chacune des étapes du processus de fabrication de l'entreprise C. Les données sont exprimées en moyenne ± écart-type (n=5).

		NI	Cellulose	PE	PP	PS	Polyester	PVC	PU	Nylon	POM
Fragments / 100g	Mat. première	0,7 ± 0,7	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Etape 1	3,8 ± 5,4	0,2 ± 0,4	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,2 ± 0,4	0 ± 0	0 ± 0	2,1 ± 2,2
	Etape 2	2 ± 1,7	0,3 ± 0,5	0,4 ± 0,7	0,2 ± 0,3	0 ± 0	0,4 ± 0,6	0 ± 0	0,1 ± 0,2	0,1 ± 0,3	0,2 ± 0,3
	Etape 3	5,9 ± 3,7	1,1 ± 1,3	0,2 ± 0,4	0 ± 0	0 ± 0	0,7 ± 0,4	0,8 ± 1,1	0,2 ± 0,5	0,1 ± 0,3	1,9 ± 2,4
	Etape 4	3,5 ± 2,5	0,3 ± 0,6	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,4 ± 0,6	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,9 ± 1,1
	Prod. Fini	5,6 ± 2,8	0,1 ± 0,3	0,8 ± 1,2	0,1 ± 0,3	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	5,6 ± 5,8
Fibres / 100g	Mat.première	2,6 ± 2,1	9,7 ± 4	0 ± 0	0,2 ± 0,4	0 ± 0	9,6 ± 5,3	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Etape 1	3,2 ± 1,1	18,7 ± 7,3	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	6,8 ± 2,9	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Etape 2	1,4 ± 0,6	36,7 ± 22,4	0 ± 0	0 ± 0	0,1 ± 0,3	20,7 ± 13	0 ± 0	0 ± 0	0,1 ± 0,3	0 ± 0
	Etape 3	4,5 ± 5	56,3 ± 55,1	0 ± 0	0,1 ± 0,3	0 ± 0	36,7 ± 47,4	0 ± 0	0 ± 0	0,2 ± 0,5	0 ± 0
	Etape 4	1 ± 1,2	25,1 ± 26,7	0 ± 0	0,1 ± 0,3	0 ± 0	18,1 ± 26,3	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0
	Prod. Fini	3,8 ± 2,2	13,5 ± 5	0,3 ± 0,4	0 ± 0	0 ± 0	11,1 ± 6	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0

NI : particules non-identifiées, PE : polyéthylène, PP : polypropylène, PS : polystyrène, PVC : poly(chlorure de vinyle), PU : polyuréthane, POM : polyoxométhylène

En matière de nature des polymères identifiés au cours du processus, le **tableau 10** centralise l'ensemble des comptages réalisés par type de particules et type de polymères pour l'ensemble du processus de fabrication de l'entreprise C. Deux conclusions principales sont retirées :

- En matière de fragments, le POM apparaît en cours de processus avec des teneurs qui fluctuent dans le temps, mais avec un teneur moyenne élevée dans le produit fini (5,6 ± 5,8 MP/100g).

Cela est a priori relativement étonnant d'autant que ce polymère n'est pas décrit de façon importante parmi les fragments de MP retrouvés dans l'environnement.

- En matière de fibres, les teneurs moyennes en Cellulose et polyester sont les plus importantes tout au long du processus de fabrication avec un maximum à l'étape 3. Il convient de noter qu'au-delà des fibres bleues (majoritaires comme dans la majorité des études sur les microplastiques), les fibres vertes représentent la seconde part importante pour les fibres de polyester. Pour les fibres de cellulose, les fibres de couleur verte sont les principales avec en deux tiers et trois quart des fibres observées avec une couleur verte. En outre, une corrélation linéaire significative existe entre les teneurs en fibres de Cellulose et de polyester ( $r=0,95$  –  $p\text{-value} = 0,003$ ).

Globalement, il y a une augmentation de la charge en MP sur les étapes du processus. Ensuite, la transition entre l'étape 3 et 4 semble marquer une diminution de la charge globale en MP (à la fois pour les fibres et les fragments). En revanche, une augmentation de la teneur en fragments de MP est observée lors de la transition de l'étape 4 au produit fini.

- Eau du réseau

Afin d'évaluer la contamination apportée par l'eau du réseau, 3 échantillons de 1 L ont été échantillonnés et analysés. Dans ces échantillons 11 particules ont été observées ce qui induit une teneur en particules de  $3,7 \pm 3,1$  particules / L, avec une forte hétérogénéité en fonction des échantillons : un échantillon ne contenait qu'une fibre, alors qu'un autre contenait 3 fragments et 4 fibres. Les fibres ont été identifiées en majorité comme étant à base de cellulose (75% -  $n=8$ ), les trois fragments isolés n'ont en revanche pas pu être identifiés. Aucun lien n'a pu être établi entre les particules présentes dans le réseau d'eau et celles présentes dans les échantillons.

- Sel

Dans l'ensemble de ces échantillons un total de 532 particules a pu être extrait des 300 g d'échantillons (masse moyenne  $100,0 \pm 0,0$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $183 \pm 58,3$  particules / 100g d'échantillon a pu être estimée.

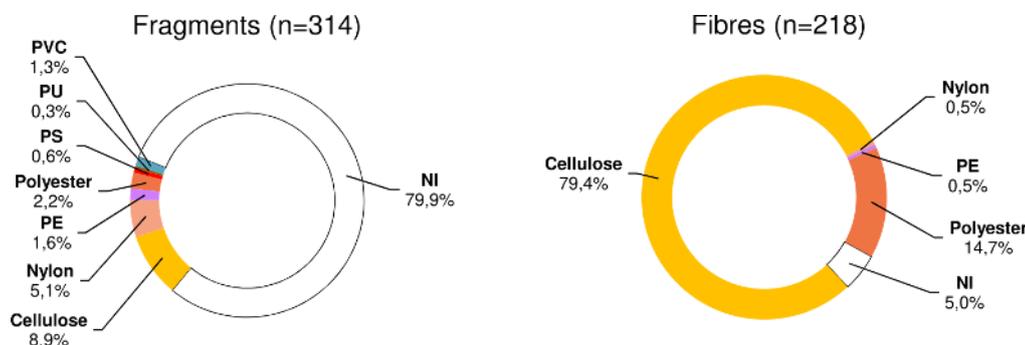


Figure 29 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de sel utilisé par l'entreprise C. 36 % des identifications sont estimées par extrapolation.

En ce qui concerne les fragments, 80% des particules n'ont pas pu être identifiées (figure 29). Pour les fibres la majorité des fibres est composée de cellulose. Il convient de noter que contrairement aux échantillons analysés précédemment, il y a plus de fragments que de fibres dans le sel.

Les fibres et les fragments présents dans le sel ne correspondent pas à ceux présents dans les échantillons.

- Dépôts d'air environnant

Les collectes de dépôts d'air environnant réalisées au sein des différents ateliers de l'entreprise C ont permis d'isoler près de 500 particules dont 76 fragments et 406 fibres (figure 30). Seuls 30% des fragments ont été identifiés et parmi eux quelques polymères synthétiques : nylon, polyester et PU (figure 30). Parmi les fibres, dont 90% ont été identifiées, deux polymères synthétiques ont été observés : polyester et nylon. La cellulose compose la majorité des fibres identifiées (figure 30). En

termes de couleur, la moitié des fibres de cellulose et de polyester (soit 44% des fibres totales) observées sur les filtres sont de couleur verte.

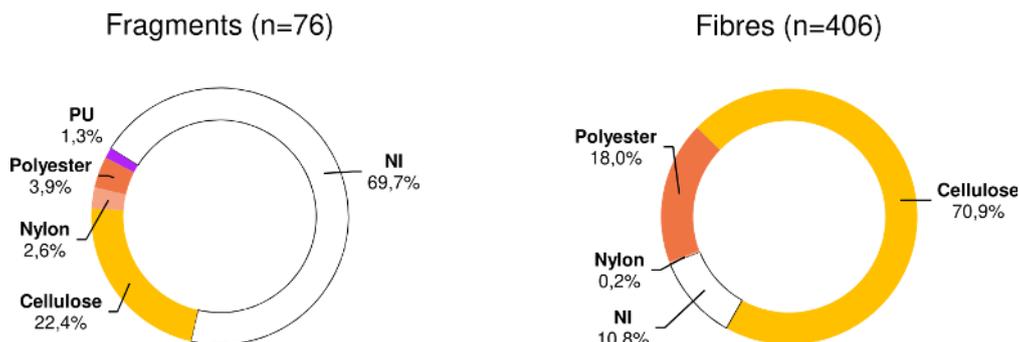


Figure 30 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les dépôts d'air environnant des cinq ateliers de l'entreprise C. 31,1 % des identifications sont estimées par extrapolation.

Dans cette entreprise également il existe une hétérogénéité des dépôts comme le montre le **tableau 11**. Des dépôts relativement faibles ont été observés dans l'atelier 5, à noter qu'aucun MP n'a été retrouvé dans ces prélèvements. L'atelier 4 est celui pour lequel les dépôts les plus importants ont été retrouvés, y compris en matière de dépôts de microplastiques ( $79,8 \pm 109,5$  MP/m<sup>2</sup>/min). Cependant, il convient de noter qu'une forte hétérogénéité existe entre les deux prélèvements de cet atelier et que le plus important était positionné sous une bouche d'aération. De plus, l'atelier 4 correspond à l'étape 4 du processus de production, aussi cet apport conséquent n'est pas en lien avec l'augmentation du nombre de fibres de cellulose et polyester constatée à l'étape 3 (cf. **tableau 10**). Pour les ateliers 1 à 3 les dépôts sont relativement similaires avec de  $80,2 \pm 63,2$  à  $24,5 \pm 13,1$  particules/m<sup>2</sup>/min et  $8,2 \pm 5,7$  à  $3,5 \pm 3$  MP/m<sup>2</sup>/min. Il convient d'ajouter qu'au sein des échantillons de dépôt d'air, une fibre rouge d'EVA (éthylène vinyl acétate) ayant une longueur supérieure à 5 mm a été observée.

Tableau 11 : Données de dépôts de l'air environnant dans les différents ateliers de l'entreprise C. Les données sont exprimées en nombre d'item par m<sup>2</sup> et par minute. Les données sont présentées pour les particules et les microplastiques. Dans chacune des catégories les données sont disponibles pour l'ensemble des particules/MP mais avec une distinction entre fragments et fibres également.

	Particules/m <sup>2</sup> /min*			MP/m <sup>2</sup> /min*		
	Fragments	Fibres	Total	Fragments	Fibres	Total
<b>Atelier 1</b>	4,9 ± 4,9	75,3 ± 58,6	80,2 ± 63,2	0 ± 0	8,2 ± 5,7	8,2 ± 5,7
<b>Atelier 2</b>	14 ± 8	41,9 ± 27,7	55,9 ± 25,9	0 ± 0	3,5 ± 3	3,5 ± 3
<b>Atelier 3</b>	13,4 ± 8,9	11,1 ± 4,3	24,5 ± 13,1	1,7 ± 3	1,7 ± 3	3,5 ± 3
<b>Atelier 4**</b>	63,8 ± 87	362,3 ± 505,8	426 ± 592,8	5,7 ± 4,8	74,1 ± 104,7	79,8 ± 109,5
<b>Atelier 5</b>	1,2 ± 2	2,5 ± 4,3	2,5 ± 4,3	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0

\* Données exprimées sous forme de moyenne ± écart-type (n=3)

\*\* Les données de ces ateliers sont issues de n=2 répliqués

### 3.4. Entreprise D – Cabillauds sous atmosphère modifiée

#### 3.4.1. Processus de fabrication, matériels et méthodes

- Echantillonnage

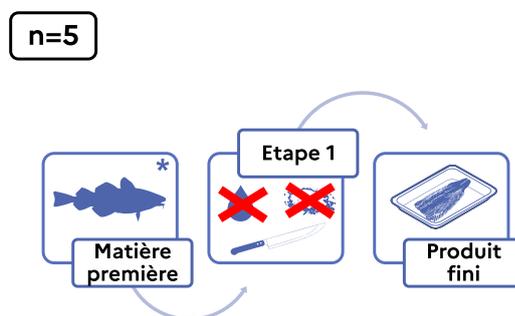


Figure 31 : Représentation schématique du plan d'échantillonnage retenu pour l'étude du processus de fabrication de filets de cabillaud sous atmosphère modifiée. Le symbole « \* » matérialise le fait que la matière première analysée ne provient pas directement de l'entreprise étudiée mais de son fournisseur. Les lots de poissons de la matière première et du produit fini sont donc différents. Le symbole de la goutte d'eau matérialise une étape de rinçage, celui du couteau une découpe et celui de la poudre un ajout d'ingrédients.

	Matière Première	Etape 1	Produit fini
Nom	-	Filetage	-
Atelier	Fait par fournisseur	1 seul et même atelier	

En plus de la matière première et du produit fini, une seule étape a été échantillonnée (**figure 31**). Il convient de noter une spécificité pour le processus de transformation de l'entreprise D : la matière première, *i.e.* poisson entier, n'est pas présente dans l'entreprise qui ne reçoit que des filets. Exceptionnellement une matière première d'un lot différent, transmise par le fournisseur de l'entreprise D, a pu être analysée, néanmoins la contamination potentielle ayant pu avoir lieu chez ce fournisseur n'a pu être étudiée. Pour chaque point de prélèvement, n=5 échantillons différents ont été analysés, pour ce faire 180 à 200 g pour chacun des 5 échantillons de chaque étape ont été prélevés pour réaliser l'analyse.

