



HAL
open science

Développement d'une méthode innovante pour l'échantillonnage des microplastiques en milieux aquatiques et mise en application lors de suivis environnementaux

Gabriel Pasquier

► **To cite this version:**

Gabriel Pasquier. Développement d'une méthode innovante pour l'échantillonnage des microplastiques en milieux aquatiques et mise en application lors de suivis environnementaux. Sciences et techniques des pêches. Université du Littoral Côte d'Opale, 2023. Français. NNT : 2023DUNK0699 . tel-04639519

HAL Id: tel-04639519

<https://theses.hal.science/tel-04639519v1>

Submitted on 9 Jul 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Thèse de Doctorat

Mention : sciences agronomiques et écologiques
Spécialité : sciences de la mer - biologie et écologie

Présentée à l'Ecole Doctorale en Sciences Technologie et Santé (ED 585)

de l'Université du Littoral Côte d'Opale

par

Gabriel Pasquier

pour obtenir le grade de Docteur de l'Université du Littoral Côte d'Opale

***Développement d'une méthode innovante pour
l'échantillonnage des microplastiques en milieux aquatiques
et mise en application lors de suivis environnementaux***

Soutenue le 13/12/2023, après avis des rapporteurs, devant le jury d'examen :

M. TASSIN Bruno, Directeur de recherche, LEESU
M^{me} THOMAS Hélène, MCF HDR, U. La Rochelle
M. COUSIN Xavier, chargé de recherche, INRAE
M^{me} LACROIX Camille, cadre de recherche, CEDRE
M. AMARA Rachid, Professeur, ULCO
M. DUFLOS Guillaume, Directeur de recherches, ANSES
M^{me} DOYEN Périne, MCF, ULCO
M. DEHAUT Alexandre, Chargé de recherches, ANSES

Rapporteur
Rapporteuse
Président du jury
Examinatrice
Directeur de thèse
Co-Directeur de thèse
Invitée
Invité



Remerciements

Cette thèse de doctorat a été co-financée par l'Ecole Universitaire de Recherche IFSEA qui bénéficie d'une aide de l'État gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme d'Investissements d'Avenir portant la référence « ANR-21-EXES-0011 » et par l'Université du Littoral Côte d'Opale. Ce travail a également bénéficié de financements de l'Union Européenne, le gouvernement français, la région Haut-de-France et l'IFREMER dans le cadre du projet CPER IDEAL 2021-2027.

Je tiens tout d'abord à remercier l'ensemble de mon jury de thèse qui a accepté d'évaluer mes travaux de thèse, les rapporteurs Bruno Tassin et Hélène Thomas ainsi que les examinateurs Xavier Cousin et Camille Lacroix.

J'aimerais également remercier les membres de mon Conseil de Suivi Individuel, Sami Souissi et Johnny Gasperi, pour m'avoir apporté de précieux conseils extérieurs dans l'avancée de mes travaux.

J'aimerais remercier ensuite mes encadrants de thèse avec en premier 'la team ULCO' et bien entendu mon directeur de thèse Rachid Amara sans qui rien n'aurait été possible. Ton dynamisme, ta bonne humeur, ta réactivité/disponibilité (à n'importe quelle heure du jour ou de la nuit) et tes immenses connaissances m'ont permis d'avancer tout au long de cette thèse. Grâce à toi j'ai pu apprendre chaque jour durant ces trois ans de thèse donc encore une fois, merci. Viens ensuite ma co-encadrante Périne Doyen. Je n'aurais pas pu avoir mieux en tant qu'encadrante, ton soutien moral sans faille et tes très nombreux conseils avisés m'ont énormément aidé, notamment dans les périodes les plus compliquées.

Viens maintenant 'la team ANSES', avec mon co-directeur Guillaume Duflos, ta bonne humeur, ton humour et tes conseils m'ont permis de toujours me sentir en confiance. Et bien-sûr Alexandre Dehaut, merci pour tous tes précieux conseils. Merci également pour avoir partagé tes innombrables connaissances et compétences, ta rigueur et tes qualités d'organisation sont inégalées.

J'aimerais maintenant remercier tous ceux avec qui j'ai pu travailler de près ou de loin lors de mes recherches. Merci à toi Mamadou pour ton soutien sans faille, de m'avoir pris sous ton aile et pour tous les moments qu'on a pu passer à rigoler ! Merci à toi Guillaume Veillet (hello team) pour toute l'aide que tu as pu m'apporter au cours de mes travaux, tous les échantillons de sédiments et d'eaux et que tu as préparés, on aura bien rigolé dans les labos et en mission. Merci

à vous deux Rosa et Florence, pour les bons moments que l'on a passés ensemble. Enfin merci à toi Maria, qui est partie assez tôt au cours de ma thèse mais qui est finalement revenue juste avant la fin, merci pour toute l'aide que tu m'as apportée au début de ma thèse, cela a vraiment pu m'aider à commencer de manière sereine.

J'aimerais maintenant remercier les stagiaires que j'ai pu avoir au cours de ma thèse avec en premier lieu Iseline. Je suis vraiment content que tu continues en thèse à l'ANSES après ton stage de M2. Merci également à Mathis pour tes quelques semaines passées à nos côtés.

J'aimerais maintenant remercier ma camarade de bureau Marine, merci de m'avoir supporté tout au long de la thèse (ou est-ce moi qui t'ai supporté va savoir...), je ne pense pas pouvoir rêver mieux en tant que 'colocataire' de bureau durant ces longues années (en espérant que nos memes restent sur la porte après notre passage). Même si je n'étais pas la personne la plus sociable du labo j'aimerais remercier également tout le personnel du LOG et plus particulièrement de la MREN pour la bonne humeur durant les pauses café. Mention particulière à toi Michel pour toutes les fois où on est parti en Zodiac ensemble avec Mamadou et les bons moments qu'on a pu partager.

Maintenant sortons un peu du cadre des labos. J'aimerais remercier ma famille avec en premier bien-sûr mes deux parents. Merci Maman et merci Papa pour tout, de m'avoir soutenu dans tout ce que j'ai voulu entreprendre sans jamais douter, je n'aurais jamais pu y arriver sans vous. Merci à mes deux frangins Eliott et Guigui, pour tous les supers moments passés ensemble. Et merci aux autres membres de la famille bien-sûr, Jules, Michaelle, Antoine, Quentin, Pascaline. Merci également à Tati Flo, Stéphane et mes cousines Rosalie et Cécile. Merci également à mon grand-père papy Guy, le scientifique originel !

I would like to thank now Nico's family for all the good times that we have together! Thank you, Annika and Niclas, for the warm welcome in the family and everything else, new adventures in coming at the farm (or should I say castle)! Thanks, Elias, for being the second funniest dude in the crew. Thank you, Itsu, for all the amazing gaming nights that we had all together, this really helped a lot.

And now for the final countdown, thank you Nicolina. Thank you for everything, for all your unfailing support through all these years, and for the amazing time that we have together. I could never have done it without you, no doubt.

Merci à toutes et à tous, Gabriel

Table des matières

Contributions scientifiques	9
Liste des abréviations	11
Liste des figures	12
Liste des tableaux.....	17
Introduction générale.....	19
Contexte.....	19
Etat de l’art	21
Le plastique, un matériau omniprésent	21
La pollution plastique des milieux aquatiques	23
La pollution microplastique des milieux aquatiques	26
Importance des méthodes d’échantillonnages des microplastiques dans l’eau, limites et avantages.....	32
Importance de la stratégie d’échantillonnage et impact des conditions environnementales	42
Les microplastiques en lien avec le biote marin, focus sur les espèces sentinelles	47
Présentation de la thèse et de ses objectifs	56
Chapitre 1 : Importance des méthodes d’échantillonnages des microplastiques en milieu aquatique, focus sur le filet Manta et développement d’une nouvelle méthode innovante	59
Contexte du chapitre : le filet Manta, la méthode la plus utilisée mais qui a ses limites	60
1.1. Manta net: the golden method for sampling surface water microplastics in aquatic environments	63
1.1.1 Introduction	64
1.1.2 Overview of the Characteristics of Manta Nets	67
1.1.3 Sampling Procedures: Wake Zone, Speed, Time and Distance.....	69
1.1.4 A Forgotten Parameter: Replicates.....	71
1.1.5 Volume Sampled, Requirement of Precise Tools	71

1.1.6	Survey of Microplastics in the Water Surface Affected by the Opening Mouth and Environmental Factors	72
1.1.7	Characteristics of the Net Impacting the Sampling.....	74
1.1.8	Procedures to Avoid Contamination on the Field.....	75
1.1.9	Expression of Results	76
1.1.10	Proposition of Recommendation for Manta Net Sampling in the Frame of Harmonization.....	77
1.1.11	Supplementary Materials.....	80
1.2	An innovative approach for microplastic sampling in all surface water bodies using an aquatic drone	93
1.2.1	Introduction	94
1.2.2	Materials and methods	96
1.2.3	Results and discussion.....	104
1.2.4	Conclusion.....	114
1.2.5	Supplementary Materials.....	115
	Contribution des travaux.....	117

Chapitre 2 : Importance de la stratégie d'échantillonnage et des conditions environnementales lors d'études sur la contamination MPs en milieu aquatique.....121

Contexte du chapitre : Impact des conditions environnementales sur la distribution verticale des MPs dans la colonne d'eau d'une rivière en milieu urbain et suivi de la contamination MPs en surface dans un port au cours de cycles de marée 122

2.1 Vertical distribution of microplastics in a river water column using an innovative sampling method..... 125

2.1.1	Introduction	126
2.1.2	Material and methods	128
2.1.3	Results and discussion.....	134
2.1.4	Conclusion.....	149

2.2 Do tidal fluctuations affect microplastics distribution and composition in coastal waters?..... 153

2.2.1	Introduction	154
-------	--------------------	-----

2.2.2	Material and methods	156
2.2.3	Results and discussion.....	161
2.2.4	Conclusion.....	171
Contribution des travaux.....		173
Chapitre 3 :Lien entre la contamination des milieux aquatiques et un organisme modèle (<i>Crangon Crangon</i>		175
Contexte du chapitre : la contamination par les MPs d'une espèce halieutique consommée localement, la crevette grise, et liens avec la contamination de son environnement (eau et sédiments).....		
		176
3.1 Linking microplastics contamination in brown shrimps (<i>Crangon crangon</i>) to environmental contamination: seasonal effects and human activities		179
3.1.1	Introduction	180
3.1.2	Material and methods	182
3.1.3	Results and discussion.....	190
3.1.4	Conclusion.....	201
Contribution des travaux.....		203
Discussion et perspectives.....		206
Développement d'une nouvelle méthode d'échantillonnage des MPs dans le milieu aquatique : le drone aquatique.....		
		207
Avantages de la méthode développée		
		208
Limites de la méthode du drone aquatique et perspectives d'amélioration		
		211
Application de la méthode lors de différents contextes environnementaux et perspectives d'optimisation des stratégies d'échantillonnages.....		213
Rôle des conditions climatiques et des variations saisonnières		
		213
Influence de la marée		
		216
Relation entre contamination du milieu aquatique et celle des crevettes grises		
		218
Conclusion.....		221
Références.....		223

Contributions scientifiques

Articles scientifiques publiés :

Pasquier Gabriel, Doyen Périne, Kazour Maria, Dehaut Alexandre, Diop Mamadou, Duflos Guillaume, Amara Rachid, 2022. Manta Net: The Golden Method for Sampling Surface Water Microplastics in Aquatic Environments. *Frontiers in Environmental Science* 10. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2022.811112>

Pasquier Gabriel, Doyen Périne, Carlesi Nicolas, Amara Rachid, 2022. An innovative approach for microplastic sampling in all surface water bodies using an aquatic drone. *Heliyon* 8, e11662. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11662>

Pasquier Gabriel, Doyen Périne, Dehaut, Alexandre, Veillet Guillaume., Duflos Guillaume, Amara Rachid, 2023. Vertical distribution of microplastics in a river water column using an innovative sampling method. *Environnement Monitoring Assessment* 195, 1302. <https://doi.org/10.1007/s10661-023-11915-1>

Pasquier Gabriel, Doyen Périne, Chaïb Iseline, Amara Rachid. 2024 Do tidal fluctuations affect microplastics distribution and composition in coastal waters? *Marine Pollution Bulletin* 200, 116166. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2024.116166>

Articles scientifiques en préparation :

Pasquier Gabriel, Doyen Périne, Dehaut Alexandre, Veillet Guillaume, Andersson Nicolina, Amara Rachid, Duflos Guillaume. Linking microplastics contamination in brown shrimps (*Crangon crangon*) to environmental contamination, seasonal effects, and human activities

Communications orales :

Dehaut Alexandre, Périne Doyen, Maria Kazour, Fleurine Akoueson, Jérémy Thery, **Gabriel Pasquier**, Thierry Grard, Rachid Amara, Luen-Luen Li, Sébastien Monchy, Sami Souissi, and Guillaume Duflos. 2021. "Implementation of the 3PAC platform: analysis and characterization of plastic particles in the environment and marine products. CPER Marco, Boulogne-sur-Mer (France), 14 et 15 Octobre 2021

Pasquier Gabriel, : Présentation générale des travaux de la thèse lors de l'Assemblée Générale du Laboratoire d'océanologie et géosciences (LOG) Wimereux (France). 03 juillet 2021

Pasquier Gabriel, Doyen Périne, Veillet Guillaume, Viudes Florence, Amara Rachid. Vertical distribution of microplastics in a river water column using an innovative sampling method -, DOI 10.5281/zenodo.7217107. Conférence internationale MICRO2022 Lanzarote (Espagne) 14-18 Novembre 2022

Pasquier Gabriel, Doyen Périne, Dehaut Alexandre, Veillet Guillaume, Duflos Guillaume, Amara Rachid. Répartition verticale et variabilité saisonnière de la contamination microplastiques dans la colonne d'eau d'une rivière en utilisant une méthode d'échantillonnage innovante. Groupe de Recherches Polymères et Océans. Rennes (France) 26 au 28 Juin 2023

Communications affichées :

Pasquier G, Doyen P, Carlesi N, Amara R. "The Manta Robot, an innovative approach for microplastic sampling in all surface water bodies : a first step towards harmonization", PRIMO 21 : Symposium on pollutant responses in marine organisms Göteborg (Suède) du 22 au 25 Mai 2022.

Caux D, Sandquist H, Rouh M, Legrand E, Viudes F, **Pasquier G**, Doyen P. « Étude exploratoire de la présence de microplastiques dans les crevettes grises et l'eau de mer ». : Poster au Congrès National de la recherche des IUT, Saint Pierre Ile de la Réunion - 9/10 Juin 2022

Gabriel Pasquier, Iseline Chaïb, Guillaume Veillet, Florence Viudiès, Périne Doyen, Rachid Amara. Étude de la variabilité de l'abondance et de la nature des microplastiques au cours d'un cycle de marée. Congrès annuel STCM 2022 - Les Plastiques : STOP ou ENCORE ? Dunkerque (France) 6 octobres 2022

Autres contributions :

Campagne d'échantillonnage de microplastiques à bord du navire de recherche « Simon Stevin » dans les eaux côtières belges afin de comparer les résultats obtenus avec le drone aquatique et la boîte de ferry. Mobilité Erasmus au sein du VLIZ à Oostende (Belgique) du 4 au 10 Mai 2023.

Liste des abréviations

DCSMM : Directive Cadre Stratégie pour le Milieu Marin

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

GESAMP : Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection

IUCN : Union internationale pour la conservation de la nature

MPs : Microplastiques/Microplastics

PA : Polyamide

PC : Polycarbonate

PE : Polyéthylène

PES : Polyester

PET : Polyéthylène téréphtalate

PMMA : poly méthacrylate de méthyle acrylique

PP : Polypropylène

PS : Polystyrène

PVC : Polychlorure de vinyle

WWTP : Station d'épuration

Liste des figures

- Figure 1 :** Demande des transformateurs de plastiques européens par application et par type. Les données ci-dessus sont des estimations arrondies. Les données de la demande sont basées sur des estimations des quantités achetées par les transformateurs européens, y compris les importations. La demande de plastiques recyclés et de plastiques d'origine bio ou attribuables à des sources biologiques n'est pas incluse. Les polymères qui ne sont pas utilisés dans la transformation de pièces et de produits en plastique (c'est-à-dire pour les textiles, les adhésifs, les mastics, les revêtements, etc.) ne sont pas inclus. Par Plastic Europe 2022..... 23
- Figure 2 :** Réservoirs et source des déchets plastiques. Adapté de Manshoven *et al.*, 2022... 24
- Figure 3 :** Exemples de différences dans la catégorisation des débris plastiques en fonction de leur taille telle qu'elle est appliquée (et/ou définie) dans la littérature scientifique et dans les rapports institutionnels. Il convient de noter que cela ne représente pas un aperçu exhaustif de toutes les classes de taille utilisées. De Hartmann *et al.* 2019 27
- Figure 4 :** Exemples de types de MPs : a) fibre noire b) fibre bleue c) film transparent, d) fragment vert..... 29
- Figure 5 :** Nombre d'études sur (A) les macro-, méso- et microplastiques en eau douce et (B) en milieu marins. De Gallitelli et Scallici 2022 31
- Figure 6 :** Exemples de méthodes à petits volumes : a) la pompe in-situ b) l'échantillonnage au seau et c) la bouteille Niskin. Photo de la bouteille Niskin prise du site « osil.com »..... 33
- Figure 7 :** Étude comparative de trois méthodes d'échantillonnage pour l'analyse des microplastiques dans l'eau de mer. De Zheng *et al.* 2021 34
- Figure 8 :** Représentation du volume échantillonné et des concentrations en particules pour 121 études en fonction des méthodes d'échantillonnages (filet, pompe et échantillonnage en vrac). Abstract graphique issue de Watkins *et al.* 2021 35
- Figure 9 :** Graphiques en barres de : a) le type de filets et b) les gammes de tailles de mailles dans les études consultées utilisant les filets. (De De-la Torre *et al.* 2022)..... 36
- Figure 10 :** Exemple de filets utilisés dans l'échantillonnage des MPs. (Issue de Campanale *et al.* 2020) 37

Figure 11 : Distribution du type de microplastiques selon les méthodes d'échantillonnage. Comparaison entre le Manta (à gauche) et l'échantillonnage en vrac (à droite). Les types de microparticules incluent les fibres, les fragments, les films, la mousse et les faisceaux de fibres. (Issue de Hung <i>et al.</i> , 2021)	38
Figure 12 : Teneur en microplastiques dans l'eau (microplastiques par mètre cube) dans la Manche occidentale, telle qu'échantillonnée à l'aide de filets de 100, 333 ou 500 µm. (A) Diagrammes en boîte à moustaches montrant les concentrations médianes entre les sites pour chaque maille ; *indique une différence significative (ANOVA, $p < 0,05$). (B) Diagramme en bâtons affichant les concentrations de microplastiques pour chaque maille de filet, trouvées à chaque site. De Lindeque <i>et al.</i> (2020).....	40
Figure 13 : Représentation de l'occurrence et des transferts de MPs au sein de la chaîne alimentaire, (Issue de Chen <i>et al.</i> 2023).....	50
Figure 14 : Number of publications per year using the Manta net (blue) or the Neuston net (yellow) as a sampling method for microplastics on the water surface during the last decade.	66
Figure 15 : Picture of a Manta net sampling device.....	68
Figure 16 : Distribution of Manta height and width in the reviewed literature, including studies of both saltwater (dark blue) and freshwater (light blue).....	68
Figure 17 : Distribution of Manta mesh size and net length in the reviewed literature, including studies of both saltwater (dark blue) and freshwater (light blue).....	69
Figure 18 : Dispersion of sampling distance, sampling duration and sampling speed of the reviewed literature including studies made in seawater (A) and freshwater (B).	70
Figure 19 : Satellite pictures of the location of the sampling sites: (a) Location of the sampling sites at a larger scale; (b) Location of the two sampling sites and the Waste Water Treatment Plan (WWTP).....	97
Figure 20 : Pictures of the sampling devices: (a) the front and the right side of the aquatic drone sampling device adapted from the Jellyfishbot® equipped with a 150 or 300 µm mesh net and 2 flowmeters, one inside the opening of the net and one on the side of the drone; (b) the front and the left side of the Manta net sampling device equipped with a 150 or 300 µm mesh net and a flowmeter located in the opening mouth of the net.	99

Figure 21 : Pictures of different sampled microplastics with the length scale observed with a stereomicroscope on filters: (a) blue fragment; (b) green fragment; (c) blue fiber, (d) red fiber. 102

Figure 22 : Microplastics abundance (particles/m³) obtained by the Manta net and the aquatic drone in (a) the river sampling site and (b) the marine coastal waters sampling site. Error bars represent the standard deviation between the replica and similarities between the methods are represented by the letters with a t-student test with 2 independents samples with $p > 0.90$ and microplastics repartition in percentage of fibers and fragments for the Manta net and the aquatic drone sampling methods at (c) the river sampling site and (d) the marine coastal waters sampling site. The error bars represent the standard deviation between the replica. 106

Figure 23 : Microplastics colors repartition (in %) for each sampling methods the Manta net and the aquatic drone at (a) the river sampling site and (b) the marine coastal waters sampling site and size class particles repartition (in %) for each sampling methods, the Manta net and the aquatic drone at (c) the river sampling site and (d) the marine coastal waters sampling site. 109

Figure 24 : Repartition in percentage of the polymers identified and not identified in the particles sampled for the Manta net and the aquatic drone method at (a) the river sampling site (b) the marine coastal waters sampling site locations. Polypropylene (PP) polyethylene (PE), polystyrene (PS) polyvinylchloride (PVC), polyethylene-terephthalate (PET), polyamide (PA) and polymethyl-methacrylate (PMMA). 111

Figure 25 : Pictures of the aquatic drone innovative sampling device in different angles and configurations. a Aquatic drone during sampling, b aquatic drone equipped with double nets from the front, and c aquatic drone equipped with double nets from the side (each net having a dimension of 36 cm width, 25 cm height, and 200 cm length); each net is equipped with a flowmeter (General Oceanic ®) 129

Figure 26 : Mean particles abundance (particles.m⁻³) in the surface, subsurface (a) and near-bottom water (b) and in the sediments (particles.g⁻¹) (c) for all sampling campaigns considered. Error bars represent the confidence interval of 95%, n = 9. Mean particle abundance (particles.m⁻³) in surface (d), subsurface (e), in near-bottom water (f), and particle abundance (particles.g⁻¹) in the sediments (g) at each sampling campaign in May, November, and January. Error bars represent the confidence interval of 95%, n = 3 135

Figure 27 : Particle shape distribution in percentage in surface, subsurface, near-bottom water and in the sediments for all sampling campaigns (a). Particle shape distribution in surface (b),

subsurface (c), near-bottom water (d), and in the sediments (e) for each sampling campaign in May, November, and January. “n” = number of particles 137

Figure 28 : Fiber and fragment, film, and pellet size distribution in surface and subsurface for all sampling campaigns (a). Fiber and fragment, film, and pellet size distribution in percentage in surface (b) and subsurface (c) at each sampling campaign in May, November, and January. “n” = number of particles 139

Figure 29 : Fiber and fragment, film, and pellet size distribution in near-bottom water and sediments for all sampling campaigns (a). Fiber and fragment, film, and pellet size distribution in percentage in near-bottom water (b) and sediments (c) at each sampling campaign in May, November, and January. “n” = number of particles 140

Figure 30 : MP polymer distribution for surface (a), subsurface (b), near-bottom water (c), and sediments (d) samples for all sampling campaigns. n = number of particles analyzed with the micro Raman 142

Figure 31 : PCA biplots 2D representation of the correlations between MP concentrations in the different compartments, their shape distributions, and the environmental conditions. PCA biplots of microplastics and catchment characteristics. The gradient of colors represents the contribution for each variable, the closer to orange the more it contributes to the axis and the closer to blue the less it contributes 147

Figure 32 : Map of the sampling site located in the coastal waters of Boulogne-sur-Mer. The position of sampling transects, MAREL device, gate and lock and the Liane river are all represented. 157

Figure 33 : Water characteristics and environmental conditions recorded through the full tidal cycle with salinity, turbidity (NTU), river flow ($m^3.s^{-1}$) and wind speed ($m.s^{-1}$) during spring tide (a, c, e, g respectively) and during neap tide (b, d, f, h respectively) linked with the water height..... 164

Figure 34 : Particles abundance ($MPs.m^{-3}$) and shape observed every 1h30 through the full tidal cycle during spring tide (a) and neap tide (b) linked with the water height. Reversing current periods have been added to the graph (blue bar)..... 166

Figure 35 : Fibers size distribution for all samples through the full tidal cycle during spring tide (a) and neap tide (b) linked with the water height. Five groups of size have been chosen: 300-

500 μm , 500 – 750 μm , 750-1000 μm , 1000 – 2500 μm and > 2500 μm . Reversing current periods have been added to the graph (blue bar).....	168
Figure 36 : MPs polymers distribution through the full tidal cycle during spring tide (a) and neap tide (b) linked with the water height. Reversing current periods have been added to the graph (blue bar).	170
Figure 37 : Map of the three sampling sites (Honfleur, Sainte Cécile and Dunkerque).....	183
Figure 38 : Mean MPs abundance (MPs.m^{-3}) in the water (a) and in the sediments (b) and shrimps (c) (MPs.g^{-1}) during spring and autumn. Error bars represent the confidence interval of 95%, $n=3$ replicates for the water and sediments data and $n=10$ for the shrimps (for the shrimps, 1 replicate is a pool of 3 shrimps). Different lowercase letters indicate significant differences between campaigns indicated by the Tukey multiple pair wise comparison ($p < 0.05$). No water sampling was done at SC in autumn due to bad weather conditions.	193
Figure 39 : Fragments (a), (c) and (e) and fibers (b), (d) and (f) sizes distribution in percentage for respectively the water, the sediments and the shrimps for all sampling campaigns. Numbers in bars represent percentage. ‘n’ = number of particles	194
Figure 40 : Mean length (mm) and mean weight (g) of the shrimps analyzed in the laboratory for all sampling campaigns. ‘n’ = number of shrimps. Error bars represent the standard deviation.	197
Figure 41 : MPs polymers distribution in percentage for water (a), sediments (b) and shrimps (c) samples for all sampling campaigns. Numbers in bars represent percentage. n = number of particles analyzed with the micro Raman.	199
Figure 42 : Données obtenues à partir du moteur de recherche Scopus le 05 octobre 2023 en utilisant les termes de recherche "microplastics AND aquatic" en limitant les résultats dans le domaine des sciences de l'environnement. Le nombre de publications sont des sommes annuelles.....	208

Liste des tableaux

Table 1 : Recommended parameters while sampling with a Manta net according to the publications reviewed. W: width, H: height, L: net length.	78
Table 2. Overview of microplastic studies that used the manta net in saltwater and freshwater(N.A. is noted when informations were not communicated)	81
Table 3 : Advantages of the aquatic drone sampling method compared to the Manta net in term of deployment, sampling efficiency, care for contamination and cost.....	105
Table 4. Surface and bottom water characteristics (Temperature, turbidity, salinity and density) during each campaign (May, November and January).....	144
Table 5. Environmental conditions (wind, rainfall during the sampling day and the week before and river flow) for each sampling campaign (May, November and January).....	144
Table 6. Environmental conditions during the sampling campaigns.....	191

Introduction générale

Contexte

La pollution plastique représente une préoccupation croissante pour la société contemporaine, en raison de l'augmentation constante de la production de plastique et de son élimination et son accumulation dans l'environnement. La production annuelle de plastique est passée de 10 millions de tonnes en 1960 à 390.7 millions de tonnes en 2022 (Plastic Europe, 2022), et ces données ne tiennent pas compte des fibres de polyéthylène téréphtalate (PET), de polyamide (PA) et de poly-acyle qui sont présentes par exemple dans l'industrie du textile. À une telle échelle, une conséquence évidente de cette production est l'énorme quantité de déchets plastiques rejetés dans l'environnement, notamment dans les écosystèmes aquatiques. La masse réelle de plastique rejetée dans les milieux aquatiques est difficile à quantifier, mais elle est estimée entre 5 et 20 millions de tonnes chaque année (Jambeck *et al.*, 2015 ; Isobe *et al.*, 2019). Le plastique au lieu de se désagréger totalement va se fragmenter en plus petites particules. Les particules de plastique de moins de 5 mm sont appelées microplastiques (MPs). Elles sont désormais présentes dans tous les environnements, même dans les zones les plus reculées comme l'Antarctique et l'Himalaya (González-Pleiter *et al.*, 2020 ; Hamilton *et al.*, 2021 ; Ajay *et al.*, 2021).

Le nombre d'études publiées sur la pollution par les MPs dans les environnements aquatiques a considérablement augmenté au cours de la dernière décennie (Cowger *et al.*, 2020) avec plus de 1055 publications en 2023 (d'après une recherche sur le moteur de recherche Scopus en utilisant les termes « microplastics AND aquatic ». Ces études ont permis d'acquérir de nombreuses connaissances sur l'ampleur de la pollution par les MPs et a mis en évidence la nécessité de standardiser les méthodes d'échantillonnages et d'analyses des MPs afin de pouvoir comparer les résultats des différentes études. Les méthodes analytiques permettant d'identifier la composition polymère des MPs ont fait l'objet d'un large consensus parmi les scientifiques, la spectroscopie Raman et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier étant les deux méthodes les plus utilisées pour identifier leur nature. Cependant, il n'existe pas à ce jour de méthodes d'échantillonnage standard ni de protocole international reconnu pour l'échantillonnage des MPs dans le compartiment 'eau' (Cowger *et al.*, 2020 ; Ryan *et al.*, 2020). Les méthodes d'échantillonnage du compartiment 'eau' les plus couramment utilisées sont les

filets, les bouteilles (bouteille Niskin, bouteilles en verre...), les seaux et les pompes (Hung *et al.*, 2021).

Les filets ont été largement utilisés pour l'échantillonnage des MPs en milieu aquatique car ils permettent d'échantillonner de grandes surfaces ou volumes d'eau relativement rapidement afin d'obtenir un échantillon représentatif de la zone étudiée (Hidalgo-Ruz *et al.*, 2012 ; Barrows *et al.*, 2017 ; Gago *et al.*, 2019). Actuellement, le filet Manta est la méthode la plus couramment utilisée pour l'échantillonnage de surface des MPs dans les systèmes d'eau salée comme d'eau douce (Prata *et al.*, 2019 ; Mai *et al.*, 2018 ; Razeghi *et al.*, 2021). Le filet Manta est un type de dispositif utilisé pour échantillonner de grands volumes d'eau. Il est caractérisé par ses ailes en forme de cerf-volant qui s'étendent à la surface de l'eau et lui accordent une certaine stabilité.

Pourtant, il existe peu d'homogénéité dans la conception du filet Manta avec différentes tailles du dispositif et des critères d'échantillonnage en milieu aquatique (durée d'échantillonnage, vitesse d'échantillonnage, maillage utilisé...) (Pasquier *et al.* 2022a). Ce manque d'homogénéité impacte directement l'évaluation et la comparaison des niveaux de contamination par les MPs dans les environnements aquatiques.

Dans les milieux aquatiques, la variabilité spatiotemporelle des concentrations et de la distribution des MPs peut être importante (Talbot et Chang, 2022). Cette variabilité peut être influencée par de nombreux facteurs hydro-climatiques (cycle de marée, courants, débit, pluie, vent,...) et géographique (distance du rivage ou d'activités humaines, ...) et biaisée par les niveaux de pollution mesurés. La connaissance de la distribution des microplastiques est nécessaire afin d'estimer les potentielles menaces qu'ils représentent. En milieu aquatique et plus particulièrement dans l'eau, la stratégie d'échantillonnage vise à collecter des échantillons qui soient représentatifs de la contamination par les MPs présents dans un environnement donné. Une stratégie d'échantillonnage bien conçue est essentielle pour obtenir des données fiables et précises sur la contamination par les MPs (Lofty *et al.* 2023).

Une fois que la méthode ainsi que la stratégie d'échantillonnage ont été bien définies en amont, il est également important de faire un lien entre les concentrations de MPs retrouvées dans l'environnement et celles retrouvées dans les organismes. En résumé, faire le lien entre les concentrations de MPs dans les organismes et celles dans l'environnement est essentiel pour évaluer les risques écologiques, surveiller la pollution, et sensibiliser le public à ce problème environnemental critique. Ces informations sont précieuses pour la prise de décisions éclairées visant à atténuer les effets de la pollution plastique sur les écosystèmes et éventuellement la santé humaine.

Etat de l'art

Le plastique, un matériau omniprésent

Le premier plastique (premier polymère synthétique) est apparu dans sa première forme, le celluloïd en 1870 par les frères Hyatt. C'est la première fois qu'un matériau est créé de manière synthétique. Nous étions à l'époque bien loin des polymères que nous connaissons tous aujourd'hui et qui sont omniprésents dans notre société et dans la vie de tous les jours. Depuis son invention, le plastique a révolutionné de nombreux aspects de notre vie, offrant des avantages indéniables en matière de commodité, de durabilité et de polyvalence.

La production mondiale a augmenté exponentiellement depuis les années 1960 jusqu'à aujourd'hui et a atteint 390 millions de tonnes par an en 2021 (PlasticEurope 2022). Une des caractéristiques des polymères synthétiques est la durée de vie particulièrement longue dans l'environnement de ces matériaux.

Mais avant tout, comment définir un plastique ? Une définition pourrait être celle de toutes les matières qui sont des polymères organiques, qui eux-mêmes proviennent de la polymérisation de longues chaînes moléculaires répétitives appelées monomères. Les différentes natures de monomères utilisés dans la polymérisation sont autant de possibilités pour les polymères d'avoir des structures différentes et donc par définition d'être des matériaux extrêmement variés ayant des propriétés chimiques et physiques diverses. Il existe différents types de plastique que nous allons maintenant présenter. Le plastique d'origine fossile, également appelé plastique conventionnel, est fabriqué à partir de matières premières dérivées des combustibles fossiles, principalement du pétrole brut et, dans une moindre mesure, du gaz naturel. Le plastique recyclé quant à lui est un matériau plastique obtenu à partir de la collecte, du tri, du nettoyage, de la transformation et de la réutilisation de déchets plastiques. Contrairement au plastique d'origine fossile, qui est fabriqué à partir de matières premières vierges dérivées du pétrole, le plastique recyclé utilise des plastiques préexistants qui ont déjà été utilisés dans divers produits. Le plastique biosourcé est un type de plastique fabriqué à partir de matières premières d'origine biologique ou renouvelable. Contrairement aux plastiques traditionnels, les plastiques biosourcés sont produits à partir de sources naturelles et durables, telles que l'amidon de maïs, la canne à sucre ou encore certaines huiles végétales. Ces plastiques biosourcés sont considérés comme plus respectueux de l'environnement que les plastiques traditionnels d'origine fossile, car ils réduisent la dépendance aux combustibles fossiles et contribuent à la réduction des émissions de gaz à effet de serre. Cependant, il est important de noter que tous les plastiques

biosourcés ne sont pas nécessairement biodégradables. Les plastiques biodégradables sont un type de plastique qui peut se décomposer dans l'environnement en des substances naturelles plus simples sous l'influence de facteurs tels que la lumière solaire, la chaleur, l'oxygène ou les micro-organismes. Contrairement aux plastiques traditionnels, pouvant persister dans l'environnement pendant de nombreuses années, les plastiques biodégradables sont conçus pour se dégrader plus rapidement, ce qui en fait en théorie une option plus respectueuse de l'environnement dans certaines applications (Atiwesh *et al.*, 2021). Cependant, tous les plastiques biodégradables ne se dégradent pas de la même manière ni à la même vitesse. Les conditions environnementales, telles que la température et l'humidité, ainsi que la composition chimique du plastique, peuvent influencer la vitesse de dégradation. Certains plastiques biodégradables nécessitent des installations de compostage spéciales pour se décomposer efficacement.

Il existe différents types de plastiques, chacun étant constitué de monomères spécifiques et ayant des propriétés uniques. Certains exemples de polymères couramment utilisés comprennent le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polystyrène (PS), le polychlorure de vinyle (PVC), le polyéthylène téréphtalate (PET) et le polyméthacrylate de méthyle (PMMA) (Plastic Europe 2022). Cette liste n'est évidemment pas exhaustive mais elle comprend certains des polymères les plus couramment utilisés dans diverses applications industrielles et quotidiennes. Les propriétés et les caractéristiques de chaque polymère varient en fonction de leur structure chimique, ce qui les rend adaptés à des utilisations spécifiques. Il est utilisé dans une multitude de secteurs : les emballages, les matériaux de construction, les appareils électroniques ou encore les vêtements synthétiques (Plastic Europe 2022).

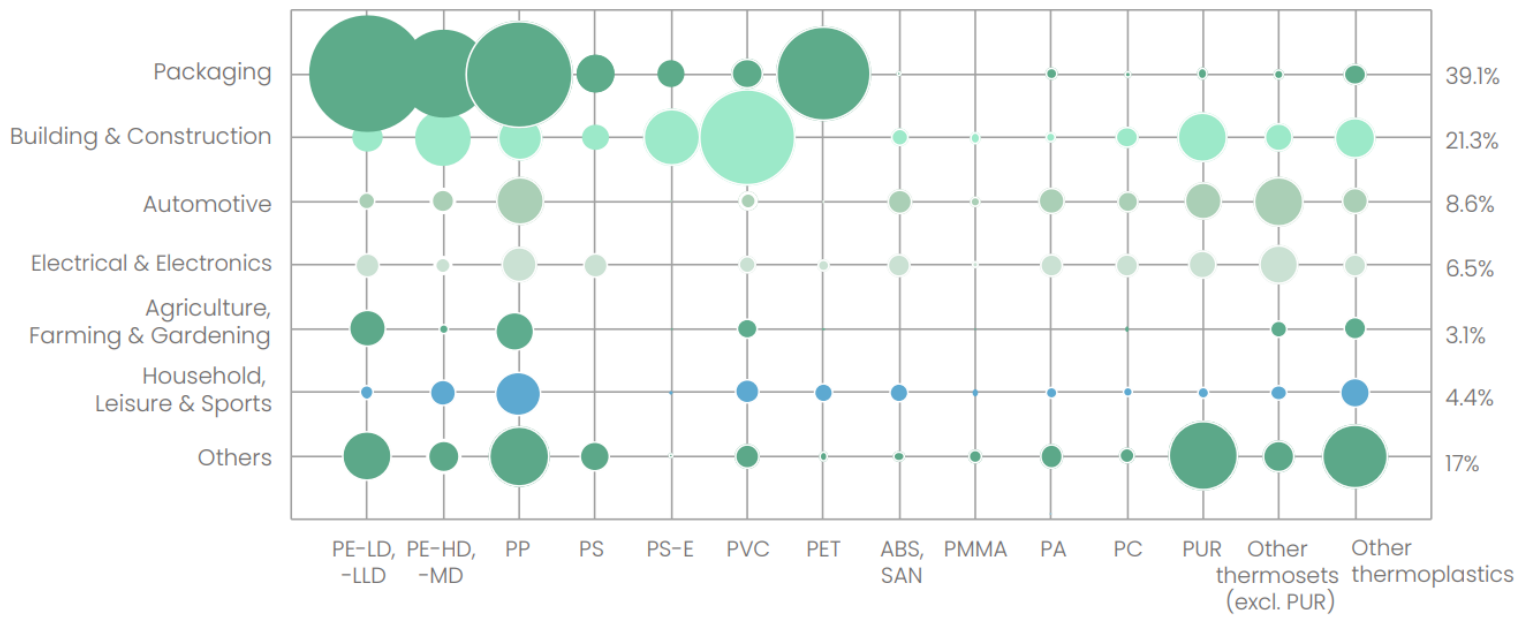


Figure 1 : Demande des transformateurs de plastiques européens par application et par type. Les données ci-dessus sont des estimations arrondies. Les données de la demande sont basées sur des estimations des quantités achetées par les transformateurs européens, y compris les importations. La demande de plastiques recyclés et de plastiques d'origine bio ou attribuables à des sources biologiques n'est pas incluse. Les polymères qui ne sont pas utilisés dans la transformation de pièces et de produits en plastique (c'est-à-dire pour les textiles, les adhésifs, les mastics, les revêtements, etc.) ne sont pas inclus. Par Plastic Europe 2022

La production mondiale exponentielle de ces matériaux combinés à la durée de vie de plusieurs centaines d'années a eu pour effet ces dernières décennies d'engendrer une pollution dans toutes les matrices et compartiments de l'environnement.

La pollution plastique des milieux aquatiques

Chaque année, il est estimé qu'au moins 8 à 10 millions de tonnes de plastique se retrouvent dans l'océan (Fava, 2022) **Figure 2**. Actuellement, les débris plastiques sont le type de déchets le plus abondant dans l'océan, représentant 80% de tous les débris marins trouvés, des eaux de surface aux sédiments en profondeur (IUCN 2021). De plus, une revue réalisée par Hamid *et al.* (2018) montre la présence de déchets plastiques sur tous les continents, en eau douce et en eau salée.

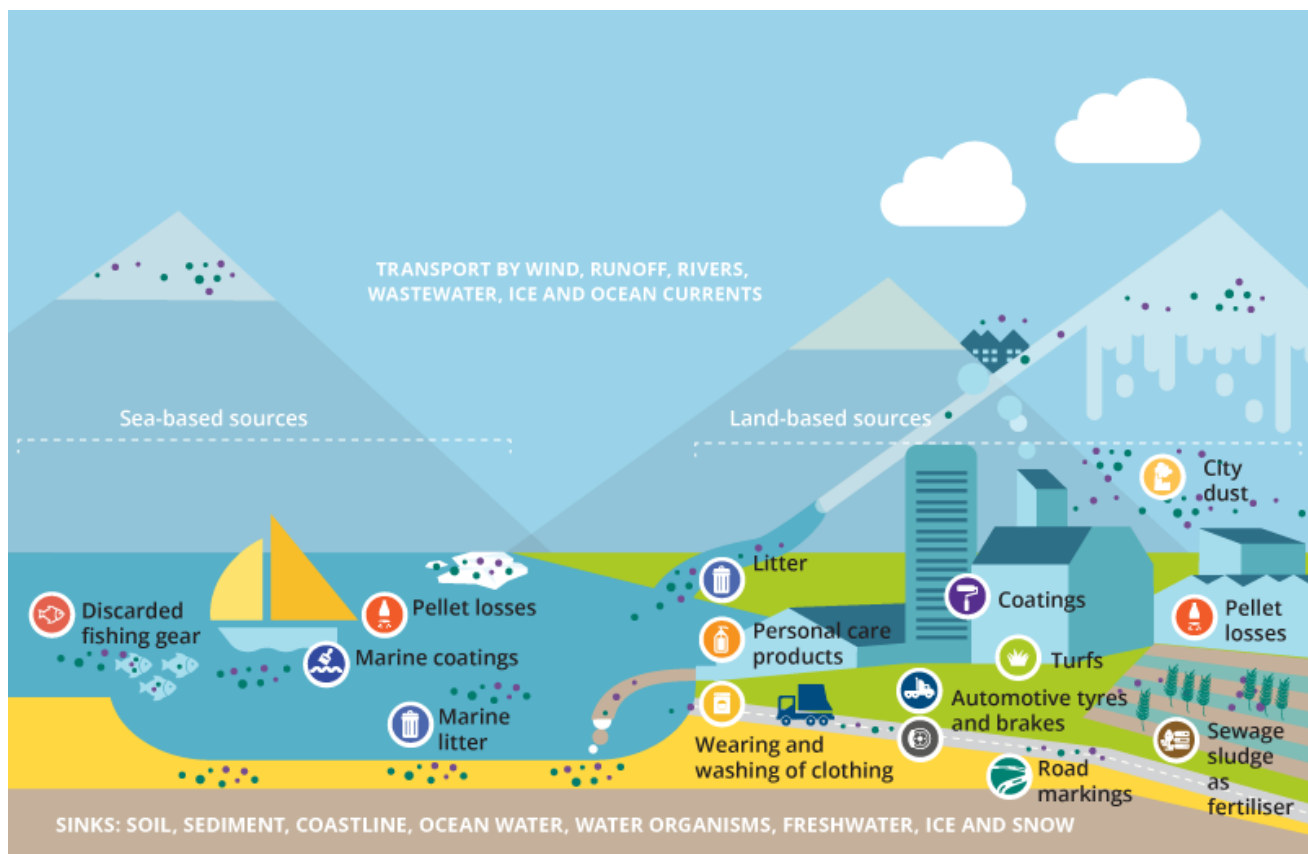


Figure 2 : Réservoirs et source des déchets plastiques. Adapté de Manshoven et al., 2022

Les principales sources de débris plastiques dans l'océan proviennent de la terre, résultant de l'écoulement urbain et des eaux pluviales, des débordements d'égouts, du jet de déchets, de la gestion inadéquate des déchets, des activités industrielles, de l'abrasion des pneus, de la construction et des décharges illégales **Figure 2**. Meijer *et al.* (2021) ont fait une étude selon laquelle 80 % des déchets plastiques présents dans les océans proviennent des rivières.

Une revue de Kibria *et al.* (2023) présente les principales sources de génération de déchets plastiques :

- Déchets plastiques des consommateurs : Il s'agit des déchets plastiques générés par les individus dans leur vie quotidienne. Cela comprend des articles tels que des sacs en plastique à usage unique, des bouteilles, des emballages, des couverts jetables et d'autres produits plastiques utilisés par les consommateurs.
- Déchets plastiques industriels : Les industries génèrent d'importantes quantités de déchets plastiques lors des processus de fabrication. Ces déchets peuvent inclure des chutes de production, des produits rejetés et des matériaux d'emballage utilisés pour l'expédition et le stockage.

- Déchets plastiques agricoles : L'agriculture utilise des matériaux plastiques à diverses fins, notamment le paillage, les revêtements de serre et l'emballage de produits agricoles. Ces plastiques peuvent devenir des déchets en fin de vie utile.
- Déchets plastiques médicaux : Les établissements de santé génèrent des déchets plastiques par le biais de l'utilisation d'équipements médicaux à usage unique, d'emballages et d'autres plastiques liés à la médecine.
- Déchets d'équipements électriques et électroniques : Les dispositifs électroniques contiennent souvent des composants plastiques. Lorsque ces dispositifs deviennent obsolètes ou sont jetés, ils contribuent aux déchets plastiques.

La pollution plastique d'origine océanique provient principalement de l'industrie de la pêche, des activités nautiques et de l'aquaculture (Coyle *et al.*, 2020; Sheavly and Register, 2007). Les engins de pêche tels que les filets, les lignes de pêche et les pièges en plastique peuvent être perdus accidentellement en mer, contribuant ainsi à la pollution plastique. Ces matériels de pêche continuent de piéger la faune marine et de se dégrader en microplastiques (MPs). Il est estimé qu'environ 4 606 tonnes de déchets plastiques sont ainsi relargués dans les océans chaque année provenant de l'industrie de la pêche et de l'aquaculture d'après une étude de FranceAgriMer réalisée en 2020. Ces déchets sont principalement constitués de PE et de fibre en polyamide 6 (PA-6). A moindre mesure, les bateaux de pêche, les navires de croisière, les cargos et autres embarcations peuvent également déverser des déchets plastiques dans les océans, que ce soit intentionnellement ou accidentellement. Ces déchets peuvent inclure des emballages ou encore des plastiques à usage unique.

Principalement dû à la mauvaise gestion des déchets plastiques, une grande majorité des plastiques produits aujourd'hui finissent dans l'environnement (Li *et al.*, 2023c). Les 3 principaux axes de traitements des déchets plastiques s'organisent ainsi : conversion en énergie grâce à l'incinération, la pyrolyse ou la gazéification et le recyclage ou le rejet dans les décharges. Cependant, les techniques conventionnelles de gestion des plastiques impliquent principalement la combustion, l'enfouissement, le déversement en plein air, etc., et ces processus finissent par causer une pollution environnementale au lieu d'atteindre des objectifs durables de gestion des déchets. Cette mauvaise gestion des déchets s'explique principalement par une urbanisation rapide et une utilisation du plastique qui grandit de manière exponentielle sans que les infrastructures nécessaires au traitement des déchets ne puissent suivre le rythme (Murphy *et al.*, 2016), ce phénomène provoquant l'accumulation de grandes quantités de déchets non traités. Par exemple, plus récemment la pandémie de COVID-19 à travers le monde

a également aggravé la situation, la surconsommation de masques en polyester, de flacons de désinfectant et d'emballages de livraisons entraînant un très grand nombre de déchets (Ray *et al.*, 2022).

D'après une étude de la Banque mondiale, plus de 75 % des déchets plastiques recyclables sont rejetés dans l'environnement.

Cependant, la durabilité du plastique, qui est l'une de ses principales forces, est aussi l'un de ses principaux dangers. Les plastiques sont généralement très résistants à la décomposition naturelle, ce qui signifie qu'ils peuvent persister dans l'environnement pendant des centaines d'années.

La pollution microplastique des milieux aquatiques

Au lieu de se désagréger totalement dans l'environnement, les plastiques vont avoir tendance à se fragmenter en plus petites particules qui seront elles aussi très persistantes dans l'environnement et pourront poser divers problèmes environnementaux. Lorsque ces particules atteignent certaines gammes de tailles, elles sont définies sous les termes de macroplastiques, de mésoplastiques, de microplastiques et enfin de nanoplastiques en allant des plus grands déchets aux plus petites particules. Cependant la définition même des gammes de tailles des déchets plastiques ne fait pas l'unanimité dans la communauté scientifique **Figure 3**. Concernant les MPs en particulier, certains auteurs définissent un microplastique comme étant inférieur à 5 mm d'après une étude de Arthur *et al.* (2009), souvent citée comme étant la taille de référence, alors que d'autres études les considèrent comme étant inférieur à 1 mm (Browne *et al.*, 2011; Claessens *et al.*, 2011; Karami *et al.*, 2017; Wright and Kelly, 2017) **Figure 3**. Au cours de ces travaux de thèse, la limite de taille de 5 mm sera utilisée car elle est plus représentative de l'ensemble de la littérature. De plus, lors de la représentation des gammes de tailles des particules, les particules comprises entre 1 mm et 5 mm font partie d'une gamme de taille différente afin de respecter les deux définitions. Pour ce qui est de la limite de taille inférieure, 20 µm a été choisie au cours de cette thèse en accord avec Wagner *et al.* (2014), les particules inférieures à 20 µm étant bien plus difficiles à analyser en techniques de spectroscopie FTIR et RAMAN.

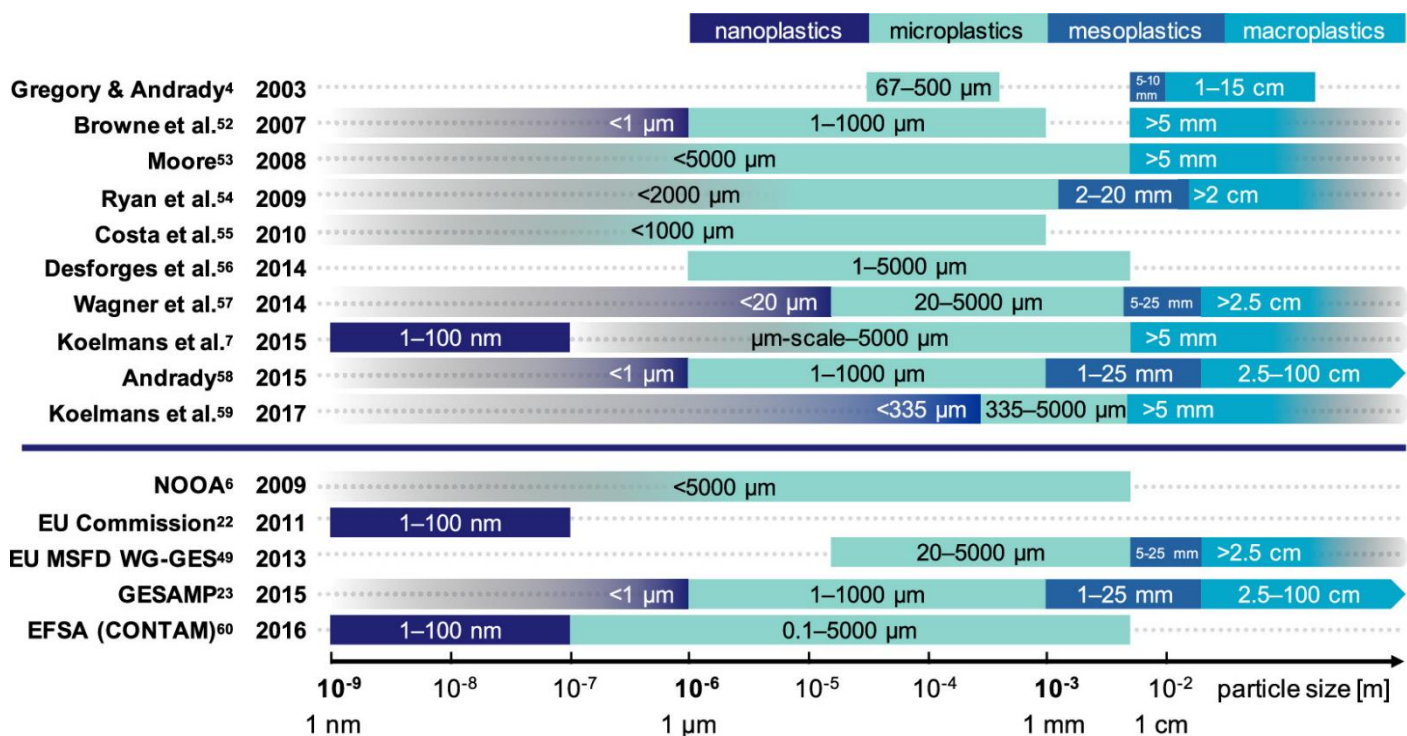


Figure 3 : Exemples de différences dans la catégorisation des débris plastiques en fonction de leur taille telle qu'elle est appliquée (et/ou définie) dans la littérature scientifique et dans les rapports institutionnels. Il convient de noter que cela ne représente pas un aperçu exhaustif de toutes les classes de taille utilisées. De Hartmann et al. 2019

Les MPs (**Figure 4**) peuvent être de deux types : les MPs secondaires comme expliqué précédemment proviennent de la dégradation de débris plus gros et les MPs primaires qui eux sont directement produits sous forme de particules de plastiques, inférieures à 5 mm, pour diverses raisons industrielles. Dans cette dernière catégorie figurent les granulés de plastique, également appelés "nurdles", qui sont de petites billes de plastique utilisées comme matière première dans la fabrication de produits en plastique (Sewwandi *et al.*, 2022). Les microbilles de plastique qui sont de petites billes de plastique, souvent de l'ordre du micromètre, utilisées comme ingrédients dans certains produits cosmétiques et de soins personnels tels que les exfoliants pour le visage et le corps, les dentifrices et les gommages, sont également des MPs dits primaires (Cole *et al.*, 2011). Cependant l'usage de ces microbilles est maintenant interdit dans plusieurs pays tels que les Etats Unis (2017), la France et le Royaume Uni (2018) ainsi que le reste de l'Union Européenne (2020). Enfin, y sont aussi classées les paillettes de plastique qui sont de petites particules brillantes utilisées dans l'industrie de la mode, les cosmétiques, les décorations et l'artisanat (Lusher *et al.*, 2017). Elles peuvent être fabriquées à partir de différents types de plastiques et se répandent facilement dans l'environnement.

Plusieurs procédés conduisent à la production de MPs secondaires depuis des débris de plastiques plus importants :

- La fragmentation mécanique : les plastiques exposés aux éléments naturels, tels que les vagues, le vent, les températures élevées, peuvent se dégrader en morceaux plus petits (Andrady, 2011). Les plastiques abandonnés dans l'environnement, tels que les sacs en plastique, les bouteilles, les emballages et les vêtements en fibres synthétiques sont particulièrement vulnérables à cette fragmentation (Tziourrou *et al.*, 2021). Les plastiques dans les décharges (Lu *et al.*, 2023), les décharges marines et les océans (Andrady, 2022) peuvent également subir une dégradation mécanique due aux forces physiques et aux mouvements des eaux. L'usure des produits en plastique dû à leur usage : les pneus de véhicules (Kole *et al.*, 2017), les vêtements synthétiques (De Falco *et al.*, 2019), les revêtements de routes (Enfrin *et al.*, 2022) et les équipements électroniques (Verschoor *et al.*, 2014), subissent une usure au fil du temps. Des particules de plastique peuvent être libérées dans l'environnement lors de l'utilisation, du lavage ou de l'abrasion de ces produits, contribuant ainsi à la formation de MPs (Guan *et al.*, 2021; Song *et al.*, 2021).

- La dégradation biologique : certains organismes, tels que les bactéries, les champignons et les micro-organismes présents dans les milieux naturels, peuvent dégrader lentement les plastiques (Andrady, 2011). Cela peut conduire à la formation de MPs, car ces organismes décomposent les plastiques en petits fragments au fil du temps. Ce type de dégradation étant anecdotique comparé aux autres.

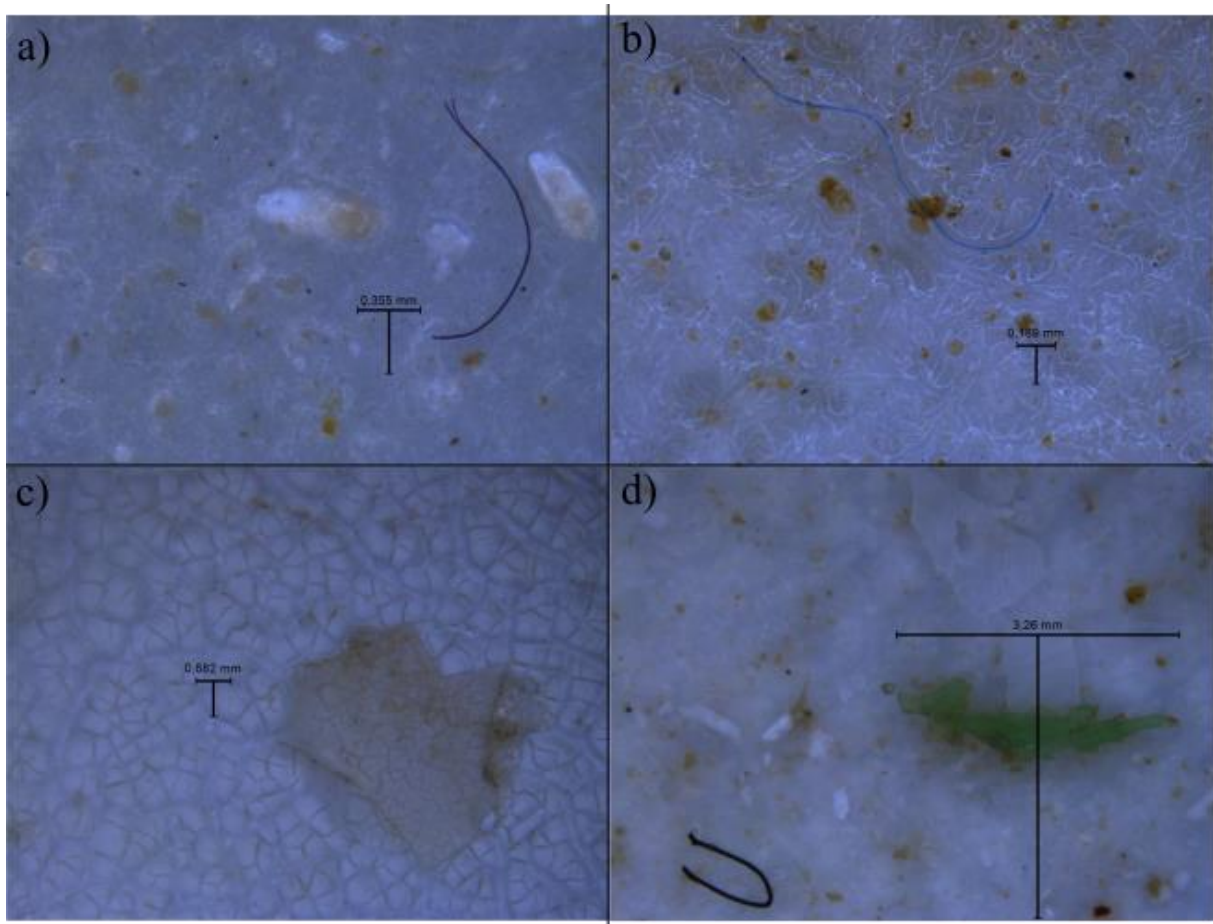


Figure 4 : Exemples de types de MPs : a) fibre noire b) fibre bleue c) film transparent, d) fragment vert

Aujourd'hui, les MPs se retrouvent dans tous les types de milieux que ce soit dans la pédosphère, l'atmosphère ou l'hydrosphère (Barnes *et al.*, 2009), les endroits les plus éloignés de la civilisation étant eux aussi touchés par cette pollution MPs comme les pôles (Bergami *et al.*, 2020). Dans le cadre de cette thèse, c'est la pollution MPs au sein des environnements aquatiques qui nous intéresse, les MPs pouvant se retrouver dans les milieux aquatiques de différentes manières.

Dans un premier temps, ils atteignent le milieu aquatique par l'intermédiaire des eaux de ruissellement notamment dues aux pluies. En effet, les différents déchets plastiques rejetés dans les environnements terrestres ont de grandes chances de finir dans les cours d'eau puis dans les océans emportés par les eaux de pluies (Treilles *et al.*, 2022; Tramoy *et al.*, 2022; Kallenbach *et al.*, 2022; Siegfried *et al.*, 2017).

Un flux important de MPs pénètre dans les environnements aquatiques via les eaux usées relarguées par les stations d'épuration et les rejets sauvages d'eaux usées (Iyare *et al.*, 2020).

Lorsque les textiles sont lavés, de nombreuses microfibrilles se détachent et se retrouvent dans les eaux usées (Sillanpää and Sainio, 2017). Les systèmes de traitement des eaux usées, ne sont pas toujours efficaces pour retenir ces microfibrilles qui peuvent atteindre les rivières et les océans via les égouts (Sun *et al.*, 2019). Xu *et al.* (2023) montre que les études réalisées dans les stations d'épuration estiment les flux de particules entre de 1 à 18285 particules/L dans les eaux entrantes puis de 0 à 447 particules/L dans les eaux sortantes de ces stations. Même si les stations d'épurations retiennent une grande partie des particules (jusqu'à 90%), des quantités importantes se retrouvent dans l'environnement.

L'ensemble des déchets provenant de la pêche et de la navigation, tels que des filets de pêche abandonnés, des cordes en plastique et des déchets de bateaux sont des sources potentielles de MPs (Montarsolo *et al.*, 2018; Peng *et al.*, 2022).

Certains processus industriels utilisent des particules de plastiques ou génèrent des microdéchets plastiques qui peuvent se retrouver dans les effluents industriels qui se dispersent ensuite dans les milieux aquatiques (Bitter and Lackner, 2020; Franco *et al.*, 2020).

Il est également important de noter que les MPs peuvent également être transportés par l'air sur de courtes distances, retombant ensuite dans les milieux aquatiques lors de précipitations (Bullard *et al.*, 2021). De plus, certaines études ont montré que les MPs peuvent être présents dans les eaux souterraines et les nappes phréatiques mais ce sujet est encore très peu étudié (Brožová *et al.*, 2023; Paredes *et al.*, 2019).

Une fois dans les milieux aquatiques, les MPs peuvent être transportés par les courants marins et les rivières sur de longues distances ou s'accumuler dans des zones de rétention comme des estuaires, des zones côtières ou des gyres océaniques (Kye *et al.* 2023). Ils peuvent se retrouver dans les eaux de surface, le long de la colonne d'eau ainsi que dans les sédiments. Au cours de cette dernière décennie, le nombre d'études sur la pollution des milieux aquatiques par les MPs est en constante augmentation, témoignant de la prise de conscience de l'importance de cette pollution. La grande majorité de ces études sont réalisées en milieu marin (**Figure 5**).

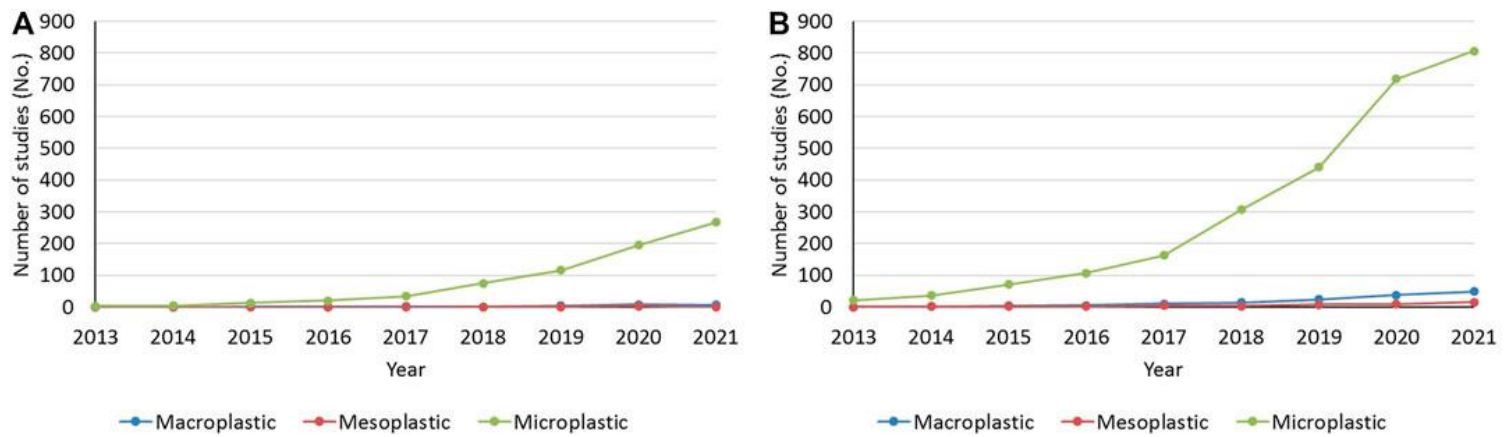


Figure 5 : Nombre d'études sur (A) les macro-, méso- et microplastiques en eau douce et (B) en milieu marins. De Gallitelli et Scallici 2022

En s'intéressant à la présence des MPs dans les environnements marins, leur omniprésence est mise en avant (Auta *et al.*, 2017, Pan *et al.*, 2019). En Europe, en Allemagne, dans le fjord urbain de Kiel, situé dans le sud-ouest de la mer Baltique, des concentrations de 0 à 1,8 particules/m³ ont été retrouvées (Ory *et al.* 2023) ou encore en Italie sur les côtes de la Toscane des concentrations de 0,26 particules/m³ ont été reportées (Baini *et al.* 2023). Même dans les régions polaires qui sont censées être les plus reculées par rapport à l'activité humaine, des échantillons d'eau de surface et de sub-surface de l'Arctique collectés au sud et au sud-ouest de Svalbard, en Norvège, ont montré des concentrations respectives de MPs allant de 0 à 1,31 et de 0 à 11,5 particules/m³(Lusher *et al.*, 2015).

Les MPs sont également présents dans les systèmes d'eau douce du monde entier. Plus localement dans le fleuve du Rhin en Allemagne, une concentration maximale de MPs de 3,9 millions de particules/km² a été mesurée dans la région du Rhin-Ruhr, ou encore dans les pays bas où des concentrations de 100 particules/L ont été retrouvées dans le Rhin et la Meuse (Leslie *et al.* 2017).

Les sédiments sont souvent considérés comme étant la destination finale des MPs dans les environnements aquatiques. Comme dans l'eau présentée précédemment, les MPs y sont omniprésents (Woodall *et al.*, 2014). En Europe, 660 particules/kg ont été retrouvées dans les sédiments de la Tamise au Royaume-Uni (Horton *et al.* 2017). En Allemagne, une étude portant sur les sédiments du fleuve Rhin et de la rivière Main, ont montré des concentrations en particules allant de 228 à 3763 et de 786 à 1368 particules/kg, respectivement (Klein *et al.*, 2015).

À l'échelle mondiale, l'abondance des MPs dans les eaux de surface côtières varie énormément, allant de $2,8 \cdot 10^{-5}$ MPs/L dans l'estuaire de la Tamar, au Royaume-Uni (Sadri and Thompson, 2014), à $30,8 \pm 12,1$ MPs/L (moyenne \pm écart type) dans la baie de Winyah, en Caroline du Sud, aux États-Unis (Gray *et al.*, 2018). Dans les eaux de surface de lacs de grande disparité figurent également dans les résultats, avec des concentrations allant de 140 MPs/L à $92 \cdot 10^6$ MPs/L d'après une revue de Pan *et al.* 2023 regroupant les résultats de 89 études différentes. Dans les sédiments intertidaux côtiers, l'abondance varie de $13,2 \pm 2,96$ MPs/m² (moyenne \pm erreur standard) dans la baie de Mobile, en Alabama, aux États-Unis (Wessel *et al.*, 2016), à $5595 \pm 27\,417$ MPs/m² (moyenne \pm écart type) dans l'estuaire de la rivière des Perles, à Hong Kong (Fok and Cheung, 2015).

Tous ces résultats montrent clairement une grande disparité dans les concentrations reportées en fonction des études. Ceci rend la comparaison des concentrations difficiles entre elles et est un frein à l'évaluation réelle de la contamination des MPs dans les environnements aquatiques. Une des raisons pour laquelle il y a une telle disparité dans les résultats est la différence dans les méthodes d'échantillonnages employés à travers les études.

Importance des méthodes d'échantillonnages des microplastiques dans l'eau, limites et avantages

L'échantillonnage des MPs dans le compartiment 'eau' présente plusieurs difficultés et contraintes. En premier lieu, les paramètres et les conditions (comme l'emplacement géographique, la saison, les procédures spécifiques d'échantillonnage, les caractéristiques hydro géographiques du site d'échantillonnage, le budget et la taille de l'échantillon) qui sont uniques pour chaque étude peuvent influencer les résultats rapportés. Par conséquent, les résultats des études peuvent être représentatifs de ces paramètres et conditions à un moment donné.

Le choix d'une méthode d'échantillonnage appropriée est crucial pour garantir la précision et la fiabilité des données sur la pollution des MPs dans les environnements aquatiques. Cette décision impacte directement la qualité, la comparabilité et l'utilité des données recueillies, contribuant ainsi à une meilleure compréhension de l'étendue et de l'impact des MPs sur les écosystèmes aquatiques.

Il est important de noter qu'à ce jour, aucune méthode d'échantillonnage n'a été officiellement reconnue comme norme par la communauté scientifique internationale pour l'échantillonnage des MPs dans l'eau (Prata *et al.*, 2019).

Les méthodes à volumes restreints : pompes, seaux et bouteilles

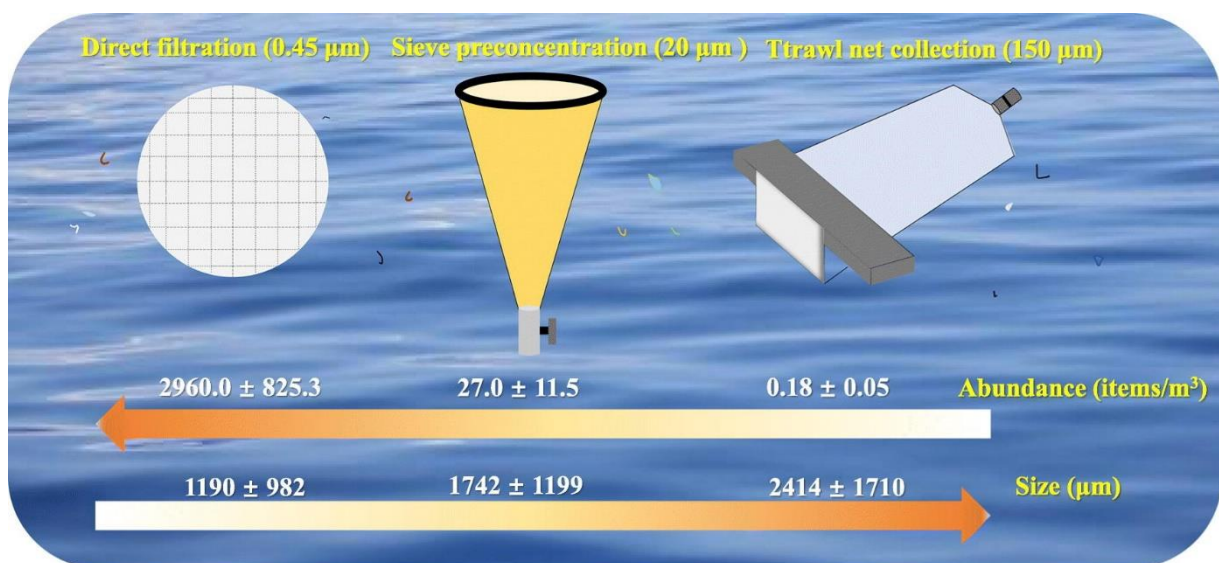
Certaines des méthodes les plus couramment utilisées pour l'échantillonnage des MPs en surface dans les milieux aquatiques sont l'utilisation de pompe submersible ainsi que d'échantillonnage en vrac (Hung *et al.*, 2021). Ce dernier consiste généralement en l'utilisation d'un seau, d'une bouteille type Niskin ou de n'importe quel type de récipient à faible volume afin de récupérer un échantillon d'eau (**Figure 6**). Dans un premier temps, ces méthodes présentent plusieurs avantages pratiques. Un état de l'art, réalisé par Prata *et al.* (2019), a groupé 49 travaux qui sont spécifiquement consacrés au développement de méthodes d'échantillonnage pour les MPs dans l'eau et les sédiments. Cette review montre que ces méthodes à volumes restreints sont utilisées dans 42 % des études qui échantillonnent les MPs dans l'eau soit les deuxièmes les plus utilisées après les filets qui seront abordés dans la partie suivante.



Figure 6 : Exemples de méthodes à petits volumes : a) la pompe in-situ b) l'échantillonnage au seau et c) la bouteille Niskin. Photo de la bouteille Niskin prise du site « osil.com »

Ces méthodes sont généralement faciles d'application (Prata *et al.*, 2019, GESAMP 2019), dû à leur taille réduite ainsi qu'à la possibilité pour un opérateur seul de pouvoir les manier. Ces méthodes ont pour autre avantage majeur de pouvoir être utilisées dans n'importe quel type de milieu aquatique, même les plus difficiles d'accès tels que les cours d'eau à faible profondeur, les étangs, les lacs ou encore les zones côtières.

La taille minimum des particules échantillonnées avec ces méthodes est un autre avantage. Dans le cas de l'utilisation d'échantillonnage en vrac, la plupart du temps l'eau n'est pas préfiltrée donc même les particules de tailles les plus petites peuvent être récupérées **Figure 7**. Dans certains cas, et notamment avec la pompe, un tamis est utilisé pour préfiltrer l'eau afin de retirer les plus gros débris potentiels, mais les volumes relativement faibles autorisent des mailles de tailles bien plus petites (de l'ordre des dizaines de μm) que celles employées avec les filets (aux alentours de $300\ \mu\text{m}$) **Figure 7**. Plusieurs études ont démontré que les particules de plus petites tailles sont les plus nombreuses et qu'elles sont potentiellement celles qui peuvent avoir le plus d'impact négatif au niveau de la faune aquatique, ce qui montre l'importance d'échantillonner ces particules (Sharma *et al.*, 2022). Ce sont également des méthodes qui ont un coût d'utilisation relativement réduit, étant donné qu'un seul opérateur est requis et que le matériel nécessaire à leurs mises en œuvre peu coûteux.



The abundance and size of microplastics are significantly affected by the pore size of the filter.

Figure 7 : Étude comparative de trois méthodes d'échantillonnage pour l'analyse des microplastiques dans l'eau de mer. De Zheng *et al.* 2021

Un autre avantage de ces méthodes est le choix de la profondeur d'échantillonnage. Les pompes *in-situ* permettent en effet de placer le collecteur d'eau à une hauteur d'eau connue afin d'avoir des informations sur la contamination MP sur toute la colonne d'eau (Lindeque *et al.*, 2020). D'autres méthodes d'échantillonnage en vrac telles que les bouteilles Niskin peuvent échantillonner à différentes profondeurs (montage en série) et aussi à de grandes profondeurs comme par exemple à 11000 m de profondeur dans la fosse des Mariannes (Peng *et al.* 2018).

Cependant, ces méthodes ont également un désavantage au niveau de la représentativité du milieu échantillonné (Desforges *et al.*, 2014; Song *et al.*, 2014) GESAMP 2022). Les volumes échantillonnés avec ces méthodes ne dépassent quasiment jamais les quelques mètres cubes comme montré par Almuhtaram et Andrews (2022) **Figure 8**. De plus, la surface prospectée est réduite (généralement en un point fixe) ce qui pose souvent le problème de représentativité de la variabilité spatiale des MPs. Aussi, ces méthodes ne permettent pas d’avoir une idée précise de la contamination d’un milieu. Une surestimation du niveau de contamination en MPs peut survenir due aux faibles volumes échantillonnés (Prata *et al.* 2019, Hung *et al.* 2021).

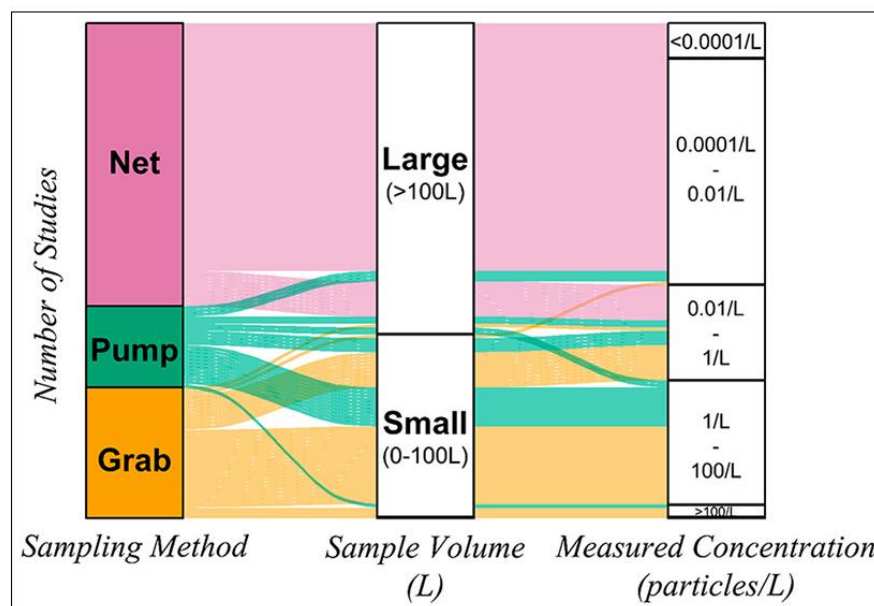


Figure 8 : Représentation du volume échantillonné et des concentrations en particules pour 121 études en fonction des méthodes d’échantillonnages (filet, pompe et échantillonnage en vrac). Abstract graphique issue de Watkins *et al.* 2021

Ces méthodes d’échantillonnage sont ainsi considérées pour être utilisées dans le cadre d’études qui visent à examiner la contamination MP ponctuelle de n’importe quel milieu aquatique sur toute la colonne en prenant en compte toutes les gammes de tailles de MPs (Barrows *et al.* 2017).

Les méthodes à grands volumes, les filets : Manta, Neuston, Bongo et plancton

La recherche de MPs dans les milieux aquatiques nécessite généralement un grand volume d'eau en raison de la concentration relativement faible de ces particules. La méthode majoritairement utilisée pour l’échantillonnage des MPs en milieu aquatique est l’utilisation de filets. Les filets

sont généralement conçus à l'aide de deux parties distinctes, l'armature qui fait également office d'ouverture et le filet en lui-même. La forme et la taille de l'armature sont importantes car elles vont déterminer l'efficacité d'un échantillonnage. Une plus grande ouverture permet ainsi une plus grande rentrée d'eau mais peut aussi être moins pratique d'utilisation. Pour l'échantillonnage des MPs une armature rectangulaire est à privilégier car elle permet une meilleure stabilité et précision dans l'utilisation comparativement aux armatures circulaires. La nappe du filet peut être de maille variable (généralement de 100 à 500 μm) et est placée directement sur l'armature. La longueur du filet a également un impact sur l'échantillonnage puisqu'elle doit être assez longue pour échantillonner sans risquer de colmatage. Le filet se termine généralement par un collecteur en forme de cylindre qui est facilement détachable afin de récupérer l'échantillon d'eau. Les filets peuvent également être équipés d'un volucompteur au niveau de leur entrée d'eau afin d'avoir une certaine précision sur le volume échantillonné. Une formule est ensuite utilisée en utilisant le nombre de rotations du volucompteur avec les dimensions d'ouverture du filet afin d'avoir un volume échantillonné précis. Les filets sont généralement tirés depuis un bateau et nécessitent donc une embarcation. Il existe une grande variété de filets pour l'échantillonnage des MPs : les filets à plancton classique, et les filets Bongo qui sont faiblement utilisés et qui ont une ouverture circulaire, et les filets majoritairement présents dans les études qui sont les filets Neuston ainsi que leur évolution en filet Manta qui ont une ouverture rectangulaire **Figure 9** et **Figure 10**.

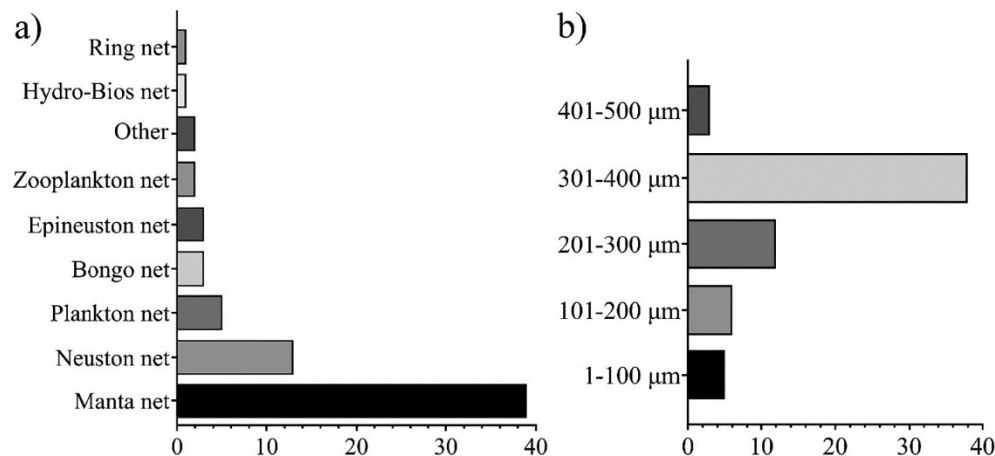


Figure 9 : Graphiques en barres de : a) le type de filets et b) les gammes de tailles de mailles dans les études consultées utilisant les filets. (De De-la Torre et al. 2022)

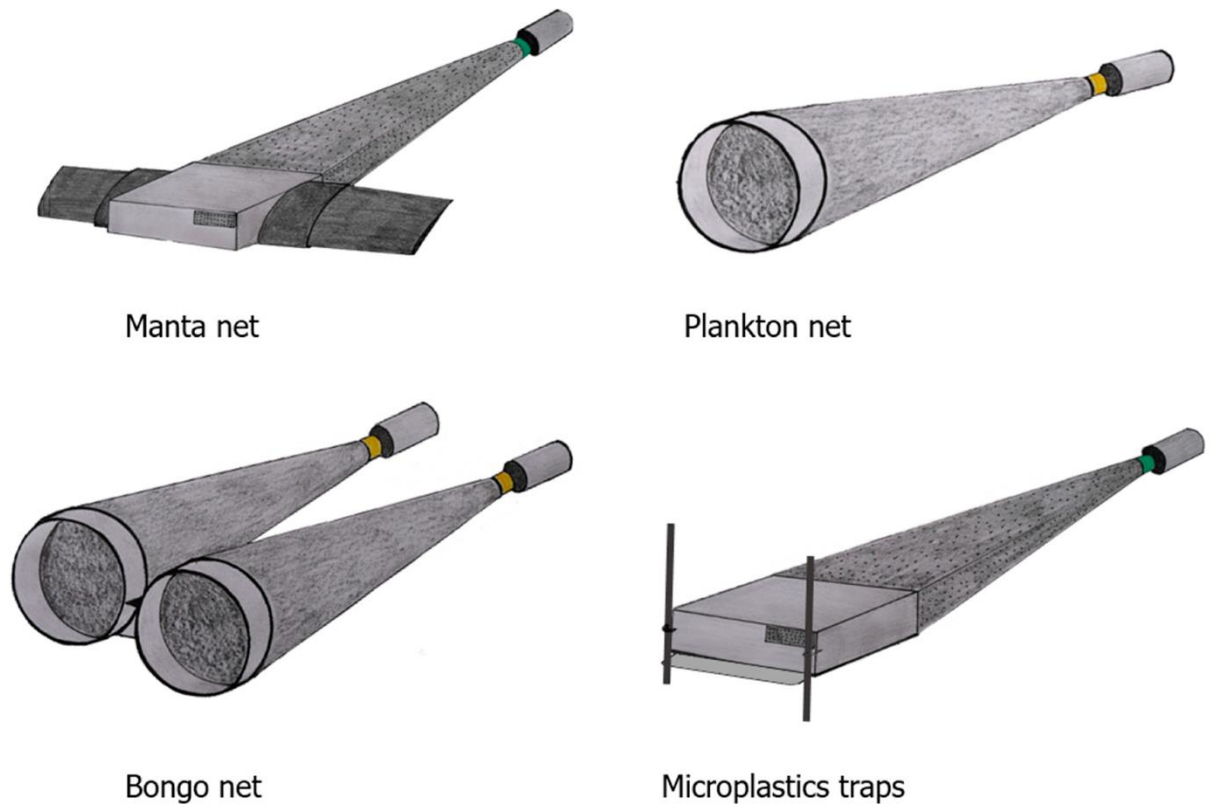


Figure 10 : Exemple de filets utilisés dans l'échantillonnage des MPs. (Issue de Campanale et al. 2020)

La méthode des filets peut être décrite comme étant en opposition à celle des méthodes aux volumes restreints présentées précédemment tant au niveau des avantages, des inconvénients ou des objectifs. L'avantage principal des filets est le grand volume échantillonné. Avec des volumes de plusieurs dizaines de mètres cubes d'eau échantillonnée **Figure 8**, les filets permettent d'avoir des résultats représentatifs du milieu échantillonné en prenant en compte la variabilité spatiale de la contamination en MPs (Gago *et al.*, 2019; Hidalgo-Ruz *et al.*, 2012).

Lors d'une étude, Hung *et al.* (2021) ont montré que le filet Manta prélevait une plus grande variété de microplastiques en termes de formes que l'échantillonnage en vrac **Figure 11**. Une autre étude réalisée par Barrows *et al.* (2017) montre également que l'échantillonnage en vrac présente une plus grande proportion de fibres.

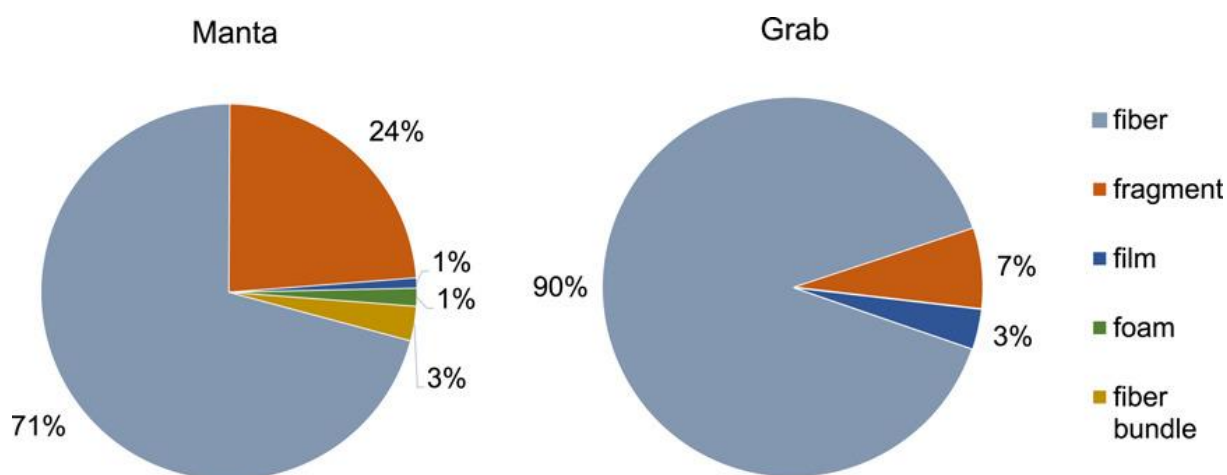


Figure 11 : Distribution du type de microplastiques selon les méthodes d'échantillonnage. Comparaison entre le Manta (à gauche) et l'échantillonnage en vrac (à droite). Les types de microparticules incluent les fibres, les fragments, les films, la mousse et les faisceaux de fibres. (Issue de Hung *et al.*, 2021)

Les inconvénients des filets résident principalement dans l'application de la méthode elle-même. C'est une méthode qui n'est pas évidente à mettre en œuvre dû à la nécessité d'avoir une embarcation pour remorquer le filet. C'est une méthode qui requiert donc généralement plusieurs opérateurs et qui a un certain coût. De plus cette méthode n'est pas envisageable dans tous les milieux aquatiques où l'utilisation d'une embarcation n'est pas possible, tels que les zones à faible profondeur ou les milieux aquatiques difficiles d'accès (Barrows *et al.*, 2017).

Les filets se placent généralement à la surface avec une hauteur d'ouverture allant généralement de 10 à 75 cm et n'apportent donc pas d'informations sur la contamination en profondeur de la colonne d'eau. L'étude de Lenaker *et al.* (2019) a cependant proposé un dispositif pouvant échantillonner à plus grande profondeur en déployant cinq filets Neuston à des profondeurs allant de 0,4 à 12,7 mètres dans le bassin de la rivière Milwaukee et en échantillonnant simultanément ces différentes couches de la colonne d'eau. Cependant ce genre de dispositif reste très rare dans la littérature et requiert des moyens conséquents. De plus, les limites techniques font qu'échantillonner à plusieurs milliers de mètres sous la surface avec un filet reste impossible.

Un autre point discutable de la méthode des filets est la précision des volumes échantillonnés. En effet, la mesure de la hauteur d'eau demeure une problématique lors de l'utilisation d'un filet Manta et peut entraîner une sous-estimation ou une surestimation du volume échantillonné et de la concentration en MPs qui en résulte (Felismino *et al.*, 2021, Michida *et al.*, 2019). Une étude s'est penchée sur le développement d'une méthode précise permettant de mesurer la

hauteur d'eau afin d'obtenir un volume d'échantillonnage précis à l'aide d'un filet Manta (Karlsson *et al.*, 2020). Les auteurs ont utilisé une caméra positionnée devant l'ouverture du filet Manta, ce qui leur a permis de suivre et, par conséquent, d'estimer la hauteur d'eau pendant le processus d'échantillonnage. Cette étude révèle qu'une durée d'échantillonnage de 30 minutes avec une différence de hauteur de seulement quelques centimètres peut engendrer une variation considérable des volumes échantillonnés. Par exemple, une erreur de 48 % a été observée selon l'endroit où la hauteur est mesurée, que ce soit au point le plus bas ou au point le plus haut atteint par l'eau (Karlsson *et al.*, 2020).

Un autre inconvénient de ces méthodes est la taille de la maille du filet utilisé. La limite de taille de la maille du filet est en effet imposée par le potentiel colmatage du filet par les particules en suspension se trouvant dans l'eau comme les sédiments ou encore le phytoplancton. Avec une limite de taille plus faible, les filets permettent d'échantillonner de plus petites particules mais risquent également de se colmater plus facilement. A cela se rajoute la durée de traîne du filet. Plus le filet est traîné longtemps, plus le volume échantillonné est important ce qui augmente également la taille de l'échantillon et donc la représentativité du milieu échantillonné. Cependant cela augmente également le risque de colmatage. Le colmatage ainsi engendré peut fausser le volume échantillonné et mener à des sous-estimations des abondances des MPs dans l'eau reportées par rapport à leur niveau réel. Avec une limite de taille de maille assez grande, les particules les plus petites ne sont pas récupérées, et comme précisé précédemment, elles sont potentiellement les plus dangereuses pour l'écosystème et les organismes qui y vivent. Par exemple, Lindeque *et al.* (2020) ont montré qu'un filet de 100 μm permettait d'échantillonner des quantités en MPs 100 fois supérieures à celle d'un filet de 333 μm **Figure 12**.

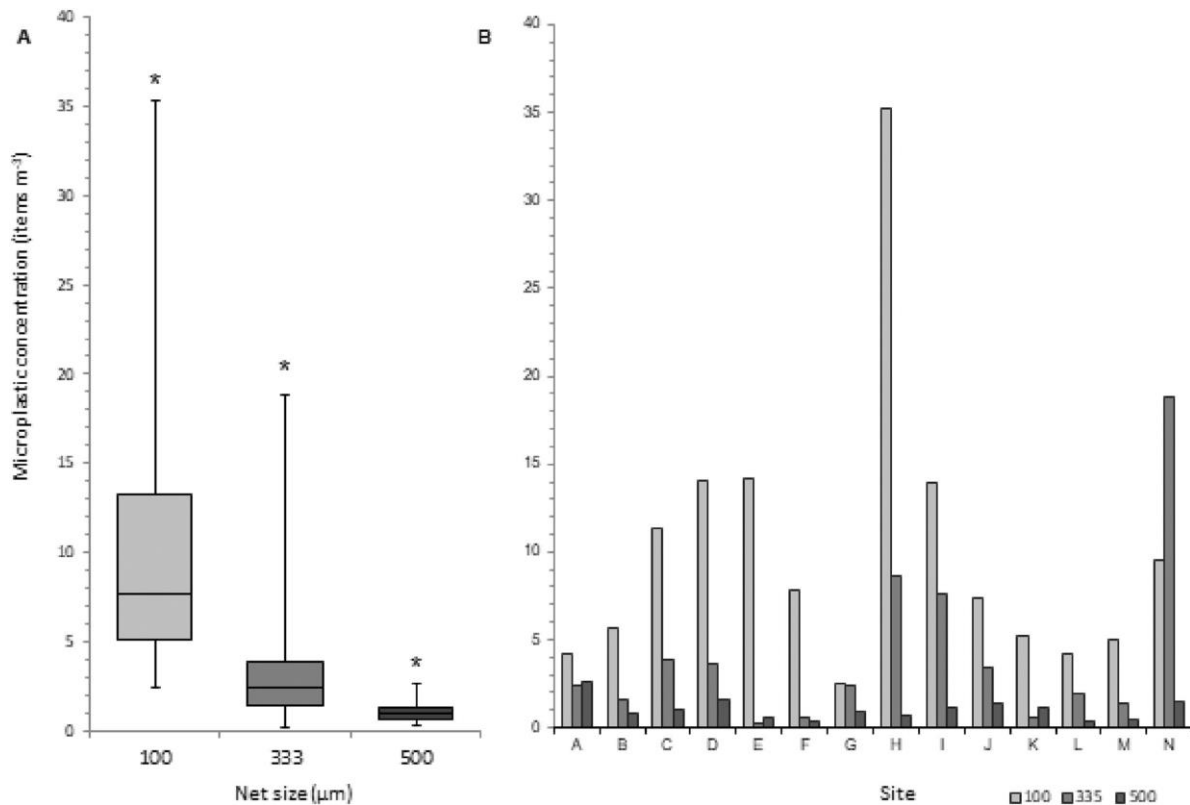


Figure 12 : Teneur en microplastiques dans l'eau (microplastiques par mètre cube) dans la Manche occidentale, telle qu'échantillonnée à l'aide de filets de 100, 333 ou 500 µm. (A) Diagrammes en boîte à moustaches montrant les concentrations médianes entre les sites pour chaque maille ; *indique une différence significative (ANOVA, $p < 0,05$). (B) Diagramme en bâtons affichant les concentrations de microplastiques pour chaque maille de filet, trouvées à chaque site. De Lindeque et al. (2020).

En France, dans le rapport d'évaluation dans le cadre de la Directive Cadre Stratégie pour le Milieu Marin (DCSMM), le critère D10C2 qui correspond à la « Composition, quantités et distribution spatiale des micro-déchets sur les côtes, à la surface, dans la colonne d'eau et sur les fonds marins », les prélèvements des micro-déchets flottants sont préconisés avec un filet Manta d'une maille de 300 µm.

Finalement l'usage des filets est généralement recommandé pour l'échantillonnage lors d'études d'évaluation du niveau de contamination ou de suivis environnementaux pour des milieux aquatiques adéquats, des milieux permettant l'utilisation d'une embarcation (Barrows et al. 2017).

Méthodes alternatives, l'échantillonnage par surveillance et analyse d'images

D'autres types de méthodes sont également présentes dans la littérature et différentes de celles présentées précédemment car elles ne consistent pas en un prélèvement d'eau dans le milieu naturel et ne seront donc pas discutées en détail dans ce manuscrit.

La surveillance photographique que ce soit directement réalisée par un opérateur depuis une embarcation ou par un drone aérien permet d'avoir une quantification rapide et exhaustive de la contamination en méso déchets de la surface d'un milieu aquatique (Kataoka *et al.*, 2018). De plus ces méthodes peuvent être appliquées sur le long terme et permettent un traitement relativement rapide des données comparé aux méthodes classiques.

Cependant il est très difficile d'obtenir des résultats pour la contamination MP avec ces méthodes dues aux limites de résolution de ces appareils. De plus, il n'y a pas de confirmation de la composition chimique de ces MPs à l'aide de méthode d'analyse telle que la spectroscopie RAMAN ou FTIR.

La science citoyenne, sensibilisation du grand public mais perte de rigueur scientifique

La science citoyenne participative, permet de faire appel aux citoyens qui intègrent des études en réalisant des protocoles simplifiés et qui vont prodiguer des résultats sur la contamination en MPs des milieux (Nel *et al.*, 2020; Setälä *et al.*, 2022). Une étude de Raman *et al.*, (2023) fait état de la science citoyenne pour l'étude des contaminants émergents et notamment des MPs.

En termes d'avantages, la science citoyenne permet de recueillir des données sur une échelle géographique plus vaste dû au nombre accru d'opérateurs. Les programmes de science citoyenne bénéficient de coûts réduits par rapport aux études menées par des chercheurs professionnels (Setälä *et al.*, 2022). La participation des citoyens à des projets scientifiques accroît leur sensibilisation aux problèmes environnementaux, notamment la pollution par les MPs (Nel *et al.*, 2020; Setälä *et al.*, 2022). Cela peut favoriser un changement de comportement à long terme. De plus la continuité de la participation citoyenne permet de collecter des données sur une plus longue période, facilitant la détection des tendances et des évolutions à long terme (Raman *et al.*, 2023).

Seulement cette méthode présente également de nombreuses limites. Les échantillons collectés par des citoyens peuvent présenter des variabilités dans la qualité et la précision (Raman *et al.*, 2023). Des erreurs de collecte ou de mesures peuvent affecter également la fiabilité des

données. Une formation des participants est souvent indispensable pour assurer la qualité de la collecte des échantillons mais aussi la cohérence de l'enregistrement des données (Raman *et al.*, 2023). Cette formation peut être coûteuse et requiert du temps. La gestion des échantillons collectés par des citoyens peut être complexe, notamment en ce qui concerne la standardisation des procédures de stockage et d'analyse. Les données collectées par des citoyens doivent souvent être interprétées avec précaution, en tenant compte des limites potentielles de qualité et de représentativité (Raman *et al.* 2023).

Pour maximiser les avantages de la science citoyenne dans l'étude des MPs, il est essentiel de mettre en place des protocoles de formation solides, de veiller à la qualité des données et de travailler en collaboration avec les chercheurs professionnels pour assurer une interprétation appropriée des résultats. Cependant les résultats obtenus sont difficiles à appréhender dû aux contaminations possibles lors de ces échantillonnages. L'absence d'analyse en laboratoire pour déterminer la nature des MPs par la suite est également une des limites de cette méthode qui la rend difficilement exploitable alors qu'il y a un réel besoin de données comparables entre études.

Importance de la stratégie d'échantillonnage et impact des conditions environnementales

Lors de la mise en place d'études sur la contamination MP des environnements aquatiques, il est important de définir la stratégie d'échantillonnage qui se doit d'être également étroitement liée aux conditions environnementales.

En premier lieu il est important de prendre des précautions lors de l'échantillonnage pour éviter une potentielle contamination atmosphérique notamment en couvrant l'échantillon tout le long de la manipulation afin qu'il ne soit pas en contact avec l'extérieur. Limiter les contaminations va permettre de fiabiliser la qualité des résultats (Cruz-Salas *et al.* 2022).

La distribution spatiale, horizontale et verticale, des MPs dans les environnements aquatiques est connue comme étant impactée par différents facteurs environnementaux qui vont être développés ci-après (Lofty *et al.* 2023).

Impacts hydro-climatiques sur la distribution des MPs dans les environnements aquatiques

Lors d'une étude sur la contamination MPs dans les environnements aquatiques, il est important de prendre en compte les niveaux de précipitation avant et pendant l'échantillonnage car ils peuvent impacter fortement les résultats obtenus. En milieu côtier le niveau de précipitation la veille de l'échantillonnage est corrélé directement avec l'abondance des MPs (Leads *et al.* 2023). Antunes *et al.* (2018) ont également montré que les niveaux de précipitations influencent les niveaux de MPs dans les sédiments de la côte portugaise. Les auteurs avancent l'hypothèse du transport des MPs avec les eaux de ruissellement et des transports accrus dans les rivières. D'autres études ont également montré que de fortes pluies peuvent relarguer de grandes quantités de MPs dans les environnements aquatiques d'eau douce (Dris *et al.*, 2018a; Gündoğdu *et al.*, 2018). Les événements extrêmes liés aux fortes pluies ont également été liés à l'augmentation de l'abondance des MPs dans les zones côtières. Cheung et Not (2023) montrent par exemple que les typhons peuvent mener à un relargage plus important de MPs dans les zones côtières que les fortes pluies. Une des raisons qui est mise en avant dans cette étude est que les MPs peuvent également se fragmenter lors de ce type d'événements météorologiques extrêmes. En opposition à ce qui a été dit précédemment, il a également été montré que les niveaux de MPs en milieux côtiers peuvent baisser lors de fortes précipitations, ces dernières pouvant entraîner les MPs côtiers au large (Xu *et al.*, 2022 ; Napper *et al.*, 2021),

Le vent est également un facteur environnemental important à prendre en compte lors de l'élaboration de stratégies d'échantillonnage. Dans les eaux de surface, il a été montré que la vitesse du vent influence négativement l'abondance des MPs, ce qui est expliqué par un mélange vertical accru des MPs dans la colonne d'eau et donc une concentration plus faible en surface. Également, il a été montré qu'une grande quantité de MPs de faibles densités tels que les fibres textiles synthétiques se trouvent dans l'atmosphère, et le vent peut les transporter et déposer (Rezaei *et al.*, 2019) à la surface de l'eau (Bullard *et al.*, 2021). Dans les sédiments, Leads *et al.* (2023) ont montré que la direction du vent était le facteur environnemental qui avait le plus d'impact sur l'abondance des MPs en milieu côtier. La vitesse et la direction du vent pouvant augmenter la turbulence, cela peut favoriser la remobilisation, le transport et le dépôt des MPs à la frontière entre les sédiments et l'eau (Forsberg *et al.*, 2020 ; Kumar et Varghese, 2021). Ceci a également été montré avec le vent permettant la remise en suspension des MPs présents dans les sédiments côtiers vers l'eau ambiante et l'air (Chen *et al.*, 2021).

Les vagues peuvent également impacter la répartition des MPs dans les environnements aquatiques et doivent donc être prises en compte lors de l'élaboration d'un protocole d'échantillonnage. La hauteur des vagues a été positivement corrélée à des concentrations plus élevées de MPs dans les sédiments et l'eau de la même manière que la vitesse du vent (qui sont souvent liées). La hauteur des vagues augmente le dépôt des MPs dans les sédiments ainsi que leur remise en suspension dans la colonne d'eau (Kumar et Varghese, 2021 ; Osinski *et al.*, 2020).

La présence ou non de courants dans la zone d'échantillonnage est également très importante. Idéalement l'échantillonnage doit se faire à contre-courant afin de minimiser les potentielles pertes de MPs lors de l'échantillonnage, le courant pouvant faire ressortir les particules si l'échantillonnage est réalisé dans le sens du courant (Viršek *et al.* 2016). Les courants océaniques et le mouvement de l'eau jouent un rôle significatif dans le transport des MPs. Il a été montré que les courants de marées peuvent avoir un impact sur le transport des MPs et doivent donc être pris en compte lors des études (Unnikrishnan *et al.* 2023 ; Lefebvre *et al.* 2023). En s'intéressant plus spécifiquement aux courants de marées, Cohen *et al.* (2019) ont utilisé des mesures sur le terrain et des simulations pour montrer que les courants de marée peuvent modifier les concentrations de MPs en eau de surface à un endroit donné (correspondant à un point d'échantillonnage) par un facteur de 1000 en l'espace de seulement 30 minutes. Les courants marins forts peuvent également transporter des MPs sur de longues distances, plusieurs centaines de kilomètres, les dispersant dans tout l'océan et réduisant ainsi l'abondance des MPs en milieu côtier (Horton and Dixon, 2018). Les MPs ainsi transportés dans les océans peuvent s'accumuler dans les gyres océaniques dû aux mouvements des courants (Law et Thompson 2014). En revanche, une eau calme ou stagnante peut entraîner l'accumulation de MPs dans des zones spécifiques, telles que les lacs (Pan *et al.*, 2023). Les courants peuvent également mixer plus facilement la colonne d'eau et remettre en suspension les MPs présents à la surface des sédiments au fond de la colonne d'eau (Constant *et al.*, 2023 ; Feng *et al.* 2023). Les courants doivent donc être pris en compte lors de l'échantillonnage.

Importance des paramètres physico-chimiques de l'eau

De manière plus globale, les paramètres physico-chimiques de l'eau sont également importants à prendre en compte lors de la mise en place de stratégies d'échantillonnage car ils peuvent apporter des informations supplémentaires lors de l'analyse des résultats. Ces paramètres

physico-chimiques sont souvent liés aux paramètres environnementaux présentés précédemment.

La turbidité de l'eau lors de l'échantillonnage est importante à prendre en compte (Zhou *et al.*, 2021). Une forte turbidité signifie dans un premier temps une attention toute particulière lors de l'échantillonnage avec un filet ou un tamis. Il est fortement recommandé d'éviter d'échantillonner de trop grands volumes afin de ne pas colmater les filets et tamis, et ainsi d'avoir des résultats erronés pour perte de volume (Michida *et al.*, 2019). Une turbidité élevée peut également vouloir dire une remise en suspension des sédiments dans la colonne d'eau (Xia *et al.*, 2021), les sédiments étant connus comme étant des puits à MPs (Van Cauwenberghe and Janssen, 2014). La turbidité peut influencer le transport et la distribution des MPs dans les systèmes aquatiques. Les sédiments en suspension et la matière organique peuvent se lier aux MPs, modifiant leur flottabilité et leur taux de sédimentation. Cela peut avoir un impact sur la distribution verticale et horizontale des MPs au sein d'une colonne d'eau ou entre différents corps d'eau (Pohl *et al.* 2023).

La salinité peut aider à expliquer la distribution verticale des MPs dans la colonne d'eau (Mendrik *et al.* 2023; Parać *et al.*, 2022; Wang *et al.*, 2021). Notamment au niveau des zones estuariennes, où les valeurs de salinité peuvent varier grandement au cours d'un cycle de marée. L'eau de mer ayant une densité théorique comprise entre 1,020 et 1,029 et l'eau douce de 1, des différences peuvent être observées avec certains polymères plus denses se situant en surface en eau de mer et inversement en eau douce. La salinité a également un effet dans les estuaires où les gradients de salinité ont un effet de rétention direct sur les MPs. Les MPs sont plus facilement retenus dans les eaux plus salées d'après l'étude de Unnikrishnan *et al.* (2023).

La température peut également influencer la densité de l'eau et donc la répartition des MPs dans la colonne d'eau, l'eau plus chaude étant moins dense que l'eau froide (Chevalier *et al.*, 2023; Tamminga and Fischer, 2020). Les variations de température de l'eau pouvant être grandes en fonction de la saison, il est important de la prendre en compte lors de la stratégie d'échantillonnage afin de pouvoir potentiellement expliquer les différences observées dans les résultats inter-saisonniers.

Influence de la pression anthropique

La stratégie d'échantillonnage doit également prendre en compte le niveau anthropique d'un environnement avant son échantillonnage et l'impact potentiel des activités humaines alentours.

Yin *et al.* (2021) ont montré que le degré d'activité humaine dans le lac Chagan et le lac Xianghai en Chine était positivement corrélé à l'abondance des MPs. La densité de population d'une zone d'échantillonnage peut être positivement corrélée à la concentration des MPs retrouvés (Huang *et al.*, 2021a). Les taux d'urbanisation peuvent également affecter directement l'abondance des MPs dans les eaux de surface des estuaires (Tang *et al.*, 2018). La distance vis-à-vis de ces zones urbanisées est également un paramètre à prendre en compte, les MPs présentent des concentrations maximales près des endroits où les activités humaines ont lieu (Quesadas-Rojas *et al.*, 2021). Il est donc dans un premier temps très important de bien définir son point d'échantillonnage en observant attentivement les environnements alentours afin de déterminer la présence de sources de MPs potentielles dues à la présence de zones anthropisées. La présence d'agglomérations, de zones industrielles et/ou d'usines de traitement des eaux peuvent avoir un impact sur la contamination d'un milieu aquatique proche et ainsi permettre d'expliquer les niveaux de pollution en MPs retrouvés (Frère *et al.*, 2017; Yang *et al.*, 2022).

Importance globale de la stratégie d'échantillonnage

D'un point de vue plus pratique, la mise en place de réplica lors d'études environnementales sur les MPs en environnement aquatique est un point très important. La réalisation de réplica lors l'échantillonnage de MPs est parfois considérée comme compliquée, avec par exemple, l'incapacité d'échantillonner en aller-retour sur le même secteur lors d'utilisation de filets dû aux potentielles perturbations. De plus, cela prend également du temps et les conditions météorologiques peuvent compliquer l'échantillonnage. Cependant, les résultats obtenus avec des réplica permettent de mieux représenter le niveau réel de MPs dans l'environnement étudié.

Directement liée à ce dernier point, la fréquence d'échantillonnage est également très importante. Une fréquence d'échantillonnage plus élevée permet ainsi de mieux suivre les variations temporelles des résultats obtenus et lorsque mis en relation avec les paramètres environnementaux présentés précédemment, permet de mieux comprendre l'impact de ces paramètres. Il est important de noter que la fréquence d'échantillonnage doit être adaptée aux objectifs de l'étude. En fin de compte, la fréquence d'échantillonnage doit être déterminée de manière à obtenir des données représentatives et informatives pour l'objectif de recherche spécifique, tout en tenant compte des contraintes logistiques et budgétaires.

Plusieurs études de review dans la littérature fournissent des recommandations pour l'harmonisation des stratégies d'échantillonnages des MPs (Adomat et Grischek, 2021 ; Lusher *et al.*, 2020b ; Cowger *et al.* 2020 ; Rochman *et al.*, 2017). Cependant ces recommandations

portent souvent sur la nécessité d'avoir des programmes de surveillance à long terme afin d'avoir des informations sur les variations spatiales et temporelles de l'abondance des MPs en milieu aquatique. Adomat et Grischek (2021) ont montré que justement 85,1 % des études qu'ils ont analysées n'avaient que des échantillonnages ponctuels ce qui montre un certain décalage dans les études scientifiques et des limites de moyens rencontrés par les chercheurs. D'autres études suggèrent d'échantillonner uniquement lorsque les conditions le permettent avec par exemple Michida *et al.* (2019) qui recommandent d'avoir des conditions environnementales similaires lors de différents jours d'échantillonnages afin de limiter l'impact de ces conditions sur les niveaux de MPs. GESAMP (2019) préconise de ne pas échantillonner lorsque les vagues sont supérieures à 0,5 m et que la force du vent est supérieure à 3 sur l'échelle de Beaufort.