Il convient de noter que pour cette entreprise aucun ingrédient n'est ajouté, et que l'eau n'est pas utilisée pour le contact direct avec la matrice, aussi aucune étude de contamination de l'eau et d'éventuels ingrédients n'est proposée. La transformation ayant lieu dans un atelier unique, seuls des prélèvements d'air environnant (n=3) ont été réalisés comme décrit précédemment.

- Méthodologie

La méthode utilisée correspond à la méthode 1 décrite dans le cadre de la phase 1.

#### 3.4.2. Résultats

- Matière première

Un filet a été prélevé sur 5 poissons différents. Les échantillons ont été congelés puis décongelés au moment de lancer l'analyse. Lors de celle-ci, c'est le cœur du filet qui a été utilisé, c'est-à-dire que toutes les parties en contact avec l'extérieur ont été enlevées.

Dans l'ensemble des échantillons de matière première de l'entreprise D, un total de 76 particules a pu être extrait des 1019,53 g d'échantillons (masse moyenne  $203,9 \pm 4,6$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $7,5 \pm 1,8$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée.

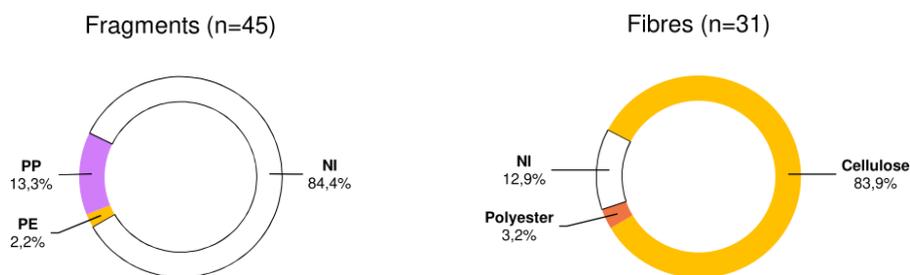


Figure 32 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de matière première de l'entreprise D. 25,6% des identifications sont estimées par extrapolation.

Concernant les microplastiques la teneur en fragments et en fibres est respectivement de  $0,7 \pm 0,8$  MP / 100g et  $0,1 \pm 0,2$  MP / 100g. La grande majorité des fragments identifiés, 85,7% ne sont pas identifiés (**figure 32**). Il convient de noter que 2 des 5 échantillons ne présentaient aucun MP identifié en leur sein. En matière de fibres, seul un échantillon présentait une fibre de MP ce qui fait que la teneur moyenne en MP sous forme de fibre est de  $0,1 \pm 0,2$  MP/100g. Ainsi pour cette étape une teneur globale en MP de  $0,8 \pm 0,8$  MP / 100g a été mesurée.

- Etape 1

Parmi les échantillons collectés à l'étape 1, un total de 347 particules a été isolé à partir des 939,45 g d'échantillons ( $187,9 \pm 34,5$  g), ce qui fait qu'une teneur de  $36,9 \pm 11,6$  particules / 100 g d'échantillon a pu être estimée. Une fibre de cellulose d'une longueur supérieure à 5 mm n'a pas été comptée pour ce calcul.

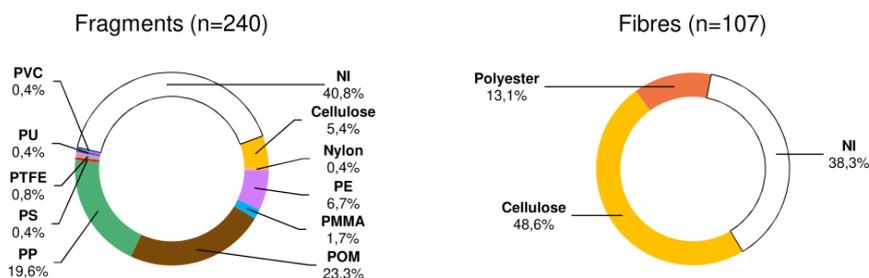


Figure 33 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de l'étape 1 du processus de fabrication de l'entreprise D. 27,9% des identifications sont estimées par extrapolation.

Concernant les fragments, la teneur moyenne est de  $12,7 \pm 15$  MP/100g. Parmi les 240 items, les identifications majoritaires sont le POM (23,3%), le PP (19,6%), le PE (6,7%) et le PMMA (1,7%), pour le reste les identifications sont inférieures à 1% (**figure 33**). Il convient de noter que la totalité des fragments de POM sont bleus ou bleus/transparents, ainsi que la majorité des fragments de PP (72,3%). Les fragments de PE sont de couleurs diverses essentiellement, noire, bleue et rose. La teneur moyenne de MP sous forme de fibres est ici de  $1,4 \pm 1$  MP/100g avec un échantillon pour lequel aucune fibre de MP n'a été isolée. Près de la moitié des fibres isolées sont à base de cellulose dont une majorité est de couleur bleue (50% parmi les fibres de cellulose), quand celles à base de polyester qui représentent 13% des fibres isolées sont en majorité noires (50% parmi les fibres de polyester) (**figure 33**). En agglomérant les données des fibres et des fragments, la teneur moyenne en MP globale est de  $14,1 \pm 15$  MP/100g.

- Produit fini

Pour cette dernière étape du processus de transformation, 504 particules ont été extraites à partir des 918,92 g d'échantillons (masse moyenne de  $183,8 \pm 3,3$  g), une teneur en particules moyenne de  $54,5 \pm 49$  particules / 100g d'échantillons est ainsi mesurée.

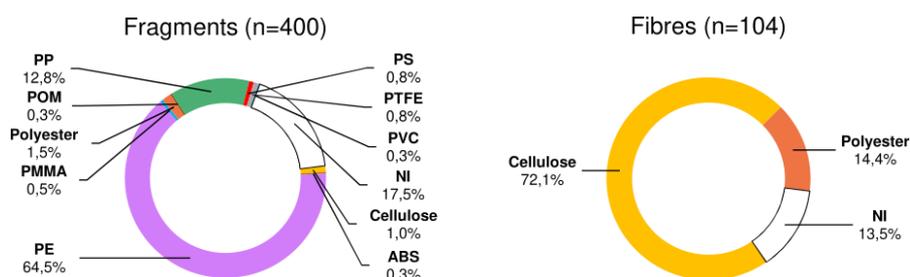


Figure 34 : Identifications des fragments et fibres isolés dans les échantillons de produits finis de l'entreprise D. 25,6% des identifications sont estimées par extrapolation.

Concernant les fragments, près des deux tiers sont composés de PE, le second polymère le plus représenté étant le PP avec 12% des identifications (**figure 34**). Il convient de souligner que contrairement à l'étape 1, 94,2% des fragments de PE isolés à cette étape sont de couleur bleue. En revanche, comme à l'étape 1 les fragments de PP sont essentiellement de couleur bleue. La teneur moyenne en MP sous forme de fragments dans le produit fini est de  $35,2 \pm 44,9$  MP/100g, il convient de noter qu'un des 5 échantillons présente une teneur nettement plus élevée que les autres échantillons. En matière de fibres, la grande majorité des fibres est de nouveau composée de cellulose (72,1%) et de polyester (14,4%) (**figure 34**). Les fibres de cellulose et polyester sont majoritairement bleues pour ces échantillons. Un échantillon parmi les 5 analysés ne présente aucune fibre à base de polymère synthétique. La teneur moyenne de MP sous forme de fibres est ici de  $1,7 \pm 1,4$  MP/100g. Concernant les fibres de polyester vertes, leur part relative était de 18,3%, ce pourcentage est de 67,7% pour les fibres de cellulose. Pour terminer, la teneur globale en MP était de  $36,8 \pm 44,9$  MP/100g.

- Synthèse

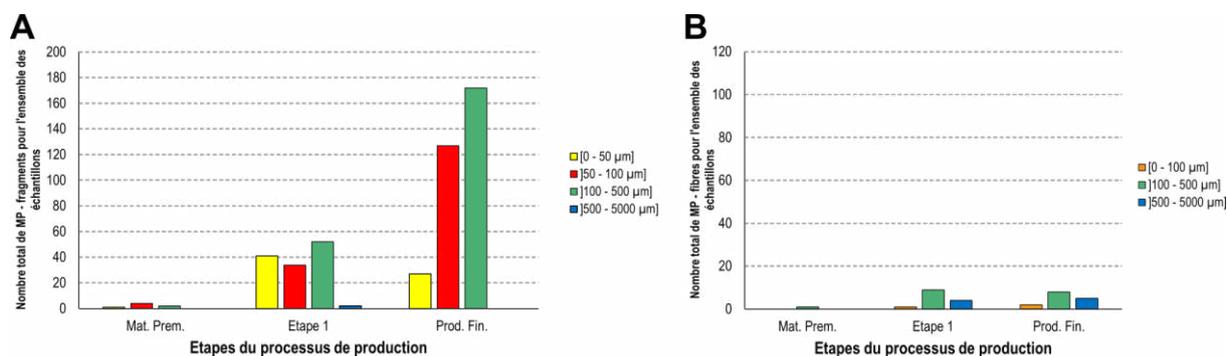


Figure 35 : Diagrammes en bâton représentant le nombre de microplastiques par classes de tailles dans l'ensemble des échantillons prélevés en fonction des étapes du processus analysées pour l'entreprise D. Avec (A) les données concernant les fragments (n=462) et (B) les données concernant les fibres (n=30).

L'étude du processus de production de l'entreprise D montre qu'il y a plus de microplastiques sous forme de fragments que sous forme de fibres. En termes de taille, les fragments de taille inférieure à 100 µm sont les plus importants jusqu'à l'étape 1 alors que la classe ]100 – 500 µm] est plus importante dans le produit fini (**figure 35**). En outre, ce diagramme illustre la constante augmentation du nombre de fragments au cours du processus de transformation. En matière de fibres, le nombre de fibres est plus faible que celles des fragments, la classe ]100 - 500 µm] étant la plus représentée tout au long du processus. En outre les profils de tailles des fibres sont identiques à l'étape 1 et dans le produit fini (**figure 35**).

### Phase 3 – Caractérisation des contaminations au cours du processus – Entreprise D – Cabillaud

Tableau 12 : Teneurs moyennes en particules pour 100g d'échantillon, pour chaque type de particule identifié et pour chacune des étapes du processus de fabrication de l'entreprise D. Les données sont exprimées en moyenne  $\pm$  écart-type (n=5).

		NI	Cellulose	Nylon	PE	PMMA	POM	Polyester	PP
Frag./100g	Mat. première	3,7 $\pm$ 2,4	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0,1 $\pm$ 0,2	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0,6 $\pm$ 0,7
	Etape 1	10,9 $\pm$ 9,5	1,3 $\pm$ 1,1	0,1 $\pm$ 0,2	1,6 $\pm$ 1	0,4 $\pm$ 0,5	5,4 $\pm$ 12,1	0 $\pm$ 0	4,7 $\pm$ 3,4
	Prod. Fini	7,6 $\pm$ 4	0,4 $\pm$ 0,6	0 $\pm$ 0	27,7 $\pm$ 46,2	0,2 $\pm$ 0,5	0,1 $\pm$ 0,2	0,7 $\pm$ 1,2	5,6 $\pm$ 2,2
Fib./100g	Mat. première	0,4 $\pm$ 0,4	2,6 $\pm$ 1,1	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0,1 $\pm$ 0,2	0 $\pm$ 0
	Etape 1	4,6 $\pm$ 2,6	6 $\pm$ 3,7	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	1,4 $\pm$ 1	0 $\pm$ 0
	Prod. Fini	1,5 $\pm$ 1,6	8,2 $\pm$ 4,1	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	1,7 $\pm$ 1,4	0 $\pm$ 0
		PS	PTFE	PU	ABS	PVC	PS		
Frag/100g	Mat. première	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0		
	Etape 1	0,1 $\pm$ 0,2	0,2 $\pm$ 0,5	0,1 $\pm$ 0,3	0 $\pm$ 0	0,1 $\pm$ 0,2	0,1 $\pm$ 0,2		
	Prod. Fini	0,3 $\pm$ 0,5	0,3 $\pm$ 0,8	0 $\pm$ 0	0,1 $\pm$ 0,3	0,1 $\pm$ 0,3	0,3 $\pm$ 0,5		
Fib./100g	Mat. première	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0		
	Etape 1	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0		
	Prod. Fini	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0		

NI : particules non-identifiées, PE : polyéthylène, PMMA : Polyméthylméthacrylate, POM : polyoxométhylène, PP : polypropylène, PS : polystyrène, PTFE : polytétrafluoroéthylène, PU : polyuréthane, ABS : acrylonitrile butadiène styrène, PVC : poly(chlorure de vinyle), PS : Polystyrène.

Concernant les fragments il y a une contamination claire en PE en cours du processus (**tableau 12**) et ce dès l'étape 1, il convient de préciser qu'il s'agit uniquement de fragments bleus plus ou moins transparents. En outre une contamination par le PP, plus faible, apparaît également à l'étape 1. Concernant le POM sa présence uniquement à l'étape 1 laisse à penser à une contamination apparue chez le fournisseur, qui est ensuite maîtrisée lors du processus de transformation dans l'entreprise D. Concernant les fibres, une légère augmentation des fibres de polyester est enregistrée au cours du processus de transformation, il s'agit majoritairement de fibres bleues et noires.

- Dépôts d'air environnant

Sur les 45 minutes d'exposition des trois boîtes de Petri, très peu de particules ont été collectées, ce qui conduit à des résultats faibles de dépôts de  $3,5 \pm 3,5$  particules/m<sup>2</sup>/min (**tableau 13**). En outre, parmi ces particules aucune n'était composée de polymère synthétique. L'air environnant ne semble pas participer à la contamination des échantillons pour cette entreprise.

Tableau 13 : Données de dépôts de l'air environnant dans l'atelier de l'entreprise D. Les données sont exprimées en nombre d'item par m<sup>2</sup> et par minute. Les données sont présentées pour les particules et les microplastiques. Dans chacune des catégories les données sont disponibles pour l'ensemble des particules/MP mais avec une distinction entre fragments et fibres également.

	Particules/m <sup>2</sup> /min*			MP/m <sup>2</sup> /min*		
	Fragments	Fibres	Total	Fragments	Fibres	Total
Atelier	1,2 $\pm$ 2	2,3 $\pm$ 2	3,5 $\pm$ 3,5	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0	0 $\pm$ 0

\* Données exprimées sous forme de moyenne  $\pm$  écart-type (n=3)

## 4. Phase 4 – Etude des corrélations produits/sources potentielles de contamination.

### 4.1. Entreprise A – Maquereaux en conserve

#### 4.1.1. Contamination par les systèmes de convoyage

Une contamination conséquente en fragments de polyester bleus translucides a été enregistrée à partir de l'étape 2 (cf. 3.1.2 - figure 36).

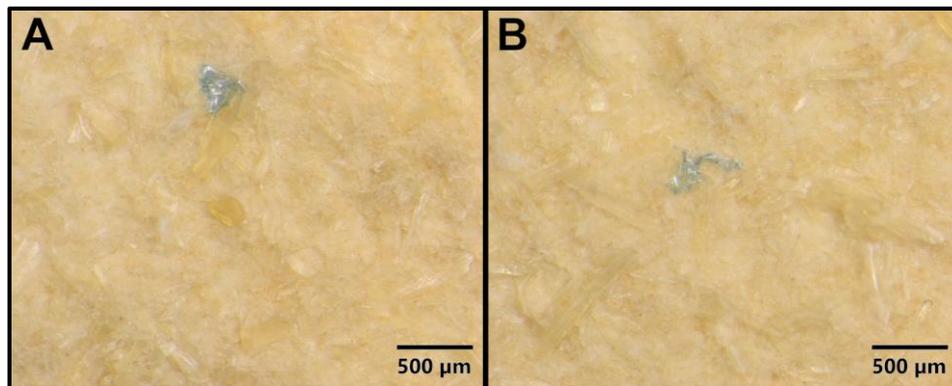


Figure 36 : Photographies de fragments de polyester bleus et translucides isolés dans les échantillons de l'étape 2 du processus de production de l'entreprise A.

L'origine de la présence de ces fragments n'a pu être déterminée avec précision, si ce n'est qu'elle intervient entre l'étape 1 et l'étape 2. De même cette contamination n'est pas éliminée puisque les mêmes fragments sont présents dans les produits finis.

Seuls deux sources de polyester ont été identifiées entre l'étape 1 et 2 : les surblouses utilisées et un tapis convoyeur. Si le premier équipement est en polyester, il est de couleur blanche, aussi, il n'est probablement pas la source de cette contamination. Concernant le tapis de convoyage (figure 37), un des constituants, transparent, est à base de polyester, quant au second constituant, bleu, il n'a pu être prélevé et donc n'a pas été identifié.



Figure 37 : Photographie d'un tronçon de tapis de convoyage bleu utilisé entre les étapes 1 et 2 du processus de transformation de maquereaux par l'entreprise A.

### 4.1.2. Contaminations par les EPI

Les EPI semblent avoir joué un rôle dans la contamination des échantillons, bien que celui-ci ne soit pas prépondérant. Tout d'abord la présence de fibres bleues de PP semble provenir des charlottes et/ou protège-barbe utilisés dans l'entreprise A qui sont composées d'un enchevêtrement de fibres de PP bleues (**figure 38**).

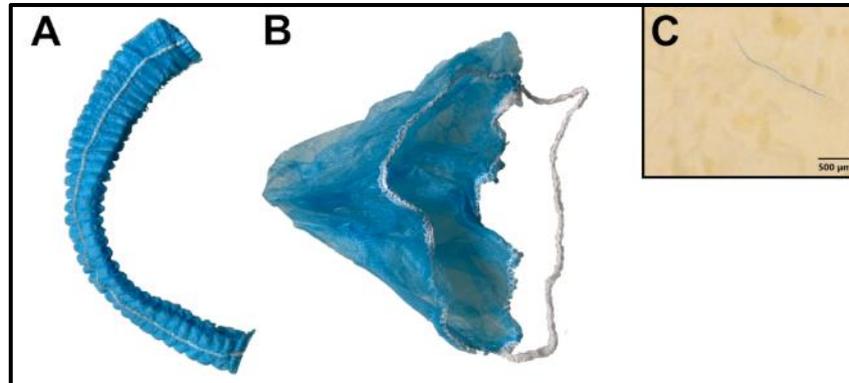


Figure 38 : Photographies de deux EPI, charlotte (A) et protège barbe (B), utilisés par l'entreprise A à base de fibres bleues de polypropylène (PP). Photographie d'une fibre bleue (C) isolée dans un échantillon de produit fini.

Enfin de manière plus anecdotique, un unique morceau fragment de poly(acrylonitrile butadiène) (NBR) provenant d'un gant utilisé au sein de l'entreprise A est présent dans le produit fini (**figure 39**).



Figure 39 : Photographie d'un gant (A) utilisé comme EPI par l'entreprise A à base de poly(acrylonitrile butadiène) (NBR). Photographie d'un fragment bleu de NBR (B) isolé dans un échantillon de produit fini.

### 4.1.3. Contamination d'origine inconnue spécifique à l'étape 2

Un dernier type de contamination, spécifique de l'étape 2, est la présence de fragments de PP marron (cf. 3.1.2) qui apparaissent sous forme de films (**figure 40**).

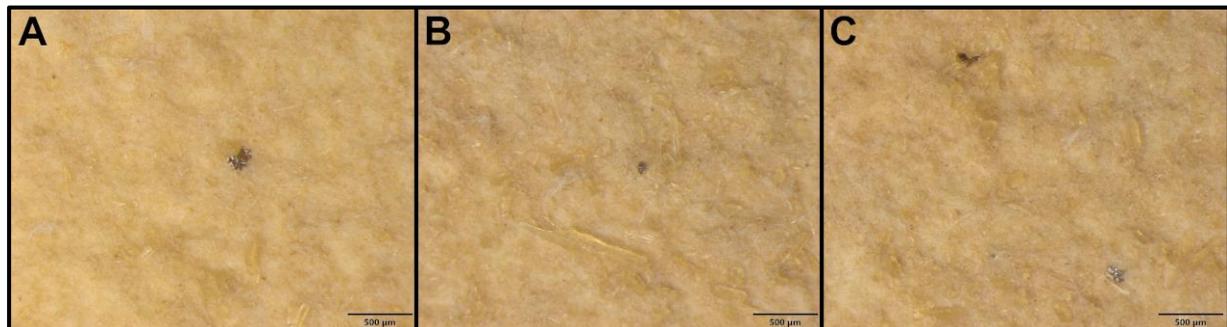


Figure 40 : Photographies de fragments marrons observés dans des échantillons de l'étape 2 du processus de transformation de l'entreprise A. Ces fragments ont été identifiés comme du polypropylène et semblent être des films synthétiques.

Aucune source de cette contamination n'a pu être identifiée parmi l'ensemble des plastiques échantillonnés dans l'entreprise A (cf. 2.1).

## 4.2. Entreprise B – Thons en conserve

### 4.2.1. Contamination via la matière première

Une contamination des échantillons de matière première a pu être constatée, bien que les prélèvements aient été faits au cœur des longes. Ils sont caractérisés par des fortes teneurs en particules bleues de PBMA/PMMA (**figure 41**). Si une hétérogénéité a pu être mise en évidence entre les échantillons analysés, il n'en demeure pas moins que tous contenaient ces particules.

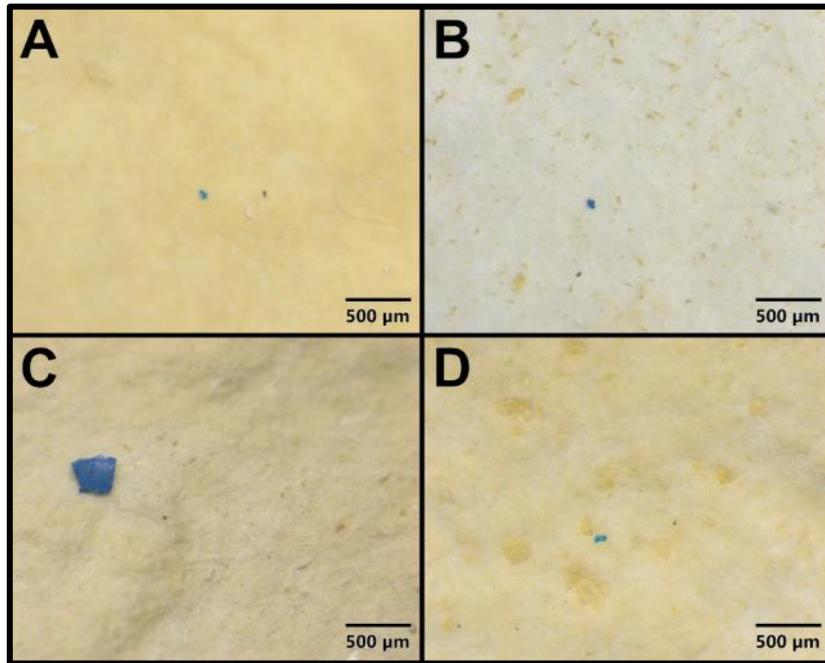


Figure 41 : Exemples de fragments bleus de PBMA/PMMA dans de la matière première de l'entreprise B retrouvés dans l'échantillon 2 (A), l'échantillon 3 (B), l'échantillon 4 (C) et l'échantillon 5 (D).

La présence de ce contaminant ne peut être rattachée au lieu de production puisqu'aucun des items plastiques échantillonnés ne correspond à ce type d'identification (cf. **tableau 2**). L'hypothèse la plus probable est que la contamination est intervenue en amont de l'usine de transformation. Compte tenu de la taille des particules retrouvées, il n'est pas possible d'envisager un phénomène de translocation de l'intestin vers les muscles. En outre, d'autres échantillons d'espèces identiques ou différentes, et d'autres fournisseurs ont été analysés sans retrouver de tels niveaux de contamination. De même des échantillons provenant du même bateau, pêchés une année après, n'ont pas permis de retrouver les particules.

En outre, il convient de noter qu'au cours du processus de transformation, la teneur en fragment de PBMA/PMMA tend à diminuer.

Ainsi cette contamination semble être spécifique au lot échantillonné lors de l'étude sans que l'origine ait pu clairement être déterminée.

### 4.2.2. Contamination d'origine inconnue à partir de l'étape 2

A l'étape 2, une contamination avec des fragments bleus de polyester (**figure 42 A**) apparaît. L'origine de cette contamination n'a pu être déterminée au regard des plastiques échantillonnés dans l'entreprise, en revanche deux informations ont pu être établies.

La première fait suite à la fourniture d'un échantillon de corps étranger identifié par l'entreprise 20 jours avant la réalisation de l'échantillonnage. L'item fourni se présente sous la forme de fragments bleus

similaires à ceux retrouvés dans les échantillons (**figure 42 B, C et D**). En termes d'identification, ils sont également composés de polyester et les spectres FT-IR obtenus obtiennent une corrélation de 0,835.

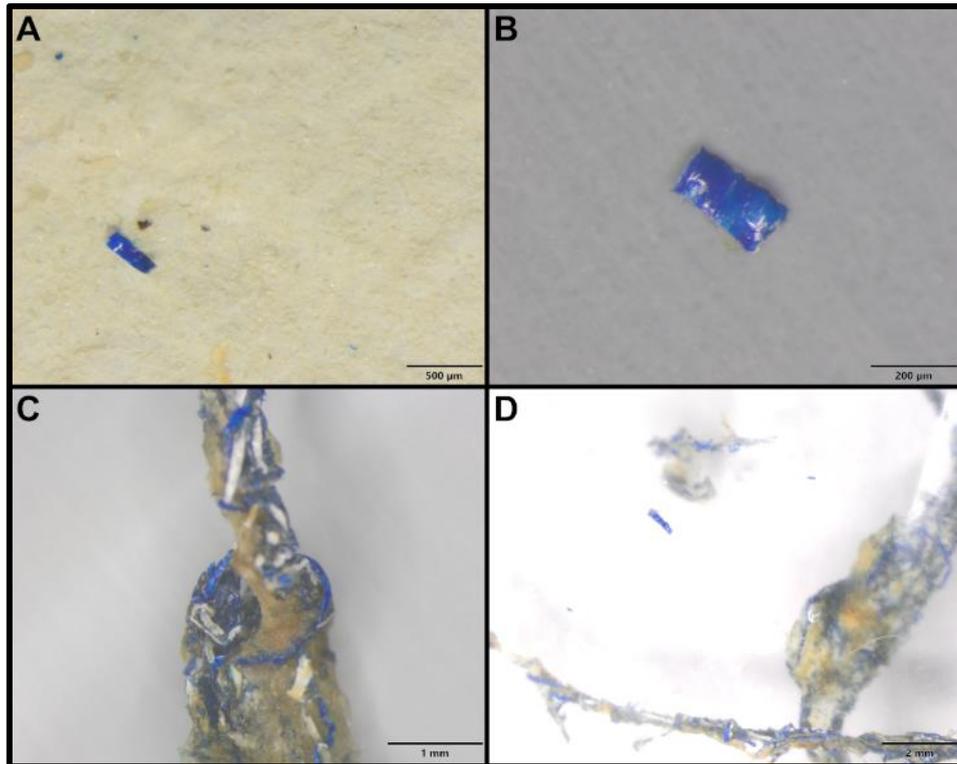


Figure 42 : Observations de particules de polyester de d'un corps étranger fourni par l'entreprise B. (A) fragment de polyester bleu isolé d'un échantillon de l'étape 2 et (B) fragment de polyester bleu isolé du corps étranger. Ce corps étranger était composé d'un entrelacement de plusieurs composants dont un bleu (C), qui a certains endroits pouvait se fragmenter en plus petits fragments (D).