L'élaboration d'une stratégie d'échantillonnage pour les MPs dans un environnement aquatique est essentielle pour obtenir des données de manière efficace et significative. C'est pourquoi l'objectif initial de l'étude doit être clairement défini afin d'adapter au mieux la stratégie d'échantillonnage. La prise en compte de tous les paramètres et conditions présentés précédemment est fortement recommandée.

Les microplastiques en lien avec le biote marin, focus sur les espèces sentinelles

Impacts négatifs des microplastiques sur le biote marin

L'impact des MPs sur les milieux aquatiques est de plus en plus préoccupant, car ces particules peuvent affecter les écosystèmes marins, la faune marine et éventuellement la santé humaine (concept One Health) (de Sá *et al.*, 2018).

L'ingestion est le mode le plus probable par lequel la faune marine interagit avec les MPs, en particulier lorsque les mécanismes d'alimentation des organismes sont non discriminants et ne leur permettent pas de différencier la nourriture des fragments de plastique (Lusher *et al.* 2016, Ory *et al.* 2017)). Par conséquent, un grand nombre d'organismes filtreurs tels que les copépodes, les bivalves, les poissons et les baleines pourraient cibler activement ou ingérer passivement des MPs flottants dans les eaux environnantes (Lusher 2015). La petite taille des MPs les rend encore plus susceptibles d'être ingérés par une grande variété de la faune marine dans les écosystèmes pélagiques et benthiques. De plus, en raison des variations de taille, de forme et de couleur des petits fragments de plastique, les organismes marins peuvent confondre les MPs avec leur proie, les ingérant ainsi directement (Ory *et al.* 2017). L'ingestion de MPs affecte les organismes à tous les niveaux trophiques, et la quantité de MPs ingérée par les organismes marins peut varier en fonction de l'habitat et de l'espèce. Cette variation peut être

significative même dans la même région avec par exemple des poissons *Boops boops* provenant du même site présentant des concentrations en MPs différentes (Nadal *et al.* 2016).

Un état de l'art réalisé par Sá *et al.*, (2018) regroupe des études sur 188 espèces animales, révélant une grande diversité d'effets écotoxicologiques. Les principaux effets observés comprennent : (i) une augmentation de la mortalité, (ii) des effets reprotoxiques, (iii) des effets neurotoxiques et (iv) une augmentation du stress oxydatif (de Sá *et al.*, 2018). Ces derniers auteurs montrent également une disparité dans les effets toxiques présentés dans les études *in-situ* et *in-vivo*. Cette disparité s'explique notamment par les concentrations souvent beaucoup plus élevées de MPs utilisées en laboratoire par rapport à celles retrouvées dans l'environnement.

L'ingestion de MPs peut entraîner des problèmes de santé tels que la malnutrition, l'obstruction du système digestif, la perturbation du métabolisme et le blocage des organes internes (de Sá *et al.*, 2018). Cela peut entraîner une diminution de la condition physique, une réduction de la reproduction et même la mort de certains animaux marins (Franzellitti *et al.*, 2019). Une étude récente a même montré l'existence de la plasticose (Charlton-Howard *et al.* 2023). La plasticose étant provoquée par des fragments de plastiques ingérés par l'organisme (ici des oiseaux marins), elle engendre une inflammation du tube digestif qui peut persister. La plasticose engrange alors une fibrose, soit une modification et une déformation des tissus, qui va potentiellement affecter négativement la digestion des aliments et donc la croissance des oiseaux.

Lorsque les organismes marins ingèrent des MPs, ces particules peuvent être transmises le long des chaînes alimentaires marines (Miller *et al.*, 2020). Les animaux qui se trouvent en haut de la chaîne alimentaire, tels que les poissons prédateurs et les mammifères marins, peuvent accumuler des concentrations élevées de MPs dans leur corps **Figure 13**. Cela peut entraîner des effets nocifs sur leur santé et peut également affecter les êtres humains qui consomment ces animaux (Rajesh, 2020).

Les MPs peuvent également affecter les habitats marins tels que les récifs coralliens et les fonds marins (Huang *et al.*, 2021b; Pinheiro *et al.*, 2023). Lorsque les MPs se déposent sur les fonds marins, ils peuvent altérer l'environnement benthique, perturber les communautés d'organismes marins et modifier la structure des écosystèmes (Jamieson *et al.*, 2019).

La présence d'additifs au sein des matières plastiques est également un point important qui accentue potentiellement les effets négatifs des MPs. Les plastiques contiennent souvent divers additifs chimiques pour améliorer leurs propriétés, tels que des plastifiants, des retardateurs de flamme, des stabilisants et des colorants (Hansen *et al.*, 2013). Ces additifs peuvent migrer hors du plastique au fil du temps, en particulier lorsqu'ils sont exposés à des facteurs environnementaux tels que la lumière du soleil et l'eau (Campanale *et al.*, 2020). Certains de ces additifs chimiques ont été associés à la toxicité. Par exemple, certains plastifiants, comme les phtalates, ont été liés à des perturbations endocriniennes et à des effets néfastes sur la santé (Lyche *et al.* 2009). Les retardateurs de flamme peuvent contenir des produits chimiques considérés comme nocifs pour la santé humaine et l'environnement.

Les MPs présentent une surface rugueuse et chargée électriquement, ce qui les rend attractifs pour de nombreux polluants chimiques qui sont souvent hydrophobes et qui ont tendance à s'accumuler à la surface des matières hydrophobes (Cao *et al.*, 2021; Fu *et al.*, 2021). Certains exemples de composés toxiques qui peuvent être adsorbés sur les MPs comprennent les pesticides, les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), les polychlorobiphényles (PCB), les dioxines et d'autres polluants organiques persistants (Fu *et al.*, 2021). Lorsque des organismes marins ingèrent des MPs chargés de polluants, les substances toxiques peuvent être libérées de la surface des MPs dans le tractus gastro-intestinal des animaux et être ensuite absorbées par les tissus corporels. Cela peut entraîner une bioaccumulation de polluants dans les organismes marins, avec des concentrations plus élevées de substances toxiques dans les tissus des prédateurs de haut niveau de la chaîne alimentaire (Miller *et al.*, 2020).

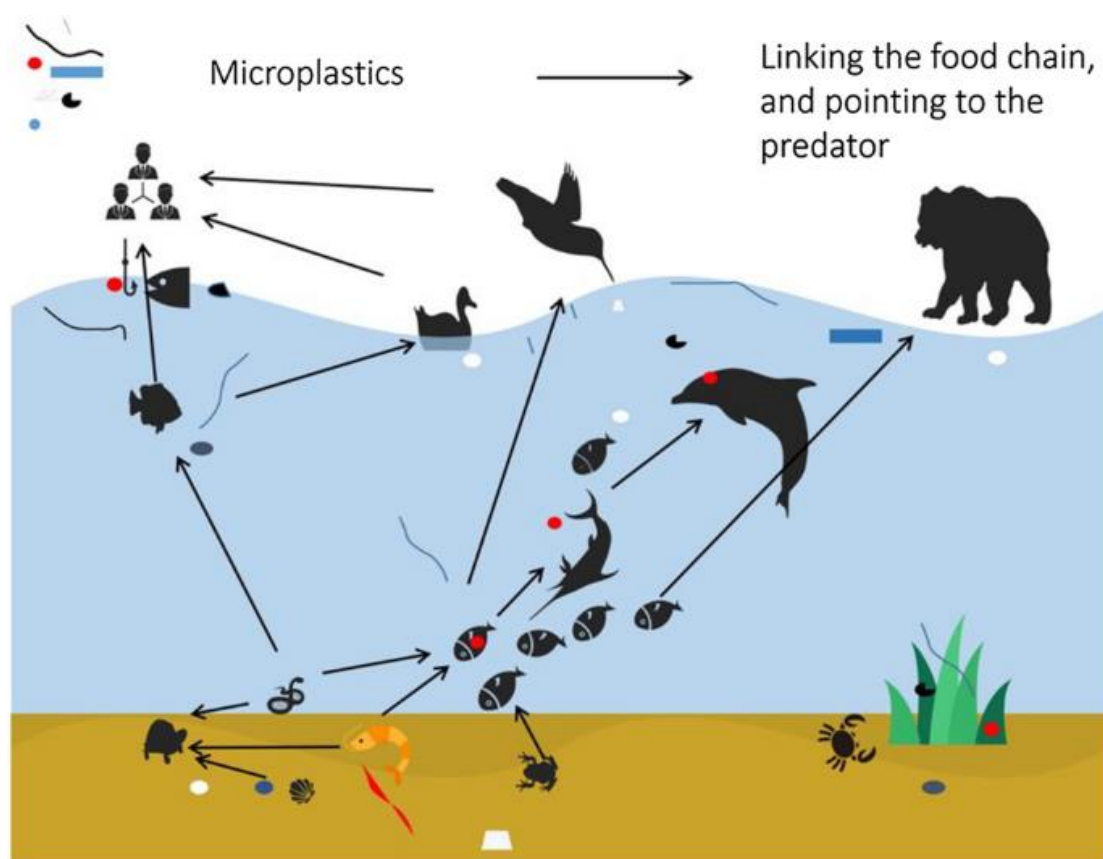


Figure 13 : Représentation de l'occurrence et des transferts de MPs au sein de la chaîne alimentaire, (Issue de Chen et al. 2023)

Les MPs peuvent également être vecteurs des contaminants biologiques (Raju *et al.*, 2018). Les MPs peuvent par exemple agir en tant que substrat pour des pathogènes qui se lient à eux et soient ensuite rejetés dans l'environnement, notamment dans les stations d'épuration (Murphy *et al.*, 2016) où une certaine concentration de bactéries résistantes aux antibiotiques est observable. D'autres études comme celles de Masó *et al.*, (2003) et Reisser *et al.*, (2014) ont montré que des dinoflagellés toxiques (*Ostreopsis sp.*, *Coolia sp.*, *Alexandrium taylori*) peuvent coloniser des déchets plastiques. Une autre étude de Foulon *et al.* (2016) montre la colonisation de *Vibrio crassostreae* sur des billes de PS, cette dernière étant connue comme cause de mortalité chez l'huître.

Importance des espèces sentinelles

Les MPs ont été identifiés dans une grande variété d'organismes tels que les poissons, les crustacés ou les mollusques (D'Costa *et al.* 2022). Des études font le lien entre la pollution MP retrouvée dans l'environnement tels que l'eau ou les sédiments et les contaminations retrouvées dans les organismes (Kazour and Amara, 2020; Wang *et al.*, 2023). Mais ces liens restent tout

de même peu documentés, beaucoup d'études indiquent la présence de MPs dans les organismes ou dans l'environnement mais un nombre limité d'entre elles s'intéressent aux deux. Dans des environnements fortement variables comme les zones côtières marines, la quantification des MPs dans l'eau et les sédiments est souvent sujette à des imprécisions, en raison de l'influence de divers facteurs environnementaux tels que les vents, les marées, les courants et la remise en suspension des sédiments (Scott *et al.*, 2019). C'est pourquoi utiliser des organismes sentinelles sur de longues périodes afin de faire le lien entre les concentrations de MPs retrouvées dans ces organismes et l'environnement est important. Une "espèce sentinelle" étant une espèce utilisée comme indicateur de l'état de santé d'un écosystème ou de l'environnement en général. Les espèces sentinelles sont sélectionnées en raison de leur sensibilité à certains facteurs environnementaux ou à des contaminants spécifiques. En surveillant l'état de ces espèces, des informations sur la qualité de l'environnement peuvent être obtenues et des problèmes potentiels rapidement détectés.

Une review de Multisanti *et al.* (2022) fait un état de l'art de l'utilisation des espèces sentinelles pour l'évaluation de la contamination MPs, voici les résultats qui en ressortent vis à vis des invertébrés. Les principaux organismes utilisés pour le biomonitoring des MPs sont les bivalves et les crustacés (Kazour et Amara 2020 ; Prokić *et al.*, 2021). Ces deux classes d'organismes sont utilisées en tant que bioindicateurs pour plusieurs raisons. Leurs fortes tolérances à une grande gamme de paramètres environnementaux, leurs larges répartitions ainsi que leur système d'alimentation qui s'effectue par filtration pour les bivalves en font des individus de choix (Multisanti *et al.* 2022). Leurs positions dans la chaîne trophique en fait également des individus à privilégier, car étant considérés comme des consommateurs primaires, ils peuvent plus facilement transmettre des contaminants vers des niveaux supérieurs de la chaîne alimentaire (Ribeiro *et al.*, 2017, Garrido Gamarro *et al.*, 2020, Multisanti *et al.* 2022).

C'est ainsi que la moule *Mytilus spp* est l'organisme le plus utilisé pour le biomonitoring en milieu marin. La taille des organismes, leur tendance à vivre en colonie et leur robustesse font qu'ils sont adaptés aux études *in-situ* et *in-vitro*. De plus un lien peut être établi avec l'exposition de l'être humain étant donné que la moule méditerranéenne (*Mytilus galloprovincialis*) et la moule bleue (*Mytilus edulis*) sont couramment consommées (Mishra *et al.*, 2019).

Les MPs ont ainsi été détectés dans les organismes filtreurs à la fois dans leurs tissus et dans leur système circulatoire. (Farrell and Nelson, 2013).

Une étude menée par Cho *et al.* (2021) montre une enquête de surveillance à l'échelle nationale en Corée du Sud en utilisant des bivalves marins comme bioindicateurs pour identifier le niveau de contamination des MPs et leurs caractéristiques. Les résultats de cette étude indiquent que la pollution par les MPs est présente le long des côtes coréennes avec une abondance élevée dans les zones urbanisées. La concentration de MPs dans les bivalves semble relativement faible par rapport à leur capacité de filtration de l'eau de mer et aux concentrations potentielles présentes dans l'environnement marin. Cela implique que des facteurs environnementaux et biologiques doivent être pris en compte lors de la surveillance de la contamination par les MPs à l'aide de bivalves. Cependant, les caractéristiques des MPs (forme, taille, couleur et types de polymères) dans les bivalves sont étroitement liées aux eaux environnantes et aux activités humaines locales.

Les concentrations retrouvées dans l'environnement et dans les organismes semblent directement corrélées comme indiqué par Kazour and Amara (2020). Cette observation est également appuyée par les variations saisonnières en contamination de MPs dans l'environnement qui affectent également les organismes échantillonnés (Phuong *et al.* 2018, Daniel *et al.* 2020, Wang *et al.* 2023).

Les différents organismes semblent également avoir une certaine sélectivité par rapport aux différents types de MPs qu'ils vont ingérer. Par exemple, le type de MPs le plus souvent retrouvé dans les organismes tels que les crevettes ou les moules semblent être les fibres (Hara *et al.*, 2020; Kazour and Amara, 2020).

Un article de review réalisé par D'Costa *et al.* (2020) regroupe le travail de 94 études sur la contamination MP des crustacés décapodes. En comparant entre les groupes, les abondances de MPs chez les Caridea (crevettes) variaient de $> 0,5$ particules/individu à 36,5 particules/individu; pour les Dendrobranchiata (ressemblant à des crevettes), de 0,95 particules/individu à 21 particules/individu et de 0,04 particules/g jusqu'à 7050 particules/g en terme de poids corporel; pour les Brachyura (crabes), de $<0,1$ à 327,56 particules/individu ; pour les Anomura (bernard-l'hermite et autres crabes), de 1 à <10 particules/individu; et pour les Astacidea (homards et écrevisses), de 0,17 à 17 particules/individu.

Dans les environnements naturels, les organismes aquatiques sont exposés à une variété de particules et ont ainsi développé plusieurs mécanismes afin d'éliminer la plupart d'entre elles de leurs organismes, ce qui s'applique ici aux MPs. A titre d'exemple, les décapodes peuvent éliminer les particules de leurs branchies grâce à divers mécanismes comme brosser leurs

branchies ou en utilisant des soies complexes qui vont agiter leurs filaments branchiaux lorsque les membres sont en mouvement et ainsi excréter les particules (Bauer, 1999 ; Bauer, 1998). Il est donc attendu que les MPs puissent également être éliminés des branchies de la même façon, les MPs pouvant causer des dégâts aux organismes lorsqu'ils obstruent les branchies. Cependant des études réalisées en laboratoire ont montré que les décapodes pouvaient accumuler des MPs dans leurs branchies à des degrés divers. Par exemple, Gray et Weinstein (2017) ont exposé la crevette *Palaemonetes pugio* à une concentration élevée de MPs et ont trouvé une durée de résidence des MPs dans les intestins de 27 à 75 heures et de 27 à 45 heures dans les branchies. Il a également été montré que les particules les plus petites pourraient être retenues dans les branchies en adhérant aux lamelles ou aux plis branchiaux et pourraient s'accumuler pendant de plus longues périodes avant d'être éliminées progressivement. Par exemple, Brennecke *et al.* (2015) ont signalé la rétention de MPs dans les branchies de l'*Uca rapax* deux mois après que des fragments de PS ont été mélangés avec le sédiment dans des conditions de laboratoire. De même, Watts *et al.* (2014) ont observé la rétention de MPs dans les branchies du *Carcinus maenas* exposé à des sphères de PS (8-10 μm) pendant environ 21 jours après l'exposition.

Les MPs ont également été signalés dans le tractus gastro-intestinal des décapodes, ce qui peut provoquer des lésions ou des obstructions pouvant donner lieu à une sensation de satiété artificielle, affaiblissant ainsi l'état physiologique de l'organisme (Wójcik-Fudalewska *et al.*, 2016 ; Wright *et al.*, 2013).

Les crevettes en tant qu'espèce sentinelle de l'environnement

Les crevettes sont des omnivores de bas niveau trophique détritivores qui consomment une vaste variété de sources alimentaires (Walkinshaw *et al.*, 2020); par conséquent, elles peuvent par inadvertance ingérer des MPs (Murray and Cowie, 2011; Wright *et al.*, 2013; Hossain *et al.*, 2020) ce qui peut amener à penser qu'elles seraient une bonne espèce sentinelle. Une étude sur la crevette grise (*Crangon crangon*) a montré que des MPs étaient détectés chez 63 % des individus avec une abondance moyenne de $0,68 \pm 0,55$ particules/g (Devriese *et al.*, 2015). Une autre étude a rapporté que des MPs étaient détectés chez 30,9 % de la crevette blanche indienne (*Fenneropenaeus indicus*), une espèce commercialement importante dans les eaux de Cochinchine, en Inde, avec une abondance moyenne de $0,04 \pm 0,07$ particules/g (Daniel *et al.*, 2020).

Plusieurs études ont suggéré que la consommation de MPs par les crevettes est affectée par des variations saisonnières même si cela reste peu étudié. Par exemple, l'abondance des MPs chez

la crevette blanche indienne était significativement plus élevée pendant la saison des pluies (juillet-août) que pendant les autres périodes (Daniel *et al.*, 2020). En Inde, l'été coïncide avec la saison de crue, les ruissellements et les précipitations saisonnières peuvent également apporter d'importantes contributions de MPs (Rong *et al.*, 2021). De plus, les MPs sont soumis à un transport dû aux courants et à une remise en suspension, avec des mouvements entre la colonne d'eau et les sédiments (Lambert and Wagner, 2018), et cette remise en suspension peut être favorisée par les ruissellements et ainsi favoriser la libération de MPs présents dans les sédiments (Zhang *et al.*, 2020a; Sun *et al.*, 2023). De plus, l'activité et donc l'intensité de l'alimentation des crevettes augmente significativement en raison des températures estivales plus élevées, ce qui pourrait également augmenter le potentiel d'ingestion des MPs par les crevettes (Shi *et al.*, 1991; Wang *et al.*, 2017).

Présentation de la thèse et de ses objectifs

Actuellement, le manque d'harmonisation dans les méthodes d'échantillonnage entrave la recherche sur la contamination par les MPs dans les milieux aquatiques, car il limite la comparabilité entre les études. Cela se traduit par des données qui ne peuvent pas être directement comparées de manière rigoureuse, ce qui engendre des incertitudes concernant les concentrations, les niveaux de contamination, les estimations des flux, l'identification des sources de MPs et les environnements les plus touchés par la pollution plastique. Plusieurs études ont déjà comparé entre elles les méthodes d'échantillonnages mais un guidage clair d'utilisation de ces méthodes permettant de définir clairement les cadres d'utilisations et stratégie d'échantillonnage à adopter est encore peu documenté. L'analyse de ces données permettra donc de définir clairement l'usage des différentes méthodes existantes et dans quel cadre elles devront être utilisées en lien avec leurs potentiels points forts et points faibles. L'objectif de cette thèse est de proposer une nouvelle méthode d'échantillonnage des MPs dans tous les milieux aquatiques, suite à une analyse et une comparaison des méthodes d'échantillonnage existantes pour les MPs en milieu aquatique. L'objectif sera donc de proposer un protocole clair et défini pour l'utilisation des méthodes d'échantillonnages les plus pertinentes dans le cadre de cette thèse. Les travaux réalisés permettront également de faire ressortir les différentes problématiques auxquelles les chercheurs font face lorsqu'ils échantillonnent les MPs en milieu aquatique afin de pouvoir mieux y répondre et de proposer une méthode d'échantillonnage innovante.

Cette thèse est organisée en 3 chapitres :

Le premier chapitre aborde l'utilisation du filet Manta en tant que méthode d'échantillonnage la plus utilisée pour les MPs dans l'eau et donne les avantages, les inconvénients ainsi que des recommandations pour ce type d'approches. En deuxième partie de ce chapitre une nouvelle méthode est présentée pour échantillonner les MPs, à l'aide d'un drone aquatique, dans tous les milieux aquatiques qui répondra aux problématiques liées à l'échantillonnage avec un filet Manta, telles que la précision d'échantillonnage, la difficulté à réaliser des réplica ou encore la praticité d'échantillonnage qui sont exposées dans la première partie de chapitre.

Le second chapitre, utilise les acquis précédents pour mettre à profit l'utilisation d'un drone aquatique pour étudier l'influence des facteurs environnementaux sur les concentrations en MPs observées dans les milieux aquatiques à travers la réalisation de deux études, participant de fait à préciser les stratégies d'échantillonnages à adopter en fonction du contexte de l'étude.

Pour la première étude, l'objectif était de répondre à l'influence des paramètres environnementaux tels que la pluie, le vent, la turbidité ou encore la salinité sur la distribution verticale de la contamination des MPs dans la colonne d'eau dans un fleuve en lien avec la variation inter-événementielle de phénomènes météorologiques distincts, durant une forte pluie orageuse, après une forte pluie et pendant une période de sécheresse.

La deuxième étude de ce chapitre a eu pour objectif de déterminer l'impact des cycles de marées et des conditions environnementales sur les niveaux de concentrations en MPs en zone côtière. Plus particulièrement, les abondance et caractéristiques des MPs échantillonnés durant deux cycles de marées complets, un en vive eau et un en morte eau ont été comparés et mis en lien avec les conditions environnementales.

Le troisième chapitre aborde le lien entre la contamination des milieux et celle des organismes. En prenant en compte les paramètres environnementaux définis précédemment, la contamination MPs dans les crevettes grises (*Crangon crangon*) a été étudiée au niveau de différents sites plus ou moins anthropisés en lien avec la contamination de leurs habitats, les matrices environnementales aquatiques et sédimentaires. Les échantillonnages d'eau de mer ayant pu être réalisés grâce à la méthode du drone aquatique développée précédemment. Cette dernière partie permet d'ouvrir et de mettre en lien les précédents travaux réalisés sur la contamination des milieux avec la contamination des organismes et les impacts que peuvent avoir les MPs sur les écosystèmes aquatiques.

Une dernière partie portera sur la discussion générale et les perspectives des différents travaux réalisés. L'objectif est de faire un bilan regroupant l'analyse des différentes méthodes d'échantillonnages des MPs en environnement aquatique, le développement de la nouvelle méthode d'échantillonnage ainsi que ses applications lors d'études environnementales. Cela permettra ainsi de confronter les résultats obtenus à travers les différentes études réalisées afin de les remettre dans un contexte plus global. Les perspectives et limites des travaux réalisés lors des différents axes de recherches abordés lors de ces 3 ans de recherches seront également abordées dans cette partie.

**Chapitre 1 : Importance des méthodes
d'échantillonnages des microplastiques en
milieu aquatique, focus sur le filet Manta
et développement d'une nouvelle méthode
innovante**

Contexte du chapitre : le filet Manta, la méthode la plus utilisée mais qui a ses limites

L'étude de la pollution par les microplastiques dans les milieux aquatiques est cruciale pour la préservation de l'environnement, de la biodiversité, de la santé humaine et pour la mise en place de mesures de protection et de gestion durables de nos ressources aquatiques. Pour cela il est nécessaire de pouvoir déterminer le plus précisément possible les concentrations de MPs dans les différents compartiments (eau, sédiments et biote). Dans le compartiment 'eau', la première étape est de bien définir les méthodes d'échantillonnages utilisées. Le choix de la méthode d'échantillonnage des MPs dans ce compartiment revêt une importance primordiale pour plusieurs raisons.

Tout d'abord au niveau de la représentativité des environnements étudiés. Le choix d'une méthode d'échantillonnage appropriée garantit que les données collectées représentent fidèlement la concentration réelle et la distribution des MPs dans l'eau (Razeghi *et al.*, 2021). Une méthode d'échantillonnage adéquate permet d'éviter certains biais comme la faible représentativité d'un milieu ou la sous-représentation d'un certain type de particule et fournit des informations fiables pour l'analyse scientifique et la prise de décisions.

Il y a ensuite les problématiques de normalisation et de comparabilité. Les méthodes d'échantillonnage normalisées permettent une collecte cohérente des données dans différentes études et localités. Cela facilite les comparaisons entre différentes régions et au fil du temps, ce qui permet une meilleure compréhension de l'ampleur mondiale de la pollution MPs et de ses tendances (Stock *et al.*, 2019).

La diversité des tailles (de 5 mm à quelques microns), de formes (filament, fragments, ...) et de densité des polymères doivent être prisent en compte lors de la définition des objectifs et du choix de la méthode d'échantillonnage. Les plus petits MPs sont généralement les plus abondants dans la colonne d'eau (Wang *et al.*, 2021 ; Xu *et al.*, 2021). Les méthodes d'échantillonnage efficaces doivent être capables de capturer et d'identifier ces petites particules afin d'obtenir une évaluation globale de l'abondance des MPs. Les plus petites particules pouvant être les plus nocives pour les organismes aquatiques. Les méthodes d'échantillonnages efficaces doivent pouvoir également être déployées dans tous types de milieux aquatiques, même les plus difficiles d'accès tels que les zones à faibles profondeurs ou de faible surface tels que les étangs, canaux.

Et enfin le coût et la faisabilité de la méthode est très importante. Les méthodes d'échantillonnage doivent être pratiques et réalisables pour le lieu et les objectifs spécifiques de

l'étude. L'efficacité économique est essentielle, en particulier lorsque plusieurs campagnes d'échantillonnage sont nécessaires pour couvrir des zones étendues.

En résumé, le choix d'une méthode d'échantillonnage appropriée est essentiel pour obtenir des données précises et fiables sur la pollution par les MPs dans les environnements aquatiques. Cela influe sur la qualité, la comparabilité et l'utilité des données collectées, contribuant ainsi à une meilleure compréhension de l'étendue et de l'impact des MPs sur les écosystèmes aquatiques.

A l'heure actuelle aucune méthode d'échantillonnage n'a été défini par la communauté scientifique internationale comme étant la méthode standardisée pour échantillonner les MPs en surface des milieux aquatiques (Prata *et al.*, 2019). Ce manque de standardisation est un réel frein pour l'avancée sur la connaissance du niveau réel de contamination des milieux aquatiques à travers le globe (Ryan *et al.*, 2020 ; Cowger *et al.*, 2020. Cependant plusieurs types de méthodes ressortent fréquemment dans la littérature et ont chacune leurs avantages, inconvénients et objectifs bien définis. Le filet Manta fait parti de ces méthodes d'échantillonnages et est la méthode la plus présente dans la littérature pour l'échantillonnage de MPs en eau de surface.

Dans la première partie de ce chapitre, une review du filet Manta en tant que méthode d'échantillonnage des MPs a donc été réalisée afin de donner les avantages et les inconvénients de cette méthode en la comparant aux autres. De plus, les différentes caractéristiques du filet Manta présentes dans la littérature sont également analysées et un protocole d'utilisation du filet Manta est proposé à la fin de la review.

Article 1: Manta Net: The Golden Method for Sampling Surface Water Microplastics in Aquatic Environments, Frontiers of the Environment

Gabriel Pasquier, Périne Doyen, Maria Kazour, Alexandre Dehaut, Mamadou Diop, Guillaume Duflos, Rachid Amara

Bien qu'étant la méthode la plus utilisée, la méthode du filet Manta présente également des limites et des améliorations possibles afin de répondre aux problématiques rencontrées par les chercheurs. Pour répondre à ces problématiques, une nouvelle méthode d'échantillonnage innovante a été développée et sera présentée sous la forme d'un article scientifique dans la deuxième partie de chapitre :

Article 2: An innovative approach for microplastic sampling in all surface water bodies using an aquatic drone, Heliyon

Gabriel Pasquier, Périne Doyen, Nicolas Carlesi, Rachid Amara

1.1 Manta net: the golden method for sampling surface water microplastics in aquatic environments

Gabriel Pasquier¹, Périne Doyen², Maria Kazour¹, Alexandre Dehaut³, Guillaume Duflos³, Mamadou Diop¹, Rachid Amara¹.

¹ Univ. Littoral Côte d'Opale, CNRS, Univ. Lille, UMR 8187 - LOG – Laboratoire d'Océanologie et de Géosciences, F-62930 Wimereux, France

² Univ. Littoral Côte d'Opale, UMR 1158 BioEcoAgro, Institut Charles Viollette, USC Anses, F-62200 Boulogne-sur-Mer, France

³ ANSES – Laboratoire de Sécurité des Aliments, Boulevard du Bassin Napoléon, F-62200 Boulogne-sur-Mer, France

<https://doi.org/10.3389/fenvs.2022.811112>

Résumé en français : Les microplastiques (MPs) (particules plastiques de moins de 5 mm de taille) sont devenus le type le plus répandu de déchets anthropiques contaminant les environnements aquatiques du monde entier, et ils sont capables de nuire aux organismes aquatiques et de pénétrer dans la chaîne alimentaire. La recherche sur les MPs a rapidement évolué au cours de plusieurs décennies, avec de nombreuses études échantillonnant les MPs dans les eaux de surface. Pour l'échantillonnage en surface de la mer des MP, différents dispositifs de filet ont été utilisés. Cependant, bien qu'il existe un nombre croissant d'études utilisant ces dispositifs pour quantifier les MP dans différents environnements aquatiques, la comparaison des données est difficile en raison du manque de méthodes d'échantillonnage standardisées et harmonisées et d'unités de compte rendu des données. Le dispositif de filet Manta est actuellement la méthode la plus couramment utilisée pour l'échantillonnage en surface de la mer des MP. Les trois principales parties de ce filet sont : la partie flottante/stabilisatrice, l'ouverture de la bouche et le sac de filet, et chacune d'elles peut avoir ses propres spécifications. Ces spécifications, ainsi que les méthodes d'échantillonnage, peuvent être cruciales pour l'efficacité de l'échantillonnage et la quantification précise des MP dans les environnements aquatiques. L'utilisation de différentes tailles de mailles, l'incohérence de la durée, de la vitesse et de la distance de remorquage, ainsi que des dimensions d'ouverture de filet, rendent impossible la comparaison des études entre elles. Cette revue analyse les méthodologies et les caractéristiques des filets Manta utilisés pour l'échantillonnage des MP, discute des facteurs pouvant influencer l'efficacité de l'échantillonnage et la quantification des

MP, et propose des recommandations afin d'améliorer et de normaliser le protocole d'échantillonnage.

Abstract

Microplastics (MPs) (plastic particles <5mm in size) have become the most ubiquitous type of anthropogenic litter contaminating aquatic environments worldwide, and are capable of harming aquatic organisms and entering the food web. Microplastic research has rapidly evolved over several decades, with many studies sampling microplastic in surface waters. For sea surface sampling of MPs, different net devices have been used. But although there is an increasing number of studies using these devices to quantifying MPs in different aquatic environments, data comparison is difficult due to the lack of standardised, harmonised sampling methods and data reporting units. The Manta net device is actually the most commonly used method for sea surface sampling of MPs. The three main parts of this net are: the floating/stabilizing part, the opening mouth and the net bag, and each of them can have its own specifications. These specifications, along with the sampling methods, can be critical for the efficiency of the sampling accurate quantification of MPs in the aquatic environments. The use of different mesh sizes, inconsistency in trawling duration, speed and distance, and in the net opening dimensions, make it impossible to compare the studies between each other. This review analyzes the methodologies and characteristics of Manta nets used for MPs sampling, discussing factors that can impact the efficiency of the sampling and the quantification of MPs, and proposes recommendations in order to improve and standardize the sampling protocol.

Keywords: Microplastics, sampling, manta net, review, methods

1.1.1 Introduction

Microplastic (MPs) pollution represents a growing concern for contemporary society, due to the constant increase in plastic production and its disposal and accumulation in the aquatic environments. Annual plastic production has gone from 10 million tons in 1960 to 368 million tons in 2019 (Plastic Europe, 2020), and these data do not take into account PET (polyethylene terephthalate) fibers, PA (polyamide) and polyacryl. At such a scale, an obvious consequence of this production is the huge amount of plastic litter released into the environment, especially to aquatic ecosystems. The actual amount of plastic that is, released to the aquatic environment is hard to quantify but is estimated at between 5 and 20 million metric tons each year (Jambeck *et*

al., 2015; Isobe *et al.*, 2019). Plastic particles are now found worldwide, even in the remote areas like Antarctica and the Himalayas (González-Pleiter *et al.*, 2020; Hamilton *et al.*, 2021; Ajay *et al.*, 2021).

The number of studies published on MPs pollution in aquatic environments has drastically increased in the last decade (Cowger *et al.*, 2020). Such an increase has yielded a lot of knowledge on the scale of microplastic pollution and highlighted the need to employ the correct evaluation procedure. Analytical methods for identifying the polymer composition of MPs have achieved a broad consensus among scientists, with Raman and Fourier-transform infrared spectroscopy being the two most-used methods for identifying their nature. However, there is no standard sampling method used among studies and no recognised international protocol for surface water MPs sampling (Cowger *et al.*, 2020; Ryan *et al.*, 2020). The most commonly used field sampling methods for MPs in aquatic environment are nets, bottles, buckets and pumps (Hung *et al.*, 2021).

Due to the high variability of MPs spatial distribution, the use of a pump or bulk sampler may not be representative since the covered sampling area is limited (Desforges *et al.*, 2014; Song *et al.*, 2014; GESAMP 2022). The sampled volumes with this method are also limited and overestimation of MPs abundance can be observed (Tamminga *et al.*, 2019). However, these methods present some advantages, they are relatively easy to use and can usually be handled by one person and deployed in area where net trawling is impractical (harbour, shallow areas and near the shore ...). Unlike nets where the mesh size determines the minimum particle sampled, they also allow the very smallest MPs to be collected. An underestimation of the smallest particles can be a problem, especially when they are possibly the most dangerous for marine life.

Trawl nets have been widely used for sampling MPs in aquatic environment as they allow the sampling of large surfaces or volumes of water relatively quickly in order to obtain a representative sample of the studied area (Hidalgo-Ruz *et al.*, 2012; Barrows *et al.*, 2017; Gago *et al.*, 2019). Among the different trawl nets the Neuston net has been after the Manta net the most used in the marine environment for sampling and monitoring MP contamination. However, due to its low reliability with respect to the sampling height within the water column, its design was upgraded to the Manta net design for more stability, buoyancy in the water and precision in the water layer being sampled (Brown and Cheng 1981). The principal difference between the Neuston nets consists in the height of the sampled water layer: Manta generally

samples the first 15–25 cm while the Neuston net samples a larger water layer (generally slightly less than 50 cm). Currently, the Manta net is the most commonly used method for surface sampling MPs in saltwater as well as freshwater systems (Prata *et al.*, 2019; Mai *et al.*, 2018; Razeghi *et al.*, 2021). There are five times more studies that have used Manta net than Neuston net in recent years (**Figure 14**).

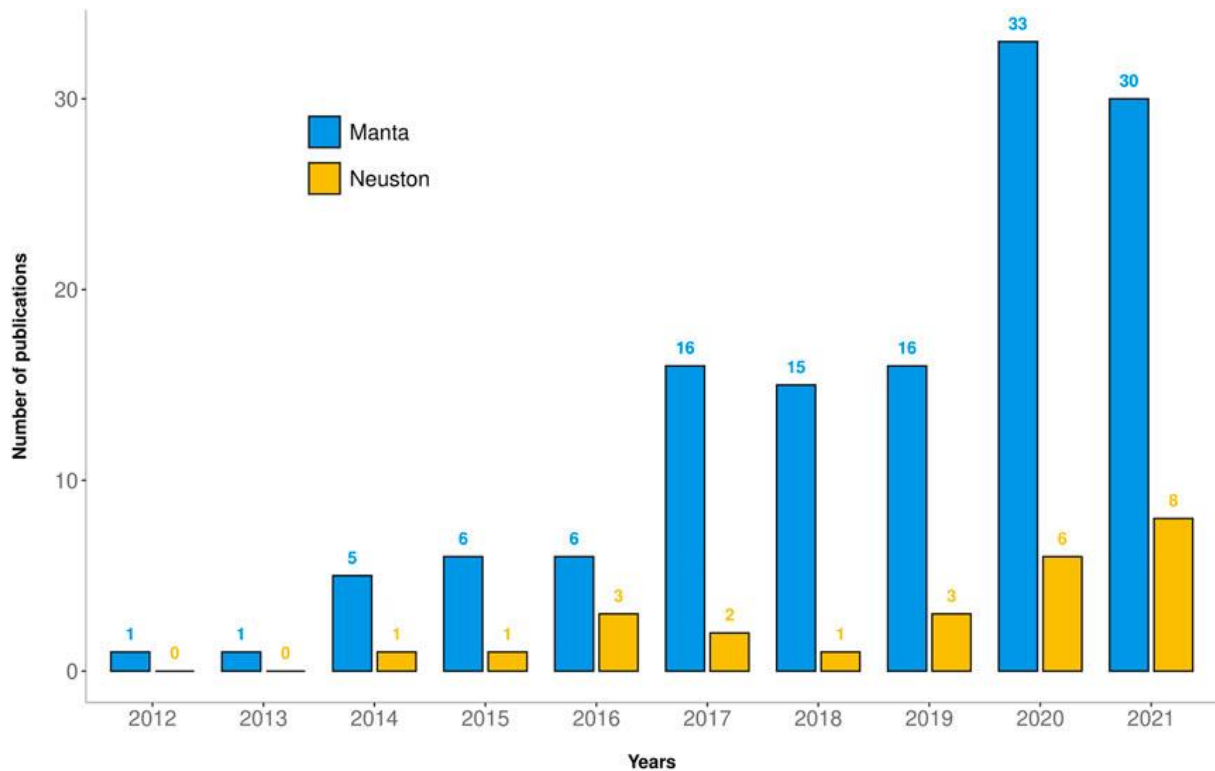


Figure 14 : Number of publications per year using the Manta net (blue) or the Neuston net (yellow) as a sampling method for microplastics on the water surface during the last decade.

Many modifications on the early Manta net have been made and it has been used for collecting surface floating litter in oceans worldwide (Moore *et al.*, 2001; Lattin *et al.*, 2004) and more recently for sampling of MPs (e.g., Eriksen *et al.*, 2013; de Lucia *et al.*, 2014). Still, there is little consistency in the Manta net design with different sizes of the device and sampling criteria in aquatic environments (sampling duration, sampling speed, mesh size used ...).

This review aims to (i) analyze the methodologies and the characteristics of Manta nets used for MPs sampling, (ii) discuss factors that can impact the efficiency of the sampling and the MPs quantification, and (iii) propose recommendations in order to improve and standardize the sampling protocol.

In order to reach this objective an extensive literature review, using a scientific database (Scopus®) and a scientific article browser (Google Scholar®), was conducted to collect all articles published up to October 2021. No article including the Manta net for sampling MPs was identified before 2012. The employed research equations were “manta + microplastics” and “manta + microplastic.” Articles were conserved if the Manta net was directly used in the study for sampling MPs in aquatic environments. From Scopus®, 58 documents were collected, and the query on Google Scholar yielded 1340 documents, from which 71 new articles were included.

The reviewed studies covered all six continents with very different aquatic environments such as lakes, estuaries, rivers, coastal and open seas. The majority of them, 71%, covered seawater sampling in coastal areas **Table 2**, whereas others studied freshwater areas like rivers (Ta *et al.*, 2020; He *et al.*, 2021; Frank *et al.*, 2021a i.e.), lakes (Uurasjärvi *et al.*, 2020; Bertoldi *et al.*, 2021; Felismino *et al.*, 2021, i.e.) or reservoirs (Ramadan and Sembiring, 2020) **Table 2**.

1.1.2 Overview of the Characteristics of Manta Nets

The “Manta Net” was originally designed for collecting organisms and flotsam from the sea surface in the 1980s (Brown and Cheng, 1981). The Manta Net design and name derives from the surface-feeding Manta Ray (*Manta* sp.) because of its paired, anterior extensions flanking the mouth enables it to capture organisms at the ocean surface (Brown and Cheng, 1981). A Manta net consists of a frame part and the collecting net terminates in a collector **Figure 15**. The frame part is generally composed of stainless steel or aluminum, so that the aperture remains the same size during the sampling. These dimensions of the opening vary a lot according to the different studies. The width of the mouth can be from 30 cm up to 120 cm (Wang *et al.*, 2020) and the height varies from 10 to 75 cm (Isobe *et al.*, 2015) **Figure 16**. In the literature analyzed in this review, the most common dimension was 60 cm wide and 15 cm high (**Figure 16**), with half of the studies having apertures with at least one of these dimensions Supplementary Tables S1, S2. On both sides of the frame, the floating parts considered as “wings” or floaters, are able to keep the Manta net floating and stable during the whole sampling process. The floating part is usually the main difference between different models of Manta net outside of its dimensions. Wings can provide a better stability but the floating part can be adaptable towards the position of the Manta net in water.

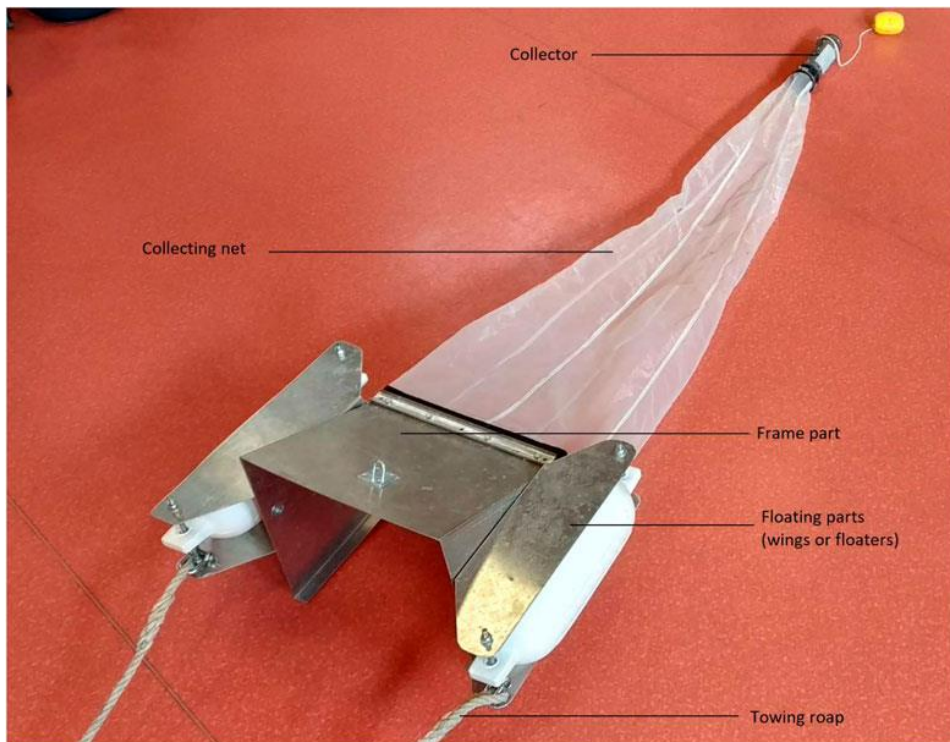


Figure 15 : Picture of a Manta net sampling device.

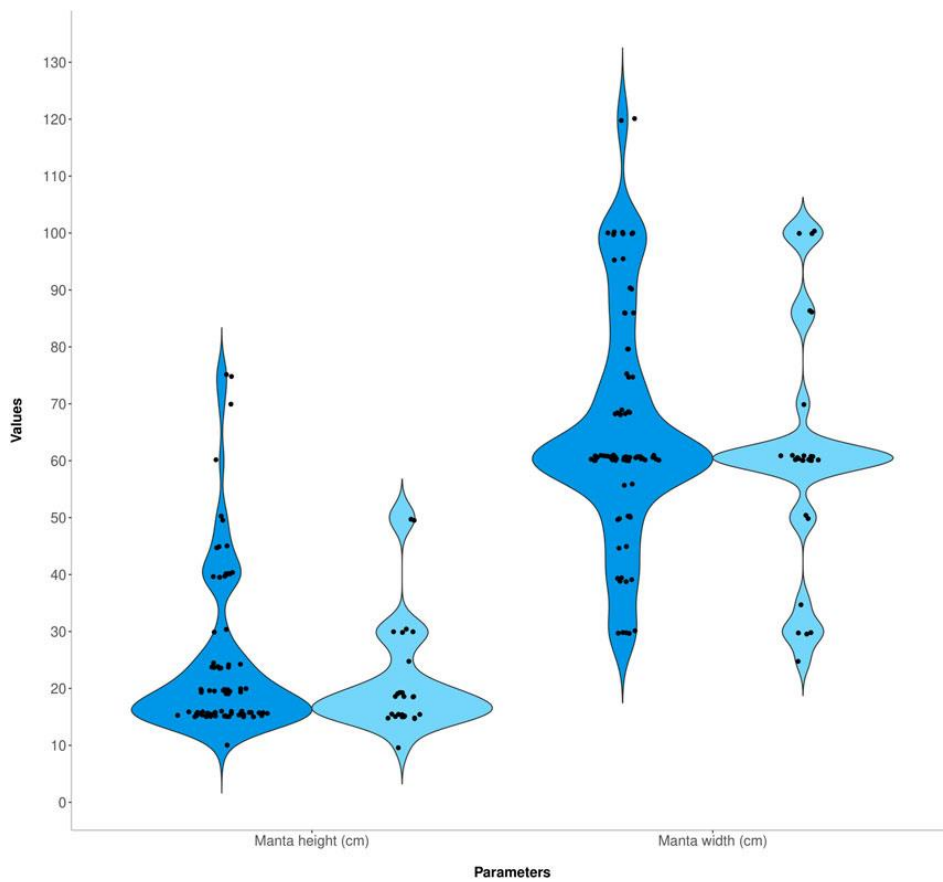


Figure 16 : Distribution of Manta height and width in the reviewed literature, including studies of both saltwater (dark blue) and freshwater (light blue).

The dimensions of the net follow the dimensions of the open mouth for the opening area and the length of net is usually around 200–300 cm (**Figure 17**).

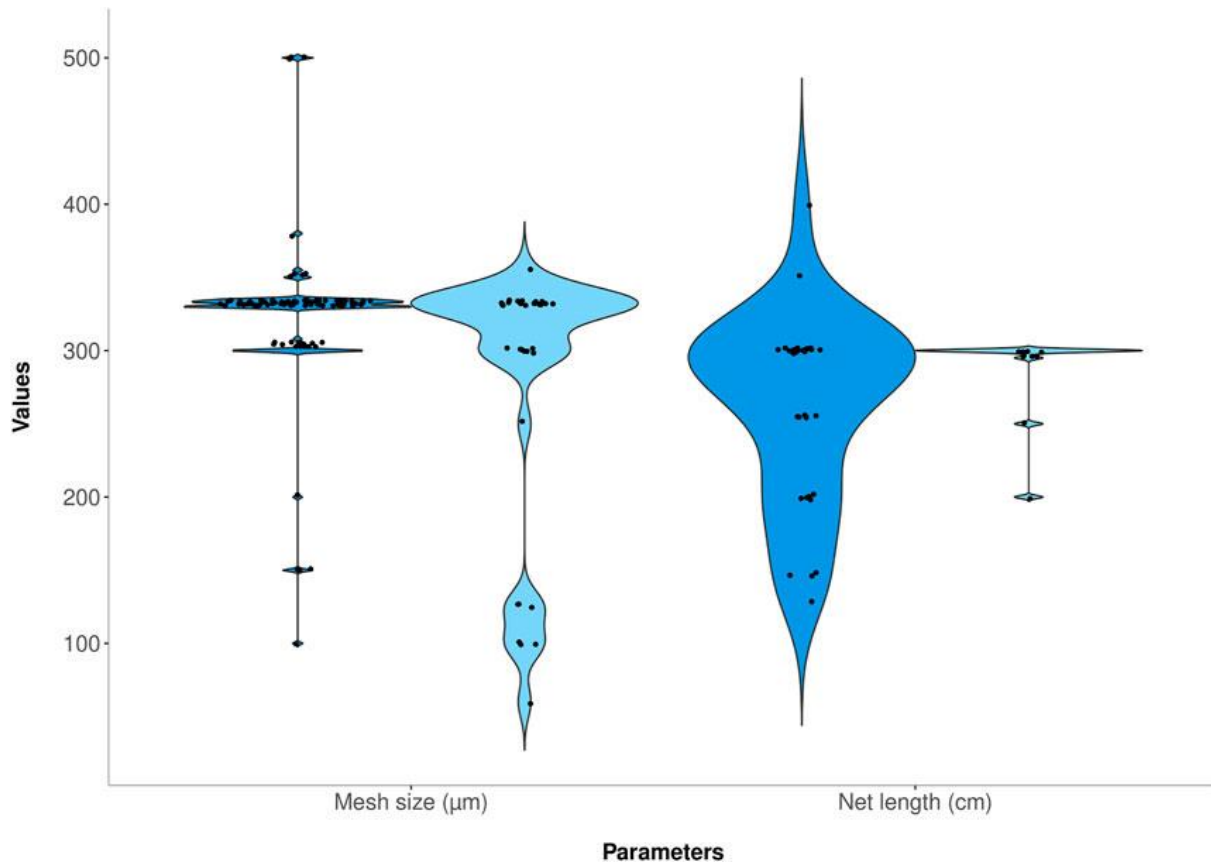


Figure 17 : Distribution of Manta mesh size and net length in the reviewed literature, including studies of both saltwater (dark blue) and freshwater (light blue).

According to 90% of the studies, a mesh size of ca. 300–350 µm is the most widely used **Figure 17**. No particular reason is given for this mesh size except that Manta nets evolved from plankton sampling nets that often have a 330 µm mesh size. Besides 300–350 µm, other mesh sizes were also used in other studies e.g., 52, 60, 100, 125, 150, and 200 µm (Kazour *et al.*, 2019b; Herrera *et al.*, 2020; Ramadan and Sembiring, 2020; Sembiring *et al.*, 2020; Bertoldi *et al.*, 2021; Zheng *et al.*, 2021) **Figure 17, Table 2**.

1.1.3 Sampling Procedures: Wake Zone, Speed, Time and Distance

According to the review analysis, Manta net sampling requires the use of a motorboat or similar vessel, or a sailing boat (Palatinus *et al.*, 2019). The procedure consists of deploying the Manta net from the boat using different techniques to avoid turbulence and possible contamination

from the boat and the sampling device. For example, poles and cables can be deployed from the side of the boat guaranteeing that the Manta net is kept far enough from the boat during sampling (Li *et al.*, 2020b). It is important to deploy the Manta net out of the wake zone (approx. 3–4 m distance from the boat) to prevent collecting water affected by the turbulence happening inside the wake zone. More than 80% of the studies reviewed followed this guideline in an attempt to avoid contamination caused by the boat.

The Manta trawl is towed horizontally and against the current. The hauling speed is an important parameter to take into consideration (Gago *et al.*, 2019). Considering all the studies reviewed, 76% performed the MP sampling at a speed below 3 knots, but five studies (6%) sampled at a higher speed of around 4 to 5 knots (Green *et al.*, 2018; Anderson *et al.*, 2017; Ruiz-Orejón *et al.*, 2018; Green *et al.*, 2018; Teng *et al.*, 2020) **Figure 18**. The AVANI trawl designed by Eriksen *et al.*, 2018 can sample at higher speeds such as 8 knots. These high speeds always occurred on the open sea and while it reduces the time of sampling, it also results in the net becoming clogged more quickly. In contrast, six different studies employed a null speed sampling (Warrack *et al.*, 2017; Deocarís *et al.*, 2019; Constant *et al.*, 2020; Mora-Teddy and Matthaei, 2020; Wong *et al.*, 2020; Frank *et al.*, 2021a), which is only possible in rivers or streams where the current allows the MPs to be drawn into the net. The remaining studies did not mention any speed for the sampling step.

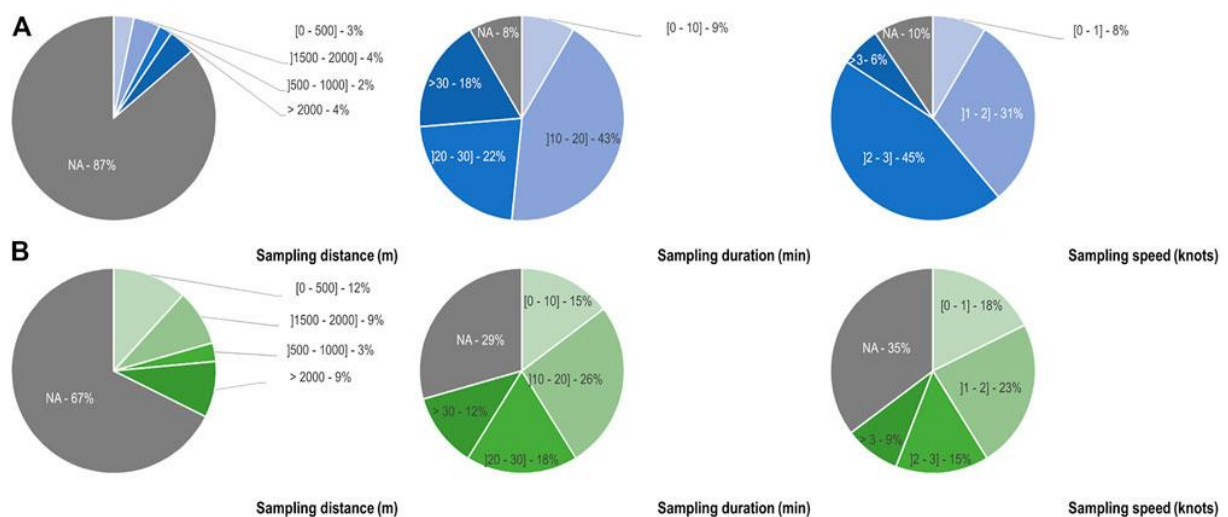


Figure 18 : Dispersion of sampling distance, sampling duration and sampling speed of the reviewed literature including studies made in seawater (A) and freshwater (B).