La seconde information est que ces fragments bleus de polyester ont également été retrouvés dans les dépôts d'air environnant du troisième atelier de l'entreprise B à partir duquel démarre l'étape 2. Aussi, il apparait que cette contamination serait circonscrite à cet atelier.

#### 4.2.3. Contamination via les EPI

La présence de fragments bleus de NBR à l'étape 1 (**figure 43**) laisse penser à une contamination provenant des gants bleus utilisés comme EPI au sein de l'entreprise l'entreprise B dont la composition polymérique est identique.

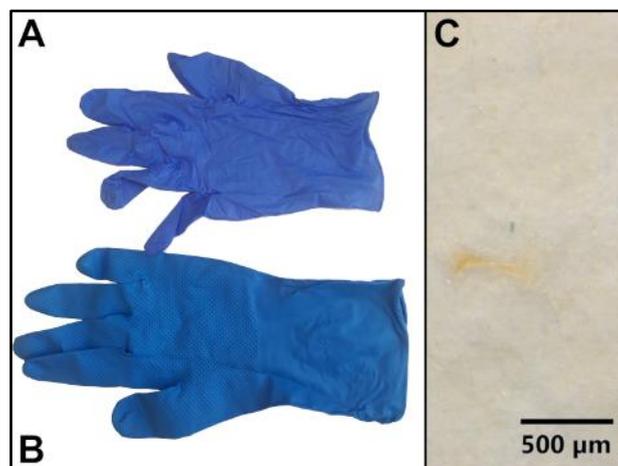


Figure 43 : Gants bleus (A et B) à base de NBR (poly(acrylonitrile butadiène)) utilisés comme EPI dans l'entreprise B. Observation d'un fragment de NBR bleu dans un échantillon prélevé à l'étape 1 (C).

Comme cela a été souligné précédemment, si la contamination est relativement importante à l'étape 1, elle est en partie maîtrisée au cours du processus de transformation.

#### 4.2.4. Contamination via les planches à découper

Un dernier type de contamination observé est la présence de fragments de PE transparents à partir de l'étape 1, dont la teneur est la plus importante à partir de l'étape 2 avec  $17,2 \pm 12,8$  MP/100g (Tableau 8). Par la suite la teneur chute à  $3,9 \pm 2,2$  PM/100g dans le produit fini. Les étapes 1 et 2 sont précédées d'actions de découpe sur des dispositifs blancs à base de PE. L'action de coupe des couteaux sur le PE blanc peut générer des copeaux de PE très fins d'un aspect transparent, cela combiné à la couleur blanche initiale pourrait expliquer la présence des fragments transparents dès l'étape 1 (**figure 44**).



Figure 44 : Vue d'une planche à découper à base de PE (A) et observations au microscope de fragments de PE transparents (B et C), isolés à l'étape 2 du processus de transformation de l'entreprise B.

### 4.3. Entreprise C – Saumons fumés

En ce qui concerne le processus de fabrication du saumon fumé, deux sources de contamination ont pu être mises en avant lors de l'étude des résultats.

#### 4.3.1. Contaminations par les EPI

Un des EPI utilisé dans l'entreprise est une blouse de couleur verte. Un fil, échantillon FP11 (cf. **tableau 3**), provenant de cette blouse a été prélevé à des fins d'observation et d'identification. La **figure 45** permet de voir clairement que ce fil est en réalité un fuseau de fibres torsadées de couleur verte.

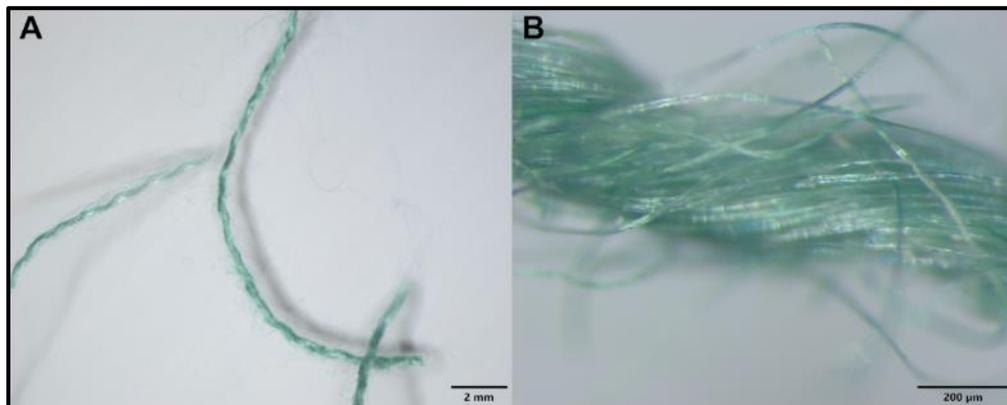


Figure 45 : Photographies d'un fil issu de l'échantillon FP11. (A) vue d'ensemble du fil et (B) zoom illustrant l'aspect torsadé du fuseau de fibres qui composent le fil.

Après découpe de ce fuseau de fibres, il est apparu des fibres de textures différentes avec des fibres vertes d'un aspect écrasé (**figure 46 A**) et des fibres vertes d'un aspect lisse (**figure 46 B**). Après identification à l'aide du  $\mu$ FT-IR et de son module ATR, les fibres écrasées sont des fibres de cellulose, alors que les autres sont des fibres de polyester.

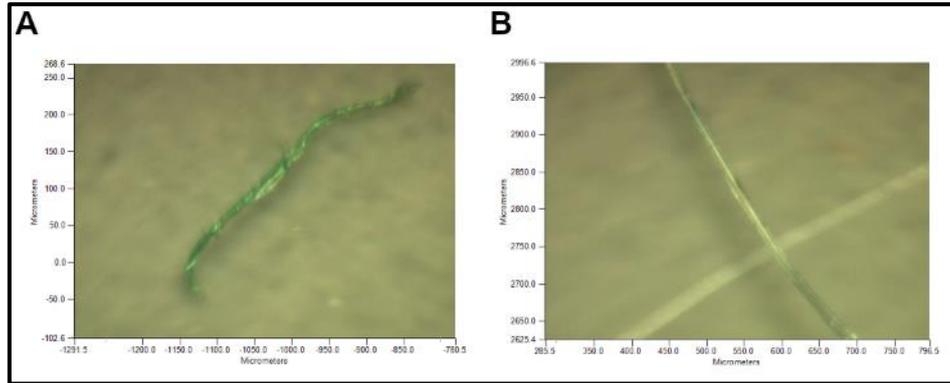


Figure 46 : Observations des fibres isolées à partir de l'échantillon FP11 au microscope. (A) fibre écrasée identifiée comme de la cellulose et (B) fibre lisse identifiée comme du polyester.

Comme cela a été noté précédemment (cf. 3.3.2), la présence de fibres vertes composées de cellulose et de polyester a pu être observée dans les échantillons, ainsi les EPI utilisés dans l'entreprise C pourraient être la source de ces contaminations. En outre, les prélèvements d'air ambiant dans les différents ateliers ont mis en évidence une quantité importante de fibres vertes à base de cellulose.

#### 4.3.2. Contamination par les systèmes de convoyage

Dans les échantillons de l'entreprise C des fragments de POM ont pu être retrouvés à différentes étapes du processus de fabrication. Des exemples de fragments retrouvés dans les échantillons sont figurés ci-dessous.

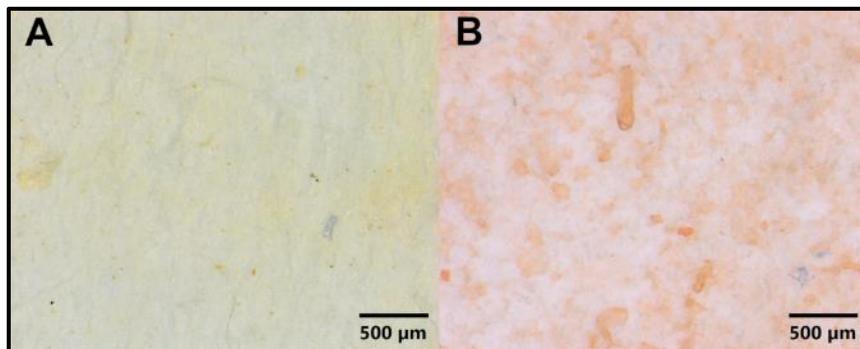


Figure 47 : Observations microscopiques des fragments de POM dans des échantillons de l'étape 1 (A) et dans le produit fini (B).

La seule source de POM identifiée dans l'environnement de l'entreprise correspond aux tapis de convoyage présents dans l'entreprise (cf. **tableau 3** - FP35). La photo ci-dessous montre une vue d'un segment ou d'une chaîne de ce type de tapis. Les échantillons semblent donc contaminés à certaines étapes du processus du fait du convoyage des échantillons d'étape en étape.

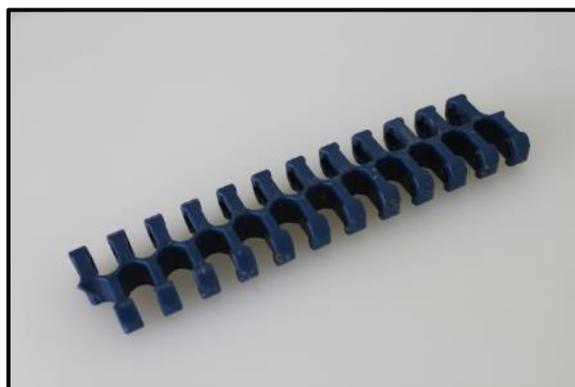


Figure 48 : Photographie d'une chaîne de tapis de convoyage présent au sein de l'entreprise C.

L'érosion des chaînes du tapis du convoyage, soumises à la traction et aux frottements, ainsi qu'aux nettoyages pourrait conduire à la présence de micro-débris de POM qui se retrouveraient au contact des échantillons.

#### 4.4. Entreprise D – Cabillauds sous atmosphère modifiée

##### 4.4.1. Contamination par les planches à découper

Une teneur importante en fragments de PE bleus a été observée dans les échantillons de produits finis (cf. 3.4.2). L'analyse rétrospective permet d'identifier quatre sources de PE bleus dans l'entreprise D (**tableau 4**). Le premier est un film plastique, dont l'observation microscopique montre qu'il existe une différence entre l'aspect des MP observés et ces films, cette source est donc exclue. Des trois sources restantes : caisse de filets de poisson, planche à découper et tapis de convoyage, c'est la planche à découper qui semble la source la plus probable (**figure 49**). En effet, les caisses sont d'un bleu clair qui est moins en accord avec la couleur des particules observées sur les filtres (**figure 49 B et C**) et le tapis de convoyage n'est pas en contact direct avec les échantillons qui sont disposés dans des barquettes. En outre, la planche à découper est en contact direct avec les filets et est soumise constamment à des coups de couteaux qui peuvent générer des copeaux de PE compatibles avec les formes de fragments retrouvés dans les échantillons.

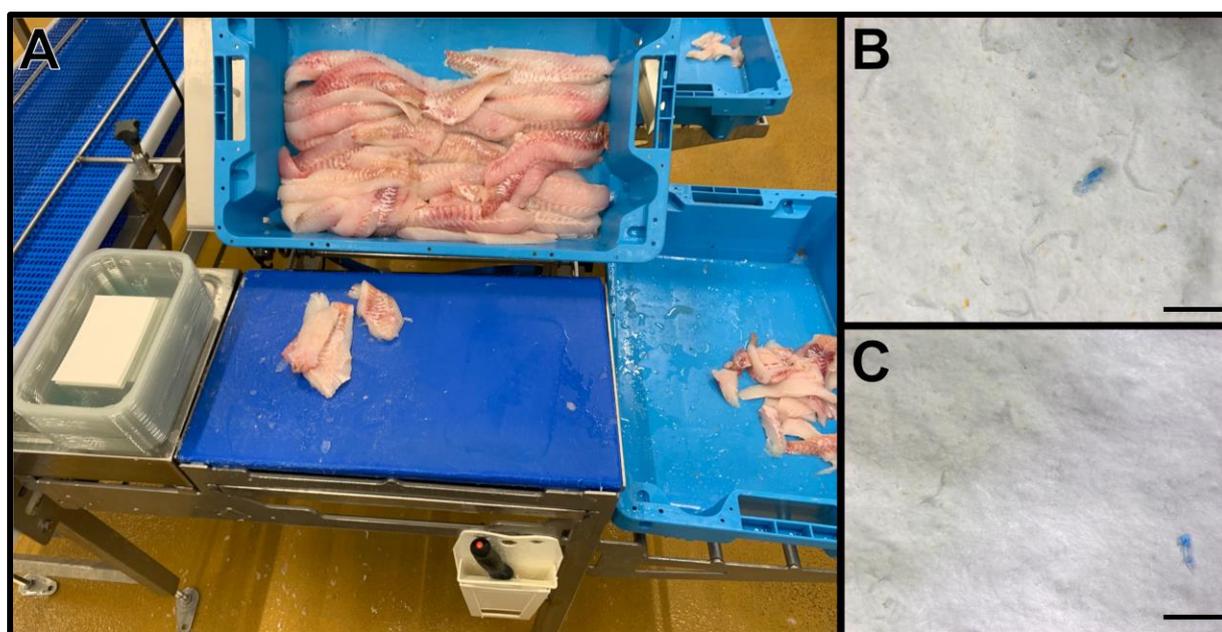


Figure 49 : Photographie des principaux objets bleus constitués de PE dans l'entreprise D (A) et observations microscopiques de fragments bleus isolés dans des échantillons de produit fini (B & C). Les barres d'échelle matérialisent des mesures de 500  $\mu$ m.

#### 4.4.2. Contamination par les EPI

Une contamination par des fragments bleus PP a également été mise en évidence dès l'étape 1. L'analyse rétrospective des plastiques présents dans l'entreprise D (**tableau 4**) montre deux items composés de PP (charlotte blanche et surface bleue des surchausses). Comme le montre la **figure 50**, les fragments bleus de PP pourraient provenir de l'usure de l'abrasion du revêtement bleu présent sous les surchausses.



Figure 50 : Photographie d'un fragment de surchausse gant (A) utilisé comme EPI par l'entreprise D dont le revêtement bleu est composé de PP. Photographie d'un fragment bleu de PP (B) isolé dans un échantillon de produit fini.

## 5. Phase 5 – Eléments d'informations et recommandations pour les professionnels

### 5.1. Nature et classification des principaux types de matières plastiques retrouvés dans les produits à base de poissons

Les matières plastiques sont généralement classées en trois familles :

- Les polymères **thermoplastiques** (thermoformables) se déforment et sont façonnables sous l'effet de la chaleur, gardant cette forme en refroidissant. Les thermoplastiques sont par ailleurs solubles dans des solvants spécifiques, ce qui permet leur utilisation comme revêtements et colles. Les textiles synthétiques (fils et fibres) sont toujours thermoplastiques.
- Les polymères **thermodurcissables** prennent leur forme définitive après la réaction chimique (polymérisation) accompagnant leur transformation. La structure tridimensionnelle obtenue réalisée avec une résine thermodurcissable ne peut varier et se trouve géométriquement figée.

Les **élastomères** sont des polymères à caractère amorphe ou cristallin présentant des propriétés remarquables en élasticité, amortissement et étanchéité (air, eau). Ils sont également considérés comme des matières plastiques.

Les polymères plastiques retrouvés dans les produits étudiés dans le cadre du projet MICROSCOP sont de nature très différente. Leurs principales utilisations habituelles sont données ci-dessous :

Tableau 14 : Principales utilisations des différents types de polymères plastiques détectés sous forme de microplastiques dans les produits à base de poissons étudiés dans le projet MICROSCOP

PLASTIQUES				
Acronymes	Sigles de reconnaissance	Polymères	Types	Principales utilisations
PET	1	Polytéréphtalate d'éthylène Polyester saturé	Thermoplastique semi-cristallin	Fils textiles, EPI (blouses), films, bouteilles d'eau, tapis convoyeurs, rubans, composants électroniques, pièces mécaniques
PE	2 (PEHD) 4 (PELD)	Polyéthylène (basse ou haute densité)	Thermoplastique souple ou semi-rigide et semi-cristallin polyoléfine	Emballages alimentaires, films, sacs, bidons de produits chimiques jouets, planches à découper
PVC	3	Chlorure de polyvinyle	Thermoplastique amorphe polyvinylique	Ameublement, bâtiment, génie civil, pots de margarine, blisters, bouteilles d'eau, emballages alimentaires, tissus, bâches, gaines d'isolation, rubans adhésifs, gants
PP	5	Polypropylène	Thermoplastique semi-cristallin polyoléfine	Emballages alimentaires, EPI (surchaussures, charlottes...), électronique, bâtiment, automobile, cosmétique, tapis...
PS	6	Polystyrène	Thermoplastique amorphe polystyrénique	Vaisselle jetable, éléments décoratifs, boitage économique, pots de yaourt, barquettes, électroménager
ABS	7	Acrylonitrile-Butadiène-Styrène	Thermoplastique amorphe (Styrénique)	Boîtiers, ameublement, décoration, automobile
PA	7	Polyamide Nylon	Thermoplastique polyamide	Fibre textile, interrupteurs, prises électriques, engrenages, vis, seringues, électroménager
PCTFE	7	Polychlorotrifluoroéthylène	Thermoplastique	Barrière à l'humidité pour les emballages pharmaceutiques, joints, composants cryogéniques
PEVA	7	Polyéthylène acétate de vinyle	Thermoplastique	Rideaux de douche, jouets, chaussures, housses...
PMMA	7	Polyméthacrylate de méthyle	Thermoplastique amorphe - Acrylique	Optique, menuiserie, automobile, médical, fibres synthétiques, lunettes, règles, lentilles, articles de coiffure
POM	7	Polyoxyde de méthylène	Thermoplastique semi-cristallin - Polyacétal	Automobile, industrie, sport, engrenages, poulies, tapis de convoyage, vis, biellettes, pièces de frottement, robinetterie, outillage portatif
PTFE	7	Polytétrafluoroéthylène	Polymère technique tendre et semi-cristallin	Teflon, antiadhésifs, joints, tuyaux, fibres textiles techniques
PU	7	Polyuréthane	Thermodurcissable	Mousses, colles, matelas, sièges, bouchons d'oreille
ELASTOMERES				
Acronymes	Sigles de reconnaissance	Polymères	Types	Principales utilisations
IR	-	Polyisoprène synthétique	Caoutchouc	Gants à usage unique, pneumatiques
NBR	-	Poly(acrylonitrile butadiène)	Caoutchouc élastomère	Gants à usage unique, câbles, joints, tuyaux, courroies...
SBR	-	Poly(styrène:butadiène)	Caoutchouc artificiel	Pneumatiques, tubes, automobiles, enduction...
SR	-	Silicone rubber	Caoutchouc élastomère	Applications automobiles, produits de cuisine, de pâtisserie et de stockage des aliments, vêtements, chaussures, électronique, réparation et quincaillerie domestique.

Les matières plastiques sont aussi classées en trois catégories en fonction de leur technicité et de leur performance, qui impacte directement leur coût.

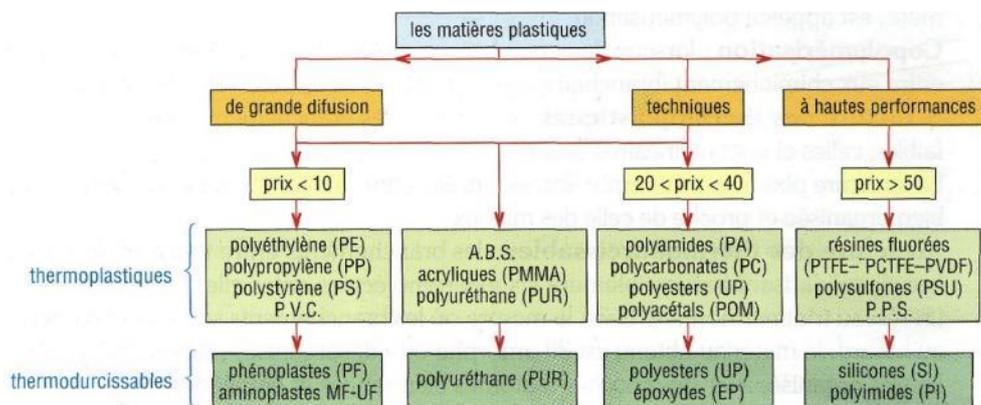


Figure 51 : Autre classification des matières plastiques (source : <http://www.zpag.net>)

## 5.2. Bilan des teneurs en particules et en microplastiques retrouvées dans les produits transformés pris en compte dans le cadre du projet MICROSCOP

Des microplastiques ont été observés dans la matière première de chacun des processus de transfor-

Tableau 15 : Bilan des teneurs et de la nature des particules et microplastiques retrouvées dans la matière première et les produits finis à base de poissons (En rouge : Polymères retrouvés en majorité).

	Matières premières			Produits finis				
	Teneur moy. Part. (/ 100g)	Teneur moy. MPs (/100g)	Polymères Identifiés*	Teneur moy. Part. (/ 100g)	Teneur moy. MPs (/100g)	Polymères Identifiés*	Polymères étapes intermédiaires*	Non détectés*
<b>Maquereau en conserve</b>	5,2 ± 0,4	3,0 ± 1,2	PP PET Cellulose**	21,0 ± 4,9	13,3 ± 4,3	PP PE PET Cellulose** Nylon NBR	PVC ABS	PS
<b>Thon en conserve</b>	71,0 ± 84,7	63,6 ± 81,6	PP PE PET Cellulose** Nylon PCTFE PBMA/ PMMA	173,9 ± 33,0	163,3 ± 35,0	PP PE PET Cellulose** Nylon PCTFE PBMA/ PMMA PEVA POM NBR		PS PVC
<b>Saumon fumé</b>	22,1 ± 8,2	5,0 ± 6,2	PP PET Cellulose	41,0 ± 16,8	18,0 ± 11,3	PP PE PET Cellulose** POM	PVC PU Nylon PS	
<b>Cabillaud</b>	7,5 ± 1,8	0,8 ± 0,8	PP PE PET Cellulose**	54,5 ± 49,0	36,8 ± 44,9	PP PE PET PS Cellulose** PTFE PMMA ABS POM NBR	PU	Nylon

\* PP : Polypropylène, PET: Polytéréphthalate d'éthylène, PE : Polyéthylène, PCTFE : Polychlorotrifluoroéthylène, PBMA: Polyméthylméthacrylate, PMMA : Polybutylméthacrylate, NBR : Poly(acrylonitrile butadiène), PEVA : Polyéthylène acétate de vinyle, POM : Polyoxyméthylène, PS : Polystyrène, PTFE Polytétrafluoroéthylène, ABS : Acrylonitrile butadiène styrène, PVC : Poly(chlorure de vinyle), PU : Polyuréthane.

\*\* La cellulose n'est pas incluse dans les calculs de teneurs en MPs

mation étudiés, bien que les prélèvements aient été réalisés au cœur du filet (ex. thon). Ces MPs ne proviennent pas de contaminations lors de l'analyse et il apparaît peu probable qu'ils soient présents suite à des phénomènes de translocation, compte tenu de la taille des particules. En outre les contaminations restent très différentes, en nombre et en composition, d'une espèce à l'autre, quasi nulle dans le cabillaud et importante dans le thon (**tableau 15**). L'origine de ces MPs n'est à date ni connue et ni explicable au regard de la littérature publiée et des contrôles réalisés.

Les microplastiques les plus retrouvés dans les produits transformés à base de poissons sont le PP, le PE et le PET, ce qui n'est pas étonnant puisque ce sont les polymères les plus utilisés au niveau mondial. Leur teneur dans les produits finis est plus élevée que dans la matière première mais leur nature n'est pas forcément en correspondance.

La présence d'un polymère plastique spécifique, le PBMA/PMMA, a pu être détectée dans le thon en conserve : celle-ci est à priori liée à une contamination initiale de la matière première, et très spécifique du lot de thon analysé et mise en œuvre ce jour-là par l'entreprise. Cette contamination ne semble en effet pas avoir d'origine industrielle : le processus de transformation semble même au contraire avoir entraîné une réduction de la teneur en PBMA/PMMA initialement présent dans la matière première.

Quelques particules de plastiques ou d'élastomères spécifiques ont parfois été retrouvées en faibles quantités dans les produits finis (NBR, ABS, PTFE/PCTFE, PEVA, PS, Nylon). Seul le POM, autre polymère plastique spécifique, a pu être détecté en quantité plus importante dans deux produits (le saumon fumé et le filet de cabillaud) et sa présence peut être considérée comme une contamination liée à l'environnement industriel. De nombreuses industries, dont l'industrie agroalimentaire, utilisent des équipements dont certains éléments peuvent être constitués de POM. Ce polymère est en effet utilisé pour la fabrication de nombreux éléments dont des pignons, des rotors, des roues, des éléments de glissement et ressorts, des pièces de pompes, des corps de vannes, des charnières, des cages de roulements, des joints, des dispositifs pour tri et alimentation, des convoyeurs, des carters...

Enfin, parmi les particules retrouvées à la fois dans la matière première et les produits finis, figurent des fibres de cellulose.

Ainsi, il est relativement normal d'avoir retrouvé des fibres de cellulose dans les différents produits analysés; celles-ci devant en grande partie avoir une origine textile (fibres textiles amenées par la matière première ou par l'environnement).

### 5.3. Connaissances actuelles relatives au risque sanitaire lié aux microplastiques

Les matières plastiques sont composées non seulement de polymères, mais aussi d'un mélange de différents additifs (de quelques pourcents à près de la moitié de la masse selon les polymères), de nature organique ou inorganique, qui confèrent des propriétés au plastique : souplesse, rigidité, résistance au feu, etc. Ces additifs sont de potentiels contaminants chimiques. De plus, les bactéries qui se fixent à la surface des plastiques peuvent, elles, être des contaminants biologiques ».

Sur son site internet, l'ANSES indique « mener des travaux afin d'évaluer la quantité et la nature des particules plastiques dans certains aliments, ainsi que le niveau d'exposition et le risque pour la santé de l'Homme. L'Agence s'intéresse également, avec des scientifiques d'autres pays, à harmoniser les méthodes, c'est-à-dire convenir de protocoles communs permettant de comparer les résultats obtenus dans les différents pays. Elle analyse aussi des additifs présents dans les plastiques pour estimer les niveaux d'exposition des consommateurs »<sup>1</sup>.