The sampling speed influences the duration of the sampling that was also as a variable factor among the different studies. The sampling time ranged from 5 to 90 min with an average of 20 ± 5 min observed in 54% of studies Supplementary Tables S1, S2; **Figure 18**. The sampling time parameter has been studied by Michida *et al.* (2019), the authors recommended a sampling time of 20 min when the conditions allow it. The authors indicate that a 20 min sampling time is a good compromise between volume sampled and potential clogging problems. However, if the density of objects at the surface is too dense i.e., plankton, algae, fish eggs, the sampling time should be reduced. Some studies specified that if the particles of the water are too dense, a sampling time lower than 30 min is recommended (Viršek *et al.*, 2016). A longer sampling time, higher than 90 min, can also lead to complications such as clogging of the net.

The distance covered during sampling is only reported in 16% of all the studies reviewed, Supplementary Tables S1, S2; **Figure 18**, mainly due to the fact that it can be deduced only with the sampling speed and duration or the number of rotations given by the flowmeter if one is used.

1.1.4 A Forgotten Parameter: Replicates

Another point exhibited in this review was that only 21% of the studies performed replicate sampling Supplementary Tables S1, S2. Replicate MP sampling is usually complicated by, for example, an inability to sample back and forth over the same sector. Moreover, it is also time consuming and the weather conditions can complicate the sampling. However, the results of replicate sampling at a location could better represent the real level of MPs in the studied environment. Three replicates of 10 min each instead of one sampling of 30 min are a good compromise between feasibility and a sufficiently representative sampling of the environment. Indeed, in this case, the risk of the net clogging or suffering another incident while sampling would be reduced. Moreover, comparison between these 3 replicates could be reported to gain an enhanced picture of variability in MP pollution at a given site.

1.1.5 Volume Sampled, Requirement of Precise Tools

In the studies reviewed here, the sampling area was calculated by multiplying the towing distance by the width of the trawl Supplementary Tables S1, S2. The volume of water was estimated using a flowmeter, or else by calculations based on the distance travelled by boat using a GPS at a constant speed, and then multiplying by the width of the Manta net frame (Stock *et al.*, 2019). The sampling volume was clearly mentioned in only 11% of the reviewed studies. The sampled water volume was generally calculated using the following formula:

sampled height underwater x width of the trawl x sampled distance. The sampled distance was calculated as “number of rotor rotations” x “flowmeter constant” when a flowmeter was present during the sampling. However, because the net’s immersion depth changes constantly with waves, wind and boat movement, it is difficult to accurately calculate the volume of water being filtered (Karlsson *et al.*, 2020; Felismino *et al.*, 2021). Most of the studies defined the water height approximately by considering “half of the Manta was submerged” (Felismino *et al.*, 2021; He *et al.*, 2021; Schmidt *et al.*, 2021).

A study that has been reviewed here focused on developing an accurate method to measure the height of the water in order to obtain an accurate sample volume (Karlsson *et al.*, 2020). The authors used a camera placed in front of the mouth opening of the Manta net which can follow and therefore estimate the height of the water during the sampling process. The study shows that a 30 min sampling with a few centimeters of height’s difference can lead to a huge difference in the sampling volumes. For example, an error of 48% was observed according to where the height is measured, between the lowest or the highest point reached by water (Karlsson *et al.*, 2020). According to (Michida *et al.*, 2019), the measurement of the water’s height remains an issue when using a Manta net and can lead to under- or over-estimating the volume sampled and the resulting concentration of MPs.

Attention should always be paid to the method used for measuring the volume sampled. Flowmeters and GPS methods for computing volume sampled can give very different results and can result in a halving or doubling of the MPs abundance (Gago *et al.*, 2019). Using only the GPS could lead to misinterpretation of the distance travelled, for example, while the clogging effect and the currents also affect the real sampled volumes.

1.1.6 Survey of Microplastics in the Water Surface Affected by the Opening Mouth and Environmental Factors

Most of the reviewed studies referred to the Manta method for sampling surface and subsurface water without actually indicating the sampled depth Supplementary Tables S1, S2. The highest reported sampled depth using the Manta net was around 50 cm (De Lucia *et al.*, 2014; Pini *et al.*, 2018). However, the average sampled depth in all studies corresponds to 25 cm, which could be defined as a standard depth in upcoming standardized sampling methods. Naturally, and as previously discussed, the sampled depth is also largely dependent on the aperture characteristics.

Sampling with a Manta trawl requires relatively calm conditions to function properly (Anderson *et al.*, 2017). Particles on the surface and the subsurface water are usually very dependent on meteorological and hydrodynamic factors such as wind, waves, currents and temperature (Drivdal *et al.*, 2014; Kukulka *et al.*, 2012). These phenomena can lead to the transport and the mixing of particles between surface and the subsurface water layers, and can be computed using wind speed and wave heights analysis (Kukulka *et al.*, 2012). Collecting metadata related to those factors (meteorological and hydrodynamic) is thus very important during MPs sampling using a Manta net in order to better interpret the results. Studies showed that the wind's speed and direction can interact with the presence of MPs in the environment by moving them from one environment to another (Collignon *et al.*, 2012; Frias *et al.*, 2020), and their concentration can also increase with rainfall and storm water runoff (Moore *et al.*, 2001; Free *et al.*, 2014; Sutton *et al.*, 2016). The boat's speed during sampling might also cause water turbulence that modifies the particles' movement in the water column.

Along with meteorological and hydrodynamic factors, the physical properties of water, i.e., its density (mainly impacted by the temperature and the salinity), also impact the position of the MPs in the water column (Prata *et al.*, 2019). This latter could also be modified by biofouling mechanisms that increases the density of particles (Kooi *et al.*, 2017). Hence, in the same area, the type of polymers found at a depth of 40 cm can be different from those found at 15 cm depth (Lenaker *et al.*, 2019). According to the reviewed studies, most of the polymers found onto the water surface and subsurface were PS (polystyrene), PE (polyethylene) and PP (polypropylene) (Frère *et al.*, 2017; So *et al.*, 2018; Aigars *et al.*, 2021) Supplementary Tables S1, S2. These polymers have a density lower than 1 g/cm³, while PVC (polyvinyl chloride) or PET are more likely to be located deeper in the water column and in the bottom sediment due to their higher densities (Lenaker *et al.*, 2019). But the opposite phenomenon is also observed when plastic particles with higher density than seawater are found at the surface and low-density polymers in benthic sediment (Suaria *et al.*, 2016; Kaiser *et al.*, 2017; Teng *et al.*, 2020). Biofouling can be one explanation for these observations, when microorganisms that have high density develop on low density particles and chaotic behaviors of the water column transport high-density particles to the surface (Kooi *et al.*, 2017). High-density particles were identified in 9% of the publications whereas lower density PE was characterized in 92% of the publications (Supplementary Tables S1, S2). Overall, all sampling methods considered, few studies have reported the distribution of polymers in the water column, and the impact of environmental

phenomena like biofouling or weathering on the distribution of MPs in the water column are still poorly understood and need further development (Kooi *et al.*, 2017).

1.1.7 Characteristics of the Net Impacting the Sampling

As previously mentioned, different sizes of the Manta's net opening structure are reported in the literature, and no standard net size was used. The Manta nets used in freshwater and seawater are of similar sizes (opening and length) in terms of dimensions **Figure 16**, except for one device used in saltwater that was bigger than usual with a width of 100 cm (Pan *et al.*, 2021). Smith *et al.* (1968) conducted an extensive series of instrumented net tows using nets of different shapes (cone and cylinder) and found that the clogging rate of the net depended on four factors:

- 1) The composition and the density of suspended materials in the water. Coastal waters with generally higher particle loading than oceanic waters will cause clogging to occur more rapidly.
- 2) The mesh size—the smaller the mesh size, the faster the net was clogged.
- 3) The ratio of filtering area to mouth area—the smaller the ratio the faster the clogging. For plankton net, the recommended ratio between the mesh-filtering area and the mouth area is a minimum of 6:1 (Tranter *et al.*, 1968) for a mesh size of 0.3 mm and a ratio of 9:1 when using a net with smaller mesh openings (Saito, 2018).
- 4) The shape of the net—a cone net resisted clogging the best, closely followed by the cylinder-shaped net.

The clogging problem being mostly not reported in the reviewed publications, no precise information can be deduced. For example, few studies measure and adapt their sampling according to water turbidity or the density of suspended materials in the water (mesh size use, trawling duration).

The mesh net size seems to be the main factor affecting the sampling of MPs using a Manta net. Viršek *et al.* (2016) gave guidelines to sample MPs on the surface water with a Manta net and invoked the risk of nets getting clogged during sampling. The authors recommended 300 µm as the best mesh size to avoid any clogging problems, and Berov and Klayn 2020 offered the same advice. Excepting these two papers, no publication specifically focused on the clogging problem and how to solve it. Nevertheless, almost a third of the reviewed studies mentioned that clogging was problematic, and that they overcame this problem by using a mesh

size of at least 300 μm and lowering both sampling time (around 20 min) and speed (less than 3 knots).

The reviewed studies highlighted that 90% of the authors used a mesh size around 300 μm **Figure 17**, but this size of mesh has been proven to underestimate the amount of MPs in both surface and subsurface water (Lindeque *et al.*, 2020), especially when the concentration of MPs increases as the size distribution decreases (Kooi & Koelmans 2019). For example, the risk of underestimating microplastic pollution using higher mesh sizes investigated by Lindeque *et al.* (2020) showed that a 100 μm mesh sampled 2.5 times more MPs than to a 300 μm mesh and 10 times more than a 500 μm mesh.

The mesh size may directly influence the quantity of MPs sampled, but also has an impact upon the shapes of MPs collected, with beads only being sampled by a mesh size of 100 μm (Lindeque *et al.*, 2020). The microplastic contamination while sampling with a Manta net mainly comes in the form of textile fibers according to (Gwinnett and Miller, 2021), but the Manta net sampling method is known to underestimate the fibers sampled in the environment as mentioned before, and fibers with a diameter <20 μm may not be retained (Ryan *et al.*, 2020; Gwinnett and Miller, 2021). Hence, estimations of plastic fiber pollution levels derived from Manta net sampling should be made with this caveat.

According to the reviewed publications, the smallest ratio of filtering area to mouth area was around 8.6:1, a ratio which stills follow the instructions given by Tranter *et al.* (1968) and all the publications report the use of a cone shape net.

There are important sampling implications resulting from progressive net clogging, since the water ceases to be uniformly sampled as water will be pushed out of the net resulting in an underestimation of the collected MPs. As the pressure difference between the inside and the outside of the net increases, more particles are also extruded through the mesh. Once again, the use of a flowmeter could correct these effects due to the fact that it will give the exact amount of volume sampled by the Manta net (Gago J. *et al.*, 2019).

1.1.8 Procedures to Avoid Contamination on the Field

Contamination during the sampling procedure is a point that has been reported in 25% of the reviewed studies, although it is crucial. Indeed, during field sampling most of the researchers

had not really addressed ways to avoid environmental contamination, which is far more difficult than evaluating the contamination during laboratory analyses. Blank analyses can still be carried out by putting filtered Mill-Q water in an open stainless steel or glass container in order to analyze the atmospheric fallouts during the Manta net trawling. Systematically, the use of plastic tools must be avoided during the sampling and samples treatment, except if no stainless steel/glass tools alternative is available, in order to avoid contamination as much possible. A blank sample should also always be analyzed, when possible, at every step during the treatment and conditioning of the sample to check for possible contamination during the various stages of the process. Moreover, some parts of the Manta net device are often made of plastic polymers, such as the net that is, usually made of nylon, or the cod end collector that is, made of PVC. These plastic parts can be collected, analyzed and integrated in identification databases, in order to avoid overestimation of MP loads due to contamination by sampling devices (Scopetani *et al.*, 2020).

1.1.9 Expression of Results

There is no standardized way of expressing the results among the studies. Slightly more than half of the reviewed publications present a number of particles per volume, usually a number of particles per cubic meter Supplementary Tables S1, S2. This percentage goes up to 78% of the reviewed studies located in streams or rivers are expressed with this unit, **Table 2**. Indeed, this unit permitted the quantification of the MPs transported over a period amount of time, because the average water flow is usually known for a river or a stream. Another way of expressing the results is to give a number of particles per surface, as for example, 34% of the publications which expressed results as particles per square kilometer, Supplementary Tables S1, S2. This unit is more likely to be concern vast, open-water areas of seawater, or else very large freshwater areas such as the Great Lakes (Cable *et al.*, 2017). However, this expression of results could lead to under or over estimation as the height of the water sampled is not considered and, therefore, it is hard to know which height of the water column has been really sampled. In addition, if the trawling speed is not constant, the volume of the water sampled will be affected. A third unit, reported in only 4% of the reviewed publications, was the expression of MPs mass per surface area, usually in milligrams per square kilometer (Hendrickson *et al.*, 2018; Li *et al.*, 2021a). Finally, the remaining studies (7%) presented their results as a number of particles per transect of sampling, which reported the number of MPs found at every transect. Hence, there remains a lack of homogeneity in the expression of results among the studies of MPs' abundance obtained with Manta net sampling Supplementary Tables S1, S2. These

different units to express results make it impossible to compare the results among studies, even if the authors used the same settings during the sampling. The normalization of a harmonized system for expression of results would allow comparisons of the various studies and contribute to a better estimation of the extent and impact of MP pollution.

1.1.10 Proposition of Recommendation for Manta Net Sampling in the Frame of Harmonization

The future for sampling MPs with a Manta net would require first a harmonization and then a standardization of all the parameters in order to compare all data produced worldwide. Some characteristics should be described in order to obtain a more precise version of the protocols proposed, for example, by Viršek *et al.*, 2016; Michida, Y., *et al.*, 2019 and Cowger *et al.*, 2020.

First, we recommend that sampling be always carried out under calm conditions, to limit the effects of turbulence on the water column. Sampling should not be carried out when timing and conditions are unsuitable, such as during high densities of natural particles or organisms, i.e., algae and plankton blooms (Michida, Y., *et al.*, 2019). The environmental conditions, i.e., important metadata, should also always be recorded while a sample is collected, and include measurements of wind speed and direction, wave height, tide coefficient, sea temperature and weather conditions such as precipitation to allow comparisons with other survey results (Michida, Y., *et al.*, 2019). Observation of the environmental conditions of the preceding few days is also very important, and can give good leads to explain the concentration of MPs in the water (Free *et al.*, 2014; Sutton *et al.*, 2016). It is recommended that the water turbidity be measured before each sampling campaign in order to adjust the Manta trawling time or distance and avoid clogging problems.

Secondly, the Manta net should be deployed horizontally in a counter current to optimize the sampling. Ideally, the device should be deployed from the side of the vessel (approx. 3–4 m distance from the boat) to avoid the disturbance from the ship's wake, as well contamination from the ship itself.

The boat used for sampling with a Manta net should sail under 3 knots to properly stabilize the sampling net and to avoid tearing it by accident and to avoid turbulent inflow at the net mouth (Michida *et al.*, 2019) **Table 1.**

Table 1 : Recommended parameters while sampling with a Manta net according to the publications reviewed. W: width, H: height, L: net length.

<i>Sampling speed</i>	<i>Sampling duration</i>	<i>Manta's dimension (W*H*L)</i>	<i>Mesh size</i>	<i>Water height sampled</i>	<i>Number of replicates</i>
< 3 knots	< 15 minutes	60*25*200 cm	~ 300µm	23-25 cm	> 3

The opening of the Manta net should always be just above the water surface by ca. 2 cm, in order to avoid excessive variation of the water height and limit atmospheric contamination.

A standardized size of the opening of the Manta should be defined: here we recommend that 25*60 cm is retained as a standardized size for the opening, not least because it is one of the most common dimensions used and hence will permit greater exploitation of previously gathered data **Table 1**.

The length of the sampling net should always be greater than 150 cm, if the above recommendations for the dimensions of the opening are followed, in order to avoid potential clogging problems. The recommended ratio between the mesh-filtering area and the mouth area of at least 6:1 should be respected.

The most widely used mesh size of 300 µm should be retained in order to preserve all the data background on the studies sites (Michida *et al.*, 2019; Cowger *et al.*, 2020) **Table 1**.

Replicates should always be carried out to improve the representativeness of the obtained results. To avoid clogging and other incidents while sampling, three replicates of a relatively short amount of time (between 10 and 20 min depending on the environmental conditions) seem to offer the best compromise between feasibility and representativeness of the sampled environment when compared with a long transect of 30 min or more **Table 1**.

Tracking the volume sampled is a major challenge while sampling with a Manta net: we recommend that a flowmeter should be used for every transect and placed in the middle of the opening during the whole sampling process. In this way, the volume sampled should be as precise as possible and uncertainty due to changes of water currents or any clogging effect can be reduced.

When possible, we recommend recording the net immersion depth during each sampling run for accurate calculation of the filtered water volume (Michida, Y., *et al.*, 2019).

Contamination should be avoided as much as possible and attention should be paid in particular to contamination from fibers, as it has been proven that fiber abundance is underestimated while sampling with nets methods (Gwinnett and Miller, 2021). An environmental blank should be performed for every replicate during the sampling run, by placing filtered Milli-Q water in an open, stainless steel or glass container in order to analyze the atmospheric fallouts during the Manta net trawling. The results obtained with the blank should always be reported and subtracted from the water sampling results in order to correct obtained data and potential future data.

After each sampling event, the Manta net should be rinsed from the outside with water pumped from the environment (Viršek *et al.*, 2016), the full area of the net has to be rinsed carefully in order to collect all the particles trapped in the cod end. The collector should then be removed from the main part and rinsed with filtered Milli-Q water directly into a glass container that has been cleaned with filtered ultra-pure water.

The results should also be expressed in all the units that are available in order to facilitate comparisons with other studies. We recommend that the results are expressed in particles per volume and area, as well as in mass per volume and area whenever possible.

The development of a sampling method which meets all of these characteristics will improve precision of the results and the comparability of levels of MPs contamination between studies and sampling sites. An interesting avenue for the future of MPs sampling would be to develop a new sampling device that combines the advantages of the Manta net with a large volume of water sampled but with greater stability to sample a constant height of water and presenting ease of use without having to use a boat and thus avoiding the sampling problems associated with the boat effect and contamination as described in this review. Such a device can be inspired by the use of an adapted and standardized aquatic drone that facilitates sampling in different aquatic environments regardless of depth or distance from the shore. It will also allow to explore more easily the contamination of aquatic environments by MPs according to a standardized protocol and will also enable sampling replicates to be carried out more easily.

Author Contributions

GP: conception of the article, collected and analyzed the data, developed the initial text and updating the article as per the suggestions; PD: conception of the article, revised the text and make substantial contributions towards genesis and design of the article; MK: revised the text and make substantial contributions towards genesis and design of the article; AD: designed the figures for descriptive statistics and revised the text and make substantial contributions towards genesis and design of the article; GD: revised the text and make substantial contributions towards genesis and design of the article; MD: contribution towards genesis and design of the article; RA: Conceptualization and methodological development of the study, revised the text and make substantial contributions towards genesis and design of the article.

Funding

This review is part of a PhD project named “Microplastics: Assessment of the contamination of organisms and aquatic environments in connection with the human consumption of aquatic product” funded by Université du Littoral Côte d'Opale, France as part of the IFSEA Graduate School. This work has been partially financially supported by the European Union (ERDF), the French Government, the Région Hauts-de-France and IFREMER, in the framework of the project CPER IDEAL 2021-2027.

Conflict of Interest

The authors declare that the research was conducted in the absence of any commercial or financial relationships that could be construed as a potential conflict of interest.

Acknowledgments

The authors are grateful to Dr. Mike Howsam for help with English proofreading. The authors would like to thank the Structure Fédérative de Recherche (SFR) Campus de la mer (France) for their support of Open access publication cost.

1.1.11 Supplementary Materials

Table 2. Overview of microplastic studies that used the manta net in saltwater and freshwater (N.A. is noted when informations were not communicated)

Saltwater												
Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of particles	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates	
2.5-3.0 knots	11-17min	N.A.	100*21cm	330µm	N.A.	N.A.	4461 items.km ⁻²	PA, PU, PS, PP, PE and PET	South Brazil	Lacerda <i>et al.</i> 2022	3	
1.5-2 knots	15min	N.A.	40*70*260cm	335µm	N.A.	N.A.	3.52 (± 8.81) items/m ³	Mainly PE, PP and PS	Cabrera Marine Protected Area (Western Mediterranean Sea)	Fagiano <i>et al.</i> 2022	3	
3 knots	10min	N.A.	N.A.	330µm	N.A.	N.A.	20.1 ± 11.6 items·km ⁻²	Mainly PP, ACR, PE and PS	Ría de Vigo, NW Spain	Carretero <i>et al.</i> 2022	N.A.	
3 knots	25-30min	N.A.	30*15cm	335µm	10cm	N.A.	5.16 × 10 ⁵ particles/km ² and 3.11 × 10 ⁵ particles/km ²	Mainly PP, PS and PE	Chao Phraya River Estuary, Thailand	Oo <i>et al.</i> 2021	N.A.	
2 knots	60min	N.A.	0.175 m ²	300µm	N.A.	639.1 ± 197.4 m ³	0.09 to 4.43 items m ⁻³	Mainly PE, PP, and PS	Baltic Sea and the Gulf of Riga	Aigars <i>et al.</i> 2021	N.A.	
1-2 knots	10-40min	N.A.	60*16cm	333µm	N.A.	30-130m ³	0.06 particles/m ³	Mainly PE, PP and polyester	Svalbard's coastline	Carlsson <i>et al.</i> 2021	2-5	
0 knot	60min	0	N.A.	300µm	20cm	64-208m ³	3.47-0.20 particles/m ³	PE, PP, PS, PET, PA and PVC	Po river, Italy	Munari <i>et al.</i> 2021	N.A.	
1 knot	60min	N.A.	0.10m ²	333µm	N.A.	Known	1.7 to 2.0 MPs/m ³	Mainly PP and PE	EUL and Mazatlán Bay, Mexico	Rios-Mendoza <i>et al.</i> 2021	N.A.	
2 knots	30min	N.A.	14*43.5cm	333µm	N.A.	Known	0.031 ± 0.030 MPs/m ³ and 4.768 ± 4.490 MPs/m ²	Mainly PE and PP	Revillagigedo Archipelago National Park, Mexico	Pelamatti <i>et al.</i> 2021	N.A.	
2-3 knots	20min	N.A.	40*70cm	150µm	20cm	N.A.	0-0.308 items/m ³	N.A.	Marseille Bay (NW Mediterranean Sea)	Schmidt <i>et al.</i> 2021	N.A.	
2.5 knots	30min	N.A.	60*16cm	335µm	N.A.	189.6 ± 33.9 m ³	0.058 ± 0.043 particles/m ³	Mainly PE, PP, PMMA	Arctic Ocean,	Hänninen <i>et al.</i> 2021	N.A.	

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of particles	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
									Northern Atlantic Ocean and the Baltic Sea		
2 knots	15min	N.A.	50*100cm	330µm	N.A.	10 2320 m3	0.003- 2.09 items/m ³	Mainly PP, PE, PS	Pearl River Delta (China)	Cheng <i>et al.</i> 2021	N.A.
0.2 – 2.5 knots.	20min	N.A.	80*40cm	330µm	N.A.	N.A.	Averages of 276.1857 ± 347.07 to 3497.02 ± 7789.29/km ²	N.A.	Marmara Sea (Turkey)	Erkan <i>et al.</i> 2021	N.A.
3 knots	30min	N.A.	61*16cm	330µm	N.A.	N.A.	0.0026 ± 0.0096 particles/L	Mainly PE and PP	San Francisco Bay	Zhu <i>et al.</i> 2021	N.A.
2-3 knots	20min	N.A.	15*60 cm,	330µm	N.A.	Known.	0.86 ± 0.35 items/m ³	PE,PP,PS	Bou-Ismaïl Bay, Algeria	Setiti <i>et al.</i> 2021	N.A.
2-3 knots	30min	N.A.	60*40 cm.	500 µm	20cm (half of the mouth)	1829 m3 (260 m ³ per sample)	0-0.12 items/m ³	HDPE	North Atlantic Gyre, the Western Atlantic, the Equatorial zone and the South Atlantic Gyre	Silvestrova and Stepanova, 2021	N.A.
1.5-2.0 knots	20min	N.A.	300cm long	150µm	N.A.	Known	0.13–0.24 items/m ³	Rayon, PES, PVC, PE, PP, PVA and PS	Jiaozhou Bay (China)	Zheng <i>et al.</i> 2021	4
3 knots	15-20min	N.A.	61*16*300cm	330µm	N.A.	Known	0.313 mg m ⁻²	PP, PE, PR, PS, PES, PA, PAN, PVC, PEUR, PET	Eastern Indian Ocean	Li <i>et al.</i> 2021b	None
3 knots	15min	500m	60*100*300cm	330µm	60cm at different depth (11, 7,6, 26, 12, 17m)	250-350 m3	1.66 ± 1.41 particles m ³	PE, PP, PA, PE-PP copolymers, PS, PES, and PET	Dongshan Bay (China)	Pan <i>et al.</i> 2021	None
2.5 knots	30-60min	N.A.	16*60cm	300µm	10cm	N.A.	5576 to 379,965 items·km ⁻²	N.A.	North-Western Mediterranean Harbors	Tesán and Onrubia <i>et al.</i> 2021	N.A.

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of particles	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
1.5 knots	30min	N.A.	0.61*0.095m	355µm	9.5cm	Known	1.32 ± 0.70 MPs/m ³	Mainly PE and PP	Monterey Bay National Marine Sanctuary, California	Kashiwabara <i>et al.</i> 2021	N.A.
2-3 knots	20min	N.A.	0.45m ²	300µm	N.A.	Known	0.62 MPs/m ³	Mainly PE, PP, PS and nylon	Benoa Bay, Bali, Indonesia	Suteja <i>et al.</i> 2021	N.A.
2-3 knots	15min	1km	15*30cm	300µm	N.A.	Known	N.A.	PE, PA, PVC, PS and PP	Okinawa, Japan	Ripken <i>et al.</i> 2021	N.A.
N.A.	10min	N.A.	40*70*260cm	100µm	N.A.	N.A.	1.01 ± 0.815 MPs/m ³	Mainly PE, PP, and PE/PP copolymer	Iqaluit, CANADA	Hamilton <i>et al.</i> 2021	N.A.
2 knots	20min	N.A.	30*15*200cm	300µm	N.A.	Known	0.04 ± 0.01 to 3.42 ± 2.28 MPs/m ³	N.A.	central Adriatic Sea (Italy)	Capriotti <i>et al.</i> 2021	N.A.
N.A.	15-50min	N.A.	15*60cm	330µm	N.A.	N.A.	28 000 and 963 000 items/km ²	N.A.	White, Barents and Kara Seas	Tošić <i>et al.</i> 2020	None
2 knots	20min	N.A.	15*61cm	300µm	N.A.	Known	0.56 ± 0.33 MP m ⁻³	PP, PE, nylon 6 and PA	Galway bay (Ireland)	Frias <i>et al.</i> 2020	None
1-2 knots	15min	N.A.	20*60cm	330µm	N.A.	Approximated	0.160 (± 0.287) particles/m ³	Mainly PE and PP	Chesapeake Bay (USA)	Bikker <i>et al.</i> 2020	N.A.
1-2 knots	10min	N.A.	20*40cm	330µm	19.5cm	Known	1.12 to 4.73 particles/m ³	N.A.	South Korea coasts	Kwon <i>et al.</i> 2020	N.A.
1.5-3 knots	15-30min	N.A.	40*70*200cm	335µm	N.A.	Known	858,029 ± 4,082,964 items/km ²	Mainly LDPE and HDPE. Also PVA	Balearic Islands	Compa <i>et al.</i> 2020	3
1 knot	60min	4-5km	16*61*300cm	333µm	8cm	Known	0-0.46 p/m ³	PE, PP, PS, and PA	Coasts of Sweden	Schönlau <i>et al.</i> 2020	2
2-3 knots	20min	N.A.	15*30cm	300µm	N.A.	Known	1.25 ± 0.88 particles/m ³	PE, cellulose, RY, PP, PL	southwest coast of India	Robin <i>et al.</i> 2020	N.A.
2 knots	15min	N.A.	25*55*145cm	330µm	N.A.	Known	0.36 ± 0.21 items/m ³	Mainly PE, PP, PS and PA	southwest coast of Taiwan	Chen <i>et al.</i> 2020	N.A.

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of particles	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
5 knots	10min	N.A.	15.8*100*300cm	333µm	N.A.	Known	1.7 ± 1.5 particles/m ³	PET, CP, PP, PAN, PE, PVAc, PA, PS, PPO	Laizhou Bay, China	Teng <i>et al.</i> ; 2020	N.A.
1.5-2.5 knots	30-90min	N.A.	15*90cm	500µm	N.A.	Known	N.A.	N.A.	Eastern North Pacific	Egger <i>et al.</i> ; 2020	N.A.
3 knots	20min	N.A.	25*60cm	200µm	N.A.	N.A.	C.I.: 194,951 p/km ² M: 69,626 p/km ² A: 173,811 p/km ²	N.A.	Canary islands, Madeira, Azores	Herrera <i>et al.</i> ; 2020	2-4
2 knots	N.A.	0.67 ± 0.05 km	15*84cm	300µm	N.A.	84.5 ± 6.3 m ³	41.5 ± 30.05 items.km ⁻²	N.A.	Bulgarian Black Sea	Berov <i>et al.</i> ; Klayn 2020	N.A.
2 knots	20-30min	N.A.	15*90*350cm	333µm	N.A.	Known	0.01 to 0.70 pp/m ³	Mainly PP and PE	Todos Santos Bay, Mexico	Ramírez-Álvarez <i>et al.</i> ; 2020	N.A.
<1knots	30-60min	N.A.	30*38*150cm	330µm	N.A.	N.A.	83,804 p/km ²	Mainly PE and PP	Barcelona coast	Camins <i>et al.</i> ; 2020	6
N.A.	N.A.	N.A.	20*67.5cm	300µm	10cm	62m ³	0.18 and 0.92 p/m ³	LDPE, HDPE, PMMA, PP, PS, PA	Gullmar Fjord (Sweden)	Karlsson <i>et al.</i> ; 2020	2
1-3 knots	30min	N.A.	30*80*300cm	335 µm	15cm	Known	0.45 ± 0.52 items m ⁻³	PE, PP and Copolymer PP/PE	Portuguese Estuary and Marine Park	Rodrigues <i>et al.</i> ; 2020	N.A.
2 knots	35min	Known	40*120*300cm	333µm	N.A.	Known	34,039 ± 25,101 MPs/km ²	Mainly PE, PP, PS and PET	mid-west Pacific Ocean	Wang <i>et al.</i> ; 2020	N.A.
2-3 knots	30min	N.A.	15*30cm	335µm	N.A.	Known	46.98 and 107.63 pieces/m ³	N.A.	Northwest Coast of Peninsular Malaysia	Najihah <i>et al.</i> ; 2020	N.A.
< 3 Knots	30min	N.A.	18*60cm	335µm	N.A.	Known	0.28 items m ⁻³	Mainly PS, PE and PP	South Pacific region	Bakir <i>et al.</i> ; 2020	N.A.
1.5-2 knots	15min	N.A.	45*95*300cm	330µm	N.A.	Known	0.49 ± 0.18 MPs/m ³	PE, PP, PS and few PET	Bohai Sea, China	Zhang <i>et al.</i> ; 2020b	N.A.
N.A.	N.A.	N.A.	20*70*130cm	380µm	N.A.	Known	17.45 ± 3.35 items per m ³	HDPE, PP and PS	southern coastal belt of Sri Lanka	Athapaththu <i>et al.</i> ; 2020	5

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of particles	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
1-2 knots	30min	N.A.	20*120*250cm	333µm	N.A.	Known	0.49 ± 0.43 MPs/m ³	Mainly PE, PP and PS	Chabahar Bay, Gulf of Oman (Makran Coasts)	Aliabad <i>et al.</i> 2019	N.A.
2-3 knots	6min	500m	45cm width	333µm	15cm	N.A.	4.01 ± 3.28 particles/100 m ²	N.A.	KwaZulu-Natal coastal shelf South Africa	Naidoo <i>et al.</i> 2019	5
3 knots	30min	N.A.	45*100*300cm	330µm	N.A.	N.A.	6.2 × 10 ⁴ P/km ²	PE, PP, PES, PS, PET, PA	NW Pacific Ocean	Pan <i>et al.</i> 2019	None
1 knots	15min	N.A.	23*61cm	335µm	20cm	Known	0.76 MPs/m ³	Mainly PE and PP	Kingston Harbour Jamaica	Rose <i>et al.</i> 2019	2
2-3 knots	30min	N.A.	16*60cm	308µm	N.A.	N.A.	127,135 ± 294,847 MPs/km ²	N.A.	Croatian coasts	Palatinus <i>et al.</i> 2019	N.A.
2.3 knots	15min	N.A.	40*70*200cm	350µm	N.A.	Known	0.023 to 0.24 items/m ³	N.A.	southwestern of Buenos Aires Province	Ronda <i>et al.</i> 2019	N.A.
2.5-3.5 knots	15-55min	N.A.	100*21cm	330µm	21cm	Known	1,794 items.km ⁻²	Polyurethane	Antarctic peninsula	Lacerda <i>et al.</i> 2019	N.A.
1.5-3 knots	30-60	N.A.	16*61cm	330µm	N.A.	N.A.	28,376 ± 28,917 MPs/km ²	Mainly PE,PP and PA	Ligurian and Tyrrhenian Seas	Caldwell <i>et al.</i> 2019	N.A.
3 knots	15-20min	N.A.	25*61cm	335µm	N.A.	N.A.	0.10 ± 0.09 items*m ⁻²	Mainly PP, PE and PS	Western Mediterranean Sea	P. de Haan <i>et al.</i> 2019	N.A.
3 knots	20min	N.A.	45*95*300cm	330µm	N.A.	Known	0.018 and 0.31 items/m ³	Mainly PET then PP, PE, PA	the Bering Sea, and the Chukchi Sea	Mu <i>et al.</i> 2019a	N.A.
2-3 knots	15min	N.A.	N.A.	300µm	N.A.	N.A.	less than 10 to 130 MPs per transect	N.A.	Coasts of Zanzibar	Lundsør <i>et al.</i> 2019	3-4
5 knots	5min	N.A.	15*50cm	300µm	N.A.	N.A.	7.83 × 10 ⁻⁴ (± 2.66 × 10 ⁻⁴)	N.A.	Plymouth Sound Bay, English channel	Green <i>et al.</i> 2018	10
2 knots	20min	N.A.	N.A.	333µm	25cm	Known	0.297 ± 0.044 items/m ³	PE, PP, PET, PMMA, PS, PES, PA, PVC...	Waters all around Italy	Lucia <i>et al.</i> 2018	32

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of particles	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
2 knots	15min	N.A.	50*100cm	335µm	N.A.	N.A.	12,429 ± 3929 MPs/km ²	Mainly PE, PP, PS	Hong kong coastal water	So <i>et al.</i> 2018	1-60 depending on area
2-3.4 knots	15-30min	N.A.	25*60cm	333µm	N.A.	Known	3.28 ± (4.05) MPs/km ³	N.A.	Balearic Islands	Ruiz-Orejón <i>et al.</i> 2018	N.A.
2.6 knots	20min	1146 m - 1746 m	N.A.	300µm	N.A.	N.A.	0.07 MPs/m ³	N.A.	South Funen Archipelago, Baltic Sea	Tamminga <i>et al.</i> 2018	3-4
2 knots	60min	N.A.	16*61*300cm	335µm	N.A.	N.A.	16107 MPs/km ²		Bay of Bengal and South Pacific	Eriksen <i>et al.</i> 2018	N.A.
2-3 knots	20min	N.A.	25*50cm	330µm	N.A.	Known	69,161 ± 83,244 MPs/km ² 0.26 ± 0.33 MPs/m ³	N.A.	Tuscany (Italy)	Baini <i>et al.</i> 2018	N.A.
2 knots	20min	N.A.	20*60*260cm	333µm	N.A.	N.A.	12,626,774 MPs/km ² 12.63 MPs/m ³	PE, PVC, PP and PS	Sea of Marmara, Turkey	Tunçer <i>et al.</i> , 2018	N.A.
1-2.5 knots	30min	N.A.	40*50*200cm	300µm	20cm	Known	5000–360,000 MPs/km ²	N.A.	North Atlantic subtropical gyre	Brach <i>et al.</i> 2018	2
2 knots	20min	N.A.	87*16cm	333µm	N.A.	Known	3.973 ± 1.177 n/m ³	Mainly PP and PE	Hong Kong	Cheung <i>et al.</i> 2018	N.A.
2.5 knots	20min	N.A.	50*15cm	330µm	N.A.	N.A.	96 x 10 ³ , 113 x 10 ³ , 34 x 10 ³ and 212 x 10 ³ p/m ³	N.A.	Gulf of Lion (France)	Schmidt <i>et al.</i> 2018	N.A.
1.5-2 knots	20min	N.A.	N.A.	333µm	50cm	Known	0.3±0.04 items/m ³	N.A.	Mediterranean Sea around Italy	Pini <i>et al.</i> 2018	N.A.
< 3 knots	30min	Known	24*60*300cm	330µm	N.A.	N.A.	315,009 ± 568,578 n/km ²	Mainly PE and PP	Adriatic waters (Mediterranean Sea)	Zeri <i>et al.</i> 2018	N.A.
2-3 knots	12-60min	N.A.	16*61*400cm	335µm	N.A.	N.A.	1.56 × 10 ⁴ to 6.18 × 10 ⁵ MPs/km ²	Mainly PP and PE	Stockholm Archipelago	Gewert <i>et al.</i> 2017	N.A.
2 knots	20min	N.A.	25*60*260cm	333µm	15cm	N.A.	37,600 MPs/km ²	N.A.	Northeast Levantine coast of Turkey	Gündoğdu and Çevik, 2017	N.A.

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of particles	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
N.A.	N.A.	N.A.	20*40cm	333µm	N.A.	N.A.	140,418 ± 120,671 n/km ²	Mainly copolymers and alloys	Turkish territorial waters	Güven <i>et al.</i> , 2017	N.A.
2 knots	15min	N.A.	60*20cm	333µm	10cm	Known	7.68 ± 2.38 particles/m ³	N.A.	Israeli Mediterranean coastal waters	Van der hal <i>et al.</i> 2017	None
2.5 knots	15-30min	N.A.	15*50cm	150µm	10cm	N.A.	3,546 ± 8,154 plastic item km ⁻²	PP, PE, PS, PVC	Red Sea	Marti <i>et al.</i> 2017	N.A.
3 knots	20min	N.A.	16*60cm	335µm	N.A.	Known	0.24 ± 0.35 MP m ³	PE, PP and PS	Bay of Brest (Brittany, France)	Frère <i>et al.</i> 2017	N.A.
1 knots	N.A.	1.8km	20*75cm	N.A.	N.A.	Known	0.27–0.54 particles per m ³	Mainly PP and PE	South coastal Java Island (Indonesia)	Syakti <i>et al.</i> 2017	N.A.
N.A.	3 hours	1.033 - 3.655 km	15.5*87cm	330µm	N.A.	Known	0 to 15397 MPs/km ²	N.A.	Scottish water	Santillo <i>et al.</i> 2017	N.A.
N.A.	15min	N.A.	17*100cm	333µm	N.A.	N.A.	950 to 60,000 pieces km ⁻²	N.A.	Perth, Western Australia	Hajbane <i>et al.</i> 2017	3
3 knots	20min	N.A.	15*60*150cm	300µm	7.5cm	N.A.	472,000 ± 201,000 MPs/km ²	Mainly PE	Slovenian coast, Adriatic sea	Gajšt <i>et al.</i> 2016	N.A.
3.13 knots	15-30min	N.A.	25*60cm	333µm	N.A.	Known	62,000 MPs/km ²	N.A.	Whole Mediterranean	Ruiz-Orejón <i>et al.</i> , 2016	N.A.
0.5-1.5 m/s	N.A.	N.A.	16*61cm	333µm	25cm	N.A.	0.3 and 2.1 p/ m ³	N.A.	Baltic Sea	Setälä <i>et al.</i> 2016	N.A.
2 knots	15min	N.A.	N.A.	335µm	N.A.	N.A.	21 pieces/m ³	N.A.	Northeast Pacific, Puget Sound, WA and Nootka Sound, Canada.	Hansen <i>et al.</i> 2016	N.A.
2-4 knots	30min	N.A.	16*61*300cm	333µm	N.A.	N.A.	700,000 ± 600,000 MPs/km ²	N.A.	San Francisco Bay	Sutton <i>et al.</i> 2016	2
2-3 knots	20min	N.A.	75*75*300cm	350µm	N.A.	Known	3.7 ± 10.4 MPs/m ³	Known	East Asian Sea	Isobe <i>et al.</i> 2015	N.A.

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of particles	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
1.5-2.5 knots	10min	N.A.	19.5*40*300cm	330µm	N.A.	Known	1.92–5.51 MPs/m ³	N.A.	Southern Sea of Korea	Kang <i>et al.</i> 2015	N.A.
N.A.	N.A.	0.55 to 1.85 km		333µm	16cm	N.A.	0.34 ± 0.31 MPs/m ³	N.A. for manta specially	Arctic polar waters	Lusher <i>et al.</i> 2015	N.A.
2.7 knots	30min	2.68 km	15*57*200cm	335µm	N.A.	Known	N.A.	N.A.	Salish Sea in Washington State	Davis <i>et al.</i> 2015	N.A.
2 knots	45 to 90 min	3000 to 9500 m	15*60cm	330µm	N.A.	N.A.	129,682 MPs/km ²	N.A.	Western Mediterranean Sea	Faure <i>et al.</i> 2015	N.A.
N.A.	N.A.	1-2km	15*70cm	330µm	N.A.	N.A.	5534 ± 5134 to 259 803 ± 60 150 MPs/km²	Mainly PE	Estuarine sites within the Chesapeake Bay	Yonkos <i>et al.</i> 2014	15
2 knots	20min	N.A.	N.A.	500µm	50cm	Known	0.15 items/m ³	N.A.	western Sardinian coast	de Lucia <i>et al.</i> 2014	N.A.
2 knots	10min	N.A.	40*19.5cm	330µm	N.A.	44.6 to 83.1 m ³	47 ± 192 particles/m ³	Alkyds and PS	South korea	Song <i>et al.</i> 2014	N.A.
2-3 knots	10-20min	N.A.	75*75*300cm	350µm	N.A.	Known	0.39 MPs/m ³	Mainly PE and PP	Seto Inland Sea	Isobe <i>et al.</i> 2014	N.A.
2.5 knots	30-60min	N.A.	20*60cm	330µm	N.A.	N.A.	1.3 x 10 ⁴ to 3.6 x 10 ⁵ MPs/km ²	Mainly PS, PE and PP	Ligurian Sea (Mediterranean Sea)	Pedrotti <i>et al.</i> 2014	N.A.
2.5 knots	20min	N.A.	20*60cm	333µm	10cm	N.A.	116,000 MPs/km ²	N.A.	North Western Mediterranean Sea	Collignon <i>et al.</i> 2012	N.A.

Freshwater

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of MPs	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
known	12-30min	N.A.	30*15cm	300µm	7.5cm	N.A.	1.62±0.61*10 ⁵ to 4.25±3.87 × 10 ⁶ items/km ²	PP,PE,PS,PE-PP,PVC,PC,nylon	Yangtze River (China)	He <i>et al.</i> 2021	N.A.
N.A.	25min	N.A.	N.A.	330µm	N.A.	Known	1.77-27.73 items/m ³	PE,PP,PVAc,PS, PVC, POM, PET, TPE, PU	Kifissos Attica River, Pinios Thessaly River (Greece)	Zeri <i>et al.</i> 2021	2
1.5 knots	10min	N.A.	30*70cm	60µm	Top 24cm	35m ³	11.9 ± 0.6 to 61.2 ± 6.1 items m ⁻³	Mainly PP and PE	Lake Guaíba (Brazil)	Bertoldi <i>et al.</i> 2021	None
2 knots	N.A.	~1km	60cm*16cm	335µm	top 8 cm	48–51 m ³	0.34 particles/m ³	Mainly PE and PP; also PS, rayons , PEUR PVC	Lake Simcoe (Canada)	Felismino <i>et al.</i> 2021	None
0 knots	20-30min	0m	N.A.	330µm	15cm	N.A.	51.2 MPs/m ³	N.A.	Ob river, Russia	Frank <i>et al.</i> 2021b	3
2 knots	N.A.	296.1 m to 1563.0 m	50*100cm	333µm	N.A.	N.A.	14.17 ± 14.64 items/m ³	PE, PA, PP, PS, PEUR	Haihe river (China)	Liu <i>et al.</i> 2020	2
N.A.	30min	N.A.	N.A.	125µm	N.A.	Known	1.333 ± 1.155 particles/l	Mainly PE and PP	Citarum River, Indonesia	Sembiring <i>et al.</i> 2020	N.A.
0	5min	N.A.	15*30cm	300µm	N.A.	Known	10.1 ± 5.1 to 70.5 ± 30.6 p/m ³ and 6.7 ± 2.4 to 83.7 ± 70.8 and 2.8 ± 1.2 to 64.4 ± 76.2 p/m ³	N.A.	Dahan, Keelung Tamsui and Xindian rivers (Taiwan)	Wong <i>et al.</i> 2020	3-5

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of MPs	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
3 knots	N.A.	N.A.	30*100*250 cm	125µm	N.A.	N.A.	2.58 x 10 ⁵ p/km ²	Mainly PE and PP	Jatiluhur Reservoir (Indonesia)	Ramadan et Sembring 2020	N.A.
2.5 knots	10min	N.A.	16*61cm	333µm	16cm	58 ± 14 m ³	0.27 ± 0.18 MPs/m ³	PE, PP, PMMA, PVC, PET, PS	Lake Kallavesi (Finland)	Uurasjärvi et al. 2020	None
1-5 knots	30min	N.A.	20*50*200cm	300µm	N.A.	Known	104 MPs/m ³	PP, PE, PS, Polyester	chao phraya river, Bangkok Thailand	Ta et al. 2020	N.A.
None	15-60min	None	60*25cm	333µm	20cm	191 ± 144 m ³	12 ± 18 Têt and 42 ± 18 p/m ³ Rhône	N.A.	Rhône and Têt river	Constant et al. 2020	N.A.
2 knots	20min	N.A.	16*87cm	333µm	N.A.	Known	0.688 to 8.221 n/m ³	Mainly, PE, PP and PS	Pearl River Estuary, South China	Wing Ling Lam et al. 2020	1
N.A.	20min	N.A.	16*61*300cm	333µm	16-30cm	N.A.	1.47 to 43.11 particles/m ³	LDPE, PP, PE, PS	Surabaya river, Indonesia	Lestari et al. 2020	N.A.
None	15min	N.A.	30*50cm	250µm	N.A.	N.A.	<1 and 44.8 items/m ³	Mainly PS	Streams around New Zealand	Mora- Teddy et al. 2020	0-2
3 knots	25-30min	N.A.	30*15cm	335µm	N.A.	Known	2.33.10 ⁵ particles/km ²	PP, LDPE and PE	Chao Phraya River Estuary	Boontanon et al. 2020	N.A.
N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	100µm	N.A.	3-5m ³	5.3–87.3 particles/m ³	N.A.	Tanchon stream Han River, Korea	Park et al. 2020	N.A.
2 knots	15-20min	N.A.	50*100cm	330µm	N.A.	Known	0.127 p/m ³	Mainly PE and PP	Pearl river delta, (China)	Mai et al. 2019	N.A.
None	10min	None	25 and 10cm mouth opening	355µm	N.A.	7.7 to 5 m ³	N.A.	N.A.	Pasig river	Deocaris et al. 2019	N.A.
N.A.	20min	N.A.	N.A.	300µm	N.A.	N.A.	1 to 84 particles/m ³	Mainly, PE PP and PS	Po river, Italy	Atwood et al. 2019	N.A.
walking speed	15min	403 ± 47 m	30*60cm	300µm	N.A.	N.A.	0.04 ± 0.16 items·m ⁻²	N.A.	Orange–Vaal River	Weideman et al. 2019	N.A.
N.A.	N.A.	N.A.	35*20*300cm	125µm	N.A.	N.A.	300 MPs for 100m ³	Mainly PP and PE	Kanke Lake, Ranchi, Jharkhand, India	Singh et al.. 2019	N.A.
3 knots	Known	N.A.	20*60cm	300µm	20cm	240m ³	25000-40000 MPS/km ²	Mainly PE, PP and PS	Italian Subalpine Lakes	Sighicelli et al. 2018	N.A.

Sampling speed	Sampling duration	Sampling distance	Manta's dimensions	Mesh size	Precise water height sampled	Volume sampled	Number of MPs	Type of polymer	Geographic location	References	Replicates
N.A.	N.A.	500-2000m	14*85*300cm	333µm	N.A.	Known	91 to 3538 mg*km ⁻²	PVC, PE, PET, PP	Western Lake Superior, USA	Hendrickson <i>et al.</i> 2018	N.A.
N.A.	20min	N.A.	N.A.	100µm	N.A.	~128m ³	1.99MPs /m ³ -0.71MPs /m ³	N.A.	Ottawa River	Vermaire <i>et al.</i> 2017	3
2.2-3.75 knots	N.A.	530m to 3780m	18*61*300cm	333µm	N.A.	N.A.	748,000 Mps/km ² to 53,000 MPs/km ²	N.A.	Lake Winnipeg	Anderson <i>et al.</i> 2017	N.A.
N.A.	15min	N.A.	16*61*300cm	333µm	N.A.	Known	~2,8 *10 ⁴ to over 3*10 ⁶ particles km ⁻²	N.A.	New Jersey freshwaters, USA	Ravit <i>et al.</i> 2017	N.A.
None	N.A.	None	18*61*295cm	333µm	N.A.	N.A.	632,489 and 812,672 microplastics/km ²	N.A.	Lake Winnipeg, Canada	Warrack <i>et al.</i> 2017	N.A.
4.5 knots	N.A.	1.71km	N.A.	333µm	N.A.	N.A.	0.003 to 0.743 particles/m ²	N.A.	Mohawk River	Smith <i>et al.</i> 2017	N.A.
Same speed	30min	N.A.	20*60*300cm	330µm	N.A.	N.A.	442,905,600 litter items per year	N.A.	Maribyrnong and Yarra rivers, Melbourne, Australia	Kowalczyk <i>et al.</i> 2017	N.A.
2 knots	20min	N.A.	16*61*300cm	100µm	N.A.	Known	1,910,562 MPs km ⁻² to 126,933 MPs km ⁻²	N.A.	Great lakes, Northern America	Cable <i>et al.</i> 2017	N.A.
2.6 knots	60min	4-5km	60*18.5cm	330µm	N.A.	N.A.	2.68 and 3.36 p/m ³	N.A.	Lake Bolsena and Lake Chiusi (central Italy)	Fischer <i>et al.</i> 2016	N.A.
N.A.	10min	N.A.	18*60cm	300µm	N.A.	25.2–200.9 m ³	0.04–9.97 MP m ⁻³	Mainly PE and PP	Rhine River	Mani <i>et al.</i> Burkhardt-Holm 2015	N.A.
2 knots	60min	2-4km	16*61*300cm	333µm	N.A.	N.A.	43,157 MPs/km ²	N.A.	Laurentian Great Lakes	Eriksen <i>et al.</i> 2013	N.A.

1.2 An innovative approach for microplastic sampling in all surface water bodies using an aquatic drone

Gabriel Pasquier¹, Périne Doyen², Nicolas Carlesi³, Rachid Amara¹.

¹ Univ. Littoral Côte d'Opale, CNRS, Univ. Lille, UMR 8187 - LOG – Laboratoire d'Océanologie et de Géosciences, F-62930 Wimereux, France

² Univ. Littoral Côte d'Opale, UMR 1158 BioEcoAgro, Institut Charles Viollette, USC Anses, F-62200 Boulogne-sur-Mer, France

³IADYS Immeuble LIBER 1 - N°Z09 ZA Le clos du rocher, ZI Plaine du Caire 1 13830 Roquefort-la-Bédoule, France

<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11662>

Résumé en français :

Le manque d'une méthode normalisée pour évaluer la pollution par les microplastiques (MPs) dans différents environnements aquatiques à travers le monde représente un vide à combler pour la communauté scientifique. Pour aider à relever ce défi, nous avons adapté un drone aquatique appelé Jellyfishbot® pour échantillonner les MPS. Le drone aquatique a été comparé à la méthode actuellement la plus utilisée pour échantillonner les MPS en surface : le filet Manta. Afin de tester la fiabilité du drone aquatique dans différents environnements, des échantillons ont été prélevés dans une rivière et sur des sites côtiers. Les résultats obtenus avec les deux méthodes étaient similaires en termes d'abondance, de formes et de couleurs des MPs. De plus, cette méthode offre une meilleure reproductibilité et un échantillonnage plus précis des MPs situés en surface, principalement les plus légers et les plus petits. Cette méthode d'échantillonnage présente l'avantage de combiner les avantages de l'échantillonnage par filet Manta (c'est-à-dire une méthode d'échantillonnage représentative des eaux de surface couvrant une grande superficie et un volume important, plusieurs dizaines de mètres cubes) avec ceux de la filtration par pompe et de l'échantillonnage ponctuel (facilitant l'accès aux zones confinées et difficiles d'accès). Cette nouvelle méthode d'échantillonnage pourrait être appliquée dans différents environnements aquatiques, ce qui permettrait de comparer les données et de devenir ainsi une nouvelle approche normalisée pour évaluer les niveaux de pollution par les MPs.

Abstract: The lack of one standardized method to evaluate microplastic pollution in different aquatic environments worldwide represent a gap to fill for the scientist's community. To help overcome this challenge, we adapted an aquatic drone, named Jellyfishbot®, to sample microplastics. The aquatic drone has been compared with the actual most used method for sampling MPs in surface waters: the Manta net. In order to test the reliability of the aquatic drone in different environments, samples were collected in a river and coastal waters sites. The results obtained with the two methods were similar in term of MPs abundances, shapes and colors. It provides also a better reproducibility and more accurate sampling of MPs located in the surface waters mainly the lighter and smaller ones. This sampling method has the advantage of combining the benefits of Manta net sampling (i.e. a representative surface water sampling method that covers a large sampling area and volume (several tens m³) with those of pump filtration and grab sampling (easy access to confined and hard-to-reach areas). This new sampling method could be applied in different aquatic environments making it possible to compare the data and hence become a new standardized approach to evaluate microplastic pollution levels.

Keywords: microplastics, sampling, water, aquatic drone, harmonization, methods

1.2.1 Introduction

Microplastic pollution is a growing global concern due to their presence in all aquatic environments. Thus, the sampling methodology is considered as a basic factor influencing the knowledge about the microplastics (MPs) abundance, distribution and associated environmental impacts (Hanvey *et al.*, 2017; GESAMP 2019). This is currently hampered by the lack of robust standard sampling method that can be used in different water bodies (Prata *et al.*, 2019; Cowger *et al.*, 2020). This absence of standardized sampling method has for obvious consequence an issue for comparing the results of various studies using different sampling methods in the same area or in different areas around the world and therefore assess the real MPs contamination worldwide (Ryan *et al.*, 2020; De-la-Torre *et al.*, 2022). The development of an easy, cost- and time-effective standard sampling method that can be used in all surface water bodies is therefore imperative to advance MPs research.

The commonly used field sampling methods for MPs in aquatic environments are nets, bottles, buckets and pumps (Hung *et al.*, 2021). Pump, buckets and bottles sampling are usually used for the collection of limited volume samples located at specific stations. Due to the high variability of MPs spatial distribution, the use of these three sampling methods can involve a lack of representativeness of the sampled area since the volume sampled are limited and can also lead to overestimation of the MPs abundance (Desforges *et al.*, 2014; Song *et al.*, 2014; Tamminga *et al.*, 2019, GESAMP 2019). Nonetheless, these sampling methods have for advantages to be relatively easy to use, may be handled by one person and be deployed in areas where classic net trawling is impossible (harbors, shallow areas and near the shore). In addition, these methods allow the sampling of the smallest particles where the mesh of a net set a lower limit on the particle's sizes sampled.