Ainsi, le risque sanitaire lié à la présence éventuelle de microplastiques dans des denrées alimentaires, n'a pas fait encore l'objet d'une évaluation.

<sup>1</sup> <https://www.anses.fr/content/les-microplastiques-un-risque-pour-l%E2%80%99environnement-et-la-sant%C3%A9#:~:text=Les%20plastiques%20sont%20compos%C3%A9s%20non,sont%20de%20potentiels%20contaminants%20chimiques>

Matrice alimentaire		Référence publication			Caractéristiques MPs			
		DOI	Pays	Auteur	Titre	Année	Quantité	Taille
Fruits / Végétaux	Pommes / salades / autres	<a href="https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.109677">https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.109677</a>	Italie	CONTI	Micro- and nano-plastics in edible fruit and vegetables. The first diet risks assessment for the general population	2020	52,050 to 233,000 /g	< 10 µm
	Divers	<a href="https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-1314420/v1">https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-1314420/v1</a>	Turquie	RAJENDRAN	Authentication of microplastic accumulation in customary fruits and vegetables	2022	2,9 ± 1,6 / g	0,002 à 0,01 mm
	Divers	<a href="https://doi.org/10.3390/life13081686">https://doi.org/10.3390/life13081686</a>	Turquie	AYDIN	Occurrence of microplastics in most consumed fruits and vegetables from Turkey and public risk assessment for consumers	2023	2,9 ± 1,6 / g	
	Œuf	<a href="https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.133771">https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.133771</a>	Chine	LIU	Microplastics contamination in eggs: Detection, occurrence and status	2022	1,67 ± 3,98 MP/œuf (3,4 MP/œuf blanc et 8,9 MP/œuf jaune)	Entre 50 à 100 µm
	viande	<a href="https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2020.100489">https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2020.100489</a>	France	KEDZIERSKI	Microplastic contamination of packaged meat: Occurrence and associated risks	2020	4 à 18,7 MP / kg	
	Tous types de viandes	<a href="https://assets.vu.nl/d8b6f15-816c-005b-1dc1-e363dd7ce9a5/681adc7a-208f-4a9d-84de-a93d13e6102f/Final-Report-pilot-study-plastic-particles-in-livestock-feed-milk-meat-and-blood.pdf">https://assets.vu.nl/d8b6f15-816c-005b-1dc1-e363dd7ce9a5/681adc7a-208f-4a9d-84de-a93d13e6102f/Final-Report-pilot-study-plastic-particles-in-livestock-feed-milk-meat-and-blood.pdf</a>	Pays-Bas	VAN DER VEEN	Plastic particles in livestock feed, milk, meat and blood	2022	52 à 7700 µg / g 18 échantillons / 25	
dernées d'origine animale	lait	<a href="https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.136823">https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.136823</a>	Mexique	KUTRALAM-MUNYASAMI	Branded milks - Are they immune from microplastics contamination?	2023	Varie entre 3 ± 2 à 11 ± 3,54 particules/L	Entre 0,1 à 5 mm
	Poulet	<a href="https://doi.org/10.3390/toxics11070612">https://doi.org/10.3390/toxics11070612</a>	Pakistan	BILAL	First report on microplastics quantification in poultry chicken and potential human health risks in Pakistan	2023	1227 particules / 24 échantillons	jusqu'à 500 µm
	Poulet	<a href="https://doi.org/10.3390/ijerph192013442">https://doi.org/10.3390/ijerph192013442</a>	Emirats arabes Unis	HABIB	Microplastic contamination of chicken meat and fish through plastic cutting boards	2022	0,29 ± 0,25 mg/g	15,6 à 1151,1 µm
	Miel	<a href="https://doi.org/10.1515/pjms-2015-0025">https://doi.org/10.1515/pjms-2015-0025</a>	Allemagne	LIEBEZEIT	Origin of synthetic particles in honeys	2015	2 à 336 / kg	
	Miel / sucre	<a href="https://doi.org/10.1080/19440049.2013.843025">https://doi.org/10.1080/19440049.2013.843025</a>	Allemagne	LIEBEZEIT	Non-pollen particulates in honey and sugar	2013	166 ± 147 MP/kg de miel	Entre 40 µm et 9 mm
	Sucre	<a href="https://doi.org/10.1080/19440049.2013.843025">https://doi.org/10.1080/19440049.2013.843025</a>	Allemagne	LIEBEZEIT	Non-pollen particulates in honey and sugar	2013	217 ± 123 fibres/kg et 32 ± 7 fragments/kg	/
	Bière	<a href="https://doi.org/10.1080/19440049.2014.945099">https://doi.org/10.1080/19440049.2014.945099</a>	Allemagne	LIEBEZEIT	Synthetic particles as contaminants in German beers	2014	Entre 2 et 79 fibres/L ; entre 12 et 109 fragments/L ; entre 2 et 66 granules/L	Taille max 600 µm
	Bière	<a href="https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.138580">https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.138580</a>	Mexique	SHRUTI	First study of its kind on the microplastic contamination of soft drinks, cold tea and energy drinks - Future research and environmental considerations	2020	Moyenne totale : 152 ± 50,97 MPs	< 1 mm
	Thé	<a href="https://doi.org/10.1371/journal.pone.0194970">https://doi.org/10.1371/journal.pone.0194970</a>	USA	KOSUTH	Anthropogenic contamination of tap water, beer, and sea salt	2018	4,05 particules/L	0,98 mm en moyenne
	Thé	<a href="https://doi.org/10.1021/acs.est.9b02540">https://doi.org/10.1021/acs.est.9b02540</a>	Canada	HERNANDEZ	Plastic teabags release billions of microplastics and nanoparticles into tea	2019		Entre 520 nm à 270 µm
	Boissons	<a href="https://doi.org/10.3390/foods11182871">https://doi.org/10.3390/foods11182871</a>	Chine	MEI	Identification and evaluation of microplastics from tea filter bags based on Raman imaging	2022		
	Boissons	<a href="https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.138580">https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.138580</a>	Mexique	SHRUTI	First study of its kind on the microplastic contamination of soft drinks, cold tea and energy drinks - Future research and environmental considerations	2020	Moyenne totale : 11 ± 5,26 MPs (2,75 MPs/L)	> 1 mm
	Boisson gazeuse	<a href="https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.138580">https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.138580</a>	Mexique	SHRUTI	First study of its kind on the microplastic contamination of soft drinks, cold tea and energy drinks - Future research and environmental considerations	2020	Moyenne totale : 40 ± 24,52 MPs (2,10 MPs/L)	0,1 à 3 mm
	Boisson énergisante	<a href="https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.138580">https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.138580</a>	Mexique	SHRUTI	First study of its kind on the microplastic contamination of soft drinks, cold tea and energy drinks - Future research and environmental considerations	2020	Moyenne totale : 14 ± 5,79 MPs (1,75 MPs/L)	< 1 mm
	Boisson sucrée	<a href="https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2023.117720">https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2023.117720</a>	Turquie	ALTUNISIK	Prevalence of microplastics in commercially sold soft drinks and human risk assessment	2023	Environ 9 particules / l	
	Boissons non alcoolisées	<a href="https://doi.org/10.3390/ijerph20054122">https://doi.org/10.3390/ijerph20054122</a>	Italie	CROSTA	Microplastics contamination in nonalcoholic beverages from the Italian market	2023	0,19 ± 1,84 / l	
	Alimentation à emporter	<a href="https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.114390">https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.114390</a>	Chine	CUI-LAN BAI	Microplastics in take-out food: Are we over taking it?	2022	Diverses	

Tableau 16 : Principales publications scientifiques sur les teneurs en microplastiques dans d'autres matrices alimentaires

L'EFSA, a également indiqué que les données sur la toxicité et la toxicocinétique manquent, tant pour les microplastiques que pour les nanoplastiques, pour permettre une évaluation des risques pour l'homme.

Elle a également recommandé de « *développer davantage les méthodes d'analyse pour les microplastiques et de les normaliser pour les nanoplastiques, afin d'évaluer leur présence, leur identité et de quantifier leur quantité dans les aliments. En outre, l'assurance qualité doit être en place et démontrée. Pour les microplastiques et les nanoplastiques, des données sur leur présence dans les aliments, y compris les effets de la transformation des aliments, en particulier pour les particules de plus petite taille (< 150 µm), devraient être générées. Des recherches sur la toxicocinétique et la toxicité, y compris des études sur les effets locaux dans le tractus gastro-intestinal (GI), sont nécessaires, tout comme des recherches sur la dégradation des microplastiques et la formation potentielle de nanoplastiques dans le tractus gastro-intestinal humain* ». <sup>2</sup>

Des équipes scientifiques françaises ont néanmoins récemment montré que les microplastiques de PE modifieraient le microbiote intestinal *in vitro*, avec une augmentation de bactéries pouvant être néfastes et une diminution de bactéries bénéfiques pour la santé. Mais ces changements n'impacteraient pas l'intestin dans sa fonction de barrière : celui-ci conserve son imperméabilité et ne présente pas d'inflammation (Process alimentaire 2022 <sup>3</sup>).

La FAO a indiqué que : « *Une évaluation des risques a été effectuée en s'appuyant sur l'exposition la plus forte aux microplastiques, à savoir la consommation d'un plat de moules (250 g par personne) contenant 9 microgrammes de plastique. Sur la base de cette évaluation, en prenant en compte les plus fortes concentrations en additifs ou contaminants documentés dans les microplastiques et en supposant qu'ils soient entièrement libérés dans l'organisme, les microplastiques n'auront qu'un impact négligeable sur l'exposition trophique globale aux substances permanentes, bioaccumulatives et toxiques ainsi qu'aux additifs utilisés dans la fabrication du plastique* <sup>4</sup>.

#### 5.4. Connaissances actuelles relatives à la contamination des autres matrices alimentaires que les produits à base de poissons

Comme cela a pu être montré dans le cadre du projet MICROSCOP, les contaminations en microplastiques dans les produits transformés à base de poissons, peuvent provenir de l'environnement industriel et dans certains cas de la matière première. Les teneurs en particules retrouvées ont toujours été supérieures dans les produits finis à celles retrouvées dans la matière première. Cela met en évidence qu'une contamination survient au cours de la fabrication des produits.

Cela laisse penser que toutes les filières agro-alimentaires peuvent être concernées par cette problématique et pas seulement la filière aquatique. Cette affirmation est corroborée par les nombreuses publications scientifiques qui mettent en évidence la présence de microplastiques dans toutes sortes de matrices alimentaires, plus ou moins élaborées.

Les principales publications scientifiques sur le sujet sont recensées dans le **tableau 16**. Des microplastiques en quantités plus ou moins importantes ont déjà été dosées dans des fruits / légumes, des denrées d'origine animale, des produits sucrés ou encore toutes sortes de boissons.

En 2019, la FAO indiquait que : « *Des microplastiques ont été trouvés dans plusieurs aliments de consommation humaine (par exemple, la bière, le miel ou le sel de table) et les études scientifiques détectent également leur présence fréquente dans les produits de la mer qui sont, de ce fait, devenus la source potentielle la mieux comprise de microplastiques à laquelle l'Homme est exposé.*

*Bien que les filets de poissons et les grands poissons soient les produits de la pêche les plus consommés, ils ne constituent pas une source probable ou significative de microplastiques, car dans la plupart des cas les intestins où les microplastiques sont concentrés ne sont pas consommés* <sup>2</sup>. »

<sup>2</sup> <https://efsa.onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.2903/j.efsa.2016.4501>

<sup>3</sup> <https://www.processalimentaire.com/qualite/les-microplastiques-impactent-le-microbiote-intestinal>

<sup>4</sup> <https://www.fao.org/3/ca3540fr/ca3540fr.pdf>

## 5.5. Recommandations simples à destination des opérateurs industriels pour limiter la contamination en particules et microplastiques au cours de la fabrication de leurs produits

### **A. Réaliser un recensement, le plus exhaustif possible, des éléments en matière plastique utilisés dans l'entreprise.**

Le **tableau 17** recense, de façon non exhaustive, les principales sources de plastiques utilisées dans les entreprises agro-alimentaires :

Tableau 17 : Principales sources de plastiques utilisées dans les entreprises agro-alimentaires

Equipements & pièces	Petits équipements	Contenants et emballages	EPI
-Tapis de convoyage / pièces et roulements de convoyage	-Tables et planches de découpe	-Sachets plastique	-Masques
		-Sacs poubelles	-Tabliers
-Constituants plastique d'équipements divers	-Couteaux à manche plastique	-Films et bâches de protection	-Blouses / Combinaisons
	-Pelle plastique		-Chaussures / Bottes / Surchaussures
-Plaques de protection en plexiglas	-Seaux	-Boudins de conditionnement plastique	-Charlottes / calots
-Equipements de découpe droits ou circulaire	-Racloirs / Balais	-Caisses polystyrène	-Cache-barbe
	-Caillebotis	-Films de suremballage	-Gants jetables
-Tuyaux rigides ou flexibles	-Fournitures de bureaux: stylos, ciseaux...	-Cartons plastifiés et films interleaved de matière première	-Gants épais (maille, mapa, protection...)
-Systèmes d'affutage	-Chaises		-Manchettes
-Pistolets d'arrivée d'eau ou d'air	-Bidons de produits - désinfectants	-Barquettes et buvards	-Chaussures de sécurité / Cotes / équipements de protection, casques, lunettes
-Joints / téflon, colles, mastics, rubans adhésifs	-Rideaux à lamelles	-Films de thermoformage / plaques de support plastifiées	
			-Bouchons d'oreilles / casques
-Poignées / manchons / Serre-joints / Capuchons...		-Caisses plastique pleines ou ajourées et couvercles	
-Pièces en plastique en lien avec le conditionnement des produits(scellage, capsulage, sertissage)		-Containers plastique de grande capacité et couvercles	

### **B. Mettre en place des contrôles réguliers pour vérifier les taux d'usure des éléments en matière plastique dans l'entreprise. Procéder au remplacement ou à la rénovation des consommables ou petits équipements en plastique dès les premiers signes d'usure.**

→ Les résultats du projet MICROSCOP ont mis en évidence que des contaminations pouvaient être apportées par l'usure des tables de découpe ou les convoyeurs.

→ Toutes les pièces en plastique soumises à frottement ou entaillage doivent être surveillées. Ex :

- Tapis de convoyage des produits
- Pièces en plastique spécifiques des équipements de conditionnement des produits (scellage, operculage, capsulage, sertissage...).
- Roulements, joints, flexibles...
- Tables et outils de découpe
- Contenants en plastiques (caisses de marée, conteneurs...)

...

→ Dans certains cas, des indicateurs d'usure objectifs doivent pouvoir être mis en place dans les entreprises pour faciliter le renouvellement. On pourra citer par exemple la perte de masse du matériau plastique. Par exemple, Habib *et al.* (2022) <sup>5</sup> ont enregistré une perte massique de 875 g sur une planche à découper à la fin de sa durée de vie.

### **C. Optimiser le choix du type de matériau plastique voire le remplacement du plastique par d'autres types de matériaux (lorsque cela est envisageable sur le plan économique).**

→ A titre d'exemple, certains Yadav *et al.* (2023) <sup>6</sup> ont pu montrer que les tables de découpe en polypropylène généreraient plus de microplastiques que celles en polyéthylène.

→ Plusieurs publications ont mis en évidence une dégradation plus rapide du PP comparativement au PET, comme Dimassi *et al.* (2023) <sup>7</sup> dans l'environnement marin.

### **D. Développer une connaissance relative aux caractéristiques de résistance mécanique et chimique des différents matériaux plastiques utilisés dans l'entreprise**

→ Les **tableau 18** et **tableau 19** donnent des indications sur les caractéristiques mécaniques et la résistance chimique des principaux types de matières plastiques

Tableau 18 : Caractéristiques mécaniques et résistance chimique des principaux élastomères (source : <http://www.zpag.net>)

		Principaux élastomères vulcanisés					
		caoutchouc naturel NR	butadiène styrène SBR	acrylonitrile butadiène NBR	butyl IIR	chloroprène (néoprène) CR	éthylène propylène EPM-EPDM
propriétés mécaniques	traction	+++	++	++	0	++	+
	déchirement	++	+	0	0	+	++
	abrasion	+++	++	++	+	+	++
	compression	++	++	+++	+	+	++
	résilience	+++	++	0	0	++	0
	flexion	++	++	++	++	++	0
résistance au vieillissement	ozone-intempéries	+	+	+	++	++	+++
	chaleur	+	+	+	++	+	+++
	froid	+++	++	0	+	0	+++
	flamme	0	0	0	0	++	0
	huiles	0	0	+++	0	++	0
résistance chimique	solvants	0	0	+++/0	0/+	0	0
	eau	++	++	++	++	+	+++
	imperméabilité aux gaz	+	+	++	+++	+	0
	acides faibles	++	++	+	+++	++	+++
	acides forts	+	+	0	+++	+	+++

<sup>5</sup> <https://doi.org/10.1080/19440049.2021.2017002>

<sup>6</sup> <https://doi.org/10.1021/acs.est.3c00924>

<sup>7</sup> <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2023.130796>

Tableau 19 : Caractéristiques mécaniques et résistance chimique des principales matières plastiques (source : <http://www.zpag.net>)

Principales matières plastiques																			
	symbole	(1) aspect	densité	températures limites (°C)	caractéristiques mécaniques				résistance chimique										
					R <sub>r</sub> (daN/mm <sup>2</sup> )	E (daN/mm <sup>2</sup> )	A% choix ZOD entaillés	acides		bases alcalis		solvants	huiles	usinage	moulage	(3) exemples d'emploi			
								(2)	(2)	(2)	(2)								
thermoplastiques	polyéthylène	basse densité	PE-LD	TRL-OQ	0,92	100	0,5-3	20-40	200-600	ne casse pas	F	B	B	B	B	B	B	B	① ②
		haute densité	PE-HP	TRL-OQ	0,96	120	2-4	80-180	20-80		F	B	B	B	B	B	B	B	③ ④
	polypropylène	PP	TRP-OQ	0,91	130	3-5	140-200	250-600	7-25	F	B	B	B	B	B	B	B	① ③ ⑥	
	polychlorure de vinyle	rigide	PVC	TRP-OQ	1,38	70	4-6	150-350	5-80	2-100		B	B	B	S	B	B	B	① ③
		souple		TRP-OQ	1,20	70	1-3	1-4	150-450										①
	polystyrène	PS	TRL-OQ	1,05	80	3-5	200-320	5-75	3-20	F	B	B	B	S	B	F	B	① ② ③ ⑥	
	ABS*	ABS	TRL-OQ	1,10	110	1,7-6	200	10-50	10-50	F	B	B	B	S	B	B	F	① ② ③	
	poly (méthacrylate de méthyle)	PMMA	TRP-OQ	1,20	85	5-8	220-320	4-10	2-3	F	B	S	F	F	B	B	S	② ③ ⑤ ⑥	
	acétate de cellulose	CA	TRP-OQ	1,30	90	3-6	80-250	20-50	6-45	S	F	F	F		B	B	B	① ② ③ ⑤	
	polyamide	PA	TRP-OQ	1,15	160	5-10	90-280	15-300	3-50	S	B	B	B	B	B	B	B	① ③ ④	
	polycarbonate	PC	TRP-OQ	1,20	130	5-7	240	80-120	65-100	F	B	S	F	F	B	B	B	① ② ⑤	
	polyoxyméthylène	POM	TRL-OQ	1,40	90	6-7	300	35-75	5-15	S	B	F	F	B	B	B	B	① ③ ④	
	polytétrafluoroéthylène	PTFE	OQ	2,20	+260 -200	2-4	35-80	250-500	16	B	B	B	B	B	B	B	-	④ ⑤	
thermodurcissables	phénoplastes**	PF	TRP-OQ	1,3	190	3-6	270-480	750		S	F	S	S	S		B	B	① ②	
	polyesters	UP	TRP-OQ	1,2	190	5-15	280-400	250-1500	8-100	S	F	S	F	F		F	B	② ③	
	polyépoxydes	EP	TRL-OQ	1,5	280	2-12		250	2-50	F	B	F	B	B	B	B	B	② ③ ⑥	
	polyimides	PI		1,6	250	2-4		750		B	B	B	B	B	B	B	B	① ⑦	
	silicones	SI	OQ	1-2	230	1				F	B	F	F	F	F	F	F	B	⑦

(1) TRL : translucide  
TRP : transparent  
OQ : opaque

(2) B : bon  
F : faible à moyen  
S : mauvais (soluble)

(3) ① : pièces mécaniques (engrenages, cames, rotors)

② : petits carters, boîtiers, jouets, petit outillage

③ : grands bâtis, cuves, containers, réservoirs, coques

④ : pièces de frottement (coussinets, paliers, glissières)

⑤ : pièces pour l'optique (vitres, luminaires, diffuseurs)

⑥ : applications chimiques, thermiques

⑦ : enrobage, étanchéité, isolant

\* acrylonitrile styrène acrylate

\*\* résine phénol formaldéhyde

## E. Optimiser le choix des EPI, en particulier les consommables à usage unique

→ Les résultats du projet MICROSCOP ont mis en évidence que des contaminations pouvaient être apportées au travers des EPI.

→ Il est connu que des particules peuvent émaner des travailleurs ou des vêtements de protection.

→ De très nombreux articles jetables sont composés de polypropylène non tissé. Le non-tissé ne provient pas de tissage, mais d'une compression des fils avec un agent lier.

→ Il est connu les objets / contenants en PE et PP sont globalement plus stables que les autres types de plastiques. Mais le PP est plus sensible à l'usure que le PE.

→ Il est préférable de choisir des EPI à « faible relargage particulaire ».

→ Certains revendeurs d'EPI indiquent, sur leurs supports commerciaux que :

- les blouses en PP doublées d'un film PE présenteraient une meilleure étanchéité et la présence de PE permettrait de fixer les particules de PP et de diminuer le relargage particulaire des fibres.
- les textiles à usage unique en polypropylène relargueraient moins de particules que les textiles réutilisables à base de coton et de fibres en polyester.

→ Les EPI à usage unique peuvent avoir été fabriqués à partir de toutes sortes de polymères plastiques, en fonction des propriétés attendues (étanchéité, protection, coût, praticité, confort, respirabilité...). Les principaux sont cités ci-dessous :

Tableau 20 : Composition des principaux EPI à usage unique

Type	Matière plastique
Blouses et combinaisons	Polypropylène (différentes épaisseurs et densités) Polyéthylène (différentes épaisseurs) - PEHD Fibres de polyester et de cellulose SMS (3 couches de PP)
Gants	Nitrile Latex EVA (Ethylène acétate de vinyle) / Vinyle PVC Néoprène
Bouchons d'oreille	Polyuréthane
Surchaussures	PP PE PE/PP PET
Manchettes	PEHD
Charlottes	PE PP PET
Masques	PP

## **F. Etudier la possibilité d'optimiser les flux d'airs dans les ateliers**

→ Les résultats du projet MICROSCOP ont mis en évidence que des contaminations « potentielles » pouvaient être apportées par les flux d'air dans certains ateliers : fibres et microplastiques aéroportés déposés sur des boîtes de Petri ouvertes.

- **Procéder au contrôle régulier des installations de traitement et de production de l'air.**
- **Eviter autant que possible les flux d'air directement orientés vers les produits pour limiter l'apport de particules aéroportées.**  
ex : tables de travail situées en-dessous des évaporateurs
- **Optimiser autant que possible la protection des produits (couverts, carters...) contre les flux d'air aéroportés pouvant amener des microplastiques.**  
ex : produits nus sur convoyeurs, contenants vides en attente d'utilisation, préparations d'ingrédients tels que les saumures...
- **Envisager la mise en surpression des salles « sensibles » pour assurer le confinement des opérations en limitant les introductions de contaminants extérieurs.**

## **G. Avoir une bonne connaissance de la composition des différents matériaux plastiques (polymères, additifs) pouvant entrer en contact avec les denrées fabriquées, et rester en veille sur les risques sanitaires potentiellement associés**

→ Cette question n'a pas été abordée dans le cadre du projet MICROSCOP.

→ Les éléments de synthèse liés aux matériaux organiques à base de matière synthétique peuvent être retrouvés sur le site de la DGCCRF<sup>8</sup>

- H. **De manière plus collective, il est conseillé de mettre en place un plan de surveillance des microplastiques dans les produits élaborés à base de poissons et dans d'autres denrées alimentaires**
  
- I. **Il est utile de poursuivre la veille technique, scientifique et réglementaire concernant l'emploi des plastiques et les risques éventuels inhérents liés à l'ingestion de microplastiques (*non connus à ce jour*).**

---

<sup>8</sup> <https://www.economie.gouv.fr/dgccrf/materiaux-organiques-a-base-matiere-synthetique>

## 6. Conclusions

- Dans le cadre de ce projet, des contaminations en microplastiques sous forme de fibres ou de fragments, en quantités plus ou moins importantes, ont été observées dans les 4 produits finis à base de poissons étudiés.
- La contamination observée varie en fonction de la matière première mise en œuvre, du processus de transformation, de l'environnement et des pratiques industrielles. Il n'est pas possible de généraliser ces résultats à l'ensemble des entreprises de la filière aquatique, ni même à un type de production.
- Le projet a permis d'identifier plusieurs sources de contaminations potentielles : matière première, équipements de protection individuels (EPI), convoyeurs en plastique, tables de découpe. D'autres n'ont pas été identifiées à date pour le moment. Aucune contamination directe par les emballages n'a réellement été observée. Les systèmes de ventilation mis en œuvre dans les ateliers de fabrication jouent un rôle dans le transport des microplastiques (surtout pour les fibres), sans être à l'origine de ces particules.
- Les résultats ont clairement montré que des microplastiques peuvent être générés dans l'environnement industriel au cours des processus de fabrication. Dans le cadre de ce projet, des microplastiques ont aussi été retrouvés dans des ingrédients (tels que le sel) sans être la source principale de contamination. Comme dans d'autres filières agroalimentaires, la contamination des produits finis par des microplastiques a pu être mise en évidence. La particularité du projet, fait qu'il a été possible d'observer les étapes du processus de transformation à l'origine de la survenue des contaminations.
- Des premières recommandations ont néanmoins pu être formulées aux professionnels dans le cadre de ce projet, pour leur permettre de limiter le risque de retrouver des microplastiques dans leurs produits finis.

## 7. Valorisations des travaux

L'ensemble des résultats obtenus au cours du projet a fait l'objet de différentes valorisations auprès des acteurs économiques (opérateurs de la filières) et de la communauté scientifique via la rédaction d'articles ou la réalisation de présentations orales ou d'une communication affichée.

### 7.1. Présentations auprès des opérateurs des filières

Dehaut, Alexandre. Réunion CITPPM - Commission des Produits Fumés. Visioconférence Boulogne-sur-Mer - Paris (France) 10 mai 2023.

Duman, Simge. Réunion CITPPM - Commission des Produits Appertisés Visioconférence Boulogne-sur-Mer - Paris (France) 9 juin 2022.