Besides these three methods, one of the widely used method for sampling surface water MPs has been the trawl nets (Hidalgo-Ruz *et al.*, 2012; Barrows *et al.*, 2017; Gago *et al.*, 2019; Pasquier *et al.*, 2022a). Trawl nets can sample relatively quickly MPs in a larger volume of surface water at a certain location and give a representative sample of the area (Hidalgo-Ruz *et al.*, 2012; Barrows *et al.*, 2017; Gago J. *et al.*, 2019). The Manta net is the most commonly used trawl net method for sampling MPs (Pasquier *et al.*, 2022a). Its design is inspired from the animal *Mobula birostris* (the manta ray) and the Neuston net, the original trawl for MPs sampling. It allows a certain level of stability, buoyancy and precision in the water layer sampled compared to the Neuston net (Brown and Cheng 1981). However, it is often difficult to use trawl net like Manta net to sample water in some areas due to difficulty of access and trawling with a boat. Realizing replicates while sampling with a trawling net can also be difficult due to the eddies and disturbances caused by the boat, the time-consuming method and a lack of precisions during sampling with a boat (height of water sampled, transect position and sampling speed) (Gago *et al.*, 2019; Karlsson *et al.*, 2020; Felismino *et al.*, 2021). The challenge of developing a new sampling method that combine both the advantage of the trawling net with the large amount of water sampled and the other sampling methods such as pump, bucket and bottles that allow sampling in difficult to access areas, is real in order to put a step forward a standardized sampling method for surface water MPs.

The current study presents an innovative approach using an aquatic surface drone tailored for water microplastic sampling that combines the advantages of the Manta net (surface and subsurface sampling and large volume sample) and being easy to use in different water bodies,

even in confined and hard-to-reach areas, in order to better assess the MPs contamination in a wider range of water bodies.

To test and validate the use efficiency of this aquatic drone, the device was compared to a classical Manta net device towed by a small boat in two different environments, a river and marine coastal waters in the Eastern English Channel (France). Furthermore, these two methods were also compared to a widely used water MPs sampling method, in closed and shallow environments, the in-situ pump filtration. The protocols used for each of these methods have been defined similarly in order to compare the three methods both on the processing and resulting parts. These data will support the interest in using the aquatic drone in order to standardize MP sampling in aquatic environments.

1.2.2 Materials and methods

1.2.2.1 Study sites

The three different methods for sampling microplastics have been tested at two different sampling sites (**Figure 19a**). First, the sampling was conducted in the Liane river, which is a 38 km long river in the Pas-de-Calais department in northern France. It rises in Quesques and flows into the English Channel at Boulogne-sur-Mer. The Liane river is affected by various anthropogenic activities and by the presence of a municipal wastewater treatment plant (WWTP) that treats the wastewater of ca. 200,000 inhabitants. Sampling was conducted in June 2021 in the lower part of the river downstream the WWTP (**Figure 19b**). The river in this area, where the depth varies between 0.75 m and 1.25 m, is freshwater and the water flow is about 2.99 m³/s.

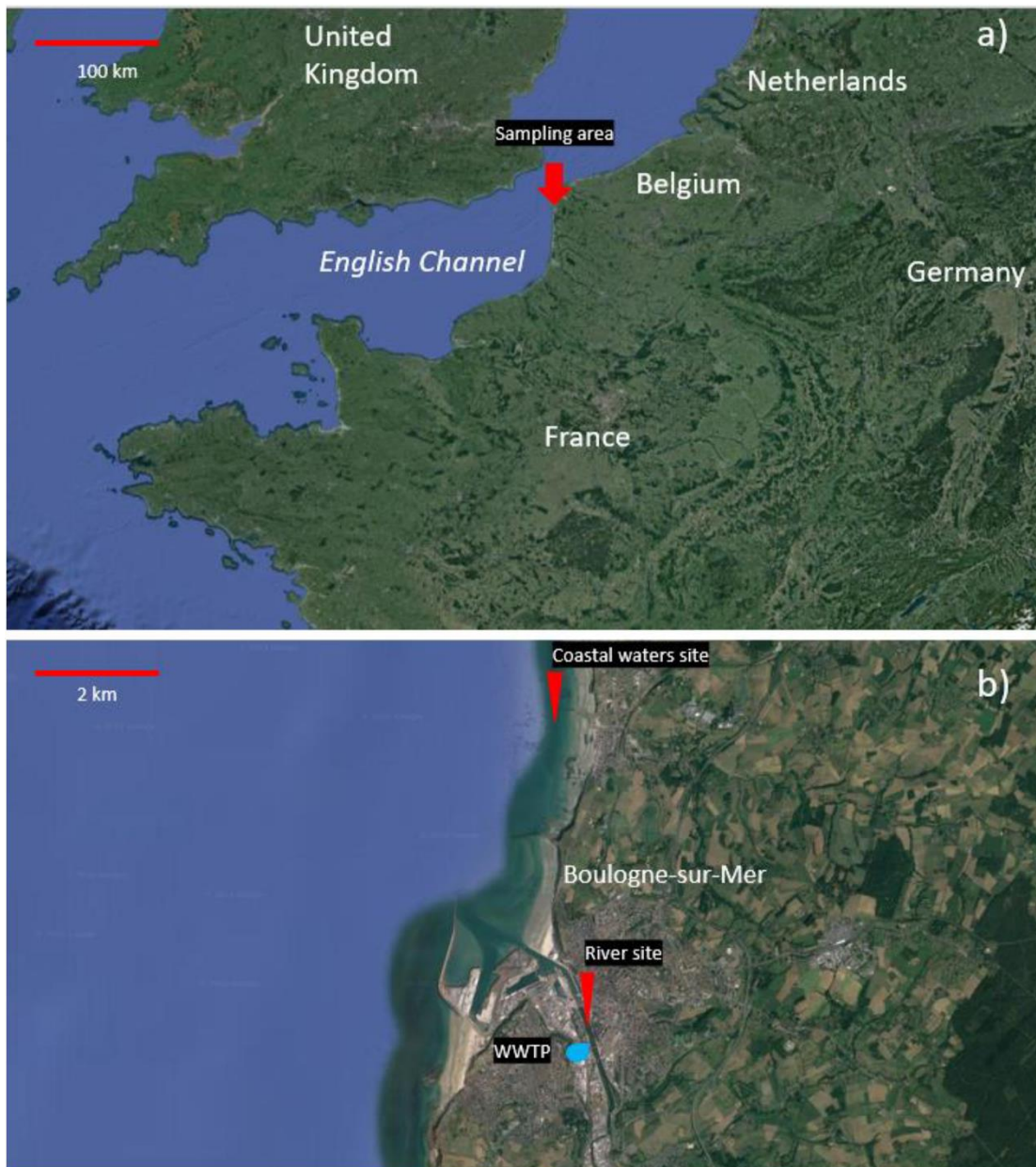


Figure 19 : Satellite pictures of the location of the sampling sites: (a) Location of the sampling sites at a larger scale; (b) Location of the two sampling sites and the Waste Water Treatment Plan (WWTP).

The second sampling site was located in the marine coastal areas near the cities of Boulogne-sur-Mer and Wimereux (French coast of the eastern English Channel). This coastal area is characterised by high hydrodynamic activity which is mostly due to tidal currents. The tidal regime is semi-diurnal with an average tidal range of about 7 m on spring tides and 3 m on neap tides. The current can be directed either toward North while the tide is rising or toward South when the tide is falling. Sampling was conducted in October 2021 in the shallow coastal area (depth ranges from 2 to 5 m) parallel to the coast (**Figure 19b**). These two different sampling

sites have been selected in order to demonstrate the relevance that the new sampling method can be applied in different type of aquatic environments.

Different environmental parameters have been recorded during the sampling such as water turbidity, the wind direction and speed, the tide coefficient, the river flow and the rain record of the past few days.

1.2.2.2 The aquatic drone sampling

The aquatic drone (**Figure 20**) is an adaptation of the Jellyfishbot®, an aquatic surface drone developed by IADYS (Roquefort-la Bédoule, France) which looks like a little catamaran (70 cm width, 70 cm long and 50 cm height). It is a compact, easy-to-use and a handy robot operated by remote control which can deliver information such as the sampling speed, duration and distance or the exact drone position. It is equipped with two propulsors that are located under the two floating parts and weight about 20 kg. The aquatic drone can have a top speed of 2 knots and have an autonomy of more than 2 h. The drone was tailored for MPs sampling by developing a removable metal frame (36 cm width and 25 cm height) at the back of the drone allowing the attachment of a net whose dimensions are 36 * 25 * 200 cm (length). In the present study we tested the two most common types of net mesh size: a 150 µm and a 300 µm mesh size net. The net can be easily removed and placed back. At the end of the net, a detachable “cod-ends” made of PVC with a length of 30 cm, and a diameter of 11 cm, is equipped with a window consisting of a 20 µm mesh size. Two flowmeters (General Oceanic®, Miami, Florida, United States) were put at the collecting net opening mouth, one on the outside and another inside (**Figure 20**), in order to compare the filtration rate and analyze the potential net clogging. The height position of the sampling net on the drone was adapted in order to sample precisely at the water surface. Due to its catamaran shape, the drone is very stable on the water surface. Therefore, the section of the water column that is sampled stays the same during the whole process of sampling.

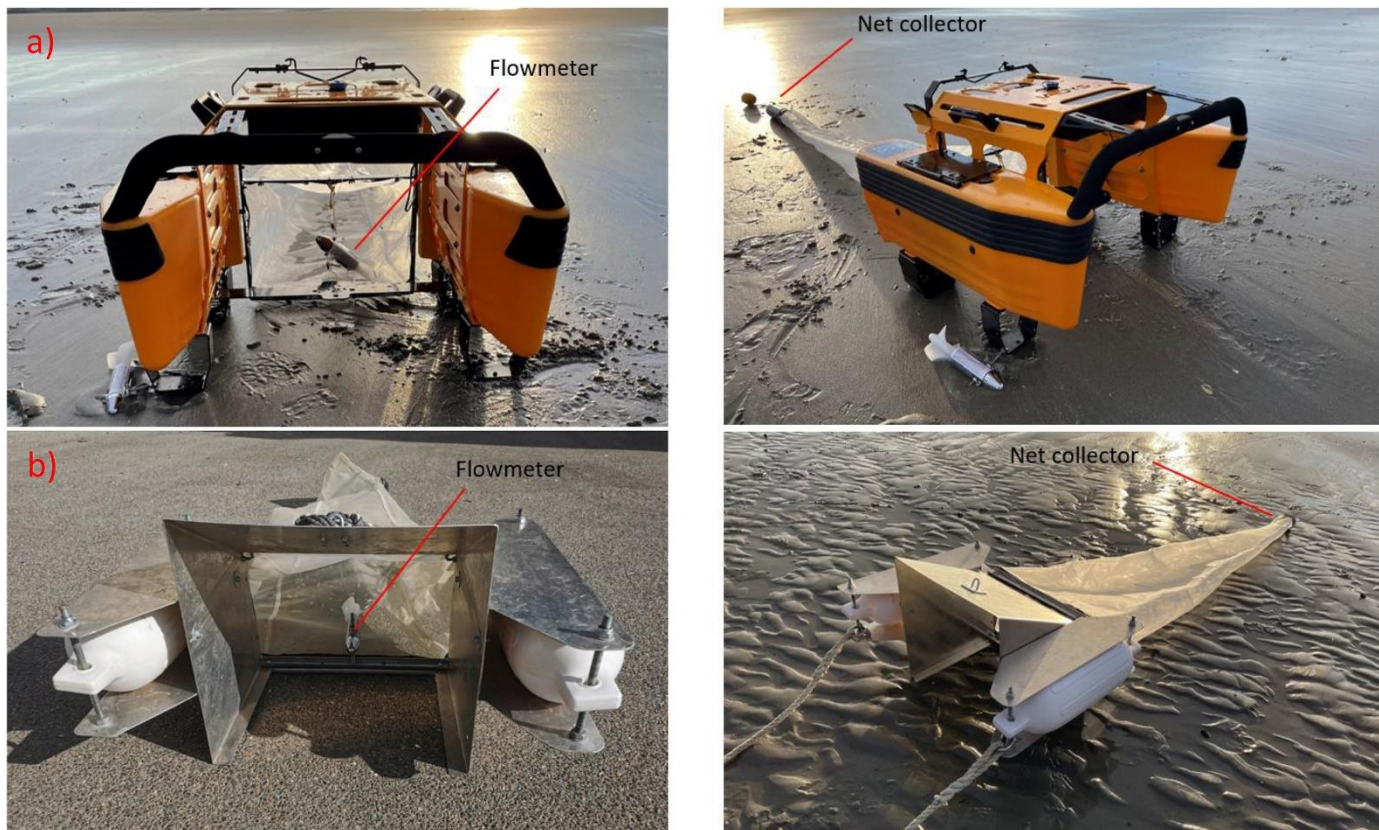


Figure 20 : Pictures of the sampling devices: (a) the front and the right side of the aquatic drone sampling device adapted from the Jellyfishbot® equipped with a 150 or 300 μm mesh net and 2 flowmeters, one inside the opening of the net and one on the side of the drone; (b) the front and the left side of the Manta net sampling device equipped with a 150 or 300 μm mesh net and a flowmeter located in the opening mouth of the net.

For the first sampling location in Boulogne-sur-Mer, a transect of 300 m in the middle of the river has been carried out and a mesh net of 150 μm has been used. For the second sampling area in the coastal waters a transect of 300 m along the coast line was performed with a mesh net of 300 μm . For both of the sampling locations, the sampling was conducted against the current during 10 min and the speed of the aquatic drone stayed around 1 knot during the whole transect. Three replicates were carried out for each of the locations. The average volume sampled was $32.31 (\pm 0.69) \text{ m}^3$. After every sampling transect, the drone was picked up with a small boat. The collecting net was then put vertically and rinsed meticulously with environmental water from the outside in order to get all the particles trapped in the net just as described by Viršek *et al.* (2016). The collector attached to the net was then removed and rinsed many times with Milli-Q water in order to retrieve the particles trapped in the collector. The rinse solution was put in glass bottles and kept in a cooler at a temperature of around 10 degrees Celsius until further process.

1.2.2.3 Manta net sampling

The Manta net (**Figure 20**) is a device that has an opening mouth of 36 * 25 cm and the net has a length of 200 cm with a collector at the end. The net and collector mesh sizes were the same as for the aquatic drone. The process of sampling with the Manta net was the same as the one with the aquatic drone and these two sampling devices were used at the same time, in parallel with each other, in order to compare the two methods. Three replicates of 300 m transect were performed on the river but the last replicate has been cancelled due to an incident while doing the sampling. The Manta net was towed by a small boat and kept at a distance of 30 m behind the boat in order to avoid as maximum the turbulences created by the boat's engine. The sample duration was about 10 min and the sampling speed was around 1 knot for the whole sampling process. A flowmeter (General Oceanic ®) was also placed inside the opening mouth of the net and the average volume sampled was 35.05 (± 1.41) m³. The same sample recovery protocol described above was used to collect particles from the net.

1.2.2.4 In-situ pump sampling

The pump (Figure S1) sampling was carried out, in the same locations and conditions, in order to be able to compare it with the two others sampling method. The pump was put in the first 10 cm of the water column from the side of a boat following the same 300 m transect mentioned before with an average speed of 1 knot. The water was filtered on a 150 μ m stainless sieve for the sampling in the river and with a 300 μ m stainless sieve in the coastal waters. During the three replicates, the water flow intake was about 30–35 L min⁻¹ leading to an average volume sampled of 369 (± 6) L. After the transect, the sieve was meticulously rinsed with Milli-Q water and this rinse solution was preserved just as previously.

1.2.2.5 Environmental blanks

Environmental blanks have been carried out during every sampling transect. To this end, a 150 μ m control Inox sieve was left uncovered during the whole sampling transect in order to check the possible atmospheric contamination. After 10 exposure minutes, every sieve was meticulously rinsed with Milli-Q water that has been collected and saved as previously until treatment.

1.2.2.6 Samples treatment

The different samples obtained were put into a proofer set at 40 °C in order to dry them and maintain the integrity of the particles, this step could last up to 5 days depending on the amount

of water (Treilles *et al.*, 2020). After complete drying, 400 ml of KOH 10% (CHIMIE-PLUS) has been added to digest the remaining organic matter at 40 °C under magnetic agitation (300 rpm) for 48 H (Dehaut *et al.*, 2019). The obtained digested solution was filtered on GF/A filters (Thermo Fisher Scientific) of glass fiber (9 cm diameters and 1.3 µm mesh). Every filter was then put in a glass Petri dish until MPs characterization and analysis.

1.2.2.7 Microplastics characterization and identification using Raman spectroscopy

The obtained filters were then observed under a dissecting Stereomicroscope (Carl Zeiss, Stemi-305, Germany) equipped with AXIOCAM 105 color 5 MP. The filter was observed from left to right following a “zigzag” pattern using visual spots to avoid the omit of particles. Pictures of the potential MPs (**Figure 21**) were taken and processed with Zein platform (Image Analysis software). The particles were then counted and assessed with different criteria such as their shape, color and size (Cózar *et al.*, 2015; Kazour *et al.*, 2019a). Particles shapes were identified as fragment, fibers, balls, pellets and films and the colors were noted.

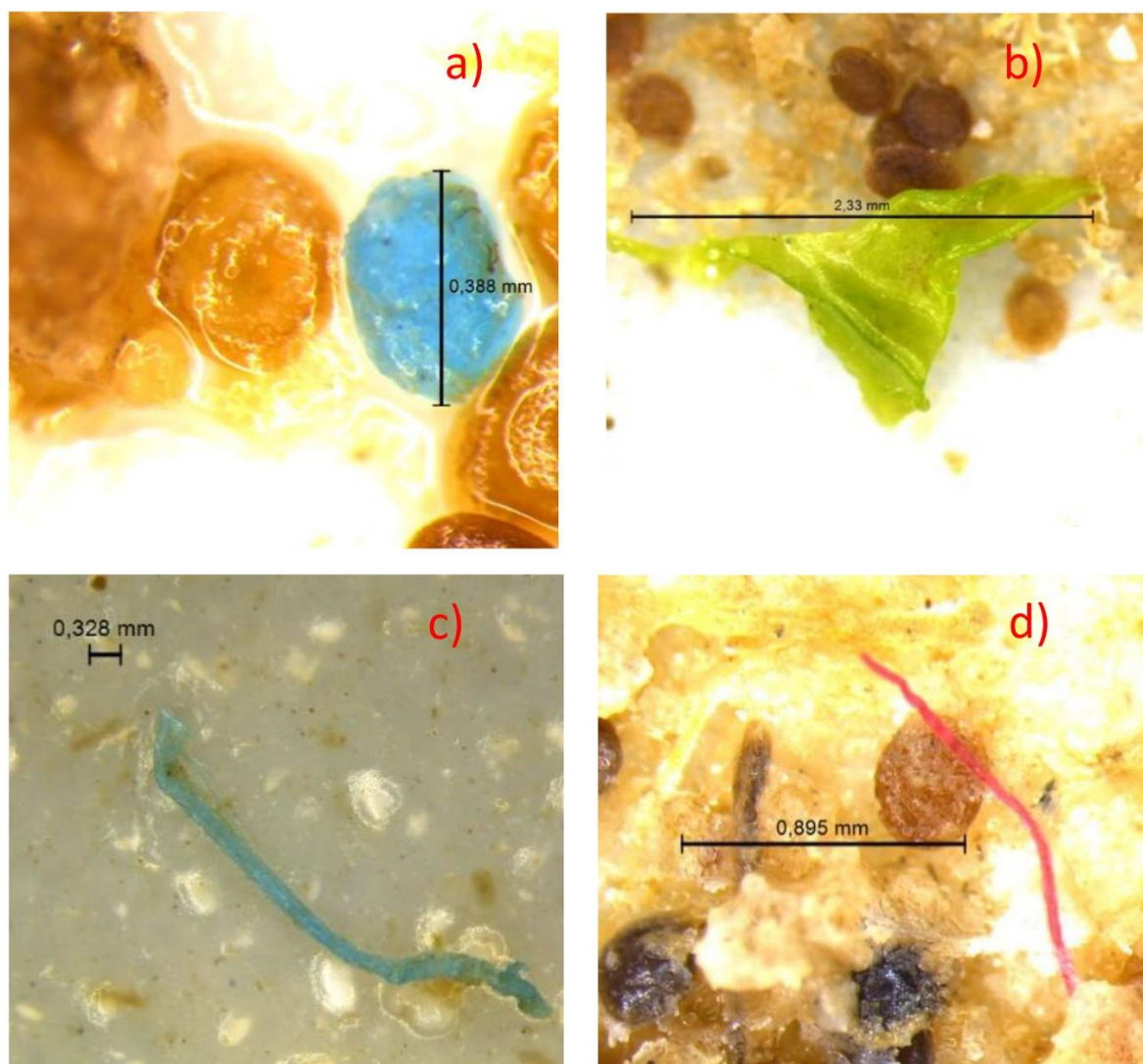


Figure 21 : Pictures of different sampled microplastics with the length scale observed with a stereomicroscope on filters: (a) blue fragment; (b) green fragment; (c) blue fiber, (d) red fiber.

After this visual observation, a chemical identification has been carried out using a Micro-Raman Spectrometer Xplora Plus (HORIBA Scientific ®, France). The Micro-Raman analysis allows a non-destructive method for analyzing MPs particles and confirm the polymer type. Different parameters have been tested in order to have the most reliable technique for identifying the polymers of the analyzed particles. The best instrument parameters that have been found for optimizing the sample detection were a laser of 785 nm with a range of 200–3,400 cm^{-1} for less risk of burning the particle compared to the 582 nm laser, using a x100 objective (Olympus) to be more precise with 12 s of acquisition and 18 accumulations. The obtained spectra were compared using the polymer identification database (KnowItAll, WILEY®) and a personal library made with specific polymers obtained from Goodfellow

(France). The identification is considered correct when the HQI (Hit Quality Index) was above 70 (ranging from 0 to 100).

Due to the high time consumption, a subsample that represented 10% of random suspected plastics were characterized through the Micro-Raman (Kazour *et al.*, 2019a).

1.2.2.8 Sampling parameters optimization

The impact of net clogging while sampling MPs at the water surface with net devices has been poorly reported in the literature (Pasquier *et al.*, 2022a). In order to acknowledge the potential effect of sampling distance (or duration) and water turbidity on net clogging, a preliminary test has been carried out during this study. As already described, the aquatic drone was equipped with two flowmeters. Three sampling replicates of both 300 m and 600 m length each, corresponding to about 10 min and 20 min duration, were then carried out at two different locations with either low (8 NTU) or medium turbidity (42 NTU) conditions. The values indicated by the two flowmeters were then compared to evaluate possible net clogging and choose the best sampling distance to use.

1.2.2.9 Contamination control and quality assurance

Before the sampling, all the utensils were cleaned and rinsed with ultra-pure water. The ultra-pure water was obtained by filtering at least three times through glass fibers filters of 1.3 μm mesh Milli-Q water in order to remove possible contamination. Sampling utensils were then kept in aluminum foil to avoid atmospheric contamination. All the laboratory equipment was rinsed at least three times with ultra-pure water in order to remove possible contamination. The experiments were conducted under laminar flow hood and the use of plastic tools was restricted to a minimum. Cotton lab coat was wearing during the whole process. Procedural controls were conducted during samples treatment with the same volume of KOH used to samples digestion in order to have a picture of the background contamination. None MPs have been found while observing the procedural controls, proving the efficiency of the prevention measures. The samples were protected under a Plexiglass hermetic box while being analyzed by the stereomicroscope. The Raman spectrometer microscope and supporting platform for the samples were cleaned with microfibers paper between two analyzes.

1.2.2.10 Statistical analysis

For every location, the particles abundance has been reported as particles/m³. The results are mean values of the different replicates carried out for each location \pm standard deviation (SD). The statistical analysis has been carried out through Microsoft Excel 2021 and R Studio (RStudio, Inc) software. The differences between the mean values of the two different methods were tested through a bilateral t-test Student 2 by 2 in order to check differences between the results. The analysis of colors, shapes and sizes were expressed as percentage of the mean values of the different replicates for every method at both locations.

1.2.3 Results and discussion

1.2.3.1 Environmental conditions

During the sampling, the salinity was 0.1 PSU (practical salinity unit) at the river site and 34.5 PSU at the coastal waters. The turbidity was 7.97 NTU at the river site and 6.5 NTU at the coastal waters. There was very calm wind for both sampling locations, lower than 2 knots coming from the West for the river site and from the North at the coastal waters site. Moreover, no rain was recorded on both sampling days and for the past 7 days before the samplings. In addition, no waves were observed at the coastal waters site nor current at the river location. The river flow was 0.7 m³/s. These very calm environmental conditions (low wind speed, low wave height and no rain) were advised for surface water MPs sampling with a trawl net (Cowger *et al.*, 2020, GESAMP 2019).

1.2.3.2 Sampling optimization

Two sampling distances, 300 and 600 m, were tested to check if the filtered volume remained constant under two turbidity conditions 8.0 and 42.2 NTU (**Table 3**). For the 300 m sampling distance the estimation of the decrease in the volume sampled are 6.9% \pm 2.1 at 8.0 NTU and 3.17% \pm 2.1 at 42.2 NTU. And for the 600 m sampling distance, 12.9% \pm 2.5 at 8.0 NTU and 14.9% \pm 2.6 at 42.2 NTU. The results of this sampling optimization showed a 2 to 4 times greater decrease in filtered volume with a sampling distance of 600 m compared to a distance of 300 m. These values underlined that a 600 m distance lead to a clogging of the net, which can impact to the filtration efficiency (Liedermann *et al.*, 2018; Viršek *et al.*, 2016). This is the reason why a 300 m distance has been chosen in the present study for the sampling transects. Furthermore, the volume measurement repeatability of the aquatic drone has proven to be significantly higher than the Manta net with a standard deviation being between 2 and 4 times lower for the aquatic drone between replicates than the Manta net. Indeed, the average volumes

sampled with the Manta net were 34.6 m³ (± 1.27) and 35.5 m³ (± 1.53) whereas the aquatic drone collected 32.3 m³ (± 0.3) and 32.3 m³ (± 0.78) in the river and coastal waters sites respectively.

Table 3 : Advantages of the aquatic drone sampling method compared to the Manta net in term of deployment, sampling efficiency, care for contamination and cost.

Methods	Deployment	Sampling efficiency	Care for contamination	Cost
<i>Manta Net</i>	<ul style="list-style-type: none"> • need of a vessel and at least 3 persons • exclusively in open and large water bodies • sufficient depth for the boat (generally > 2 m) 	<ul style="list-style-type: none"> • difficulty to maintain the stable net immersion depth • approximative assessment of the volume sampled • net towing influenced by weather and hydrodynamic conditions • low accuracy in controlling the speed and distance sampled • approximation of the transect exact position • complexity to achieve replicates or sampling in both directions of a same area due to boat disturbances 	<ul style="list-style-type: none"> • possible contamination from the vessel and its potential turbulences • potential modification of the MPs distribution in the water column by the wake zone 	<ul style="list-style-type: none"> • high cost due to vessel requirement and at least 3 persons aboard
<i>Aquatic drone</i>	<ul style="list-style-type: none"> • one sufficient person • operable in many different water bodies (marine, estuarine, river) • facilitated access to shallow waters, river banks or small aquatic areas • easy to use from the shore 	<ul style="list-style-type: none"> • a higher overall stability due to its catamaran shape • sampled water height more consistent • measurement accuracy of the volume sampled • very good control of transect exact position, speed and duration with the remote controller • easy and rapid replicate sampling 	<ul style="list-style-type: none"> • no contamination from the drone • no turbulence registered • adapted localization of drone propulsors to the collecting mouth 	<ul style="list-style-type: none"> • Relatively low cost due to one person handling it and no vessel required

1.2.3.3 Comparison of particles abundance and shapes sampled with the two sampling net devices

The Manta net and the aquatic drone have been used in two aquatic environments to compare their efficiency in sampling MPs. Particles have been observed in the samples of every transect carried out at both locations with a total of 1,199 particles. In the two sites studied, there was no significant differences between the particle's abundances obtained via the Manta net and the aquatic drone samples. A bilateral statistic student's t-test has been carried out for both locations

and showed that Manta net and aquatic drone samples presented more than 90% of similarity. The particles concentrations were of 4.81 (± 1.23) particles/m³ with the Manta net and 4.86 (± 1.13) particles/m³ with the aquatic drone in the river (**Figure 22a**), whereas in the coastal waters, they were respectively of 1.56 (± 0.32) particles/m³ and 1.63 (± 0.93) particles/m³ (**Figure 22b**).

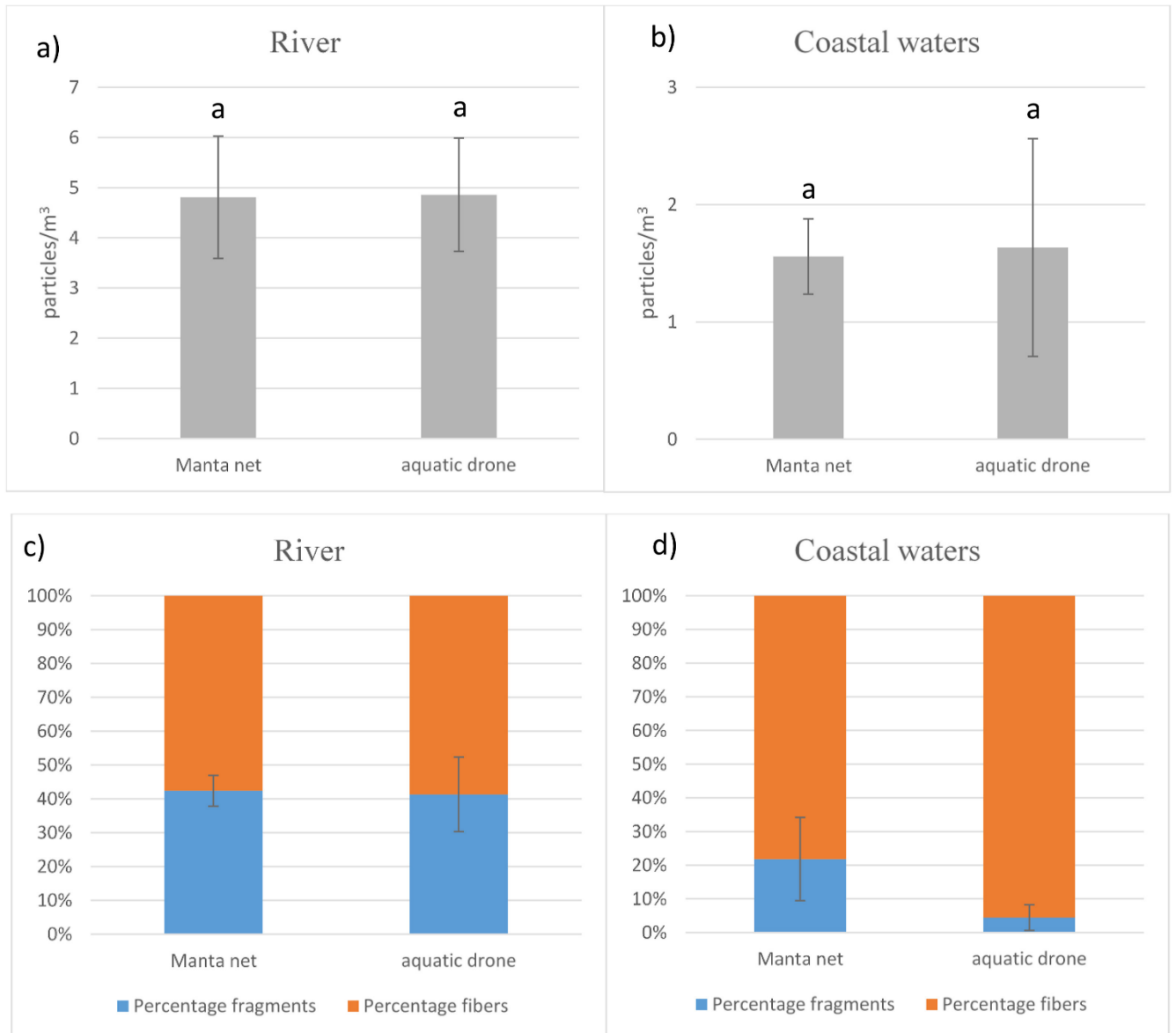


Figure 22 : Microplastics abundance (particles/m³) obtained by the Manta net and the aquatic drone in (a) the river sampling site and (b) the marine coastal waters sampling site. Error bars represent the standard deviation between the replica and similarities between the methods are represented by the letters with a t-student test with 2 independents samples with $p > 0.90$ and microplastics repartition in percentage of fibers and fragments for the Manta net and the aquatic drone sampling methods at (c) the river sampling site and (d) the marine coastal waters sampling site. The error bars represent the standard deviation between the replica.

The differences of particle abundance between the two sites were not related to the sampling method but only to the environment. On the one hand, the river location in an urban area, which is likely more polluted by plastic waste, can explain the higher abundance of particles. Moreover, the sampling site is located downstream a waste water treatment plant. Nevertheless, the abundances of particles in this river presented the same order of magnitude with those found in literature using a Manta net for MPs sampling in river, with for example 0.04 to 9.97 particles/m³ along the Rhine River (Mani *et al.*, 2015) and 0.688 to 8.221 particles/m³ in the Pearl River estuary (Lam *et al.*, 2020).

On the other hand, coastal waters site was an open marine environment, less subject to human activity pressure, which could explain the lower particle abundances at this site. These last remained similar with other studies using the Manta net to collect MPs in coastal waters, as for example in the southwest coast of India (1.25 ± 0.88 particles/m³) and in the central Adriatic sea (0.04 ± 0.01 to 3.42 ± 2.28 particles/m³), but higher than that recorded in coastal Arctic fjords (0.06 particles/m³) and Cilacap coast in Indonesia (0.27–0.54 particles/m³) (Robin *et al.*, 2020; Capriotti *et al.*, 2021; Carlsson *et al.*, 2021; Syakti 2017).

Our results in terms of particle abundance support the fact that the drone is as effective as the Manta net in collecting particles in the water of these two environments. Other criteria about these particles must be taken into consideration to support this first observation. The shape of particles could indeed be influenced by the sampling method (Green *et al.*, 2018). Two different shapes of particles have been detected in all the samples: fragments and fibers (**Figure 22**). These last were the dominant shape collected, accounting for at least 57 % of the particles. The proportion of fibers and fragments found in the river were almost similar for both of the method with 42 (± 4.5) % of fragment with the Manta net and 41 (± 11.3) % of fragment collected with the aquatic drone (**Figure 22c**), contrary to the samples in coastal waters where the fragments represented respectively 21 (± 10.2) % and 4 (± 3.1) % (**Figure 22d**). These results were in the same vein than observations made at the level of abundance because the proportions of the two forms observed were equivalent between the two sampling methods. Indeed, the trend of a higher fiber proportion obtained with the drone compared to the manta net in coastal waters was not significant with a t-test and a confidence area of 0.90. Other studies demonstrated that fibers were predominant in coastal waters (Green *et al.*, 2018; Frias *et al.*, 2020), and that fragment could represent half of the total MPs sampled at some river sampling sites (Liu *et al.*, 2020; Frank *et al.*, 2021b). This could be explained by the river trapping fragments that have

less buoyancy than fibers, due to the lower current than in the coastal waters (Defontaine *et al.*, 2020).

These first observations highlighted that in terms of collected particle abundance and shape, the aquatic drone is just as reliable as the samplings performed with the Manta net in two different aquatic environments.

1.2.3.4 Particles sizes and colors sampled with the two net devices

Six colors of particles were visualized among the samples with the range was white, black, red, green, blue or transparent (**Figure 23**). No significant difference of this color repartition among the samples collected with the Manta net and the aquatic drone has been highlighted. Blue particles showed the highest concentration (accounting for 36–65% of the particles sampled) compared to all the other colors whatever the method used (**Figure 23**), that explained by the predominance of blue fibers (accounting for 58–75%). The other important colors were black in coastal waters and white in the river. Other colors as red and green have been reported with lower concentration (16–1%) and transparent particles have been reported with the lowest concentration (less than 5%).

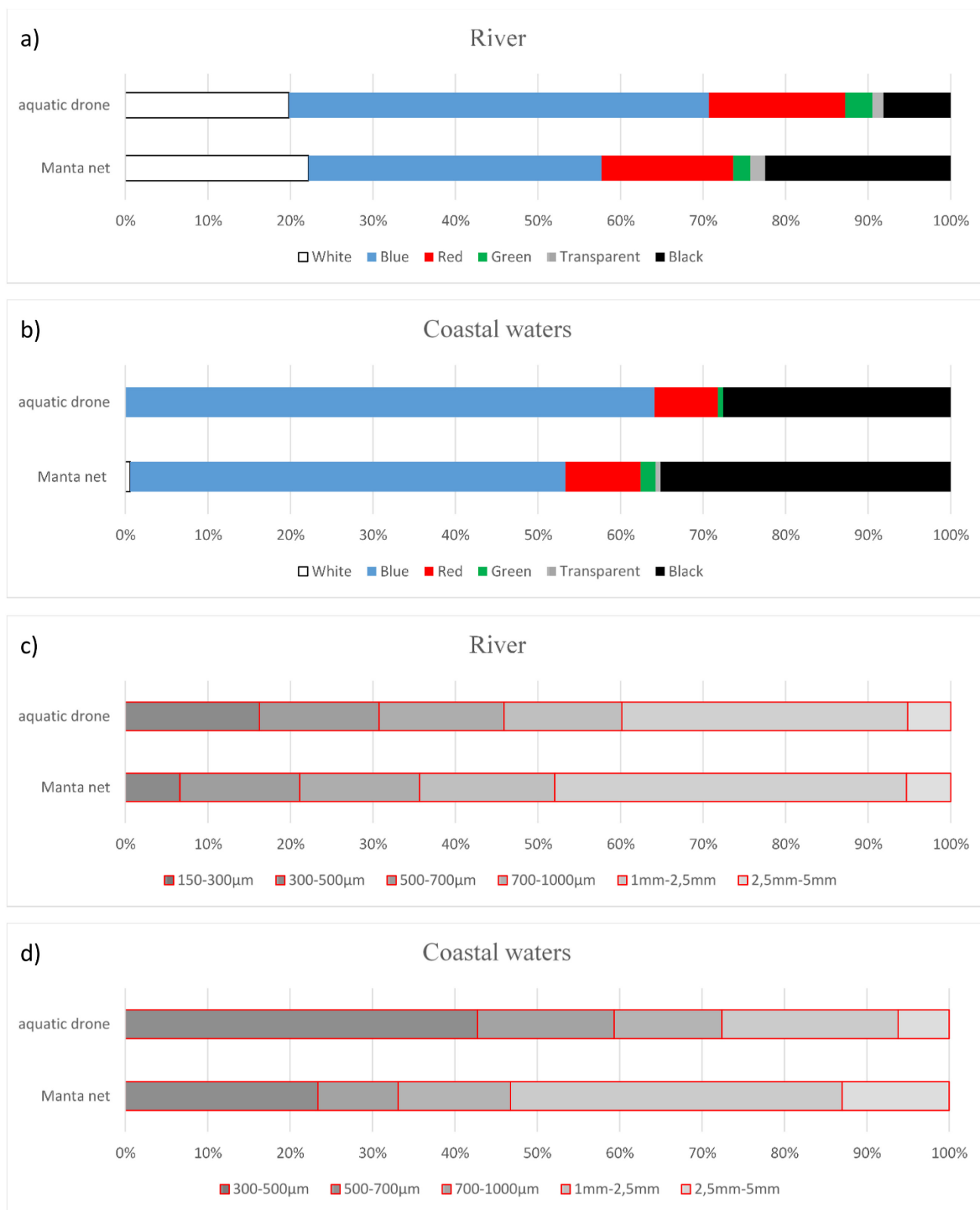


Figure 23 : Microplastics colors repartition (in %) for each sampling methods the Manta net and the aquatic drone at (a) the river sampling site and (b) the marine coastal waters sampling site and size class particles repartition (in %) for each sampling methods, the Manta net and the aquatic drone at (c) the river sampling site and (d) the marine coastal waters sampling site.

The particles sizes repartition is widely spread with particles ranging from 153 μm to 4862 μm with an average size of 1144 μm for the aquatic drone and range from 164 μm to 4965 μm with an average size of 1400 μm for the Manta net. The particles sizes repartition for both methods showed that the aquatic drone collected a significant higher number of smaller particles, 16.2 % of the particles between 150-300 μm compared to 6.6 % with the Manta net in the river and 42.8 % of the particles between 300 - 500 μm compared to 23.4 % with the Manta net in coastal waters (**Figure 23**). This loss of small-size particles when sampling with a manta net was already observed in Chinese Haihe river and of coastal waters of Sri Lanka (Liu *et al.*, 2020; Athapaththu *et al.*, 2020). Our results also showed that the Manta net collected a higher number of bigger particles, between 1mm - 5mm, with in the coastal waters 53.3 % of these particles sampled with the Manta net against 27.6% for the aquatic drone and in the river 48 % o against 39.8 % respectively (**Figure 23**). The sizes of the particles found are comparable with the ones found in the literature (Du *et al.*, 2022; Liu *et al.*, 2020; Pagter *et al.*, 2018).

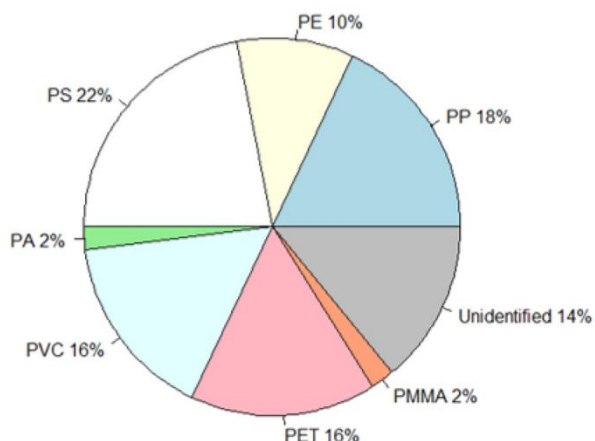
The results of this study exhibited that the aquatic drone tended to sample more smaller particles than the Manta net, an explanation can be that sampling with a Manta net trawled by a boat generates turbulences that can lead to smaller particles being push through the mesh of the net (Vermaire *et al.*, 2017; Mai *et al.*, 2018). A problem that is not observed with the aquatic drone due to the fact that the propulsors are located on the side of the opening net mouth and therefore limits the turbulence.

1.2.3.5 Raman identification

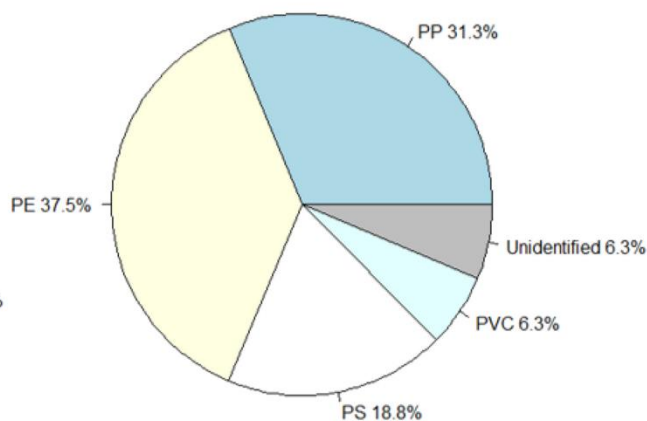
10 % of the particles sampled of every replica with the Manta net and the aquatic drone were analyzed under the μ -Raman, i.e. a total of 120 particles. The particles were selected to be representative with the different colors and shapes observed previously. Among the particles analyzed by μ -Raman, 87% were identified as polymers and 13% could not provide a clear spectrum and were considered as (“unidentified”). Polypropylene (PP) particles representing 41% of all particles followed by polyethylene (PE) (13%), polystyrene (PS) (8%) and polyvinylchloride (PVC) (13%). Polyethylene-terephthalate (PET), polyamide (PA) and polymethyl-methacrylate (PMMA) were also identified with lower concentrations (**Figure 24**).

a)

River



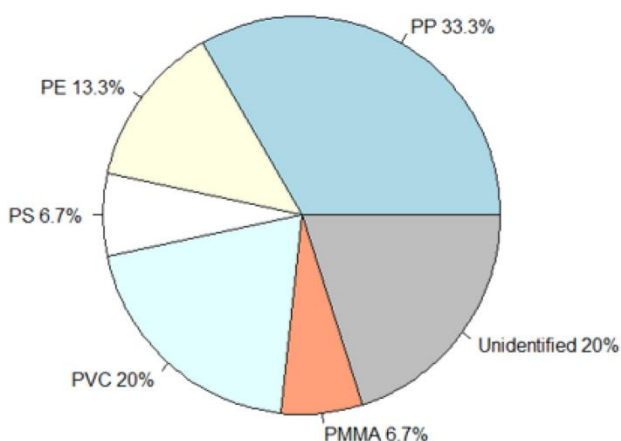
Manta net



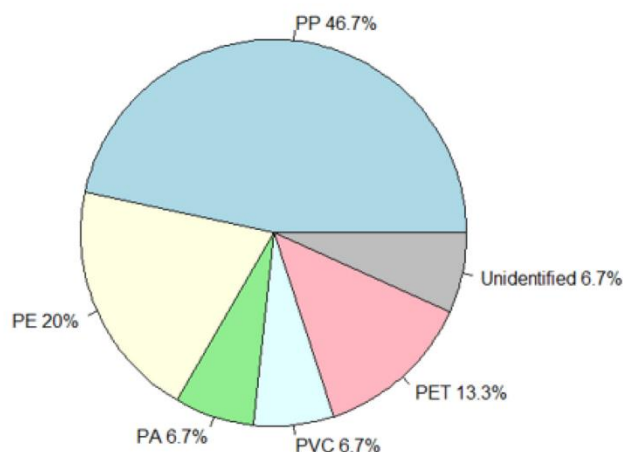
aquatic drone

b)

Coastal waters



Manta net



aquatic drone

Figure 24 : Repartition in percentage of the polymers identified and not identified in the particles sampled for the Manta net and the aquatic drone method at (a) the river sampling site (b) the marine coastal waters sampling site locations. Polypropylene (PP) polyethylene (PE), polystyrene (PS) polyvinylchloride (PVC), polyethylene-terephthalate (PET), polyamide (PA) and polymethyl-methacrylate (PMMA).

93% of the white fragments observed were identified as PS, explaining the high concentrations found at the river site. The proportion of PS found in the river site being equivalent for both methods. PP particles were the most common particles found in coastal waters with the Manta

net (33.3 %) and the aquatic drone (46.7 %). 70 % of the blue fibers sampled were identified as PP explaining the high concentration of this type of polymer. PP and PE being the most found polymers in the water surface with a trawling net is in accordance with most of the literature (Pan *et al.*, 2021; Hänninen *et al.*, 2021; Cheng *et al.*, 2021). This is due partially to the fact that PP and PE have low density, high buoyancy, and are easy to migrate with water (Zhang *et al.*, 2020a), and thereby frequently appearing on the sea surface.

Polymers with higher density like PVC (1.25–1.45 g cm⁻³) and PET (1.38 g cm⁻³) were found at the river site in higher concentration with the Manta net sampling method compared to the aquatic drone. PMMA which density is also superior to 1 (1.16–1.2 g cm⁻³) was collected only with the Manta net. This confirms the observations made on particle size and supports the hypothesis that due to the higher overall stability due to its catamaran shape, the aquatic drone more regularly samples the first few centimeters of the surface layer where the smallest and least dense particles are most abundant. Another hypothesis is that with the Manta net the smaller and less dense particles are probably more easily pushed away the net because of the turbulence generated by the ship's wake.

1.2.3.6 Economic potential of the aquatic drone

The initial cost of the aquatic drone is around 20.000 € while the Manta net is around 3000 €. However, costs applied for every use of both methods should be taken in account. The aquatic drone batteries need to be charge before any use (240*2 = 480W), which correspond to a cost of approximately 0.08–0.11 € of electricity in the European Union. One person is sufficient to handle the drone. The median income in the European Union before tax is around 12.5 € according to The Organisation for Economic Co-operation and Development (OECD). For a sampling of approximately 6 h it corresponds to 75 €. Usually no boat is needed when sampling with the drone. In total the cost of 6 h sampling with the aquatic drone would be around 75.10 €.

When sampling with a Manta net, a boat is always required. Renting a small motorboat for the day would cost around 300 € and at least 3 persons are required so a cost of approximately 75*3 = 225 € for 6 h of sampling. In total the cost of sampling with the Manta net would be around 525 €.

In conclusion, the original investment for the aquatic drone would be around 6.7 times greater than the Manta net but sampling with the Manta net is 7 times more expensive. This shows that the aquatic drone has a better economic potential than the Manta net on the long term.

1.2.3.7 The aquatic drone as a new practical MPs sampling technique

The present study showed that for a same sampling transect, the new developed sampling technique using a tailored aquatic drone is effective in sampling MPs from surface waters. This new sampling technique reflects in a very similar way the abundance and characteristics of MPs sampled under the same conditions with a Manta net, the most popular sampling method in aquatic environment. Our results also showed that it provides better reproducibility and more accurate sampling of surface waters. Compared to the Manta net it has many advantages listed in **Table 3**. The main ones being operable in many different water bodies with high stability in water due to its catamaran shape, can be deployed from the shore by one person and does not require a boat thus limiting the risks of contamination and turbulence. It allows easy access to shallow waters, river banks or small water bodies such as streams or creeks which can usually only be sampled with other methods such as a pump filtration or grab sampling due to the difficulty of trawling a Manta net.

Many studies have highlighted the difficulty of comparing different MPs sampling methods (Green *et al.*, 2018; Hung *et al.* 2021; De-la-Torre *et al.*, 2022). Pump sampling is usually used in areas where classic net trawling is impossible. In this study, we compared our two net sampling methods with a pump sampling under the same conditions. At both studied sites, particle concentrations per volume of water sampled by the in-situ pump were more than 10 times higher (46.75 (± 9.24) and 23.27 (± 8.35) particles/m³ in the river and the marine coastal sites respectively). Furthermore, particles concentrations showed more variabilities between replicates (represented by the standard deviation). The number of MPs and sampling volume are two main factors determining the abundance (Lusher *et al.*, 2014; Tamminga *et al.*, 2019). In the present study, since we used the same mesh size and that the same transect were sampled simultaneously with the other methods, only the volume sampled has varied. For the same transect and same duration of sampling, the in-situ pump sampled 354 L (± 0.006) when the Manta net sampled 35.05 m³ (± 1.4) and the aquatic drone sampled 32.3 m³ (± 0.54). MPs abundance tended to decrease with increasing sample volume, suggesting that MPs with low sample volume may be overestimated (Tamminga *et al.*, 2019; Zhang *et al.*, 2020a; De-la-Torre *et al.*, 2022; Du *et al.*, 2022). Quantifying MP in aquatic environments require reliable sampling

methods. Compared to the trawl net method, the pump sampling doesn't allow a representative sampling of the extent of MP pollution (De-la-Torre *et al.*, 2022). This is in line with the guideline for sea surface MP monitoring that the heterogeneous distribution of MPs in the aquatic environment makes it desirable to obtain a large sample volume for producing representative data (Michida *et al.*, 2019; Miller *et al.*, 2021).

However, the practicality of the pump can be discussed. As a very practical sampling device, the pump can be used in all kind of water environment such as lake, pond, river, open sea and by one person alone, regardless of the water depth (Prata *et al.*, 2019). It does not require necessarily the use of a vessel and can be used directly from the shore. All these practical advantages are possible with the new aquatic drone sampling method developed in this study.

1.2.4 Conclusion

The aim of the study is to introduce the aquatic drone as a new sampling method for microplastics in surface and subsurface water in different water bodies, even in confined and hard-to-reach areas. This sampling method has the advantage of combining the benefits of Manta net sampling (i.e. a representative surface water sampling method that covers a large sampling area and volume (several tens m³) with those of pump filtration and grab sampling (easy access to confined and hard-to-reach areas). This new sampling method is supposed to answer the different problems that scientists face with the actual microplastics sampling methods and become a new standardized method.

Declarations:

Author contribution statement

Gabriel Pasquier; Périne Doyen; Rachid Amara: Conceived and designed the experiments; Performed the experiments; Analyzed and interpreted the data; Contributed reagents, materials, analysis tools or data; Wrote the paper. Nicolas Carlési: Contributed reagents, materials, analysis tools or data.

Funding statement

This work has been partially financially supported by the European Union (ERDF), the French Government, the Région Hauts-de-France and IFREMER, in the framework of the project CPER IDEAL 2021–2027.

1.2.5 Supplementary Materials

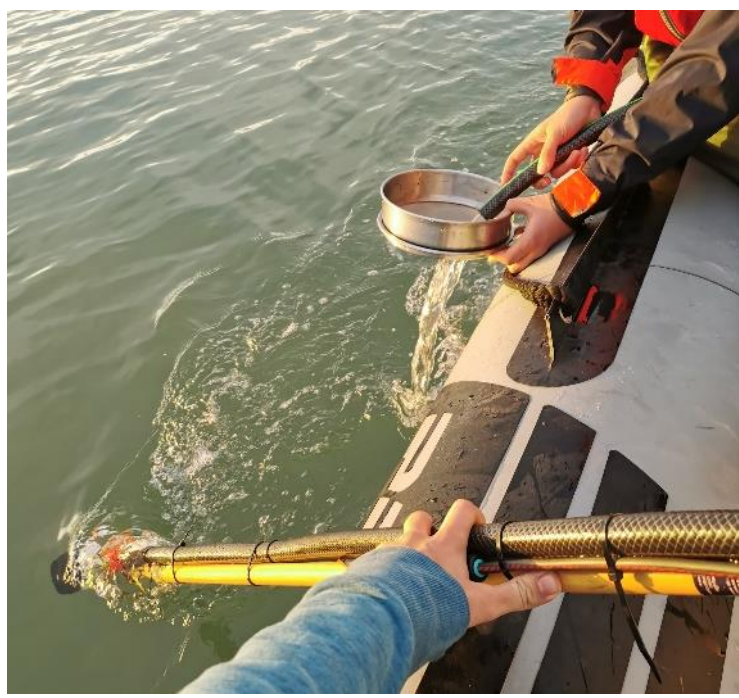


Figure S1. Picture of the in-situ pump sampling device during the sampling transect at the coastal waters site from the side of the boat. The mesh size of the used sieve was 150 or 300 μm .

Contribution des travaux

Ces premiers travaux ont permis de faire ressortir les avantages et les inconvénients du filet Manta en tant que méthode d'échantillonnage des MPs et de discuter de tous les paramètres d'échantillonnage que les chercheurs doivent ajuster lors d'études impliquant un filet Manta. Un protocole clair et défini a également pu être proposé afin d'optimiser au mieux la méthode du filet Manta pour l'échantillonnage des MPs en surface. Voici le protocole :

- L'échantillonnage doit toujours être réalisé dans des conditions calmes pour limiter les effets de la turbulence sur la colonne d'eau. L'échantillonnage ne devrait pas être effectué lorsque le timing et les conditions ne sont pas adaptés, par exemple, lors de fortes densités de particules naturelles ou d'organismes, tels que des blooms d'algues et de plancton).
- Les conditions environnementales, c'est-à-dire les métadonnées importantes, devraient également toujours être enregistrées lors de la collecte d'un échantillon, et inclure des mesures de la vitesse et de la direction du vent, de la hauteur des vagues, du coefficient de marée, de la température de l'eau et des conditions météorologiques telles que les précipitations, afin de permettre des comparaisons avec d'autres résultats d'enquêtes. L'observation des conditions environnementales des jours précédents est également très importante et peut fournir de bonnes pistes pour expliquer la concentration de MPs dans l'eau. Il est également recommandé de mesurer la turbidité de l'eau avant chaque campagne d'échantillonnage afin d'ajuster le temps ou la distance de traînage du filet Manta et d'éviter les problèmes de colmatage.
- Le filet Manta doit être déployé horizontalement à contre-courant pour optimiser l'échantillonnage. Idéalement, l'appareil doit être déployé sur le côté du navire (à environ 3-4 mètres de distance du bateau) pour éviter les perturbations dues au sillage du navire, ainsi que la contamination provenant du navire lui-même.
- Le bateau utilisé pour l'échantillonnage avec un filet Manta doit naviguer à moins de 3 nœuds pour stabiliser correctement le filet d'échantillonnage, éviter de le déchirer par accident et éviter un afflux turbulent à l'ouverture du filet.
- L'ouverture du filet Manta doit toujours se situer juste au-dessus de la surface de l'eau, à environ 2 cm, afin d'éviter une variation excessive de la hauteur de l'eau et de limiter la contamination atmosphérique.
- Une taille standardisée de l'ouverture du filet Manta devrait être définie : ici, nous recommandons de conserver une taille standardisée de 25*60 cm pour l'ouverture,

notamment parce que c'est l'une des dimensions les plus couramment utilisées, ce qui permettra une meilleure exploitation des données précédemment recueillies.