Présentations aux professionnels dans le cadre des différentes commissions techniques de la CITPPM tout au long du projet

### 7.2. Article dans revue internationale à comité de lecture

Duman, Simge, Périne Doyen, Pauline Merveillie, Nicolina Andersson, Romane Bayeuil, Thierry Grard, Alexandre Dehaut, et Guillaume Duflos. (2023) Optimization of a method designed to extract and characterize microplastics in commonly sold packaged seafood products. *Food control*. 154. 110029. doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2023.110029>

### 7.3. Présentations orales lors de congrès scientifiques

Dehaut, Alexandre, Simge Duman, Thierry Grard, Pauline Hogede, Nicolina Andersson, Périne Doyen, et Guillaume Duflos. (2023) Recherche de microplastiques: étude d'un processus industriel de transformation de poissons. Colloque Polymères & Océans 2023. Rennes (France).

Dehaut, Alexandre, Simge Duman, Thierry Grard, Pauline Hogede, Périne Doyen, et Guillaume Duflos. (2022) Study of a fishery product process in the frame of microplastics research. 50<sup>th</sup> WEFTA Conference. Rotterdam (The Netherlands).

### 7.4. Communication affichée lors de congrès scientifiques

Duman, Simge, Périne Doyen, Pauline Hogede, Romane Bayeuil, Thierry Grard, Alexandre Dehaut, et Guillaume Duflos. (2022) How to evaluate the presence of microplastic in edible part of processed fishery products ? 50<sup>th</sup> WEFTA Conference. Rotterdam (The Netherlands).

## Annexes

<b>Annexe 1 : Développements méthodologiques pour la digestion d'échantillons de sardines au naturel.....</b>	<b>ii</b>
<b>Annexe 2 : Développements méthodologiques pour la digestion d'échantillons de sardines à l'huile. ....</b>	<b>iv</b>
<b>Annexe 3 : Développements méthodologiques pour la digestion d'échantillons d'anchois au sel.</b>	<b>v</b>

**Annexe 1 : Développements méthodologiques pour la digestion d'échantillons de sardines au naturel.**

	Essais	Temps d'incubation	Volume KOH 10%	Marque / Quantité	Digestion / Filtration
<b>KOH 10%</b>	Essai 1	24h	500mL	PO : 25g ; 22g ; 21g	OUI / NON
	Essai 11	24h	600mL	P : 70g* ; 30g	OUI / NON
		48h	700mL	C : 60g* ; 24g	
	Essai 12	24h	700mL	FDS : 56g*	NON
	Essai 13	24h	800, 900mL	P : 87g* ; 20g ; 21g ; 16g	OUI / NON
		48h	800, 900mL	C : 58g* ; 33g ; 28g ; 23g	OUI / OUI (illisible)
	Essai 14	24h	800, 900 mL	FDS : 58g* ; 28g	OUI / NON
	Essai 16	24h	300, 300, 400, 400mL	P : 70g* ; 27g ; 34g ; 18g	OUI / NON
	Essai 17	24h	300mL	FDS : 27g ; 28g	OUI / OUI
			400mL		OUI / NON
	Essai 18	39h	300, 400mL	PO : 52g* ; 25g ; 19g	OUI / NON
			900mL		OUI / NON
	Essai 19	39h	300, 300, 400, 400mL	P : 59g* ; 42g ; 25g ; 28g	OUI / NON
				C : 77g* ; 24g ; 20g ; 28g	
	Essai 21	24h	900mL	PO : 47g*	OUI / NON
Essai 22	24h	300mL	C sans arête : 70g* ; 26g	OUI / NON	
		400mL		OUI / OUI	
Essai 29	24h	400, 500, 600mL	PO : 52g* ; 20g ; 16g	NON	
Essai 30	24h	400, 500 et 600mL	C : 70g* ; 31g ; 29g	NON	
Essai 31	24h	400, 500 et 600mL	C sans arête : 75g* ; 41g ; 37g	NON	
Essai 34	72h	600mL	C : 59g* ; 41g	NON	
Essai 35	5 jours	800 et 900mL	P : 78g* ; 26g	NON	

	Essais	Temps d'incubation	Volume Javel 2,6%	Volume KOH 10/20%	Marque / Quantité	Digestion / Filtration
<b>Javel 2,6%</b>	Essai 6	24h	250mL	450mL	PO : 94g	NON
	Essai 7	24h	500mL	250mL	PO : 19g	NON
<b>et KOH 10% ou 20%</b>	Essai 8	24h	400mL	300mL	PO : 25g ; 47g* ; 24g	NON
			250mL (4.8%) + 150mL	350mL		
Essai 9	24h	200mL	400mL	C : 73g* ; 29g ; 27g	NON	
		250mL		P : 82g* ; 31g ; 33g		
Essai 10	24h	350mL	400mL	P : 93g* ; 26g ; 38g	NON	
		250mL (4.8%) + 100mL		C : 63g* ; 29g ; 25g		
Essai 12	24h	600mL	300mL	FDS : 25g ; 28g	OUI / NON	
Essai 14	24h	350mL	400mL	FDS : 24g	OUI	
Essai 15	24h	400mL	400mL	FDS : 24g	OUI	
Essai 17	24h	300mL	400mL	FDS : 52g*	OUI	
Essai 20	24h	250mL	300mL	FDS : 53g* ; 14g ; 31g	OUI / NON	
		300mL	300mL			
Essai 21	24h	350mL	400mL	PO : 21g	OUI	
Essai 22	24h	350mL	400mL*	C sans arêtes : 30g	OUI	
Essai 23	24h	350mL	400mL*	P : 71g* ; 25g	OUI / NON	
Essai 24	24h	350mL	400mL*	PO : 47g* ; 22g		
			400mL			
Essai 25	24h	350mL	400mL*	C : 26g ; 26g		
		350mL	400mL			
Essai 28	24h	350mL	400mL	C : 22g	OUI / NON	
Essai 32	24h	300 et 350mL	300mL*et	C : 72g* ; 33g ; 39g	NON	
			400mL*	P : 76g* ; 32g ; 34g		
Essai 33	24h	350mL	300mL*	C : 41g* ; 45g ; 57g	NON	
Essai 34	72h	350mL	300mL*	C : 34g	NON	
Essai 35	5 jours	350mL	300mL*	P : 38g	NON	

\* Solution de KOH 20 % utilisée

	Essais	Temps d'incubation	Volume Javel 4,8%	Volume KOH 10%	Marque / Quantité	Digestion / Filtration
<b><i>Javel 4,8%</i></b>	Essai 4	24h	500mL	300mL	PO : 97g	NON
	Essai 5	24h	250mL	450mL	PO : 100g	NON
	Essai 6	24h	250mL	450mL	PO : 94g ; 97g	NON
<b><i>et</i></b>	Essai 7	24h	500mL 500mL	250mL	PO : 22g ; 53g*	NON
<b><i>KOH 10%</i></b>	Essai 8	24h	250mL + 150mL (2.6%)	300mL	PO : 24g	NON
	Essai 9	24h	250mL	400mL 450mL	PO : 48g* ; 23g ; 22g	NON
	Essai 10	24h	250mL + 100mL (2.6%)	400mL	P : 38g C : 25g	NON

	Essais	Temps d'incubation	Volume Javel 17%	Volume KOH	Marque / Quantité	Digestion / Filtration
<b><i>Javel 17%</i></b>	Essai 25	24h	250mL	300mL*	C : 26g	NON
<b><i>et</i></b>	Essai 26	24h	300mL 300mL	300mL* 400mL	P : 18g ; 25g	NON
	Essai 27	24h	300mL	300mL* 300mL	PO : 22g ; 25g	NON
<b><i>KOH 10% ou 20%</i></b>	Essai 28	24h	350mL	400mL*	C : 22g	OUI / NON

\* Solution de KOH 20 % utilisée

	Essais	Temps d'incubation	Javel 2,6%	Javel 4,8%	Javel 17%	Marque / Quantité	Digestion / Filtration
<b><i>Eau de Javel à diverses concentrations</i></b>	Essai 2	24h	500mL	/	/	PO : 28g ; 24g ; 20g	NON
	Essai 3	24h	/	500mL	/	FDS : 56g* ; 27g ; 24g	NON
	Essai 11	24h	500mL	/	/	P : 25g ; 23g C : 23g ; 30g	NON
	Essai 15	24h	500mL	/	/	FDS : 51g* ; 30g	NON
	Essai 21	24h	/	/	100mL	PO : 26g	NON
	Essai 22	24h	/	/	100mL	C : 30g	NON
	Essai 23	24h	/ 350mL	/	300mL 250mL	P : 27g ; 25g	OUI / NON
	Essai 24	24h	350mL	/	250mL	PO : 28g	
	Essai 25	24h	350mL	/	300mL	C : 59g*	OUI
	Essai 26	24h	400mL 350mL	/	300mL 250mL	P : 76g* ; 24g	OUI / NON
	Essai 27	24h	400mL	/	300mL	PO : 43g*	NON
	Essai 28	24h	350mL	/	250mL	C : 62g* ; 27g	OUI / NON

	Essais	Temps d'incubation	Température d'incubation	Volume H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30%	Marque / Quantité	Digestion / Filtration
<b><i>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></i></b>	Essai 36	24h	Ambiante	300, 400 et 500mL	C sans arêtes : 82g* ; 34g ; 43g	NON
	Essai 37	24h	Ambiante	700, 800 et 900mL	C sans arêtes : 78g* ; 36g ; 41g	NON

## Annexe 2 : Développements méthodologiques pour la digestion d'échantillons de sardines à l'huile.

	Essais	T°C	Volume Javel	Volume KOH	Sardine/Marque	Digestion / Filtration
<b><u>Eau de javel à différentes concentrations</u></b>  <b><u>et</u></b> <b><u>KOH 10% ou 20%</u></b>	Essai 1	40°C	500 mL (4,8%)	300 mL (4h30 après incubation) 600mL	PO : 91g* ; 57g	NON
	Essai 2	40°C	350mL à 2.6% 350mL à 2.6%	400mL 150mL à 20%	P : 74g* ; 34g ; 28g	NON
	Essai 3	40°C	350mL à 2.6% /	400mL 600mL	PO : 72g* ; 45g	NON
	Essai 4	40°C	350mL à 2.6% /	400mL 600mL	S : 50g* ; 50g	NON
	Essai 5	40°C	350mL (2.6%) 250mL (17%) 350mL (2.6%) + 300mL (17%)	400mL (20%) 400mL (20%) /	PO : 58g* ; 27g ; 30g	NON
	Essai 6	Amb puis 40°C	350mL (2.6%) 250mL (17%)	300mL (20%)	PO : 56g* ; 26g ; 25g TD : 59g* ; 28g ; 29g S : 38g* ; 29g ; 22g C sans arête : 65g* ; 46g ; 41g	NON
	Essai 7	Amb puis 40°C 40°C	350mL (2.6%) /	300mL (20%) 600mL	PO : 57g* ; 40g ; 31g	NON
	Essai 8	Amb puis 40°C	350mL (2.6%)	300mL (20%)	C : 61g* ; 31g ; 43g	NON

	Essais	Volume KOH 10%	Marque / Quantité	Porosité filtre	Digestion / Filtration
<b><u>KOH 10%</u></b>	Essai 9	800 et 900mL	PO : 52g ; 40g		NON
	Essai 12	300 ; 500 et 800mL	C : 30g ; 47g ; 40g	30µm	OUI / NON
	Essai 13	800mL	C : 41g ; 43g ; 30g		OUI / NON
	Essai 14	800 et 900mL	PO : 46g ; 31g		OUI / NON
	Essai 15	800 et 900mL	C : 55g ; 54g S : 30g ; 38g	30µm	OUI
	Essai 16	900mL	C : 109g		NON
	Essai 17	800mL	C : 28g ; 34g ; 37g S : 23g ; 29g ; 28g	30µm	OUI
	Essai 18	300 ; 500 ; 900mL	PO : 42g* ; 25g ; 18g S : 49g ; 44g		OUI / NON
	Essai 19	800mL	PO : 52g ; 49g		OUI / NON

	Paramètres	T°C	Volume H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Sardine/Marque	Digestion / Filtration
<b><u>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%</u></b>	Essai 10	Amb	300, 400 et 500mL	C sans arêtes : 46g ; 47g ; 41g	NON
	Essai 11	35°C	300mL		
		30°C 25°C	400mL 500mL	TD : 16g ; 37g ; 29g	NON

**Annexe 3 : Développements méthodologiques pour la digestion d'échantillons d'anchois au sel.**

	Essais	Volume KOH 10%	Marque / Quantité	Digestion / Filtration
<b><u>KOH 10%</u></b>	<b>Essai 10</b>	800mL	M : 122g	NON
	<b>Essai 11</b>	700 ; 800 et 900mL	M : 201g* ; 135g ; 119g	
	<b>Essai 12</b>	500 et 600mL	M : 79g* ; 43g ; 47g	
	<b>Essai 14</b>	500 et 600mL	M : 58g ; 54g	
	<b>Essai 16</b>	600mL	M : 49g	
	<b>Essai 17</b>	700 ; 800 et 900mL	M : 38g ; 37g ; 44g	
	<b>Essai 18</b>	700 ; 800 et 900mL	M : 58g ; 56g ; 39g	
	<b>Essai 19</b>	800 et 900mL	M : 59g ; 53g	

	Essais	T°C	Volume H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Poids des échantillons	Digestion / Filtration
<b><u>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%</u></b>	<b>Essai 20</b>	Amb	700, 800 et 900mL	M : 44g ; 49g ; 40g	NON
	<b>Essai 21</b>	35°C	400mL	M : 34g	
	<b>Essai 23</b>	35°C Amb	700, 800 et 900mL 800mL	M : 44g ; 38g ; 43g ; 97g	