- La longueur du filet d'échantillonnage devrait toujours être supérieure à 150 cm, si les recommandations ci-dessus concernant les dimensions de l'ouverture sont suivies, afin d'éviter d'éventuels problèmes de colmatage. Il convient de respecter le rapport recommandé entre la zone de filtration du maillage et la zone d'ouverture d'au moins 6:1.
- La taille de maillage de 300 µm la plus couramment utilisée devrait être conservée afin de préserver l'ensemble des données de fond sur les sites d'étude.
- Des réplica devraient toujours être effectués pour améliorer la représentativité des résultats obtenus. Afin d'éviter le colmatage et d'autres incidents lors de l'échantillonnage, il semble que trois réplica d'une durée relativement courte (entre 10 et 20 minutes selon les conditions environnementales) offrent le meilleur compromis entre faisabilité et représentativité de l'environnement échantillonné par rapport à un transect long de 30 minutes ou plus.
- Le suivi du volume échantillonné est très important lors de l'échantillonnage avec un filet Manta : nous recommandons l'utilisation d'un débitmètre pour chaque transect et de le placer au milieu de l'ouverture pendant toute la durée de l'échantillonnage. Lorsque cela est possible, nous recommandons d'enregistrer la profondeur d'immersion du filet à chaque passage d'échantillonnage pour un calcul précis du volume d'eau filtré.
- La contamination doit être évitée autant que possible, et une attention particulière doit être portée à la contamination par les fibres, car il a été prouvé que l'abondance des fibres est sous-estimée lors de l'échantillonnage avec des filets. Un blanc environnemental devrait être effectué pour chaque réplicat lors du passage d'échantillonnage, en plaçant de l'eau Milli-Q filtrée dans un récipient ouvert en acier inoxydable ou en verre afin d'analyser les retombées atmosphériques pendant le traînage du filet Manta. Les résultats obtenus avec le blanc doivent toujours être rapportés et soustraits des résultats d'échantillonnage d'eau afin de corriger les données obtenues et les données potentielles futures.
- Après chaque événement d'échantillonnage, le filet Manta devrait être rincé depuis l'extérieur avec de l'eau pompée depuis l'environnement, la totalité de la surface du filet doit être soigneusement rincée afin de collecter toutes les particules piégées dans le récipient. Le collecteur doit ensuite être retiré de la partie principale et rincé avec de l'eau Milli-Q filtrée directement dans un récipient en verre préalablement nettoyé avec de l'eau ultra-pure filtrée.

- Les résultats devraient également être exprimés dans toutes les unités disponibles afin de faciliter les comparaisons avec d'autres études. Nous recommandons que les résultats soient exprimés en nombre de particules par volume et par surface, ainsi qu'en masse par volume et par surface chaque fois que cela est possible.

La mise au point d'une méthode d'échantillonnage répondant à toutes les caractéristiques présentées dans cette review améliorera la précision des résultats ainsi que la comparabilité des niveaux de contamination par les MPs entre les études et les sites d'échantillonnage. La piste intéressante pour l'avenir de l'échantillonnage des MPs qui en a découlé consiste à développer un nouveau dispositif d'échantillonnage combinant les avantages du filet Manta avec un grand volume d'eau prélevé, mais offrant une plus grande stabilité pour échantillonner une hauteur d'eau constante, et présentant une facilité d'utilisation sans nécessiter l'utilisation d'un bateau. Ainsi, les problèmes d'échantillonnage liés à l'effet du bateau et à la contamination, tels que décrits dans la revue réalisée, pourraient être évités.

C'est ainsi que le dispositif du drone aquatique a été inspiré, facilitant l'échantillonnage dans différents milieux aquatiques, quelle que soit la profondeur ou la distance par rapport au rivage. Il permettra ainsi d'explorer plus aisément la contamination des environnements aquatiques par les MPs selon un protocole normalisé, et faciliterait la réalisation d'échantillonnages répétés.

L'étude réalisée pour comparer la nouvelle méthode d'échantillonnage du drone aux méthodes plus classiques du filet Manta et de la pompe a montré que, pour un même transect d'échantillonnage, la nouvelle technique d'échantillonnage est efficace pour prélever les MPs dans les eaux de surface. Cette nouvelle technique d'échantillonnage reflète de manière très similaire l'abondance et les caractéristiques des MPs prélevés dans les mêmes conditions avec un filet Manta, la méthode d'échantillonnage la plus courante en environnement aquatique. Nos résultats ont également montré qu'elle offre une meilleure reproductibilité et un échantillonnage plus précis des eaux de surface. Les principaux avantages étant sa capacité à fonctionner dans de nombreux types de plans d'eau avec une grande stabilité en raison de sa forme de catamaran, sa possibilité d'être déployée depuis la rive par une seule personne et son absence de nécessité d'un bateau, limitant ainsi les risques de contamination et de turbulence. Elle permet un accès facile aux eaux peu profondes, aux rives des rivières ou aux petits plans d'eau tels que les ruisseaux ou les criques, qui ne peuvent généralement être échantillonnés qu'avec d'autres méthodes telles que la filtration par pompe ou l'échantillonnage par prélèvement en raison de la difficulté de traîner un filet Manta.

**Chapitre 2 : Importance de la stratégie
d'échantillonnage et des conditions
environnementales lors d'études sur la
contamination MPs en milieu aquatique**

Contexte du chapitre : Impact des conditions environnementales sur la distribution verticale des MPs dans la colonne d'eau d'une rivière en milieu urbain et suivi de la contamination MPs en surface dans un port au cours de cycles de marée

La stratégie d'échantillonnage lors de l'étude des MPs dans les milieux aquatiques revêt une importance primordiale et est étroitement liée avec les conditions environnementales telles que les précipitations pendant et avant échantillonnage, la direction et la force du vent, la hauteur des vagues ou encore les courants (Lofty *et al.* 2023, Leads *et al.* 2023). Les paramètres physico-chimiques de l'eau tels que la turbidité, la salinité et la température sont également des paramètres importants à prendre en compte lors de l'échantillonnage des MPs en milieu aquatique et sont souvent en lien avec les conditions présentées précédemment.

Au sein ce chapitre, deux études en lien avec les stratégies d'échantillonnages et les impact des conditions environnementales ont été réalisées.

Dans un premier temps, une étude a été réalisée sur l'impact des conditions environnementales sur la distribution verticale des MPs dans la colonne d'eau d'une rivière peu profonde en milieu urbain. 3 campagnes d'échantillonnages ont été faites avec chacune des conditions environnementales différentes :

- Une en condition d'orage et de forte pluie
- Une après une forte pluie
- Une durant une période de sécheresse

Lors de chaque campagne, 4 différents types d'échantillons ont été prélevés :

- Eau de surface (0-25 cm)
- Eau de subsurface (25 – 50 cm)
- Eau de fond de colonne d'eau (10 derniers cm)
- Sédiments

Dans une deuxième partie, une étude a été mise en place pour étudier la variation en eau côtière de la contamination MPs en eau de surface au cours de 2 cycles de marées complets, en rapport avec les différentes conditions environnementales telles que la hauteur d'eau, la salinité, la

turbidité, la vitesse et la direction du vent ou encore la pluie. Les coefficients de marée étaient de 102 et 42 afin d'avoir un cycle en vive eau et un cycle en morte eau.

Ces études permettront ainsi de discuter de l'importance et de l'impact des diverses conditions environnementales dans deux environnements aquatiques sur la contamination MPs et des stratégies d'échantillonnages qui ont été mises en place.

Ce chapitre a été valorisé de deux articles scientifiques déjà publiés:

Article 3: Vertical distribution of microplastics in a river water column using an innovative sampling method

Gabriel Pasquier, Périne Doyen, Alexandre Dehaut, Guillaume Veillet, Guillaume Duflos, Rachid Amara

Environmental Monitoring and Assessment volume 195, Article number: 1302 (2023)

Article 4: Do tidal fluctuations affect microplastics distribution and composition in mega tidal coastal waters?

Gabriel Pasquier, Périne Doyen, Iseline Chaïb, Rachid Amara

Marine Pollution Bulletin volume 200, Article number : 116166 (2024)

2.1 Vertical distribution of microplastics in a river water column using an innovative sampling method

Gabriel Pasquier, Périne Doyen, Alexandre Dehaut, Guillaume Veillet, Guillaume Duflos & Rachid Amara

Environmental Monitoring and Assessment volume 195, Article number: 1302 (2023) Cite this article

<https://doi.org/10.1007/s10661-023-11915-1>

Résumé en français :

En raison des limites des méthodes d'échantillonnage, les eaux de subsurface sont généralement un compartiment de la colonne d'eau moins bien étudié lorsque les scientifiques évaluent la contamination microplastiques (MPs). Dans cette étude, la contamination microplastiques a été évaluée dans une rivière d'eau douce, à la fois en surface et en subsurface, à l'aide d'une méthode d'échantillonnage innovante. La contamination microplastique dans la partie inférieure de la colonne d'eau, c'est-à-dire dans l'eau proche du fond et dans les sédiments, a également été étudiée. Trois campagnes d'échantillonnage ont été menées dans des conditions météorologiques différentes : orageuses, pluvieuses et sèches, afin d'observer leur influence sur la distribution verticale des microplastiques dans la colonne d'eau. Aucune différence significative n'a été observée entre l'abondance et les types de MPs dans les eaux de surface et de subsurface. La proportion de polymères de densité théorique < 1 (polypropylène $d = 0,9$, polyéthylène $d = 0,91-0,95$) et de polystyrène ($d = 0,1-1,06$) dans les échantillons de surface et de subsurface était de 73,5 %, et cette proportion tombe à 40,8 % pour les échantillons situés dans les eaux proches du fond et les sédiments. Nos résultats indiquent que la concentration en MPs des différents compartiments analysés peut être influencée de manière significative par les précipitations pendant et avant le jour de l'échantillonnage. Cette étude souligne que dans les rivières peu profondes, l'échantillonnage des eaux de surface est représentatif de la contamination de la colonne d'eau par les MP, mais que l'échantillonnage sans tenir compte des conditions environnementales peut conduire à une estimation erronée de la concentration et du flux de MPs entrant dans l'environnement marin.

Abstract

Due to limitations of sampling methods, subsurface water is usually a less well-investigated compartment of the water column when scientists assess microplastic contamination. In this study, microplastic (MP) contamination was assessed in a freshwater river both in surface and subsurface using an innovative sampling method. Microplastic contamination in the lower part of the water column, i.e., near-bottom water and in sediments, was also studied. Three sampling campaigns were carried out during different weather conditions: stormy, rainy, and dry in order to observe their influence on the microplastics vertical distribution. No significant difference was observed between the abundance and types of MPs in surface and subsurface water. The proportion of polymer with theoretical density < 1 (polypropylene $d = 0.9$, polyethylene $d = 0.91\text{--}0.95$) and polystyrene ($d = 0.1\text{--}1.06$) in the surface and subsurface samples was 73.5%, and this proportion drops to 40.8% for the samples located in the near-bottom water and the sediments. Our results indicate that the MP concentration of the different compartments analyzed can be significantly influenced by rainfall during and prior to the sampling day. This study highlights that in shallow rivers, surface water sampling is representative of the water column MP contamination, but that sampling without taking environmental conditions into account may lead to erroneous estimation of MPs concentration and flux entering the marine environment.

2.1.1 Introduction

Plastic use has become ubiquitous in everyday life in all environmental compartments. This leads to plastic pollution being one of the greatest environmental challenges of these last decades (MacLeod *et al.*, 2021; Villarrubia-Gómez *et al.*, 2018). This pollution is mainly due to an exponential increase of the plastic production, going from 1.5 million tons produced in 1950 to 390.7 million tons in 2021 (Plastic Europe, 2022). In aquatic ecosystems, the most threatening form of this plastic pollution is microplastics (MPs) (Barnes *et al.*, 2009; Cózar *et al.*, 2014). MPs are plastic particles with a size inferior of 5 mm (Arthur *et al.*, 2009). MPs are ubiquitous in all kinds of aquatic environments and pose a threat to aquatic wildlife. Due to their small size, a variety of aquatic organisms can access them (Andrady, 2011; Ugwu *et al.*, 2021). Therefore, MPs became a global concern in our modern society as a new anthropogenic pollutant as evidenced by the growing number of scientific publications on the subject.

Although most studies have been conducted on the abundance and characteristics of microplastics in the surface water (Jemaa *et al.*, 2021; Pasquier *et al.*, 2022a), more studies

indicate that monitoring MPs in the water column and benthic sediment might enhance our capacity to anticipate changes in MP mass budget, the MP transport mechanisms, and their impact on aquatic species and habitats (Li *et al.*, 2023c; Liu *et al.*, 2022a; Lofty *et al.*, 2023). Moreover, significant variations in MP abundance and composition in terms of size and shape have been found at different depth in the water column, e.g., dense MP particles may reside near the water bottom whereas more buoyant MPs will float near the surface waters (Erni-Cassola *et al.*, 2019; Lenaker *et al.*, 2019). However, data are still scarce, and sampling methods need to be improved and harmonized (Lenaker *et al.*, 2019; Li *et al.*, 2023c; Liu *et al.*, 2022b).

The commonly used field sampling methods for the study of vertical distribution of MPs in aquatic environments are bulk (Ding *et al.*, 2019; Peng *et al.*, 2018), net (Lenaker *et al.*, 2019; Liedermann *et al.*, 2018), and submersible pumps (Liu *et al.*, 2019; Song *et al.*, 2018). Koelmans *et al.* (2019) recommended to collect a minimum sampling volume of 500 L from the water column to ensure a representative sample of MPs. The limitations of both bulk and submersible pumps are linked to their limited volume sampling capacity and representativeness of the area studied, which can lead to an overestimation of contamination levels. Trawling nets present the advantage of sampling a significant amount of water in a relative short amount of time compared to other methods, such as bulk or pump, which makes it more representative of the environment sampled. Nonetheless, trawling nets are less convenient compared to the aforementioned methods, as they require access to a boarding point, rendering them unsuitable for deployment in shallow and smaller aquatic environments. Different net sampling techniques have been used to collect water column MP samples, which included plankton trawls (vertical or oblique trawling), multi-net trawls, and multiple opening and closing nets (see Liu *et al.*, 2022b).

Riverine ecosystems are often not thoroughly investigated regarding the presence of microplastics (MPs), even though they could contribute up to 80% of the total plastic pollution load to the world's oceans according to a model made by Meijer *et al.* (2021) and supported by other studies (Alimi *et al.*, 2018; Jambeck *et al.*, 2015). Only a few studies in rivers and other freshwater bodies have investigated MP distribution in the water column, hindering our understanding of MPs behavior and fate in riverine systems (Lofty *et al.*, 2023). This is particularly true in small freshwater ecosystems where sampling can be difficult with a trawling net due to the shallow depth and the need to use a boat. Plastic concentrations in rivers can be underestimated if the MPs distributed through the water column are neglected, leading to an erroneous estimation of MPs flux that enters the marine environment.

In this study, a freshwater coastal river was sampled with an innovative trawling net device which allows accurate sampling of the surface (0–25 cm depth) and subsurface waters (25–50 cm depth). Near-bottom water and sediments were also sampled to investigate the MP vertical distribution. Different sampling campaigns were conducted during different weather conditions: stormy, rainy, and dry. The aims of this study were (1) to assess the MP vertical distribution and compare the abundance and types of MPs in the different compartments of the water column and the sediments and (2) to determine if weather conditions impact the vertical distribution of MPs.

2.1.2 Material and methods

2.1.2.1 Study site and environmental data

Samplings were conducted in the Liane river (coordinates “50.716888, 1.604552”). The Liane is a 38-km-long river that rises in Quesques (France) and flows into the English Channel at Boulogne-sur-Mer (France). The Liane river is affected by various anthropogenic activities such as landfills and commercial areas and by the discharge from a municipal wastewater treatment plant (WWTP) that treats wastewaters of ca. 110,000 inhabitants. Three sampling campaigns were conducted in May and November 2022 and in January 2023 in the lower part of the river downstream the WWTP. The river at the sampled section, where the depth varies between 0.75 m and 1.25 m, is freshwater and the mean water flow is about 2.99 m³/s.

During every sampling campaign, environmental conditions were reported such as water temperature, turbidity, and density every 30 min as recommended by Defontaine and Jalón-Rojas (2023). The wind, the rainfall, and the river flow were also reported (data from Météo France).

2.1.2.2 Surface and subsurface sampling using an innovative method

The surface and subsurface sampling was carried out with a customized aquatic drone Jellyfishbot®, developed by IADYS (Roquefort-la Bédoule, France) and presented in a previous study (Pasquier *et al.*, 2022a) (**Figure 25a**). The drone combines the advantages of a classic Manta net in terms of water volume sampled and MPs collected and of a bulk or in situ pump in terms of practicality. The drone has the shape of a little catamaran which makes it very stable and has a size of 70 cm width, 70 cm length, and 50 cm height. Compared to the previous study by Pasquier *et al.* (2022a), a new sampling net device was developed for this study consisting of a removable metal frame with two net levels placed at the back of the drone

(Figure 25b, c). This metal frame holds two nets with the following dimensions: $36 \times 25 \times 200$ cm (length). This sampling device allows to concurrently sample both surface (25 first cm of the water column) and the subsurface (25 to 50 cm of the water column depth). Both nets have a mesh size of $300 \mu\text{m}$ and were equipped with a detachable cod-end made of PVC that has a length of 30 cm and diameter of 11 cm. The cod-ends are equipped with a $20\text{-}\mu\text{m}$ mesh size net window. A General Oceanic® flowmeter (Miami, Florida, United States) was placed at the opening mouth of each collecting nets in order to record the precise volume sampled during all the transect. Special attention was paid to the height position of the surface sampling net, to sample precisely at the water surface.



Figure 25 : Pictures of the aquatic drone innovative sampling device in different angles and configurations. a Aquatic drone during sampling, b aquatic drone equipped with double nets from the front, and c aquatic drone equipped with double nets from the side (each net having a dimension of 36 cm width, 25 cm height, and 200 cm length); each net is equipped with a flowmeter (General Oceanic®)

During each campaign, a sampling transect of 300 m in the middle of the river against the flow was carried out. The sampling duration was 10 min, and the sampling speed was kept at 1 knot during the full transect duration. Three replicates were carried out at each sampling campaign. The average volume sampled was about $30.24 \pm 3.45 \text{ m}^3$ according to the flowmeters, and the volumes sampled in both surface and subsurface were very similar at every replicate with less than 5% volume difference. Drone remote controller allowed to accurately display and monitor the sampling speed, duration, and position during the sampling transect. At the end of sampling, the metal frame was removed from the back of the aquatic drone, and both surface and subsurface collecting nets were rinsed carefully with environmental water from the outside of the nets with an in situ pump (Viršek *et al.*, 2016). After all the particles had fallen into the detachable cod ends, these last were carefully detached from both nets and thoroughly rinsed with milli-Q water in order to retrieve the particles. The rinse solutions were then kept in glass bottles and placed in a cooler at a temperature of 10 °C until further processing.

2.1.2.3 *Near-bottom sampling with an in situ pump*

The near-bottom water sampling was carried out at the same transect location as the surface and subsurface sampling in order to compare the observed results in terms of types. The pump was fixed along a pole so that it was 10 cm above the bottom. A special attention has been paid to not remobilize sediments in the water column by not touching the bottom floor with the pump. Three sampling points were carried out during the transect, one at the beginning, one in the middle, and one at the end of the transect. At each sampling point, the pump was put in the water for 4 min. The water was filtered on a 20-cm-diameter sieve with a 300- μm mesh stainless steel (the same pore size as the drone net). The water flow intake was about 30–35 $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ leading to a total average volume sampled of $376 \pm 13 \text{ L}$ for each transect. At the end of every transect, the sieve was carefully rinsed with milli-Q water, and the rinse solution was then kept just as mentioned, previously. Three replicates were carried out after each surface and subsurface replicate.

2.1.2.4 *Sediment sampling with a Van Veen grab*

The sediment sampling was carried out at the same location as the pump sampling, i.e., three samples for each transects. Sediments were sampled using a Van Veen grab sampler made of stainless steel with a volume of 3.14 L. The sampling was carried out from the side of a small boat, and at least 500 g of sediment was retrieved each time. Sediment samples were preserved in aluminum paper and placed into a freezer at $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ before being processed.

2.1.2.5 *Environmental blanks*

Environmental quality control blanks were carried out during all sampling transect. A 20-cm-diameter stainless steel sieve with 300- μm mesh size, pre-cleaned with milli-Q water and placed on the top of the aquatic drone, was used as control during the whole duration of the transect to register the possible atmospheric contamination. After sampling, the sieve was rinsed carefully with milli-Q water, and the rinsed solution was then kept just as any other water samples carried out before.

In addition, environmental blanks were also carried out before every net sampling. This consisted thoroughly rinsing the net from the outside of the net and retrieving the rinsed solution for further analysis just as any other water samples described previously.

2.1.2.6 *Water and sediment sample treatment*

All the water samples collected (surface, subsurface, and near-bottom) were first dried in a laboratory oven at 40 °C until all liquid had evaporated. This temperature has been chosen to not impact the integrity of any plastic particles and to maintain the accuracy of the final results. This step could take up to 5 days depending of the collected water volume. After the samples were completely dried out, the digestion process started. Four hundred milliliters of 10% (w/v) KOH solution (Chimieplus, Saint-Paul-de-Varax, France) was added in order to digest all the remaining organic matter. This solution was incubated at 40 °C under magnetic agitation (200 rpm) for 48 h, following the recommendations of Treilles *et al.* (2020). The digested solution was then filtered on GF/A glass fiber filter (Thermo Fisher Scientific) (90 mm diameter and 1.6 μm porosity). At the end of the process every filter was put in a glass Petri dish waiting for the particle characterization and identification.

The sediment samples were first dried out for about 3 days in a laboratory oven at 40 °C. Fifteen grams of sediments was then added into 400 mL of a ZnCl 97.5% (Carlo Erba) solution with a density of 1.5 (Coppock *et al.*, 2017) in order to have a density separation between the organic matter, the minerals, and the plastic particles. The solution was then mixed under magnetic agitation for 10 min (300 rpm) and left to settle for 6 h. One hundred milliliters of the supernatant was then taken with a pipette and filtered using a GF/A glass fiber filter (Thermo Fisher Scientific). This procedure was repeated three times to recover all the particles, and the walls of the glass material were rinsed with milli-Q water between each procedure.

2.1.2.7 MPs characterization and identification using Raman spectroscopy

The characterization of the MPs was carried out using a Stereomicroscope (Carl Zeiss, Stemi-305, Germany) equipped with AXIOCAM 105 color 5 MP. Every filter was carefully observed from the left side of the Petri dish to the right side using a “zigzag” pattern from the top to the bottom. Visual spots were tagged onto the lid to avoid omitting particles during the process or counting particles twice. All particles observed as a potential microplastic were photographed with Zein platform (Image Analysis software V4.13). After the whole filter was observed, all suspected MP particles were counted, measured (using Zein platform), and categorized by type (fragments, fibers, pellets, or films), and colors were reported. Fragments were identified as particle with irregular and sharp edges, fibers as particle with a thread or filament shape, pellets as round particle with regular shape, and films as thin see through particles with irregular shape. Particles measured were dispatched into five size classes, 300–500 μm , 500–1000 μm , 1000–5000 μm , only particles $> 300 \mu\text{m}$ were considered in the sediments samples in order to compare with the others compartments.

The chemical identification was carried out using a Micro-Raman Spectrometer Xplora Plus (HORIBA Scientific®, France). The Micro-Raman analysis is a non-destructive method that allows the identification of the particles and defines the polymer type. Different parameters have been tested in order to have the most reliable technique for identifying the polymers of the analyzed particles. The best instrument parameters that have been found for optimizing the sample detection were a wavelength of 785 nm with a range of 200–3400 cm^{-1} and a filter of 50% for less risk of burning the particle compared to the 582 nm laser. Spectra were recorded with spectral autofocus in the range of 750–1750 cm^{-1} and a resolution of 5 cm^{-1} . A long range $\times 50$ objective (Olympus) was used to be more precise with 6 s of acquisition and 8 accumulations. The obtained spectrum was compared with the polymer identification database (KnowItAll, WILEY®) and a personal library made with specific polymers obtained from Goodfellow (France) with the same parameters. The identification is considered correct when the HQI (Hit Quality Index) was above 70 (ranging from 0 to 100).

Because of the significant time required, a subsample comprising 10 to 20% of randomly selected suspected microplastics (MPs) was analyzed using Micro-Raman spectroscopy (Pasquier *et al.*, 2022b). The subsample was chosen to represent in terms of shape and colors all the particles found (Kazour *et al.*, 2019a). If a sample contained a certain percentage of blue fibers, then the subsample chosen had the same percentage of blue fibers, etc.

2.1.2.8 Contamination control and quality assurance

A particular attention was paid for potential external contamination. Prior to every sampling process, all milli-Q water and solutions (KOH and ZnCl) used were filtered several times until no particles were present. The utensils used were carefully cleaned and rinsed with milli-Q water at least three times. All glass bottles used for the sampling were put into a muffle furnace at 450 °C for 6 h to remove any possible contamination and closed with aluminum paper. The utensils were then kept protected from atmospheric contamination as much as possible with either aluminum paper wrapped around them and kept in closed boxes. In the laboratory, all the equipment was also rinsed and cleaned carefully at least three times with milli-Q water. All manipulations were carried out under laminar flow cabinet (Thermo Fisher BSC) in order to prevent atmospheric contamination of the samples. Plastic tools were used at the minimum possible, and only the transportation boxes were in plastic but the glass bottle samples were always sealed inside. Cotton lab coats were worn during the entire process. Atmospheric controls were also carried out in the lab by letting open a Petri dish with a filter inside the box during all laboratory procedures: drying phase, digestion, density separation, filtration phase, and observation phase. Procedural controls were conducted during sample treatment with the same volume of KOH used to samples digestion in order to check that no contamination occurred during handling. The same procedure was realized with the ZnCl solution used for density separation. During the observation process, the filter was placed under a plexiglass hermetic box which limits the atmospheric deposition to a minimum. No fragments with a size superior of 300 µm were found contrary to 0 to 4 fibers found in some of the procedural and atmospheric controls in the lab. These fibers were then deducted from the sample filters. These subtractions were performed according to color and size. The Raman spectrometer microscope support platform and the stereomicroscope support platform were cleaned with microfibers paper (cellulose) between two analyses.

2.1.2.9 Statistical analysis

Afterwards, the term “particles” is accounting for all items (fragments, fibers, pellets, and films) that the observer visually identified as MPs without being identified by the Micro-Raman spectrometer. The particle abundance has been reported as particles.m⁻³ for each sampling campaign and in each water’s compartment sampled and as particles.g⁻¹ in the sediments. Results are presented as the mean value, bounded by the 95% confidence interval, and calculated as minus/plus two standard-error of the mean based on the three replicates carried out for each campaign. The statistical analysis has been carried out through R Studio (RStudio,

Inc Version 1.4.1717) software. After a Shapiro-Wilk test, particle abundance data did not follow a normal distribution and non-parametric tests (Kruskal-Wallis and Mann-Whitney U tests) were used to test the difference in the mean abundance of particles between the different compartments sampled (surface vs. subsurface, near-bottom, and sediments) and for the different sampling campaigns (significance level: 0.05).

The analysis of shapes and sizes were expressed as percentage of the mean values of the different replicates for every sampled compartment during each campaign.

The polymer types of the particles analyzed with the Micro-Raman spectrometer are given as percentage. A chi-squared test was carried out in order to check a potential significant difference with the proportion of polymers that have a density inferior of 1 between results.

A multivariate statistical technique known as principal component analysis (PCA) was applied to determine the links between turbidity, rainfall prior and during the sampling day, MP shape distribution, and MP concentration for all of the compartments sampled. The data were pre-processed and transform as mean centered and standardized, to avoid the influence of the different variable scales on the result of the analysis.

2.1.3 Results and discussion

2.1.3.1 Abundance and composition of microplastic in the water column and surface sediments

A maximum of 4 fibers per blank were observed in the atmospheric controls in the laboratory. The number of particles observed in the rinse control of the net varied from 16.8 ± 3.4 fibers in May, 5.7 ± 1.4 in November, and 2.7 ± 0.6 in January. Atmospheric control of the drone showed 7.3 ± 1.2 fibers in May, 4.7 ± 0.8 in November, and 1.2 ± 0.3 in January. Only fibers were also observed in the atmospheric control of the pump with values of 8.7 ± 2.2 fibers in May, 3.7 ± 1.9 in November, and 1.3 ± 0.2 in January.

The particle concentrations were of 2.53 ± 1.99 particles.m⁻³ in surface samples, 4.01 ± 4.47 particles.m⁻³ in subsurface samples, 46.39 ± 26.59 particles.m⁻³ in near-bottom samples, and 3.41 ± 1.65 particles.g⁻¹ for the sediment samples all campaign considered (**Figure 26**). Abundances found in surface and subsurface are in the same order of magnitude as in other studies that sampled MPs in rivers with a manta net equipped with a same mesh size (300 μm) as for example 0.28 to 0.47 MPs.m⁻³ in Seine River, France (Dris *et al.*, 2018b); 7 MPs.m⁻³ in Swiss Rivers (Faure *et al.*, 2015a); 0.04 to 9.97 MPs.m⁻³ along the Rhine River (Mani *et al.*,

2015); and 0.3 to 58.9 with a mean of 11.6 ± 17.7 items. m^{-3} in Rhône river (Constant *et al.*, 2020). However, all these concentrations are lower than those found in highly polluted rivers such as in Saigon River and canals, Vietnam, with 10 to 223 MP $s.m^{-3}$ (Lahens *et al.*, 2018) or Haihe River in China with 0.69–74.95 MP $s.m^{-3}$ (Liu *et al.*, 2022a).

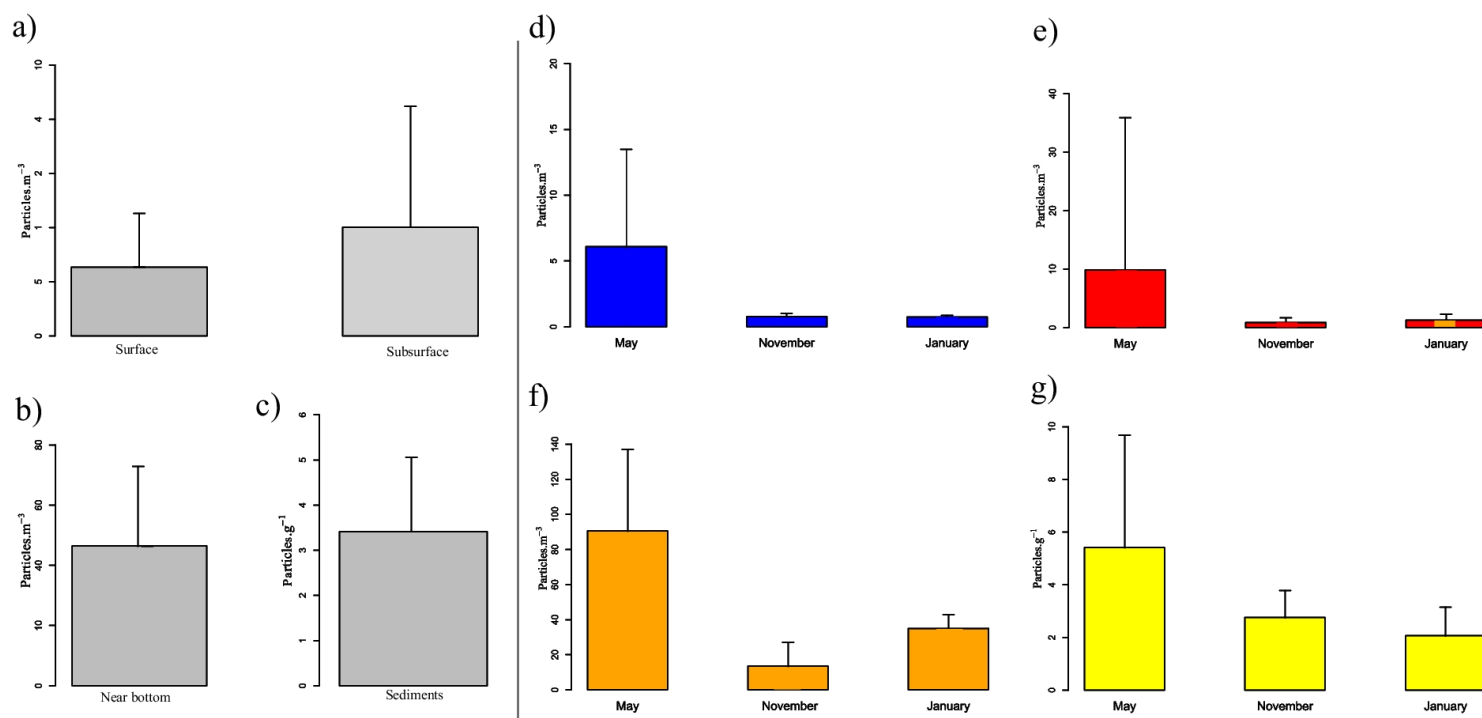


Figure 26 : Mean particles abundance (particles. m^{-3}) in the surface, subsurface (a) and near-bottom water (b) and in the sediments (particles. g^{-1}) (c) for all sampling campaigns considered. Error bars represent the confidence interval of 95%, $n = 9$. Mean particle abundance (particles. m^{-3}) in surface (d), subsurface (e), in near-bottom water (f), and particle abundance (particles. g^{-1}) in the sediments (g) at each sampling campaign in May, November, and January. Error bars represent the confidence interval of 95%, $n = 3$

No significant difference was observed between the abundance of MPs in surface and subsurface water for all sampling campaigns (p value = 0.09–Kruskal Wallis) (**Figure 26a**). However, this study showed that subsurface water can contain as much particles as surface water in a freshwater river environment. One hypothesis could be that the water surface is a dynamic environment where current, wind and waves, and turbulence could impact the position of the particles and bring them deeper in the water column than expected. This can lead to the underestimation of the actual level of MP contamination of the aquatic environment if the authors assume that most of the particles are found mainly in the surface water. Other studies have demonstrated that subsurface water can be as contaminated as the surface water. For

example, different level of MPs in the water column of the Marne river ranged from 19.0 to 28.2 fibers.m⁻³ at 1 m and 13.7–19.1 fibers.m⁻³ at 2 m depth (Dris *et al.*, 2018b) and in the Lake Michigan river basin with 0.14 to 2.7 particles.m⁻³ at 0.40 and 13.7 m depth, respectively (Lenaker *et al.*, 2019). Some studies found a decrease of MP concentration with depth. For example, in the Milwaukee River Basin, Lenaker *et al.* (2019) deployed at different depths five neuston nets from 0.4 to 12.7 m and synchronously sampled various layers of the water column. They observed an exponential decreasing trend of MPs with water depth, but without statistical difference.

The results of particle abundances obtained in near-bottom water and sediments (**Figure 26 b, c**) cannot be compared due to the difference in the sampling methods. The particles abundance in the sediment is expressed as particles per gram which is not the same unit at the other compartments (per cube meter). The pump sampled an average of 376 ± 13 L, whereas the aquatic drone sampled 30.24 m³ ± 3.45 of water, which can lead to overestimation of the pump samples as previously observed in many studies (Tamminga *et al.*, 2019; Zhang *et al.*, 2020a).

The concentrations of plastic found in the sediments can be linked to the ones found in other studies in heavily polluted area such as 1.739 ± 2.153 particles.g⁻¹ in Xiangshan Bay, China (Chen *et al.*, 2018) and 4.29 to 7.10 particles.g⁻¹ in Chai river valley, China (Zhang & Liu, 2018). In France, another recent research on the Loire River showed a median value of 1.5 MPs.g⁻¹ with a maximal concentration of 7.8 MPs.g⁻¹ in coarse river deposits (Dhivert *et al.*, 2022).

The high prevalence of fibers and fragments (over 90% of particles) in all compartments is consistent with other freshwater studies (Eo *et al.*, 2019; Mani *et al.*, 2015) (**Figure 27a**). This indicates that microplastic pollution in the Liane River is mainly from secondary sources. Films were found only in surface and subsurface water in fewer proportions (less than 4%). A few pellets have been observed both in near-bottom water and in the sediments.

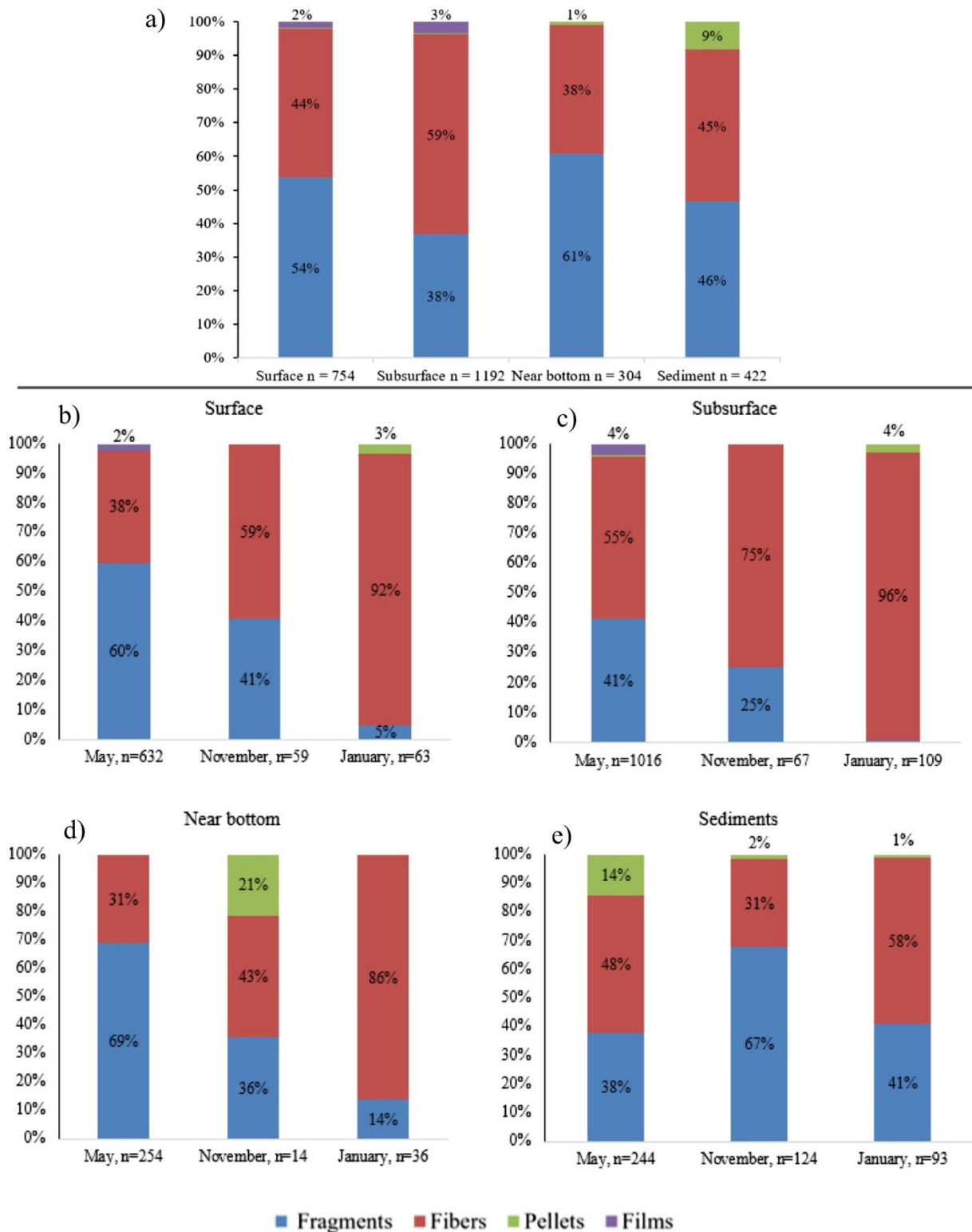


Figure 27 : Particle shape distribution in percentage in surface, subsurface, near-bottom water and in the sediments for all sampling campaigns (a). Particle shape distribution in surface (b), subsurface (c), near-bottom water (d), and in the sediments (e) for each sampling campaign in May, November, and January. “n” = number of particles

The proportion of fibers increase between surface and subsurface water, whatever the sampling campaign. This could be explained by the shape of the fibers, which have a higher effective surface, enabling them to move more easily through the water column in response to environmental conditions, than staying at the surface. Numerous studies have shown that fibers can stay suspended in riverine sediments for a longer period of time than fragments and spherical beads (Cable *et al.*, 2017; Crew *et al.*, 2020). According to the results obtained in this study, most of the fibers could be located in subsurface water, an environment that is usually forgotten in most of the MP studies (**Figure 27 a**).

The fiber size distribution was widely spread, ranging from 304 to 4945 μm with an average size of 1584 μm in all compartments and all sampling campaigns combined. No major differences can be observed concerning the sizes distribution of the fibers between compartments during the same campaign except in the sediments, where 56% of the fibers are smaller than 1000 μm , which is higher than in all other compartments (**Figure 28a** and **Figure 29a**). A hypothesis could be that most of the particles that end up trapped in the sediments are the result of a long-term environmental degradation leading to a smaller size (Huang *et al.*, 2021a; Wu *et al.*, 2019). However, one study showed the opposite (Matjašič *et al.*, 2023). These later authors concluded that due to their size and buoyancy, smaller microplastics tend to stay in suspension longer and are more likely to be present in the water column. Larger microplastics have a higher settling velocity and sink to sediment more quickly, while smaller microplastics can remain in the water column for longer periods.

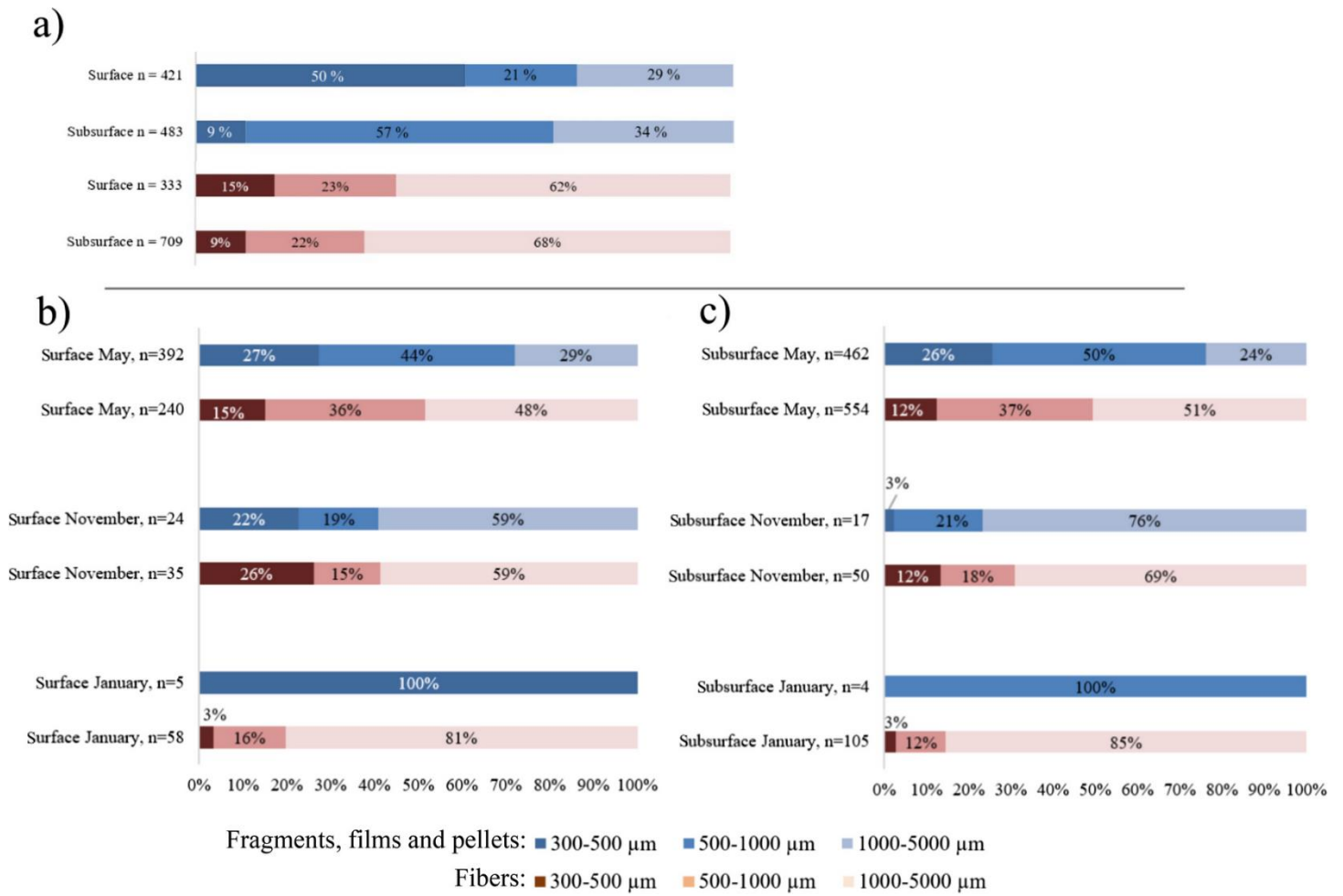


Figure 28 : Fiber and fragment, film, and pellet size distribution in surface and subsurface for all sampling campaigns (a). Fiber and fragment, film, and pellet size distribution in percentage in surface (b) and subsurface (c) at each sampling campaign in May, November, and January. “n” = number of particles

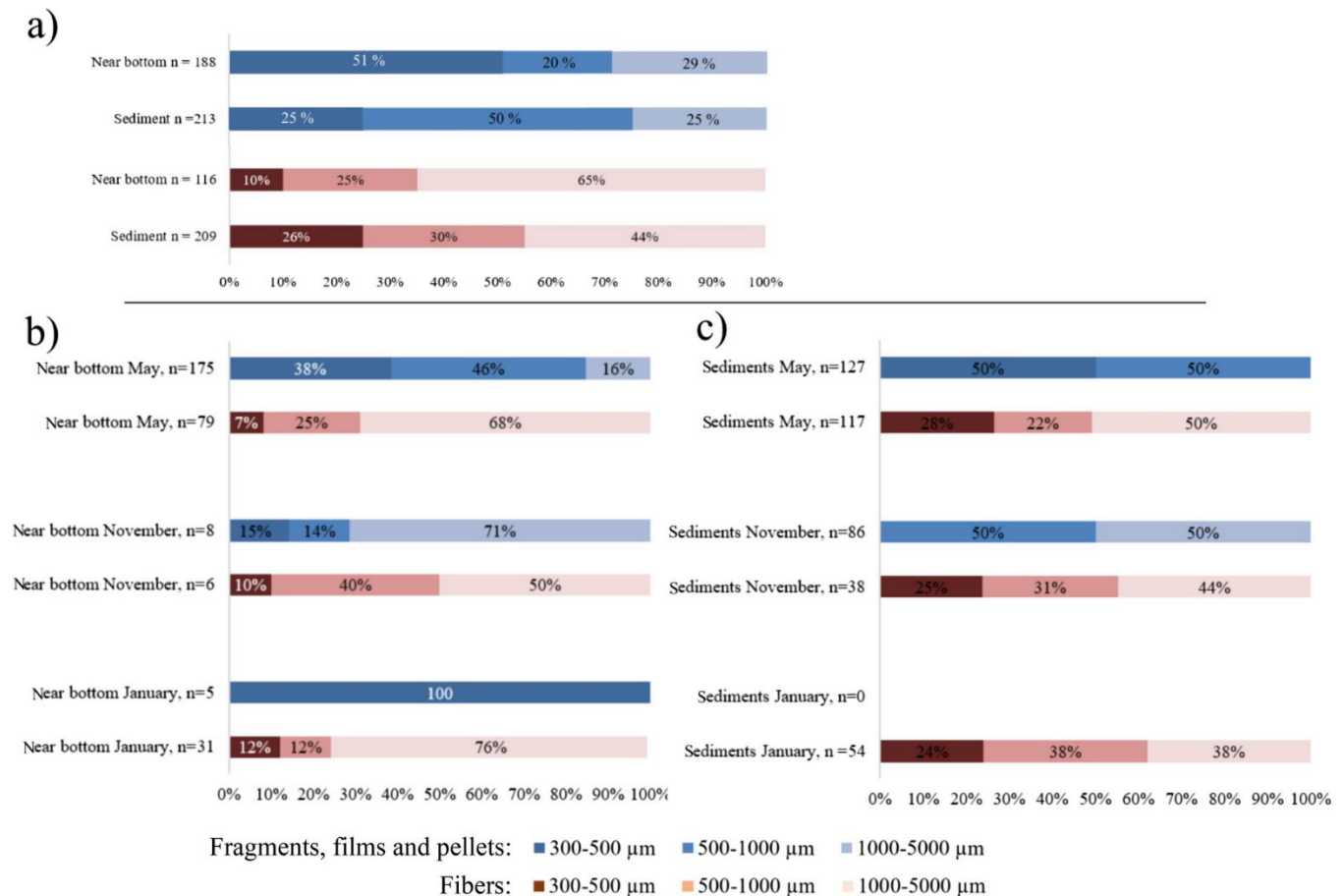


Figure 29 : Fiber and fragment, film, and pellet size distribution in near-bottom water and sediments for all sampling campaigns (a). Fiber and fragment, film, and pellet size distribution in percentage in near-bottom water (b) and sediments (c) at each sampling campaign in May, November, and January. “n” = number of particles

However, the specific size distribution of microplastics in sediment and water column can vary depending on factors such as the nature of the plastic particles, hydrodynamics, sedimentation rates, and biological interactions within the river ecosystem (Matjašič *et al.*, 2023).

The size distribution of the fragments, films, and pellets were also widely spread, ranging from 302 to 4904 μm with an average size of 1128 μm in all compartments and all sampling campaigns considered. The proportion of fragments, films, and pellets > 1000 μm is more or less the same in all compartments (25–34%) (Figure 28a and Figure 29a). However, a greater proportion of particles between 500 and 1000 μm is observed in the subsurface and in sediments. An explanation might be that larger fragments can become negatively buoyant upon fouling, resulting them to sink and spread out in various water layers or accumulate on the water bottom (Jalón-Rojas *et al.*, 2019). However, this size distribution was not observed in water samples collected with the pump near the bottom. Among all the fragment sizes found in the

sediments, 97% have a size lower than 300 μm . This indicates that other mechanisms contribute to the particles size vertical distribution. It has been suggested that smaller MPs with larger specific surface areas have higher sorption capacities; microbial colonization and aggregation increase the sedimentation capacity of MPs by increasing their density, ultimately causing them to sink into the sediment (Campanale *et al.*, 2020; Li *et al.*, 2023a; Wardrop *et al.*, 2016). Han *et al.* (2020) has shown that regardless of the polymer type, particle sizes can impact the particle distribution in the water column.

Three hundred fifty-nine particles (14% of all particles) were analyzed by μ -Raman in order to define the polymers composition. In total, 7 different types of polymers have been identified throughout all the samples, i.e., PP (polypropylene), PE (polyethylene), PS (polystyrene), PA (polyamide), PVC (polyvinylchloride), PET (polyethylene terephthalate), and PMMA (Polymethyl methacrylate). Particles that were not identified as plastic were noted as unidentified (**Figure 30**).

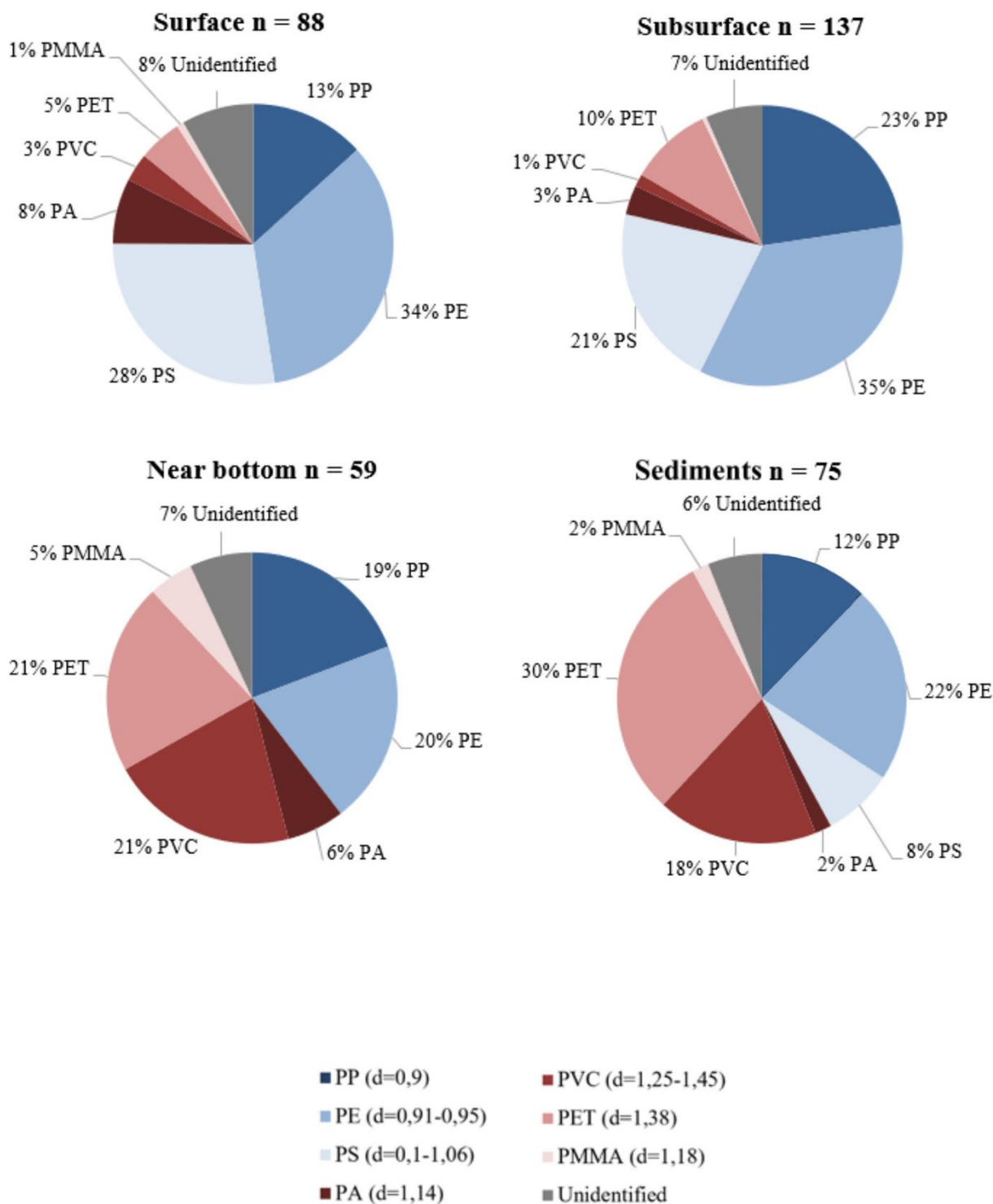


Figure 30 : MP polymer distribution for surface (a), subsurface (b), near-bottom water (c), and sediments (d) samples for all sampling campaigns. n = number of particles analyzed with the micro Raman

All sampling campaign considered, statistical chi-squared test showed that there is significant difference in polymer composition between the samples of each compartment (p value = 0.046). However, MP polymers found in surface and subsurface are quite similar and consisted mainly

of PE, PP, and PS representing 75% and 79% of all the particles analyzed in surface and subsurface samples, respectively.

These polymers are mostly used for packaging, and previous studies have shown that they were among the most common in the surface aquatic environment (Bayo *et al.*, 2020; Cheng *et al.*, 2021; Hänninen *et al.*, 2021; Hidalgo-Ruz *et al.*, 2012; Pan *et al.*, 2021). The polymers found in near-bottom water and in sediments are also quite similar and differ from the previous ones by the presence of a higher proportion of PET, PVC, and PMMA (**Figure 30**).

Looking at the polymer's theoretical density of PP, PE, and PS which have densities (d) lower than 1 suggests that they would logically be found more often in surface and subsurface water. The results showed that for all sampling campaigns, the proportion of polymer with theoretical $d < 1$ in the surface and subsurface sampled represents 73.5% of total polymers, and this proportion drops to 40.8% for the samples located in the near-bottom water and the sediments (Fig. 6). Other studies also observed that the non-buoyant MPs are more likely to be found at the bottom of the water column than at the top (Lenaker *et al.*, 2019, Chevalier *et al.*, 2023) and PE, PP, and PS at the water surface (Erni-Cassola *et al.*, 2019).

Influence of environmental conditions on microplastic abundance and vertical distribution

Among the environmental conditions, only the temperature and turbidity of the water and the rainfall differed between the three campaigns (**Table 4**). The first campaign in May was characterized by a high-water temperature 20.5 °C, a very heavy rain from a summer thunderstorm with about 19 mm.m⁻² of rain in 4 h during the sampling. No rain has been recorded during 2 weeks before this campaign. The second campaign in November was characterized by high turbidity with an average of 54.4 ± 10.4 NTU, particularly, near the bottom, and a light rain of 3 mm.m⁻² during the sampling day. The 2 weeks that precede the sampling day have been marked with heavy rains with more than 60 mm.m⁻² of rain dropped (**Table 5**). Five days before the sampling day, a heavy rain of 16 mm.m⁻² in 6 h occurred. During the third sampling campaign in January, the water temperature was low (6.4 °C), and no rain occurred. The week that precedes the sampling day have been marked with only 2 mm.m⁻² of rainfall in 7 days.

Table 4. Surface and bottom water characteristics (Temperature, turbidity, salinity and density) during each campaign (May, November and January)

Water characteristics	May surface	May bottom	November surface	November bottom	January surface	January bottom
Temperature (°C)	20.7	20.5	12.8	12.8	6.4	6.5
Turbidity (NTU)	11.6	11.7	49.1	50.3	4.7	6.0
Salinity (PSU)	2.1	2.2	0.4	0.4	0.4	0.4
Density	0.9983	0.9983	0.9986	0.9986	0.9994	0.9994

Table 5. Environmental conditions (wind, rainfall during the sampling day and the week before and river flow) for each sampling campaign (May, November and January)

Environmental conditions	May	November	January
Wind strength (knots) and direction	11, West	9, West	10, East
Rainfall on the sampling day (mm/m²)	19	3	0
Rainfall during the week prior to sampling (mm/m²)	0	60	2
River flow (m³/s)	0.6	0.8	2.8

For the same campaign, the water environmental parameters are similar at the surface and near the bottom. This is due to the shallow depth of the study area (1–1.5 m) and the probable mixing in the water column.

Particles were observed in all samples, at all sampling campaigns and throughout the water column and sediments. The temporal evolution of particles concentrations is relatively the same in the different compartments studied. In all compartments analyzed, the particle concentrations were higher during the first sampling campaign in May (**Figure 26**). The particle concentrations

were of 6.08 ± 7.39 particles.m⁻³ in surface samples and 9.88 ± 25.99 particles.m⁻³ in subsurface samples for the first sampling campaign in May. Lower concentrations were recorded during the second campaign in November (0.77 ± 0.23 particles.m⁻³ and 0.88 ± 0.76 particles.m⁻³) and the third campaign in January (0.73 ± 0.14 particles.m⁻³ and 1.26 ± 1.04 particles.m⁻³) in surface and subsurface respectively (**Figure 26 d, e**).

In the near-bottom water, particles were also observed in all the samples with concentrations of 90.6 ± 46.4 particles.m⁻³ in May, 13.46 ± 13.62 particles.m⁻³ in November, and 35.08 ± 7.85 particles.m⁻³ in January (**Figure 26f**).

In the sediments, particles were also found in every sample with concentrations of 5.43 ± 4.26 particles.g⁻¹ in May, 2.76 ± 1.03 particles.g⁻¹ in November, and 2.07 ± 1.09 particles.g⁻¹ in January (**Figure 26g**).

Even though particle concentrations in surface and subsurface samples are not significantly different among the sampling campaigns (p value = 0.06 and 0.39 respectively—Kruskal Wallis), discrepancies in the results between the first campaign and the two others for both surface and subsurface samples can be observed with a trend to higher level of contamination in May. It is also noticed that the water samples collected near-bottom in May are almost 7 and 3 times significantly more concentrated in particles than the samples of November and January, respectively (**Figure 26f**) (p value = 0.03—Kruskal Wallis). Sediment samples follow the same seasonal pattern of particle concentration as the others compartments sampled, with particle level twice as high in May (**Figure 26g**). However, the Kruskal-Wallis test showed no significant difference between the sediment samples obtained in different sampling campaigns (p value = 0.18—Kruskal Wallis).

In terms of particle shape distribution, the results showed that for all water compartments, fibers were present in larger proportion in January (86 to 96%) compared to the others sampling campaign (31 to 75%) (**Figure 27**). In the sediments, the main variation in shape concerned the distribution of fragments, with a higher proportion in November (67%) and January (41%) than in the water compartments. The main variation in shape concerned the distribution of fragments, with a higher proportion in November (67%) and January (41%) (Fig. 3e) than in the water compartments (**Figure 27b, c**).

The distribution of the fibers with regard to the size shared the same distribution in surface and subsurface during May and January (**Figure 28** b, c). However, in November, a greater proportion of smaller fibers was found in the surface.

Overall, during the same sampling campaign, fragment size distribution was fairly similar in the water column between compartments (surface, subsurface, and near-bottom) (Figs. 4 and 5). In the water column, there were some differences in fragment size distribution between the three-sampling campaigns (**Figure 28** and **Figure 29**). Fragments have globally a size inferior of the fibers, with 61% of fragments under 700 μm in length for all samplings. The fragments found in May were globally smaller than the ones found in November for all water column compartments. Not enough fragments were found in January to discuss the results.

The difference in particle abundance between sampling campaign can be explained by the different environmental conditions observed during each sampling period (**Table 4** and **Table 5**). In river ecosystems, hydrologic parameters, storm events, hydraulic circumstances, and their physical properties greatly influence the movement and deposition behavior of MPs (Do *et al.*, 2023). During the first sampling in May, a thunderstorm happened just before and during the sampling process, and a heavy rain was recorded (**Table 5**). At this time, this rain was the first to occur in the last 21 days. A hypothesis could be that this heavy rain washed into the river all the particles accumulated during the 21 sunny days prior to the sampling. Recent studies have indicated that rainfall is an important source of MP input into freshwater systems (Sun *et al.*, 2023; Xia *et al.*, 2020).

This hypothesis is directly linked to the result of the PCA test which shows that rain during the sampling day is correlated with the concentration of MPs in all compartments (**Figure 31**). During the May sampling, the heavy rain that occurred that day may have increased the input of particles into the river due to the first-flush effect of rainfall (Do *et al.*, 2023; Lu *et al.*, 2023). On the other hand, during the sampling in November, only a very light rain was recorded when heavy rains were registered 5 days before. According to the same hypothesis, the plastic particles could have been washed away by rain on the days preceding the sampling day, which could explain the lower particle abundance observed on that day. This hypothesis is also validated by the PCA that shows that MP concentration of all compartments are anticorrelated with the rainfall prior to the sampling day (Fig. 7). The low level of particles observed in January may also be related to the lack of rainfall on that day or in the previous week.

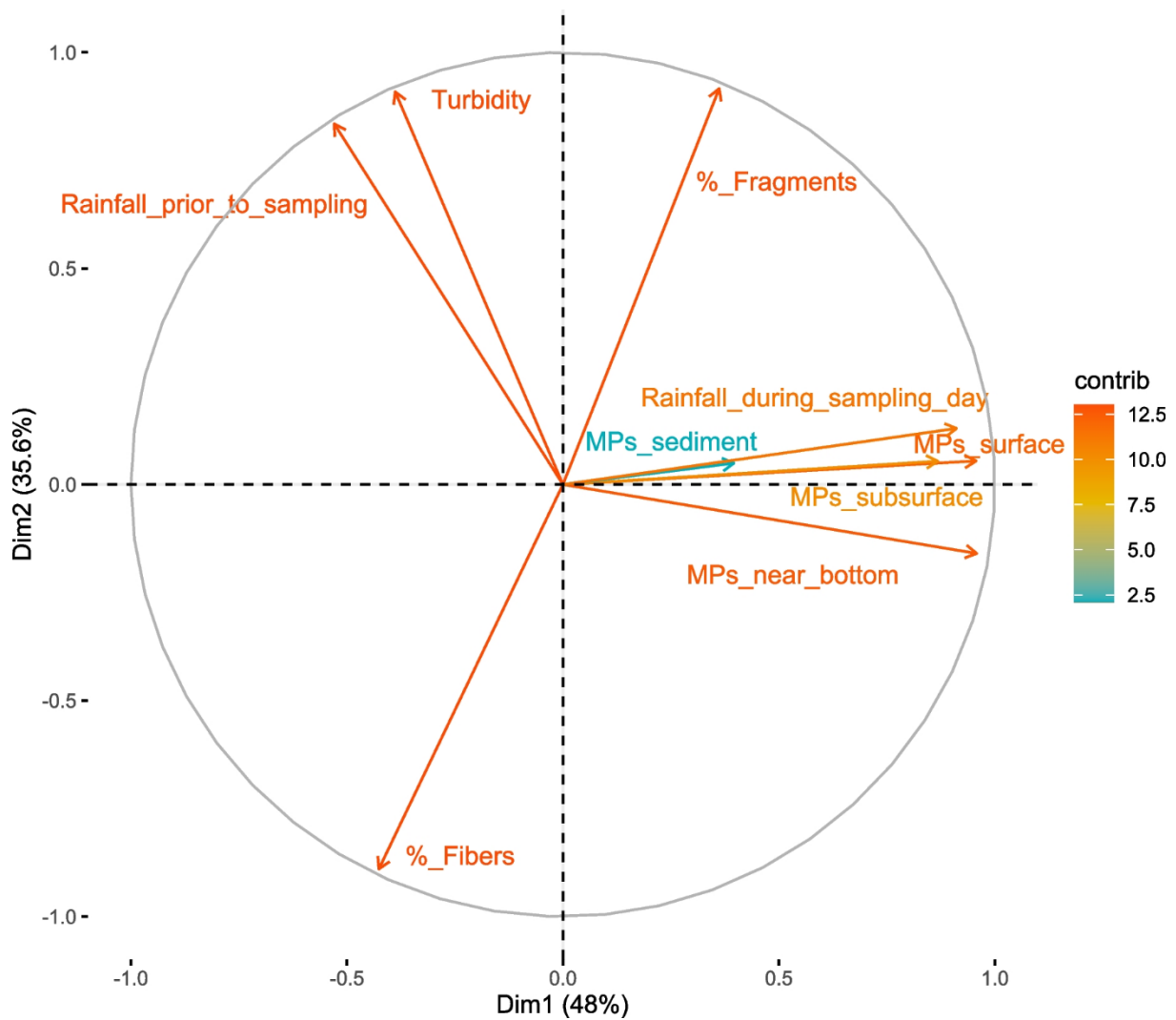


Figure 31 : PCA biplots 2D representation of the correlations between MP concentrations in the different compartments, their shape distributions, and the environmental conditions. PCA biplots of microplastics and catchment characteristics. The gradient of colors represents the contribution for each variable, the closer to orange the more it contributes to the axis and the closer to blue the less it contributes

In addition, the strengthened hydrodynamics during rainfall may have resuspended particle debris in the sediment, facilitating the presence of microplastics in surface and subsurface water (Xia *et al.*, 2020). This would explain the wide variations in particle concentrations observed between replicates in all sample compartments during the May campaign.

Moreover, the particle abundance observed near-bottom at this period would indeed mean that environmental conditions such as heavy rain could impact the deeper part of the water column in term of MPs distribution (Zhang, 2017) by increasing the level of contamination. Other studies have shown that mixing and turbulence play a significant role in vertical distribution of

MPs (Ballent *et al.*, 2013; Iwasaki *et al.*, 2017; Kowalski *et al.*, 2016; Li *et al.*, 2020c), which can here be linked to the heavy rains. Moreover, due to the relatively shallow depth of the river in this study (max 1.5 m), heavy rainfall can have a direct effect on the MP distribution in the near-bottom water compartment.

These explanations can also be linked to the results obtained in the sediments. This can be surprising as sediments are known to be a more static environment compared to the water column and therefore undergo less variations link to the environmental conditions. However, the river studied here is very shallow and the sediments could be more exposed to the surface environmental conditions and the flux of MPs may end up in the sediments due to this particular condition.

In terms of particle shape repartition, results from other studies have shown that the majority of fibers can come from the daily wastewater including laundry wastewater (Browne *et al.*, 2011; De Falco *et al.*, 2019; Lots *et al.*, 2017). As the study area is located downstream a wastewater treatment plant, the high concentration of fibers in winter (January) can be due to the heavy clothes laundry containing more fibers (Uogintè *et al.*, 2022). Furthermore, higher proportions of fragments were observed in the water column in May compared with the other periods sampled. The study site is located close to an urban area (the town of Boulogne-sur-Mer), and the heavy rainfall during sampling in May must have washed the fragments from the soil and carried them into the rivers via stormwater.

Some studies have shown that the shapes of MPs have an impact on the way they settle in the water column and on their sinking properties (Kaiser *et al.*, 2019). An explanation could be that fragments are more easily trapped by the sediments compared to the fibers due to their shapes. Fragments, whose edges are sharper than fibers, are more likely to be retained by the bottom than fibers, which could be more easily moved through the water column. Hoellein *et al.* (2017) showed that fibers tend to float longer and have a longer transport length compared to other type of particles such as fragments.

The PCA analysis also shows that the proportion of fragments is correlated with the concentration of MPs and with the rain during the sampling day (**Figure 31**). This result can also be explained by the higher concentration of fragments in the water column during May due to rain-related inputs, as discussed above.

Rapid water velocity and short depth, as observed in the Lake Michigan (Lenaker *et al.*, 2019), may have caused turbulent flow, which mixed microplastic particles uniformly throughout the water column. However, as observed in previous studies (Huang *et al.*, 2021a; Wu *et al.*, 2019), the particles found in sediments are smaller than those in the water column. The mean size of the particles found in the sediments is 1122 μm , while in the rest of the water column, it is around 2147 μm . The shape and surface area of particles play a crucial role in the movement and settling of microplastics. The extent of surface area relative to their volume is particularly important as it governs how fibers aggregate and sink compared to larger plastic particles (Ryan *et al.*, 2015).

The size distribution of the particles in water column also highlighted the impact of heavy rainfalls of May and November, with a possible release of smaller fragment in the river (**Figure 28** and **Figure 29**). This is leading to a more even size distribution of the particles that is not observed in January. This is not observed in the sediment as it is considered a less dynamic environment like mentioned before.

No particular variation was observed in polymer distribution through the sampling campaigns. It can only be noticed that PVC particles were only found in the near-bottom and sediment samples, except for the surface and subsurface samples collected in May. PVC is a dense polymer that is more likely to be found in the lower part of the water column, but due to the heavy rain that occurred in the sampling campaign in May, the particles may have been mixed in the water column and therefore found at the top of the water column.

2.1.4 Conclusion

To our knowledge, this is the first study that analyzed the MP distribution and composition in 4 different compartments both in the water column and in the sediment for a freshwater river environment under different environmental conditions. Our study revealed a 100% prevalence of microplastics in the water column and sediment samples of the Liane River, with fibers and fragments the most dominant shapes, indicating that the MPs pollution is mainly from secondary sources. An innovative sampling device allowed us to efficiently sample both surface (0–25 cm) and subsurface (25–50 cm) water in the same conditions. Results highlighted that subsurface water can be just as contaminated as surface water with similar MP characteristics (shape, size, and polymer types).

During the same weather event, particle shape and size are fairly similar in the water column (surface, sub-surface and near-bottom). Rapid water velocity and short depth may have caused turbulent flow, which mixed microplastic particles uniformly throughout the water column.

MP polymer types found in the surface and subsurface are quite similar, consisting mainly of PE, PP, and PS, whereas the polymers found in near-bottom water and in sediments differ from the previous ones in the presence of a higher proportion of PET, PVC, and PMMA. The proportion of polymer with theoretical density < 1 in the surface and subsurface samples was 73.5%, and this proportion drop to 40.8% for the samples located in the near-bottom water and the sediments.

Our results indicate that the MP concentration of the different compartments analyzed can be significantly influenced by rainfall during the sampling day and day before. We recommend for relevant data to consider the frequency of sampling regarding rainy and dry seasons.

Although the water column of shallow rivers has a certain homogeneity, the sampling equipment and the environmental conditions can have a significant effect on the observed MP concentration and may lead to erroneous estimation of MP flux entering the marine environment. Further, studies should be carried out under different meteorological conditions in order to better understand their influence on the abundance and vertical distribution of MPs in the water column and to obtain better estimate of MP flux entering the marine environment.

Availability of data and material

The datasets generated during and/or analyzed during the current study are available from the corresponding author on reasonable request.

Funding

The authors are very grateful to ULCO (University of Littoral Côte d'Opale) and IFSEA graduate school (which originates from National Research Agency under the Investments for the Future program ANR-21-EXES-00 11) for financially supporting Gabriel Pasquier's PhD scholarship. This work has been also financially supported by the European Union (ERDF), the French Government, the Région Hauts-de-France, and IFREMER, in the framework of the project CPER IDEAL 2021–2027.

Contributions

GP: conceived and designed the experiments, performed the experiments, and wrote the first draft—review and editing; PD: conceived and designed the experiments and performed the experiments and writing—review and editing; AD: writing—review and editing; GV: performed the experiments and editing; GD: writing—review and editing; RA: conceived and designed the experiments and performed the experiments and writing—review and editing.

Corresponding author

Correspondence to Gabriel Pasquier.

Ethical Approval

All authors have read, understood, and have complied as applicable with the statement on “ethical responsibilities of authors” as found in the instructions for authors and are aware that with minor exceptions; no changes can be made to authorship once the paper is submitted.

Competing interests

The authors declare no competing interests.

Publisher's Note

Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Rights and permissions

Springer Nature or its licensor (e.g. a society or other partner) holds exclusive rights to this article under a publishing agreement with the author(s) or other rightsholder(s); author self-archiving of the accepted manuscript version of this article is solely governed by the terms of such publishing agreement and applicable law.

2.2 Do tidal fluctuations affect microplastics distribution and composition in coastal waters?

Gabriel Pasquier¹, Périne Doyen², Iseline Chaïb¹, Rachid Amara¹

¹ Univ. Littoral Côte d'Opale, CNRS, IRD, Univ. Lille, UMR 8187 - LOG – Laboratoire d'Océanologie et de Géosciences, F-62930 Wimereux, France

² Univ. Littoral Côte d'Opale, UMRt 1158 BioEcoAgro, USC ANSES, INRAe, Univ. Artois, Univ. Lille, Univ. Picardie Jules Verne, Univ. Liège, Junia, 62200 Boulogne-sur-Mer, France

<https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2024.116166>

Corresponding author: Gabriel Pasquier;

Email: gab.pasquier@gmail.com

Résumé en français : L'omniprésence des microplastiques dans l'environnement aquatique en fait l'un des plus grands défis environnementaux auxquels la société est confrontée aujourd'hui. Les conditions hydro-météorologiques dans les environnements marins sont reconnues pour avoir un impact majeur sur le transport et la dispersion des microplastiques, bien que leurs effets précis restent encore mal compris. Cette étude examine les effets des fluctuations des marées sur l'abondance et la composition des microplastiques dans une eau côtière caractérisée par de très forts marnages. Des échantillons d'eau ont été prélevés à fréquence régulière toutes les quatre-vingt-dix minutes au cours de deux cycles de marée complets - l'un pendant une marée de vive-eau et l'autre pendant une marée de morte-eau - à l'entrée d'un port. Les résultats obtenus n'ont révélé aucune différence significative en termes de quantité, de taille et de composition des microplastiques entre les échantillons prélevés au cours des deux cycles de marée. Néanmoins, l'abondance et les caractéristiques des microplastiques (morphologie, taille et types de polymères) peuvent être influencées au cours d'un même cycle de marée complet en raison de l'impact direct des courants de marée et d'autres facteurs environnementaux tels que la hauteur de l'eau. Cette étude souligne la nécessité de prendre en compte les fluctuations du cycle des marées et les données environnementales lors de la planification d'études in-situ afin de mieux évaluer la pollution par les microplastiques et de comprendre les sources et le devenir des microplastiques dans les environnements côtiers.

Abstract

The hydro-meteorological conditions in marine environments are recognized to have a major impact on the transport and dispersion of microplastics (MP), although their precise effects remain poorly understood. This study investigates the effects of tidal fluctuations on MP abundance and composition in a megatidal coastal water. Waters samples were collected every ninety minutes over the course of two complete tidal cycles – one during spring tide and another during neap tide. There were no significant disparities in term of abundance, size, and composition of MPs between the samples collected during the two tidal cycles. Nevertheless, MP abundance and characteristics (morphology, size and polymer types) can be influenced over the course of a complete tidal cycle due to the impact of tidal currents and water height. This study highlights the need to consider the fluctuations of the tidal cycle when planning in-situ surveys to better assess MP pollution in coastal environments.

Keywords: Microplastics, abundance, water, tidal fluctuation,

2.2.1 Introduction

The global production of plastic has continuously increased since the 1950s, with the quantity produced rising from 1.5 million tons to 390 million tons in 2021 (PlasticsEurope, 2022). Plastics have become widely used in today's society for commercial, industrial, and medical purposes due to their cost-effectiveness, lightweight, and durability. However, as most plastics are disposable, challenging to degrade, and rarely recoverable, this surge in plastic production has led to an increase in plastic waste, which accumulates in various environments, including on land and aquatic ecosystems. Consequently, marine environments are now facing widespread plastic pollution on a global scale, posing a new ecological threat to ecosystems (Thompson *et al.*, 2004). Coastal areas, in particular, offer a range of ecosystem services that hold significant environmental, economic, social, cultural and recreational value.

Unlike in the ocean or in sediments, where protocols for monitoring plastic pollution are more advanced, the sampling process in coastal and estuarine areas is often influenced by numerous environmental factors that directly affect the accuracy of the observed data particularly during single-point sampling (Frere *et al.*, 2017; Defontaine *et al.*, 2020). Indeed, several factors can influence the abundance and dispersion of microplastics, as hydrometeorological conditions (Cordova and Nurhati, 2019; Wu *et al.*, 2020), river discharge (Asensio-Montesinos *et al.*,

2019; Williams *et al.*, 2016) or proximity to densely populated areas and human activities (Browne *et al.*, 2011; Frère *et al.*, 2017; Ryan *et al.*, 2018). Understanding the effects of these factors on the abundance and distribution of microplastics is crucial for assessing their environmental impact. In the coastal area, hydrological processes are the most important physical processes with a significant impact on the storage and movement of inorganic substances (Wang *et al.* 2016). However, a large knowledge gap exists about the hydrological processes involved in the fate and transport of plastic particles in these areas.

Tides are an important hydrological phenomenon in coastal waters and estuaries, and are significant sources of turbulence and mixing that affect the vertical distribution of microplastics in water columns (Cohen *et al.*, 2019). Microplastics can be suspended in the water column or sink to the bottom, depending on their size, shape, density, and the local hydrodynamic conditions. We still know very little about the effect of *tidal* variation on the transport and concentrations of MPs in water, and most of the existing research has focused on estuaries (Malli *et al.*, 2022; Wu *et al.*, 2020). MP concentrations have been reported to vary by a factor of 1000 within a tidal cycle at a similar tidal-controlled estuary (Wei *et al.* 2023). The studies carried out in estuaries have exhibited results that are sometimes contradictory. Most of them highlighted that the abundance of MPs was directly related to the tidal fluctuation with higher abundance at flood tide than at neap tide (Oo *et al.*, 2021; Stead *et al.*, 2020; Li *et al.*, 2023). However, Rowley *et al.* (2020) observed higher quantities of MPs in water during the ebb tide as opposed to the flood tide while Wu *et al.* (2020) found no variation in the abundance of MPs on the semi-diurnal scale in surface sediments (0–2 cm) in a tidal flat of the Yangtze Estuary. These latter authors observed more MPs during neap than spring tide period. Others studies solely relied on sporadic sample collection during either the flood or ebb tide, without the inclusion of high-frequency continuous sampling analysis. Most of these studies have focused on sampling during ebb tide when MPs are flushed out of the estuary (Frère *et al.*, 2017; Gray *et al.*, 2018; Naidoo *et al.*, 2015; Pazos *et al.*, 2018; Zhao *et al.*, 2014; Zhao *et al.*, 2015). To our knowledge, there is a lack of a comprehensive environmental survey of the effect of tide on abundance and composition variations of MPs during tidal cycles in coastal marine areas. Such information is crucial to understanding the natural variation in microplastic concentrations.

This study aimed to investigate the effects of tidal fluctuations on MPs abundance and composition in a mega tidal coastal water (Eastern English Channel). Specifically, high-frequency waters samples were collected throughout a complete tidal cycle (12 h) during spring tide and neap tide. Furthermore, we examined the hydro-meteorological factors that could

potentially impact the fluctuations in MPs levels including factors like rainfall, river discharge, wind speed and wind direction. Measuring the short-term fluctuations in MPs abundance and identifying the hydro-meteorological factors that influence these variations are crucial steps in providing an accurate assessment of MPs pollution levels at a specific location.

2.2.2 Material and methods

2.2.2.1 Sampling site

The sampling took place at the entrance of a harbor located at Boulogne-Sur-Mer along the French eastern English Channel (coordinates: 50 °44'14"N 1°34'22"E) **Figure 32**. This harbor is mainly a fishing and yachting harbor, located at the mouth of the Liane River. This river is a 38 km long river that flows through 8 municipalities and is impacted by several human activities, including landfills, commercial zones, and the discharge from a municipal wastewater treatment plant (WWTP) responsible for treating wastewater from approximately 110,000 residents. The flow of the Liane is relatively low and irregular, varying with the seasons. The average monthly flow from November to March ranges from 3.06 to 5.33 m³. s⁻¹, which is characteristic of potential floods during these periods. In contrast, during the dry season from June to September, the average monthly flow ranges from 1.23 to 0.76 m³. s⁻¹. The Liane is regulated before the harbor by gates and a lock. The lock is a gate used for the passage of boats, with predetermined but variable schedules depending on the number of boats. The opening of this lock does not generate significant currents downstream in the Liane. The gates are opened during floods, which are more frequent in winter, otherwise, they are automatically regulated to reduce the water level of the Liane upstream.

The study area is characterized by a semi-diurnal tide with an average tidal range of about 1 m at neap tides and 9 m at spring tides, and can be considered as a mega tidal (Renosh *et al.*, 2014). A modeling study of tidal currents in the Boulogne-sur-Mer harbor has shown that the rising tide is characterized by current coming from the South and ebb tide by current coming from the North (Sentchev and Yaremchuk, 2015). In this area, the slack water, which

corresponds to flow reversal, i.e. zero flow velocity, occurs 3 hours after the low tide and 4 hours after the high tide (Jouanneau *et al.*, 2013).

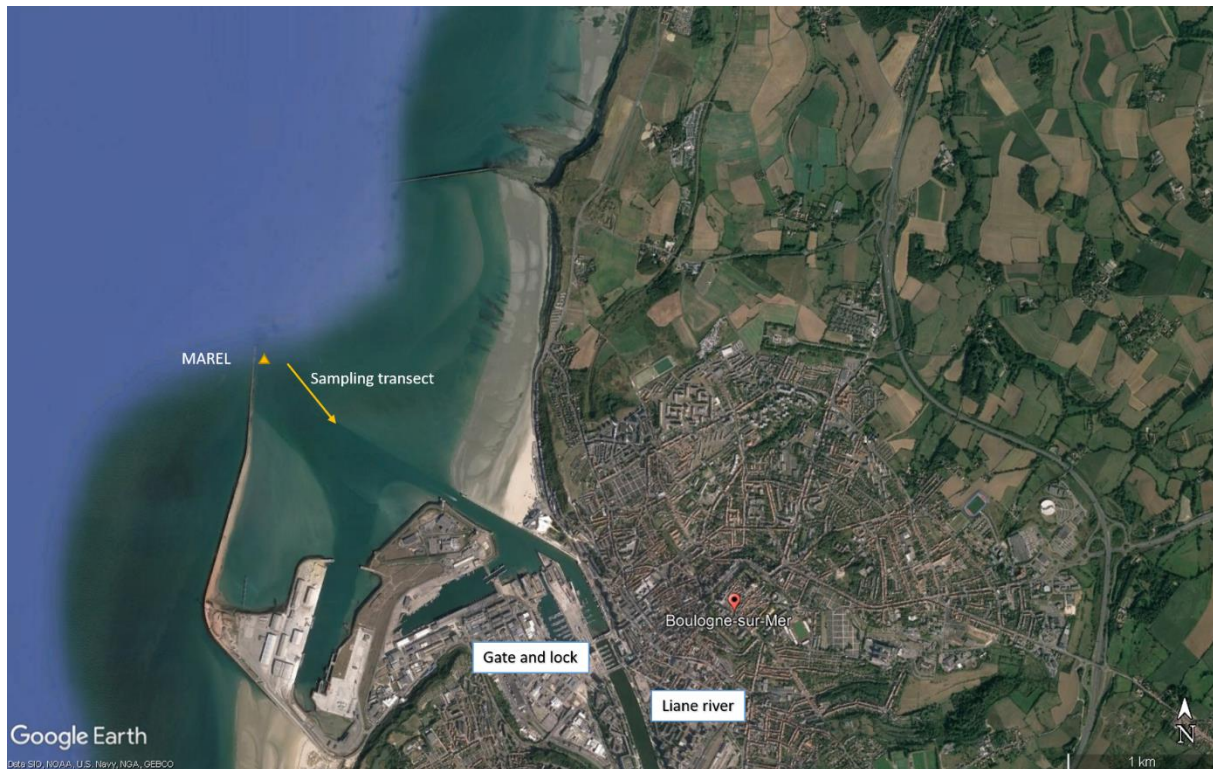


Figure 32 : Map of the sampling site located in the coastal waters of Boulogne-sur-Mer. The position of sampling transects, MAREL device, gate and lock and the Liane river are all represented.

2.2.2.2 Environmental data

Several hydro-meteorological data were recorded during the full duration of the sampling such as water temperature, salinity, turbidity, wind speed and direction, and water height with the MAREL system (High Frequency measurement of the coastal environment in the eastern English Channel, <http://www.ifremer.fr/marel>) located at the entrance of the harbor (50°44'25"N 1°34'03"E). The MAREL is based on the deployment of moored buoys equipped with physico-chemical measuring devices, working in continuous and autonomous conditions.

The river flow of the Liane River was also reported during the full sampling procedure (hydro.eaufrance.fr). Rainfall during the sampling day and one week prior to the sampling day were also recorded (MeteoBlue.com).

2.2.2.3 *Water sampling*

An innovative sampling method known as the aquatic drone was used during this study as described in Pasquier *et al.* (2022). This drone is equipped with a 300 μm mesh and can sample surface water at depths ranging from 0 to 25 cm. This drone offers both excellent environmental representativeness, thanks to its high-volume intake, and is easy to use, due to its compact size (see for more information Pasquier *et al.*, 2022).

Water samples were collected at the entrance of the harbor every 90 min during two complete tidal cycles, one during spring tide (5th of March 2022, tide coefficient: 102) and another during neap tide (26th of March 2022, tide coefficient: 42). Each sampling involved the same 300 m transect in the middle of the harbor channel (**Figure 32**), lasting 10 min, and maintaining a constant sampling speed of 1 knot throughout the entire duration. A General Oceanic® flowmeter (Miami, Florida, United States) was placed at the opening mouth of each collecting nets in order to record the precise volume sampled during all the transect. The average volume sampled was approximately 28.56 ± 6.28 m³. During sampling, the depth varied from 1 to 9 m during spring tide and 3 to 7 m during neap tide. Only the first 25 cm of the water column was sampled with the drone. Due to the frequency with which samples were taken (every 90 min), it was not possible to carry out replicates. No sediment samples have been taken.

The drone's remote controller was used to control different sampling parameters such as the sampling speed, duration, and position during the transect. After sampling, the metal frame holding the net was removed from the drone's back, and the net was rinsed with environmental water from outside the net, using an in-situ pump. Afterward, the cod-end was meticulously separated from the net and washed extensively with milli-Q water to collect the particles. The rinsed solution was subsequently preserved in glass bottles previously cleaned with bi-distilled water, a 70 % (v/v) ethanol solution and bi-distilled water again and kept in a cooler set at 4 °C until further analysis in the laboratory.

2.2.2.4 *Environmental blanks*

Environmental quality control blanks were conducted throughout all sampling transects. To assess potential atmospheric contamination, a 20 cm diameter stainless steel sieve with a 300 μm mesh size, pre-cleaned with milli-Q water, was placed next to the experiment operators and remained in place during the entire transect. After sampling, the sieve was carefully rinsed with milli-Q water, and the rinsed solution was treated in the same manner as the other water samples collected during the study.

2.2.2.5 *Laboratory treatment*

All water samples underwent a drying process in a laboratory oven set at 40 °C for 1 to 5 days. This temperature was carefully chosen to ensure that the plastic particles stayed whole during the treatment. In order to remove the organic matter left on the samples, a digestion process was carried on. 400 ml of a 10 % (w/v) KOH solution (Chimieplus, Saint-Paul-de-Varax, France) was used at 40 °C under magnetic agitation (200 rpm) for 48 h as recommended by Treilles *et al.* (2020). This solution was then filtered on GF/A glass fiber filters (Thermo Fisher Scientific) with a diameter of 90 mm and a porosity of 1.6 µm. Each filter was placed in a glass Petri dish, ready for further analysis.

2.2.2.6 *MPs identification using stereomicroscope and characterization with RAMAN spectroscopy*

The MPs were first detected using a stereomicroscope Carl Zeiss Stemi-305 from Germany, equipped with AXIOCAM 105 color 5 MP. A thorough observation was achieved from the top to the bottom and from the left to the right side of the Petri dish. Visual spots were marked on the lid to prevent missing particles or counting them twice. All potential MPs detected during the observation were photographed using the Zein platform with Image Analysis software V4.13.

The shapes (fragments, films and fibers), size and colors of the particles were then recorded using the Zein platform. The particles were divided into five size classes: [300–500] µm,]500–750] µm,]750–1000] µm,]1000–2500] µm and > 2500 µm.

To determine the polymer type of the potential MPs, a Micro-Raman Spectrometer Xplora Plus from HORIBA Scientific® in France was used. Several parameters underwent testing to ascertain the most dependable method for identifying the polymers present in the analyzed particles. The optimized instrument parameters are the same as in another study (Pasquier *et al.*, 2023) and therefore will not be detailed here.

An identification strategy was defined due to the considerable time required for this step analysis. Micro-Raman spectroscopy was employed to analyze a subset comprising 10 to 20 % of randomly chosen suspected MPs, ensuring a representation that encompassed the varied shapes and colors observed among all the particles discovered. For instance, if a sample contained a certain percentage of blue fibers, the subsample chosen would also have the same

percentage of blue fibers, following the methodology described by Pasquier *et al.* (2022)^b and Kazour *et al.* (2019)^a.

2.2.2.7 Contamination control and quality assurance

Stringent measures were taken to prevent any potential contamination throughout the entire sampling and treatment process. All used milli-Q water and solutions (10 % KOH, 70 % ethanol) were filtered using a 1.6 µm pore size 90 mm GF/A glass fiber filter to ensure they were free of particles. To eliminate any potential contamination, utensils were meticulously cleaned and rinsed with 70 % ethanol and Milli-Q water at least three times. To limit any atmospheric contamination, glass bottles and utensils used for sampling were also rinsed with the same protocol and then sealed with aluminum paper. All materials were stored in closed boxes.

In order to prevent any external contamination, all manipulations were performed under a laminar flow hood (Thermo Fisher BSC), and a 100 % cotton lab coat was worn. Plastic tools were kept to a minimum, with only transportation boxes being plastic. The filters were examined under a stereomicroscope before use to confirm the absence of MPs.

Blanks were conducted at each stage of the manipulations. Firstly, procedural controls were performed during sample treatment, using the same volume of 10 % KOH solution without sample, to ensure there was no contamination during handling. An atmospheric blank was performed during the filtration step in order to check the eventual contamination inside the cabinet. This blank consisted of a filter placed in a Petri dish under the hood near the Buchner filtration system throughout the manipulation process. While observing, the filter was carefully positioned beneath a sealed plexiglass container to reduce the impact of atmospheric deposition.

The particles observed on the digestion, filtration, observation, controls were subtracted from the particle concentration found in the samples. These particles deductions were performed according to their shape and color.

2.2.2.8 Statistical analysis

Subsequently, the term “MPs” encompasses all microplastics (MPs) that were specifically identified by the Micro-Raman spectrometer. The same applies to the term's “fibers” and “fragments.” The abundance of particles has been quantified as MPs per cubic meter (MPs/m³). Because the data were normally distributed (tested with a Shapiro-Wilk test), a Student t-test was carried out between the abundance results obtained in both campaigns in order to check

significant differences. A Student t-test was also carried out to check significant difference in the same sampling campaign for samples obtained between each reversing current period as explained before.

Environmental data, MPs abundance, size distribution and polymers distribution figures were all designed through Microsoft Excel (2021). R Studio (RStudio, Inc. Version 1.4.1717) software was utilized for the statistical analysis.

The evaluation of shapes and sizes was quantified in percentages. Additionally, the polymer types of the particles examined via the Micro-Raman spectrometer were represented in percentage values. A Chi-squared test was conducted to determine whether there was a significant difference in the percentage of size distribution of the MPs and in the percentage of polymers distribution between the two-sampling campaign and between the samples of the same sampling campaign between each reversing current period.

2.2.3 Results and discussion

2.2.3.1 Tide cycles impact on MPs contamination

Environmental parameters

A light rainfall of 6.8 mm was recorded 4 days before sampling during the spring tide and also during the sampling day, with 0.4 mm falling around 8:00 am. The water characteristics during the spring tide showed stable salinity throughout the tidal cycle around 33-34 PSU (**Figure 2a**) indicating a low influence of the Liane river discharge. The same trend in salinity was observed at the neap tide (**Figure 33b**). No rainfall was reported during the sampling day of the neap tide or the previous week.

Unlike salinity, turbidity varied over the spring tidal cycle, with higher values (48 NTU) around low tide and then gradually decreased to values around 10 NTU (**Figure 33c**). In the studied area, high turbidity values around the low tide can be explained by the shallow water depth at spring tide combined with strong currents, which have promoted the resuspension of sediments in the water column (Schmitt *et al.*, 2008; Renosh *et al.*, 2014). The rain that fell at the same time probably also contributed to the high turbidity by transporting suspended particulate matter. In contrast to these observations, during low tide of spring tide, turbidity during the neap tidal cycle was relatively low, with a minimum turbidity of 4 NTU at 10:30 am and a maximum value of 9 NTU at the end of the cycle at 7:00 pm (**Figure 33d**).

The river flow values during the spring tide indicated a constant flow of around $3.5 \text{ m}^3/\text{s}$ during the full sampling day with a slight increase around 05:00 pm where the flow reached $4.5 \text{ m}^3/\text{s}$ **Figure 33e**. Lower flows were recorded in neap tide with values ranged from 1.7 and $2 \text{ m}^3/\text{s}$ during the full sampling day **Figure 33f**. This can be explained by the difference in rainfall prior to the sampling day.

During spring tide, a wind of 8 to 14 m/s was recorded coming from the North East **Figure 33g**. The same orders of magnitude, between 8 m/s and 16 m/s, were registered for the full sampling day during neap tide, with an increase in wind between 1:00 pm and 4:00 pm **Figure 33h**.

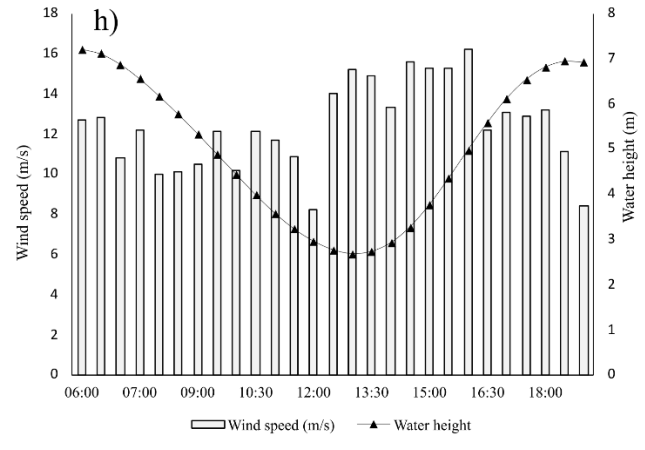
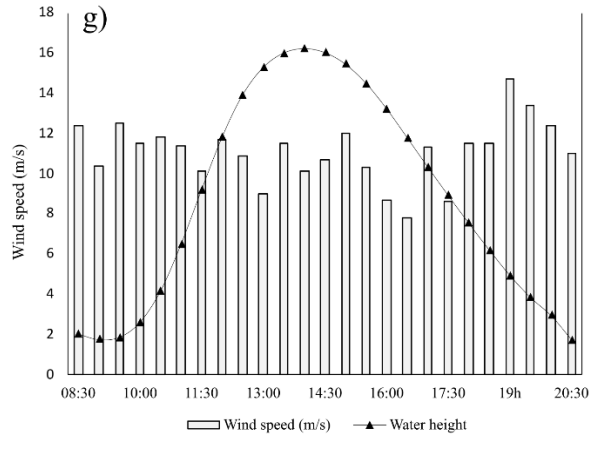
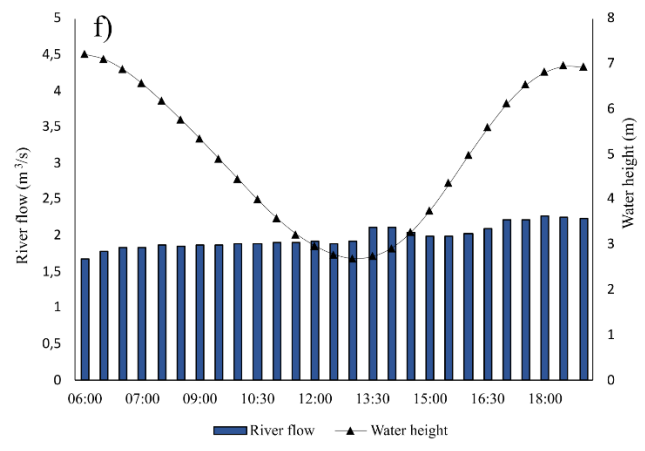
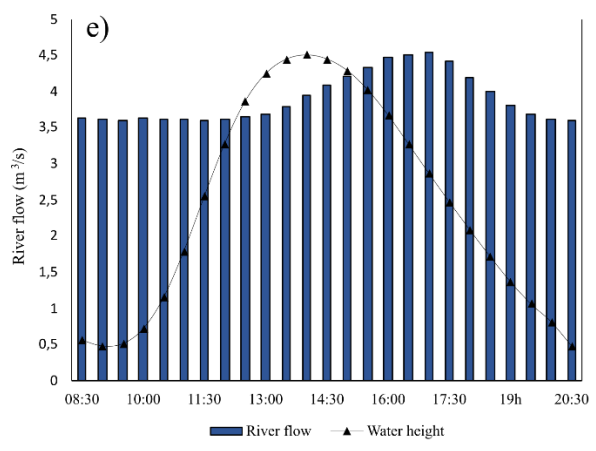
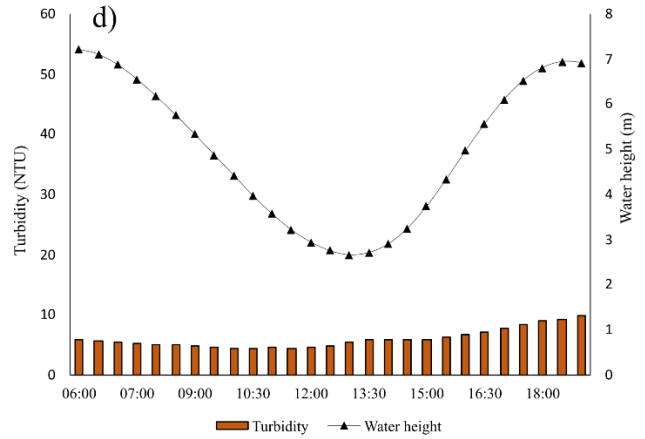
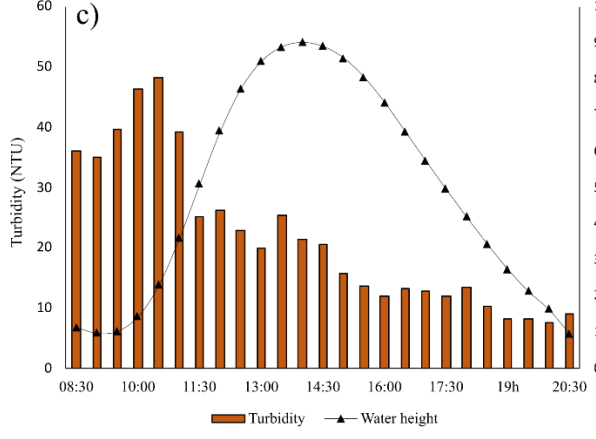
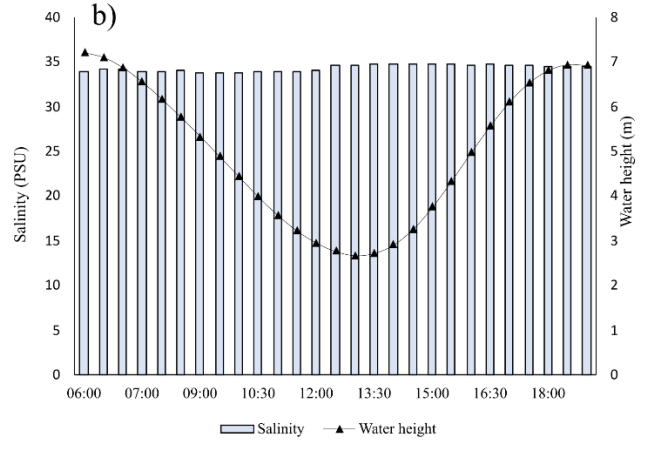
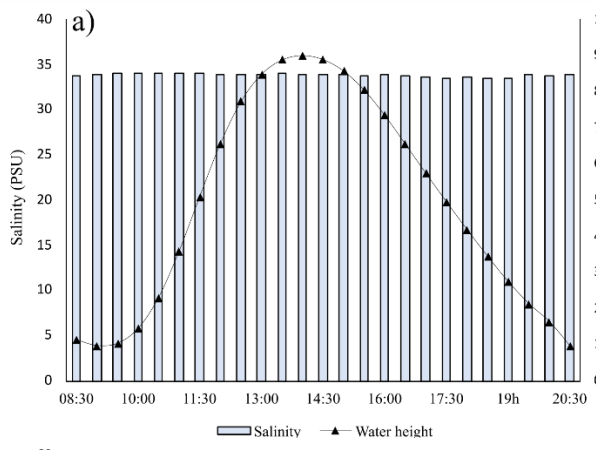


Figure 33 : Water characteristics and environmental conditions recorded through the full tidal cycle with salinity, turbidity (NTU), river flow ($m^3.s^{-1}$) and wind speed ($m.s^{-1}$) during spring tide (a, c, e, g respectively) and during neap tide (b, d, f, h respectively) linked with the water height

Particles abundance

Among the controls, the mean value of particles observed ranged between 4.1 and 8.7 particles per filter. These particles were deducted to the corresponding sample according to shape, color and size ($>300 \mu m$). The mean particles concentrations measured during the tidal campaigns was $0.76 \pm 0.26 \text{ particles.m}^{-3}$. These results are lower than previous results obtained near to our sampling site in coastal waters of Wimereux with $1.63 (\pm 0.93) \text{ particle/m}^3$ and in the Liane river with $4.86 (\pm 1.13) \text{ particles/m}^3$. (Pasquier *et al.*, 2022b). The MPs concentrations recorded in this study are similar with ones obtained in the coastal sea surface of North West Europe with 0 and 1.5 MPs.m^{-3} (Maes *et al.*, 2017) or in the Bay of Brest (Brittany, France) with $0.24 \pm 0.35 \text{ MPs.m}^{-3}$ (Frère *et al.*, 2017) but lower than those observed in the Eastern part of the Mediterranean basin with 6.7 MPs.m^{-3} (Kazour *et al* 2019a), the entrance of the Le Havre Harbor (Eastern English Channel) with 100 to 300 MPs.m^{-3} (Kazour *et al* 2019b) or coastal surface waters from eastern Guangdong, south China with 8895 MPs.m^{-3} (Zhang *et al.*, 2020c). However, caution must be used when comparing abundances between studies as variations in methodologies used to sample and analyze microplastics among laboratories compromises the comparison of results (Zeng *et al.*, 2021). The comparisons with other studies are also complicated due the lower limit of the particle size considered. In our study, all particles smaller than $300 \mu m$ were not considered, unlike other studies where particles in this size range are considered and are usually the most abundant..

During spring tide, the particle abundances were highest at low tide, with a maximum concentration of $1.4 \text{ particles.m}^{-3}$ at 8:30 am (**Figure 34a**), whereas at high tide, the concentration varied between 0.55 and $0.8 \text{ particles.m}^{-3}$. The highest abundances of MPs coincide with the highest turbidities and can be explained by the resuspension of MPs deposited on the bottom via wave agitation as observed in others studies (Feiyang *et al.*, 2021; Malli *et al.*, 2022). These results are in accordance with the findings of Sadri and Thompson (2014) and Lima *et al.* (2020) who have observed that more MPs were suspended in the estuarine water column during the spring tide. Another explanation for the peak of particles found at 8:30 am could be the particles input by precipitation (Abbasi, 2021; Jia *et al.*, 2022). As mentioned above, it rained just before the first sampling, which may have carried atmospheric particles,

especially fibers, into the surface waters. However, no unusual high number of particles were observed on our atmospheric control at this particular sampling point, which go against this hypothesis. Water run-off and soil leaching may also have contributed to the input of MPs. Recent studies have indicated that rainfall is an important source of MP input into aquatic systems (Xia *et al.*, 2020; Sun *et al.* 2023). The relatively low abundances of MPs during the high tide could be explained by the increased water volume that lead to the dilution of microplastics concentration, particularly if tidal currents bring in cleaner seawater from the open ocean as mentioned by Rowley *et al.* (2020).

No significant difference in MPs abundance was observed between the two group of collected samples, differentiated by current reversals ($p > 0.05$ student t-test). This was also the case during the neap tide ($p > 0.05$ t-student test). This shows that the particle abundance is not impacted by the direction of the current. The particle abundances during the neap tide were highest during high tide, reaching up to 1 particle.m⁻³, and then decreased during low tide, averaging 0.5 particle.m⁻³ (**Figure 34b**). Most of the studies conducted on the effect of tidal cycle on MPs abundance were conducted in estuarine environments. Most of them highlighted that the abundance of MPs was directly related to the tidal fluctuation with higher abundance at flood tide than at ebb tide (Oo *et al.*, 2021; Stead *et al.*, 2020; Li et al., 2023).

The comparison of the data obtained during spring tide and neap tides highlighted no significant difference for the abundance of MPs (t-test, p-value > 0.05). The average abundance is very similar under both tidal conditions, with an average concentration of 0.81 particles/m³ (± 0.29) during spring tide (**Figure 34a**) and 0.67 particles/m³ (± 0.22) during neap tide (**Figure 34b**). To date, few studies have compared MP abundance in coastal surface waters according to tidal fluctuations. In the Chao Phraya estuary in Thailand, the MP abundance varied with tide coefficient and ranged from 0.17 to 0.59 particles/m³ during spring tide and 0.43 to 1.26 particles/m³ during neap tide (Sukhsangchan *et al.*, 2020). In surface sediments (0–2 cm) in a tidal flat of the Yangtze Estuary, Wu *et al.* (2020) observed more MPs during neap than spring tide period. Further studies are needed to better understand the influence of tidal coefficients on MP abundance, particularly in coastal areas.

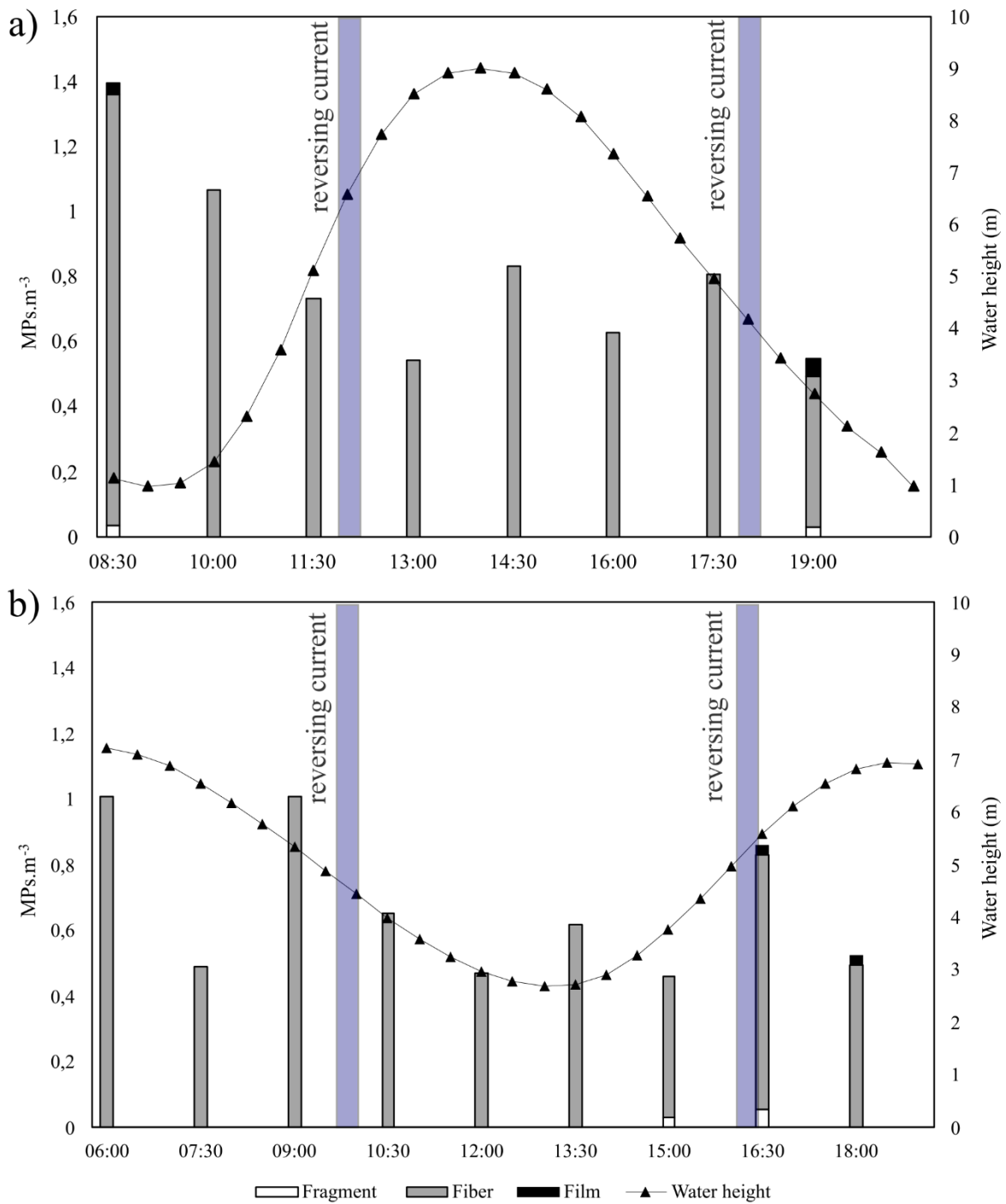


Figure 34 : Particles abundance (MPs.m^{-3}) and shape observed every 1h30 through the full tidal cycle during spring tide (a) and neap tide (b) linked with the water height. Reversing current periods have been added to the graph (blue bar).

Particles morphology

Particle morphology is similar in both tidal conditions and is dominated by fibers throughout the tide cycle (**Figure 34**). The high prevalence of fibers (over 97% of particles) in surface water is consistent with other studies (Zhang *et al.* 2023, Xu *et al.* 2023). During spring tide, films and fragments were only observed at 8:30 am and 7 pm during low tide, but they represented only a few particles in these samples, 0.07 and 0.09 particles.m⁻³, respectively. The presence of fragments and films only in the vicinity of low tide reinforces the hypothesis of a resuspension of MPs trapped on the seabed (Ji *et al.*, 2021; Xia *et al.*, 2021). During the neap tide, in addition to the fibers, a few fragments and films were observed during the rising tide at 3:00 pm, 4:30 pm and 6:00 pm. These particles were probably transported during the flow. During high tide, water flows into the harbor, carrying suspended microplastics from the surrounding coastal regions into the harbor itself. These microplastics may have originated from various sources, such as urban runoff, rivers, or coastal activities.

Particles size

The size of microplastics in the surface water ranged from 302 to 4986 μm with an average size of $1156 \pm 765 \mu\text{m}$. There was no significant difference in the size distribution of the MPs between spring and neap tides (test chi-2, p-value > 0.05). The mean size of the particles were $1210 \pm 645\mu\text{m}$ and $1033 \pm 523 \mu\text{m}$ during spring and neap tides respectively. During spring tide, a majority of the particles (60% and more) were smaller than 1,000 μm during all the tidal cycle except at the points of 11:30 am, 2:30 pm, and 5:30 pm, which represented the midpoints of the ebb and flow tides, as well as the high tide, where more than 50% of the MPs have a size >1,000 μm (**Figure 35a**). The high proportions of large fibers at 11:30 am and 5:30 pm could then correspond to the moments when the water masses moved, leading to resuspension of large particles present in the sediments (Kukkola *et al.*, 2022; Zhang *et al.*, 2022). The statistical analysis suggested that particle size was not correlated with the tidal cycle, exhibiting a varied distribution throughout the cycle. No significant difference was observed between the two group of samples obtained between the reversing current period ($p > 0.05$, chi 2 test). This similar pattern was also noted during the neap tide. However, unlike the spring tide, the proportions of large fibers (>1,000 μm) are highest around low tide (**Figure 35b**). In Jiulong Estuary (China), Wu *et al.* (2022) found an increase of fine size (45–300 μm) and a decrease of large size (>300 μm) in the flood tide, and suggested that smaller microplastics were more readily transported into the estuary from the bay during this tide compared to larger microplastics.

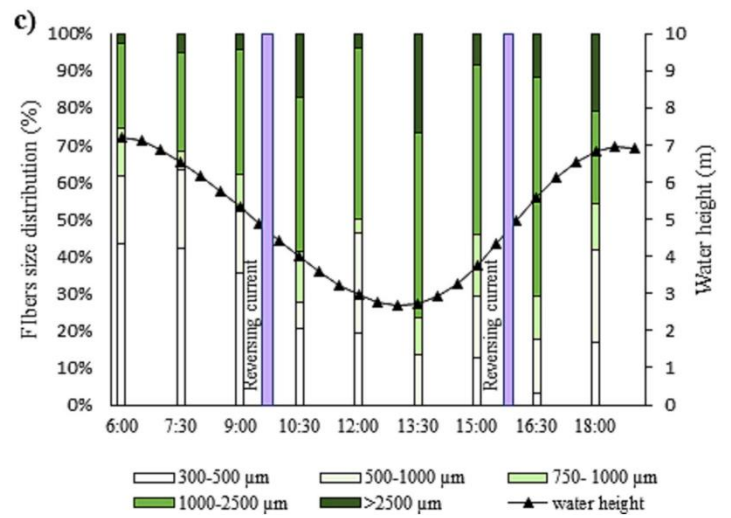
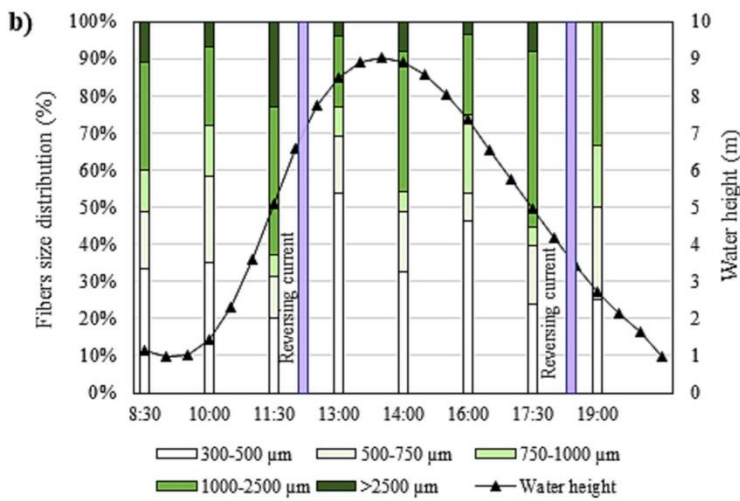
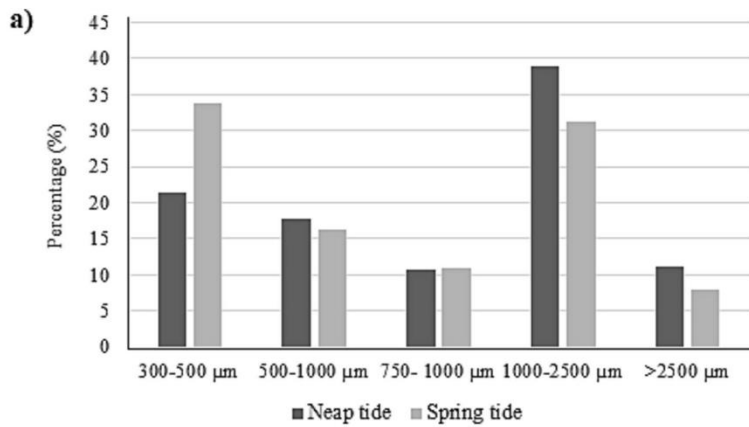


Figure 35 : Fibers size frequency distribution during spring and neap tides (a) and through the full tidal cycle during spring tide (b) and neap tide (c) linked with the water height. Five groups of size have been chosen: 300–500 μm , 500–750 μm , 750–1000 μm , 1000–2500 μm and > 2500 μm . Reversing current periods have been added to the graph (blue bar).

Particles polymer types

Seven polymer types were identified during both spring and neap tides (**Figure 36**). Polyethylene (PE), polypropylene (PP), and polystyrene (PS) were the most abundant representing 58.5% of all particles analyzed. These particular polymers commonly dominate in numerous studies due to their prevalent usage in the packaging sector (Bråte *et al.*, 2014; Yuan *et al.*, 2022). Additionally, polyamide (PA) and polyethylene terephthalate (PET) particles were also identified at some sampling points **Figure 36**. PA, which is used to make fishing nets (Fernández-González *et al.*, 2021), might be linked to the fishing industry of Boulogne-sur-mer harbor. No significant difference was observed in the polymer distribution between spring and neap tides (test chi-2, p-value > 0.05). During the tidal cycle, no significant difference in the polymer's distribution was observed between the two group of samples obtained between the reversing current period ($p > 0.05$ chi 2 test).

This phenomenon has also been observed by other authors, where MPs abundance do not have significant variations between spring tide and neap tide (Sadri et Thompson, 2014; Sukhsangchan *et al.*, 2020). Therefore, complex circulation patterns can occur, leading some particles leaving the estuary to reintegrate the ebb and flow of the tide (Wolanski et Elliott, 2015).

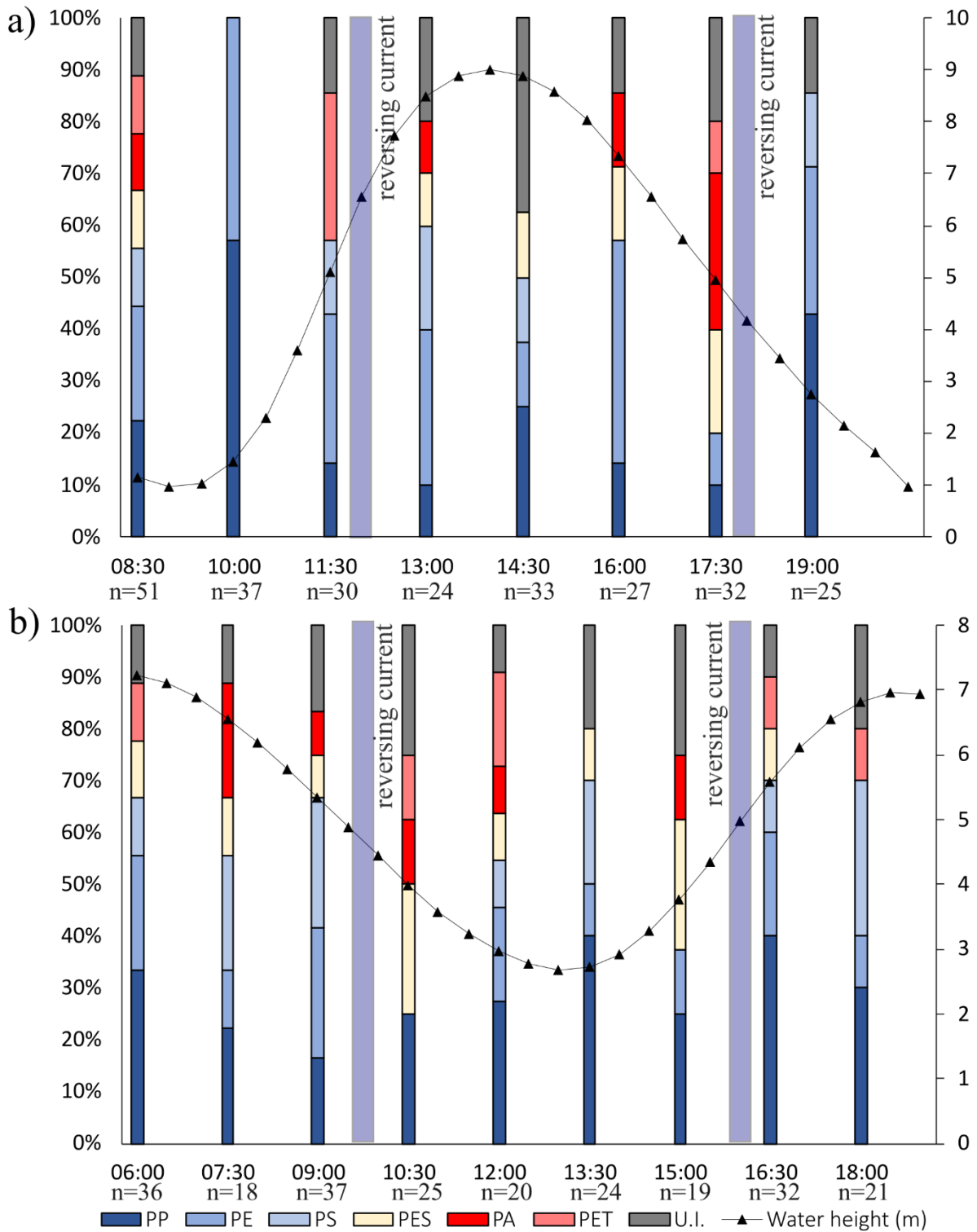


Figure 36 : MPs polymers distribution through the full tidal cycle during spring tide (a) and neap tide (b) linked with the water height. Reversing current periods have been added to the graph (blue bar).

2.2.4 Conclusion

At present, single-point sampling is widely used, but in areas with high tides, the sampling strategy, including the consideration of the tide and its coefficient, could influence the accuracy of the data. Our findings indicate that in mega-tidal coastal regions, tidal coefficients, whether spring or neap tides, minimally impact surface water MP abundance and characteristics. However, disparities emerge over the tidal cycle. During spring tides, MP abundance peaks at low tide, probably due to particles resuspended on the bottom in shallow water. Conversely, during neap tides, MP abundance slightly peaks at high tide, with less pronounced variations. Since instantaneous sampling could not reflect the abundance and characteristics of MPs, it is strongly recommended to consider the fluctuations of the tidal cycle when planning in-situ surveys. We also recommend sampling MPs throughout the water column and collecting environmental data. Monitoring and studying these dynamics may enhance knowledge on microplastics distribution and provide insights into the sources and fate of microplastics in coastal environments. Such knowledge is essential to preserve marine ecosystems and meet the challenges posed by microplastic contamination of coastal areas.

Funding

The authors are very grateful to ULCO (University of Littoral Côte d'Opale) and IFSEA Graduate School (which originates from National Research Agency under the Investments for the Future program ANR-21-EXES-00 11) for financially supporting Gabriel Pasquier's PhD scholarship.

CRedit authorship contribution statement

Gabriel Pasquier: Writing – original draft, Methodology, Investigation, Formal analysis, Data curation, Conceptualization. Périne Doyen: Writing – review & editing, Supervision, Methodology, Investigation, Conceptualization. Iseline Chaïb: Methodology, Investigation, Formal analysis. Rachid Amara: Writing – review & editing, Validation, Supervision, Resources, Project administration, Methodology, Investigation, Funding acquisition, Conceptualization.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Contribution des travaux

Les résultats de ces études ont contribué à une meilleure compréhension de l'influence des conditions environnementales sur la contamination par les MPs à travers l'ensemble de la colonne d'eau dans les milieux fluviaux peu profonds, ainsi que de l'impact des cycles de marée et des conditions environnementales sur l'abondance de MPs dans les eaux de surface côtières.

Dans la première étude, aucune différence significative n'a été observée dans les abondances retrouvées entre les échantillons de surface et subsurface. Le caractère peu profond et le brassage important du au caractère dynamique du fleuve pouvant expliquer ce résultat.

Par contre, des différences significatives ont été observées dans les abondances de MPs retrouvées entre les mêmes compartiments à des saisons différentes. Des différences ont également été retrouvées dans le type de MPs retrouvés. Ces résultats montrent ainsi l'importance des conditions environnementales tels que la pluie, la turbidité ou encore le vent lors de l'échantillonnage et plus particulièrement de l'importance de les prendre en compte dans la stratégie d'échantillonnage. Un échantillonnage ponctuel pouvant mener à des résultats qui ne sont pas représentatifs du niveau de pollution moyen réel que l'on retrouve lors d'une année entière, toutes saisons considérées. Il est donc conseillé d'échantillonner sur une année entière afin de prendre en compte les variations saisonnières dans les flux de MPs dans les environnements aquatiques.

Les résultats obtenus lors de l'étude sur l'impact des cycles de marées différents n'ont pas révélé de différences significatives en termes d'abondance de MPs dans les eaux de surface entre les deux cycles. Par contre des différences ont été observées au niveau des abondances retrouvées au cours d'un même cycle de marée. Ces différences étant accrue lors d'un cycle de marée en vive eau. La hauteur d'eau semble être le facteur impactant le plus ces variations ainsi que la turbidité. Ces deux facteurs étant liés, moins il y a d'eau, plus le courant impact toute la colonne d'eau et permet la remise en suspension des sédiments ce qui va donc augmenter la turbidité et permettre la remise en suspension de sédiments également. Un échantillonnage à haute fréquence est donc nécessaire afin de mieux comprendre les variations de la contamination MPs en fonction des conditions environnementales et du cycle de la marée.

Ce chapitre a permis de montrer dans deux études localisées dans deux environnements aquatiques différents l'importance de bien prendre en compte les paramètres environnementaux dans la stratégie d'échantillonnage afin de pouvoir discuter des résultats et d'améliorer la compréhension de l'impact de ces conditions environnementales sur la contamination MPs.

**Chapitre 3 : Lien entre la contamination
des milieux aquatiques et un organisme
modèle (*Crangon Crangon*)**

Contexte du chapitre : la contamination par les MPs d'une espèce halieutique consommée localement, la crevette grise, et liens avec la contamination de son environnement (eau et sédiments)

Lors des chapitres précédents, l'importance de la méthode d'échantillonnage et de la stratégie d'échantillonnage en lien avec les facteurs environnementaux ont été étudiés. Dans ce chapitre nous allons nous intéresser aux espèces sentinelles qui permettent de mettre en lien les concentrations de MPs retrouvées dans l'environnement et celles retrouvées dans les organismes aquatiques. L'utilisation d'espèces sentinelles est essentielle dans la recherche sur la contamination MP des environnements aquatiques afin de mieux comprendre son incidence sur les organismes. Les niveaux de concentration des microplastiques dans les milieux aquatiques sont souvent soumis à de fortes variations spatiales et temporelles de petite et moyenne échelle dues aux variations à ces mêmes échelles des paramètres environnementaux comme la pluie, le vent, le débit ou encore les courants. Dans des environnements très variables comme les zones côtières, un échantillonnage ponctuel ne donne qu'une image à un instant 't' de cette contamination. Un moyen de réduire ces potentielles imprécisions est d'utiliser des organismes sentinelles vivant dans ces milieux.

Au cours de chapitre, une étude a été réalisée où la contamination par les MPs de crevettes grises *Crangon Crangon* a été comparée à celle de leur environnement, en s'intéressant aux matrices eau et sédiments. Cette étude s'appuie sur les développements réalisés dans les chapitres précédents en utilisant le drone aquatique comme méthode d'échantillonnage afin d'avoir des échantillons d'eau les plus représentatifs du milieu de vie des organismes. La crevette grise a été choisie pour plusieurs raisons. Omnivores opportunistes benthiques de bas niveau trophique, elle consomme une variété de sources alimentaires en fouillant la surface des sédiments, ce qui potentiellement peut l'exposer aux MPs qui y sont présents. C'est une espèce qui est peu documentée dans les études sur la contamination par les MPs, alors qu'elle est largement répandue sur les rivages de la Manche et de la mer du Nord. Consommée localement sur ces territoires, la contamination de la crevette grise par des MPs peut aussi faire un lien avec l'ingestion potentielle de MPs par les humains.

La principale difficulté lors de l'utilisation d'un organisme sentinelle pour en étudier la contamination MP réside dans la digestion des tissus sans altérer les MPs. Pour définir ce protocole de digestion à utiliser sur les tissus de crevettes, des tests préliminaires ont été effectués sous différentes conditions. Les résultats ont montré qu'une digestion dans du KOH

10% sous agitation à 200 rpm à 40°C pendant 48h d'un pool de 3 crevettes non-décortiquées était la meilleure solution, en termes d'efficacité de digestion et de récupération de particules.

Ensuite, des prélèvements de crevettes, d'eau et de sédiments ont été réalisés sur trois sites d'échantillonnages choisis en fonction de leurs niveaux d'anthropisations différents afin de pouvoir les comparer :

- Un littoral peu anthropisé : la plage de Sainte Cécile située au sud de Boulogne-sur-Mer au niveau du parc marin des 3 estuaires
- Deux zones fortement anthropisées à la fois en termes d'urbanisation et de la présence de complexes industriels et portuaires : Le littoral de Dunkerque et l'estuaire de la Seine

Au niveau de ces trois sites, deux campagnes d'échantillonnages ont été réalisées lors de deux saisons différentes afin de pouvoir observer et comparer les variations inter-saisonniers dues aux différentes conditions environnementales, et faire un lien direct avec les résultats obtenus au cours du second chapitre. Ce chapitre a été valorisé d'un article en préparation :

Article 5: Linking microplastics contamination in brown shrimps (Crangon crangon) to environmental contamination: seasonal effects and human activities

Gabriel Pasquier, Périne Doyen, Alexandre Dehaut, Guillaume Veillet, Nicolina Andersson, Rachid Amara et Guillaume Duflos

3.1 Linking microplastics contamination in brown shrimps (*Crangon crangon*) to environmental contamination: seasonal effects and human activities

Gabriel Pasquier¹, Périne Doyen², Alexandre Dehaut³, Guillaume Veillet¹, Nicolina Andersson³, Rachid Amara¹, Guillaume Duflos³

¹ Univ. Littoral Côte d'Opale, CNRS, IRD, Univ. Lille, UMR 8187 - LOG – Laboratoire d'Océanologie et de Géosciences, F-62930 Wimereux, France

² Univ. Littoral Côte d'Opale, UMRt 1158 BioEcoAgro, USC ANSES, INRAe, Univ. Artois, Univ. Lille, Univ. Picardie Jules Verne, Univ. Liège, Junia, 62200 Boulogne-sur-Mer, France

³ ANSES – Laboratoire de Sécurité des Aliments, Boulevard du Bassin Napoléon, F-62200 Boulogne-sur-Mer, France

Résumé en français :

La présence de contamination par les microplastiques (MPs) est largement documentée à la fois dans les environnements aquatiques et dans les organismes qui y vivent. L'étendue de la contamination par les MPs peut être affectée à la fois par les conditions environnementales et les pressions anthropiques. Dans cette étude, nous avons analysé la contamination par les MPs d'une espèce de crevette consommée localement, à savoir la crevette grise (*Crangon crangon*), par rapport à son environnement (eau de mer et sédiments). Trois sites d'échantillonnage distincts ont été choisis en fonction de leurs différents degrés de pression anthropique : deux sites fortement anthropisés, l'estuaire de la Seine et Dunkerque, et un site considéré comme moins impacté par les activités humaines, Sainte Cécile. Deux campagnes d'échantillonnage distinctes ont été menées, l'une en automne 2022 et l'autre au printemps 2023. Dans l'eau et les sédiments, des différences significatives dans l'abondance des MPs ont été observées entre les sites et les saisons. Les concentrations les plus élevées ont été enregistrées dans l'estuaire de la Seine pendant l'automne. La concentration en MP dans les crevettes variait de $4,73 \pm 1,25 \text{ MP.g}^{-1}$ à $0,47 \pm 0,25 \text{ MP.g}^{-1}$ et la concentration la plus élevée a été enregistrée à Dunkerque au printemps ($4,73 \pm 1,25 \text{ MP.g}^{-1}$). Il est également à noter que la crevette a montré une préférence pour les MP plus petits ($< 500 \mu\text{m}$). En comparaison, les MP trouvés dans les crevettes et ceux présents dans les sédiments présentaient plus de similitudes que ceux trouvés dans l'eau. Cela

pourrait être attribué au mode de vie benthique de la crevette. Cette étude souligne l'importance des disparités saisonnières et géographiques dans la contamination par les MP, à la fois dans l'environnement et au sein des populations de crevettes. Elle établit un lien direct entre les MP détectés dans les crevettes et ceux présents dans leurs habitats naturels.

Abstract

The presence of microplastics (MPs) contamination is well-documented in both aquatic environments and the organisms inhabiting them. The extent of MPs contamination. may be affected by both environmental conditions and anthropogenic pressures. In this study, we analyzed the MPs contamination of a locally consumed shrimp species, namely brown shrimps (*Crangon crangon*) in relation with its surrounding environment (sea water and sediments). Three distinct sampling sites were chosen based on varying degrees of human activities: two highly anthropized sites, the Seine estuary and Dunkerque and one site considered as less impacted by humane activities, Sainte Cécile. Two separate sampling campaigns were conducted, one during autumn 2022 and the other during spring 2023. In water and sediments, significant differences in MPs abundance were observed among sites and seasons. The highest concentrations were recorded in the Seine estuary during autumn. The MPs concentration in shrimps ranged from 4.73 ± 1.25 MPs.g⁻¹ to 0.47 ± 0.25 MPs.g⁻¹ and the highest concentration was recorded at Dunkerque during spring (4.73 ± 1.25 MPs.g⁻¹). It was also noteworthy that the shrimp exhibited a preference for smaller MPs (< 500 μm). Comparatively, MPs found in the shrimp and those present in the sediments exhibited more similarities than those observed in the water. This could be attributed to the shrimp's benthic lifestyle. This study underscores the importance of both seasonal and geographical disparities in MPs contamination, both in the environment and within shrimp populations. It establishes a direct connection between the MPs detected in the shrimp and the MPs present in their natural habitats.

Keywords: Microplastics, brown shrimp, water, sediments, human activity, seasons

3.1.1 Introduction

Plastic has become all-pervasive in daily lives. Over the past few years, its production has skyrocketed, going from 1.5 million tons a year in 1950 to 390.7 million tons a year in 2021, (Plastics Europe, 2020; Statista, 2021) primarily driven by its practicality and cost-

effectiveness. Despite being one of the most practical materials available today, it poses one of the most significant ecological challenges of our time (MacLeod *et al.*, 2021).

Microplastics, present in both the water column and sediment, are widespread throughout our marine environment (Alimba and Faggio, 2019; Guzzetti *et al.*, 2018). This pervasive presence poses a possible risk to marine life as they are bioavailable, meaning they can be easily ingested by organisms (Wright *et al.*, 2013). The primary routes for microplastics to enter marine fauna are through the gills and respiratory systems or via inadvertent ingestion, as some organisms mistake these microparticles for food (Avelyno H. D'Costa, 2022). Consequently, microplastics present a genuine threat to the well-being of marine biota.

Microplastics exhibit various distributions in the water column due to their distinct densities. Lighter plastics like polyethylene and polypropylene float on the water surface owing to their low density, while heavier ones like polyvinyl chloride, polystyrene, polyamide, and polyethylene terephthalate tend to sink in the water column (Guo and Wang, 2019). Biofouling the process by which organisms, such as bacteria, algae, and small marine animals, accumulate and grow on submerged surfaces, including MPs, can also change their density (Li *et al.* 2023a). This diverse distribution pattern could have consequences for a wide range of organisms depending of their feeding and living habits.

Another concerning aspect directly related to the contamination of aquatic environments by MPs is the presence of additives in plastic materials which can pose harm to marine organisms (Kwon *et al.*, 2017; Teuten *et al.*, 2009). MPs themselves can exacerbate the issue by adsorbing toxic substances like trace metals and organic hydrocarbons onto their surfaces due to their hydrophobic nature. Once ingested by various organisms, these toxic compounds can be released, leading to various adverse effects on the organisms (Cole *et al.*, 2011; Kumar *et al.*, 2021). MPs can also act as vector for biological contaminant (Raju *et al.* 2018).

MPs have been found in a large scale of aquatic organisms such as mollusks (De Witte *et al.* 2014, Van Cauwenberghe and Janssen 2014), crustaceans (Cau *et al.*, 2019; Farrell and Nelson, 2013; Murray and Cowie, 2011; Zhang *et al.*, 2019), fish (Hossain *et al.*, 2020; Jovanović, 2017; Wang *et al.*, 2020), mammals (Merrill *et al.* 2023) and seabirds (Hamilton *et al.* 2021).

Among crustaceans, shrimps are omnivorous species that can ingest microplastics as shown by other studies (La Beur *et al.*, 2019; Sfriso *et al.*, 2020, Murray and Cowie, 2011; Wright *et al.*, 2013; Hossain *et al.*, 2020). Shrimps are found all over the globe on coastal areas and are one

of the dominant macrobenthos. They can ingest fibers along with their food and accumulate it in their digestive track systems for a certain time (Murray and Cowie, 2011; Watts *et al.*, 2015). The brown shrimps (*Crangon crangon*) is a ubiquitous and dominant mobile epibenthic species of shallow waters in northern Europe (Amara and Paul, 2003). It is also an ecologically and commercially important crustacean locally consumed. The brown shrimps have been especially investigated as a species that contained MPs in three different studies (Korez *et al.* 2020, McGoran *et al.* 2018, Devriese *et al.* 2015). However, these studies have not considered concentration of MPs present in their environment, both in sediments and water in order to make comparison with them.

Regarding shrimps and their habitat, very few studies have investigated the correlation between the level of MPs in the shrimp's environment and the MPs found within the shrimps themselves (Nan *et al.*, 2020; Wang *et al.* 2023). Additionally, an aspect worth exploring is the collection of data across various seasons to assess the potential influence of seasonal factors on microplastics contamination in both shrimp organisms and their environments around them in diverse coastal regions which are impacted differently by human activities.

In this study, the levels of MPs contamination in the brown shrimp (*Crangon Crangon*) were analysed in relation with its surrounding environment (sea water and sediments) during two different seasons: winter and autumn at three distinct sampling sites chosen based on their degrees of human activities.

The objectives of the study were (i) to compare and comprehend whether the levels of MPs contamination in the shrimps were linked to those observed in the environmental samples; (ii) to investigate the potential impact of seasons on the levels of MPs contamination in both shrimps and environmental samples; (iii) to assess whether the degree of human activities in the respective areas influences the levels of MPs contamination in the shrimps.

3.1.2 Material and methods

3.1.2.1 Sampling sites

Three different sampling sites were chosen for this study (**Figure 37**). The first site (HF) located at the mouth of the Seine estuary (Eastern English Channel). This estuary is considered as one of the most polluted estuaries in Europe, receiving human pressures from a highly-industrialized watershed (Burgeot *et al.*, 2017). The sampling has been conducted at the coordinates (N 49.437815, E 0.187362) in a mix of saltwater and freshwater. In this area, the

water depth vary from 10-20 m and the currents are mainly impacted by the tide, with a wide range of 7 to 9 m between low and high tide.

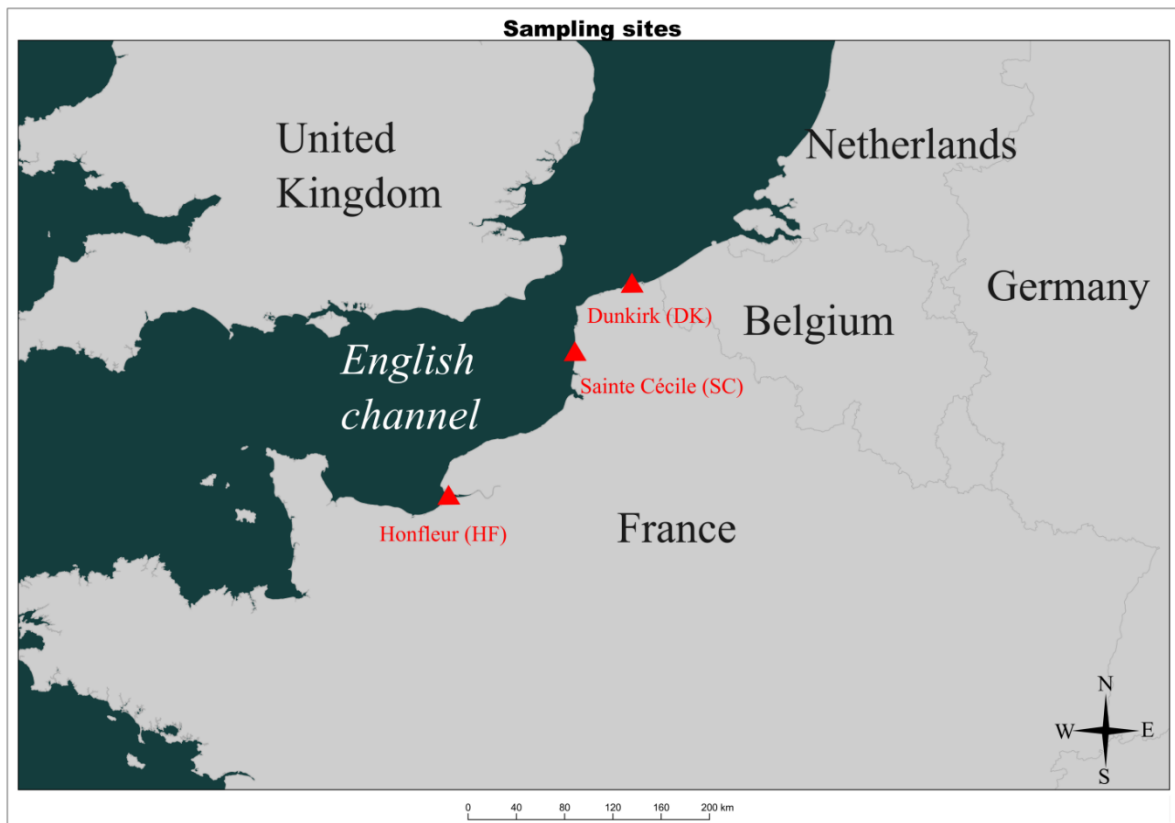


Figure 37 : Map of the three sampling sites (Honfleur, Sainte Cécile and Dunkerque)

The second sampling site (SC) was located along a sandy beach near the locality of Sainte-Cécile and the Canche estuary (Eastern English Channel) **Figure 37**. The sampling was conducted at coordinates (50.566436, 1.564281), in coastal marine. This area is not impacted by any important human activity and urbanization and has low levels of chemical contamination (Amara *et al.*, 2009). This area is characterized by a semi-diurnal and macrotidal regime with an average tidal range of 5–8 m. Hydrodynamics are heavily influenced by the tide, which can reach nearly 8–10 m in magnitude during the spring tides.

The third sampling site (DK) was located on the Southern Bight of the North Sea coast along a sandy beach near the city of Dunkerque (192 000 inhabitants) and an important industrial and commercial harbor **Figure 37**. At this location also the tidal currents are significantly influenced by the tide, with a water height ranging between 7 to 9 meters between low and high tide depending on the tide coefficient. No estuary was located at the sampling site making the water at the sampling location only saltwater.

All samplings have been carried out at low tide to limit the impact of tide currents variation between samplings. Sampling were conducted at two seasons: during autumn 2022 and spring 2023

3.1.2.2 *Environmental data*

Environmental data were retrieved for each sampling campaign. Turbidity, salinity and temperature were measured on site using a multiparameter probe. Rain during the sampling, rain 1 week prior to the sampling day and wind strength and direction were all registered through weather forecast station (meteofrance.fr).

3.1.2.3 *Water and sediment sampling*

The water surface sampling was conducted using a customized aquatic drone called Jellyfishbot®, developed by IADYS (Roquefort-la Bédoule, France) equipped with a Manta net and presented in a previous study (Pasquier *et al.* 2022b). The net has dimensions of 36 width x 25 height x 200 cm (length) with a mesh size of 300 μm and is equipped with detachable cod-end made of PVC, measuring 30 cm in length and 11 cm in diameter. The cod-end is fitted with a 20 μm mesh size net window to ensure effective retention of collected particles.

To record the precise volume sampled during all transects, a General Oceanic ® flowmeter (Miami, Florida, United States) was placed at the opening mouth of the collecting net. Special attention was given to the height position of the surface sampling net to ensure precise sampling at the water surface thanks to the catamaran shape of the drone assuring an optimal stability on the water surface.

For each campaign, a sampling transect of 300 m was conducted against the current. The sampling duration lasted for 10 minutes, maintaining a consistent sampling speed of 1 knot throughout the entire transect. To ensure reliability, three replicates were carried out during each sampling campaign. The average volume sampled was approximately $29.42 \pm 2.78 \text{ m}^3$ (mean \pm s.d.), as measured by the flowmeter.

Once sampling completed, the metal frame at the back of the aquatic drone was removed, and the surface collecting nets were carefully rinsed with environmental water from the outside, using an *in-situ* pump (Viršec *et al.* 2016). Following this, all the collected particles were allowed to settle into the detachable cod end, which were then meticulously detached from the net and thoroughly rinsed with filtered Milli-Q water to recover the particles. The rinse

solutions were subsequently stored in clean glass bottles and placed in a cooler at a temperature of 10°C until further processing.

The sediment sampling was conducted at the same location as water and the shrimps' samples. A Van Veen grab sampler made of stainless steel with a volume of 3.14 L was used to collect these sediments. The collected sediment samples (about 500 g) were carefully preserved in aluminum paper and stored in a freezer at -20°C until further processing.

3.1.2.4 Shrimps sampling

Shrimp sampling was carried out simultaneously with water and sediment sampling. The collection of shrimps involved using two distinct methods based on the specific sampling location.

At the site HF, shrimps were sampled using a trawl net due to the large depth of the water column, around 15 meters. The trawl net, with a mesh size of 10 mm, was deployed from a boat and dragged against the current for 40 minutes after reaching the seabed with an approximate speed of 3 knots.

For the other two sampling sites, DK and SC, shrimps were directly gathered from the shoreline by operators. A square landing net measuring 1 m x 1 m, equipped with a 10 mm mesh size was used. Sampling was conducted approximately 2 hours before low tide.

In both sampling methods, the collected shrimps were visually sorted based on their size, and 100 specimens were selected at each sampling site and period. These specimens were promptly placed on ice and transported to the laboratory. Upon arrival, each shrimp was individually wrapped in aluminum foil and stored in a freezer set at -20 °C until further processing.

3.1.2.5 Laboratory processing

Water and sediment

All water samples underwent initial drying within a laboratory oven set at 40°C until all liquid content had evaporated. This specific temperature was selected to ensure that the integrity of any plastic particles remained unaffected and to uphold the precision of the final outcomes. The duration of this step varied, potentially spanning up to 5 days, contingent on the volume of collected water.

Upon complete desiccation of the samples, the digestion process was initiated. A 10% (w/v) solution of KOH (Chimieplus, Saint-Paul-de-Varax, France), measuring 400 ml, was introduced to digest any residual organic material. This mixture was then incubated at 40°C under constant magnetic agitation (200 rpm) for 48 hours, following the guidelines established by Treilles *et al.* (2020). Subsequently, the digested solution underwent filtration using a GF/A glass fiber filter (Thermo Fisher Scientific) with a diameter of 90 mm and porosity of 1.6 µm. At the culmination of this process, each filter was placed within a glass Petri dish, awaiting particle characterization and identification.

Regarding sediment samples, a preliminary drying phase lasted over approximately 3 days within a laboratory oven maintained at 40°C. Subsequently, 15 g of sediment was combined with a ZnCl₂ 97.5% solution (Carlo Erba) possessing a density of 1.5 (as described by Coppock *et al.* in 2017). This measure was taken to facilitate a density separation among organic matter, minerals, and plastic particles. Following this, the solution underwent magnetic agitation for 10 minutes (300 rpm) and was allowed to settle for 6 hours. A portion of the supernatant, measuring 100 ml, was then extracted using a pipette and filtered through a GF/A glass fiber filter (Thermo Fisher Scientific). This filtration procedure was iterated three times to recover all particles present.

Shrimps

For every sampling site and season, a total of 30 individual shrimps were selected to ensure a homogeneous sizes repartition. These 30 shrimps were subsequently randomly divided into 10 sets, each containing a pool of 3 individuals. The shrimps were thoroughly rinsed with a flow of ultra-clean water and then weighed (total weight) and measured to the nearest millimeter (total length). The total average weight and size were 1.31 ± 0.31 g (mean \pm s.d.) and 5.59 ± 0.43 mm (mean \pm s.d.) respectively.

Subsequently, the shrimps were placed within Erlenmeyer flasks.. To facilitate the breakdown of organic matter, a solution of KOH (Chimieplus, Saint-Paul-de-Varax, France) at a concentration of 10% (w/v) and a volume of 300 ml was introduced. This mixture underwent an incubation period at a temperature of 40 ± 1 °C, with constant agitation at 200 rpm using PTFE magnetic stirrers, spanning a duration of 48 hours. Following this incubation, the digested solution was filtered through a GF/A glass fiber filter (Thermo Fisher Scientific) with a diameter of 90 mm and a porosity of 1.6 µm.

Any remaining exoskeleton that had not been digested were carefully retrieved using tweezers. These exoskeletons were then meticulously rinsed with ultra-pure water above the filters. Upon completion of these steps, each filter was positioned within a glass Petri dish, prepared for the subsequent processes involving the characterization and identification of particles.

In order to check the potential retention of MPs by the shrimps' shell during digestion and filtration protocol, 10 positive controls as outlined in Dehaut *et al.* 2023 were carried out prior to the experimentation. This control consisted of a gelatin capsule containing a total of fifteen particles, encompassing five distinct types of microplastics (MPs) - PE (polyethylene), PP (polypropylene), PS (polystyrene) fragments, a segment of PA-6 (nylon) monofilament, and PES (polyester) microfibers. This capsule and the shrimps were immersed in a solution of KOH. Throughout the analysis sessions, this positive control was utilized to evaluate the presence of any potential systematic errors.

The primary objective was to determine if all the digestion products of MPs were successfully collected at the conclusion of the filtration process. It has been observed that, following filtration, approximately 91 % of the plastics are recovered.

3.1.2.6 Stereomicroscopy for the characterization and Raman spectroscopy for the identification of MPs

Two different stereomicroscopes were used in this study. One for the water and sediment samples and one for the shrimps' samples. Prior to all analysis petri dishes and filters were left to dry at room temperature (20-25 °C) for 24 hours before analysis.

For the water and sediment samples the characterization of MPs was conducted using a Stereomicroscope (Carl Zeiss, Stemi-305, Germany) equipped with AXIOCAM 105 color 5 MP. Each filter was meticulously examined in a controlled manner, moving from the left side to the right side of the Petri dish in a "zigzag" pattern, while progressing from the top to the bottom. To prevent overlooking particles or double-counting, visual markers were applied to the lid. Any particles that appeared to be potential microplastics were documented through photography using the Zein platform (Image Analysis software V4.13).

For the shrimps samples, observations were conducted using an Olympus SZX-16 stereomicroscope (Rungis, France) equipped with a UC90 camera and an SDFPLAPO PF 1x/0.15 objective. Each filter was examined at a 4× magnification to capture an image of every

observed particle. Subsequently, the particles acquired images were sized using Olympus Cellsens 4.2 and OlyVia software.

Upon a complete observation of the entire filter, suspected microplastic particles were counted, measured using the Zein platform, classified by type (fragments, fibers, pellets, or films), and their colors were recorded. The particles were sorted into three size categories: 300-500 μm , 500-1000 μm , 1000-5000 μm for the water samples and into 5 size categories for the shrimps and sediments samples 20 - 150 μm , 150-300 μm , 300-500 μm , 500-1000 μm , 1000-5000 μm .

All suspected particles underwent a chemical identification using a Micro-Raman Spectrometer Xplora Plus (HORIBA Scientific®, France). Various parameters were explored to establish the most accurate method for identifying the polymers within the analyzed particles. The optimal instrument parameters for enhanced sample detection were determined to be a wavelength of 785 nm, spanning a range of 200–3,400 cm^{-1} , with a 50% filter to minimize the risk of particle damage compared to the 582 nm laser. The confocal hole is 100 μm and the laser power 15mV.

Spectra were captured using spectral autofocus within the 750–1750 cm^{-1} range and a resolution of 5 cm^{-1} . A long-range x50 objective (Olympus) was employed for increased precision, with an acquisition time of 3 seconds and 4 accumulations. The obtained spectrum was then cross-referenced with a polymer identification database (KnowItAll, WILEY®), along with a personalized library containing specific polymers from Goodfellow (France), using the same parameters. Identification was deemed accurate when the HQI (Hit Quality Index) exceeded 70 on a scale of 0 to 100.

3.1.2.7 Quality control of the experiments

Great attention was dedicated to the prevention of potential external contamination throughout the entire process. Prior to each sampling procedure, all milli-Q water, ethanol and solutions (KOH and ZnCl) were meticulously filtered multiple times using a 0.7 μm pore size, 90 mm GF/F glass fiber filter to ensure the absence of particles. Utensils employed in the process underwent thorough cleaning and were rinsed with milli-Q water three times. Glass bottles and Petri dishes with filters intended for sampling and laboratory uses were put at 450°C in a muffle furnace Nabertherm L 40/11 for 6 hours to eliminate any potential contaminants. The bottles were then sealed with aluminum cups and kept safeguarded against atmospheric influence, often enclosed within closed containers or wrapped with aluminum paper.

In the laboratory environment, equipment was similarly subjected to a rigorous regimen of rinsing and cleaning with milli-Q water, repeating the process at least three times. All manipulations were conducted under a Thermo Scientific Herasafe 2030i laminar flow, equipped with a HEPA 14 filter, to forestall the possibility of atmospheric contamination affecting the samples. Before starting the analyses, the laminar flow cabinet's workbench and the measuring cylinder were meticulously cleaned using bi-distilled water, a 70% (v/v) ethanol solution, and bi-distilled water once again. Plastic tools were employed only when essential, with transportation boxes being the sole plastic component, whereas glass bottle samples remained enclosed. Throughout the procedure, cotton lab coats were worn to ensure cleanliness.

Additionally, atmospheric controls were implemented within the laboratory by placing an open Petri dish containing a filter inside a box throughout all laboratory stages when the samples were exposed: filtration, and observation. Procedural checks were conducted during sample treatment, involving the use of the same volume of KOH utilized for digestion to verify the absence of contamination during handling.

During the observation phase for the water and sediment samples, the filter was situated beneath a hermetically sealed plexiglass container, thereby minimizing atmospheric deposition. For the shrimps samples the lid was kept on during the full observation.

All suspected plastic particles found in the different controls underwent chemical identification using Raman spectroscopy. Notably, no fragments were identified, in contrast to 0 to 4 fibers detected during some procedural and atmospheric controls within the laboratory. These identified fibers were subsequently subtracted from the sample filters, guided by criteria of color, size and polymer. Furthermore, the support platforms for the Raman spectrometer microscope and the stereomicroscope were methodically cleansed using microfiber paper (cellulose) between consecutive analyses.

Additionally for the shrimp's samples, a positive control was introduced to oversee the recovery efficiency, as outlined in Dehaut *et al.* 2023 and as mentioned before. It has been observed that, following filtration, approximately 85 % of the plastics are recovered. The inclusion of this positive control served as a benchmark for each analysis session, allowing for the validation of the aforementioned systematic error. In total, 6 positive control experiments were conducted (one for each sampling campaign).

3.1.2.8 Statistical analysis

All identified particles as MPs are therefore referred as “MPs” later in the manuscript and figures. Fragments and fibers abundance in the water has been documented in units of MPs per cubic meter ($\text{MPs}\cdot\text{m}^{-3}$) for every sampling campaign. In sediment samples and shrimps, the MPs abundance is expressed as particles per gram ($\text{MPs}\cdot\text{g}^{-1}$) respectively of dry weighted sediment, or of wet weighted shrimps. The results are presented as the mean value, accompanied by a 95% confidence interval, calculated by adding and subtracting two times the standard error of the mean. These calculations are based on three replicates conducted for each campaign with water and the sediments and 10 replicates with the shrimps.

The sizes distribution of the MPs is presented as categories expressed as percentages obtained from multiple replicates for each sampled matrix in every campaign.

The composition of polymer types within the particles, as determined by the Micro-Raman spectrometer, is expressed in terms of percentages.

Using the software Rstudio version 2023.06.2+561 and the package “tidyverse” one-way ANOVA test were carried out in order to check significant differences between MPs abundance of a same matrix (water, sediment or shrimps). A Shapiro-Wilks test was carried out before to check if the data were normally distributed which they were ($p > 0.05$) and a Barlett test to check the homoscedasticity of the data which have been proven ($p > 0.05$). The independence of the observations was assumed according to the fact that the samples were carried out during different seasons at different locations. Tukey multiple pairwise-comparisons test was then carried out with the result of the one-way ANOVA to check the significant differences between the groups 2 by 2.

3.1.3 Results and discussion

3.1.3.1 MPs contamination influenced by environmental conditions

The environmental conditions **Table 6** displayed high turbidity for the sampling campaign of DK spring and SC autumn. No variations of salinity are observed across the sampling site. The sea temperature varied from 16.8 to 17.6 °C in autumn to 7.8 to 10.2 °C in spring across the sampling sites. It was raining only during the sampling at DK in spring. It also rained lightly one week before the sampling day for HF at both seasons and DK during the spring campaign. A light wind from the North was observed at DK for both seasons and from the North-West at SC both seasons also.

Table 6. Environmental conditions during the sampling campaigns

Sampling site	Turbidity (NTU)	Salinity (PSU)	Temperature (°C)	Rain during sampling (mm)	Rain 1 week before sampling (mm)	Wind direction	Wind strength (m/s)
HF autumn	14.4	31	16.8	0	10	West	2.8
HF spring	11.3	29	10.2	0	12	West	2.2
DK autumn	8.6	34	17.1	0	1	North	8.3
DK spring	31.1	34	8.4	5.6	16	North	8.9
SC autumn	7.5	33	17.6	0	1	North-West	6.4
SC spring	34.6	35	7.8	0	3	North-West	6.1

Water

No water samples were carried out at SC in autumn due to harsh weather conditions. MPs concentration ranged from 0.12 ± 0.08 MPs.m⁻³ at DK during spring to 0.94 ± 0.25 MPs.m⁻³ at HF during autumn **Figure 38a**. Among the sampling sites, HF displayed the highest contamination level with HF autumn having significant difference to the other groups except DK autumn. This outcome aligns with expectations given as DK is the most urbanized site as previously explained. A potential trend emerges indicating higher contamination in samples from autumn compared to spring **Figure 38a** at HF (student t-test p-value < 0.05 student t-test). However, due to limitations in the number of sites sampled in both seasons (only two), drawing definitive conclusions becomes challenging. Other studies found level of contamination in the same range of areas using the same mesh size net with $1.56 (\pm 0.32)$ particles.m⁻³ and $1.63 (\pm 0.93)$ particles.m⁻³ in Wimereux, France Pasquier *et al.* 2022b with 0.56 ± 0.33 MPs.m⁻³ in Galway Bay, Ireland Frias *et al.* 2020 or with 0.04–0.33 particles.m⁻³ in Bendon Bay, Gulf of Thailand Ruangpanupan *et al.* 2022. In contrast, some other areas are more contaminated with for example 3.11 particles.m⁻³ to 5.16 particles.m⁻³ in Chao Phraya River Estuary, Thailand Oo *et al.* 2021. However, these results are to be compared carefully, considering the variations in human activity levels and water treatment systems. Another study conducted in the Seine River reported a contamination ranging from 0.28 to 0.47 particles.m⁻³ (Dris *et al.*, 2018b). In contrast, other study in the same river has reported level of MPs a maximum contamination level of $15.5 \cdot 10^3$ items.m⁻³ (Treilles *et al.* 2022). However, the differences in the sampling method makes the comparison difficult, due to the difference of volume sampled (liters versus cube meters).

MPs contaminations has been documented as potentially highly impacted by season changes (Xia *et al.* 2023, Zhang *et al.* 2023). This discrepancy might be attributed to variable human activities corresponding to the different sampling seasons. Considering the colder weather in autumn, people tend to wear bulkier clothing which could release more fibers during washing, potentially contributing to the observed differences (Uoginté *et al.* 2022).

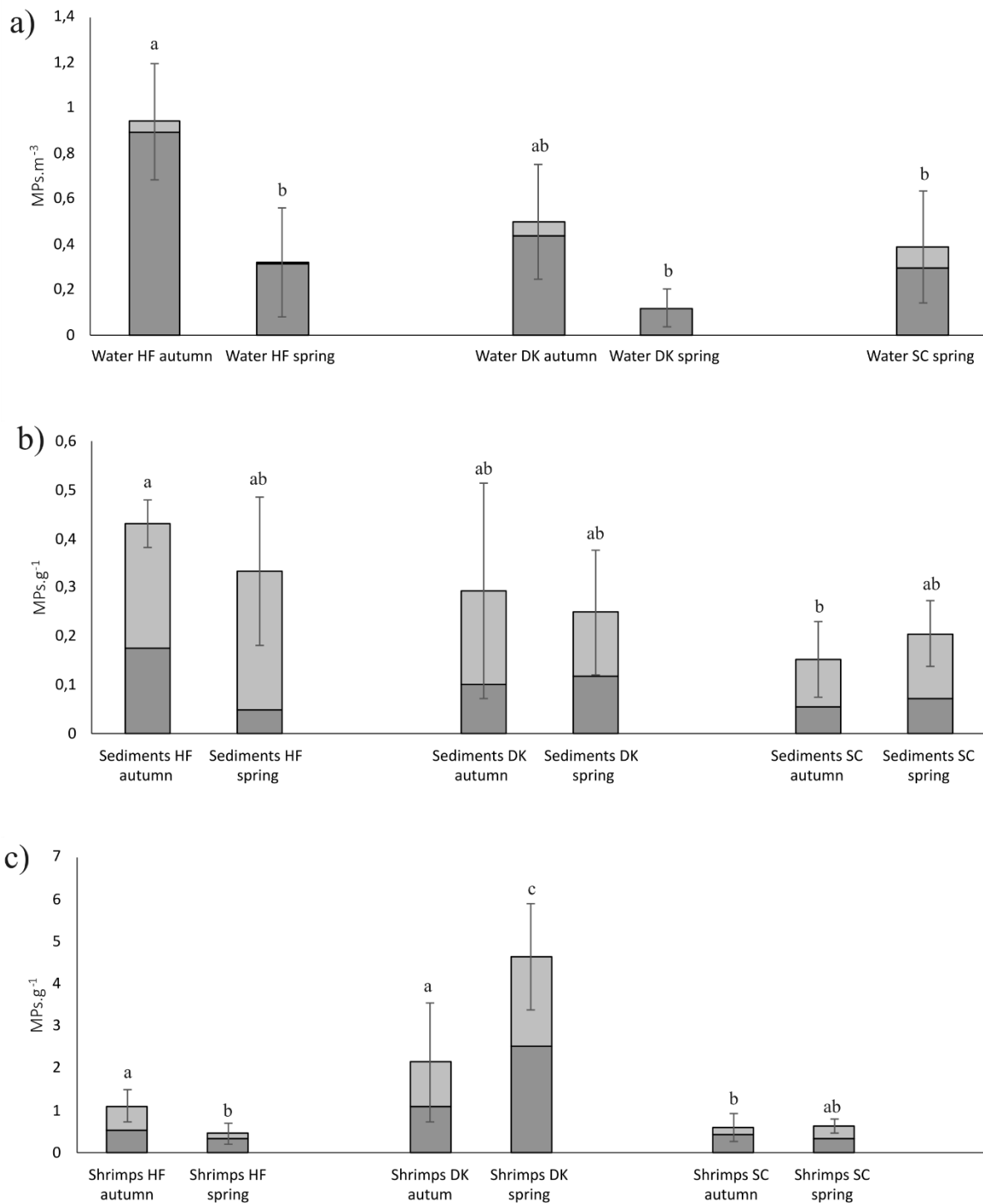


Figure 38 : Mean MPs abundance (MPs.m⁻³) in the water (a) and in the sediments (b) and shrimps (c) (MPs.g⁻¹) during spring and autumn. Error bars represent the confidence interval of 95%, n=3 replicates for the water and sediments data and n=10 for the shrimps (for the shrimps, 1 replicate is a pool of 3 shrimps). Different lowercase letters indicate significant differences between campaigns indicated by the Tukey multiple pair wise comparison ($p < 0.05$). No water sampling was done at SC in autumn due to bad weather conditions.

Speaking of which, a majority of fibers were found at all sampling sites for whatever season **Figure 38a**. In water samples this result has been found in many other studies (Akdogan *et al.*, 2023; Dris *et al.*, 2016; Napper and Thompson, 2016). Fibers can be the easiest shape of microplastics that is retained in the water column. Moreover, some sources indicate that fibers are the primary source of MPs contamination in rivers (Browne *et al.*, 2011).

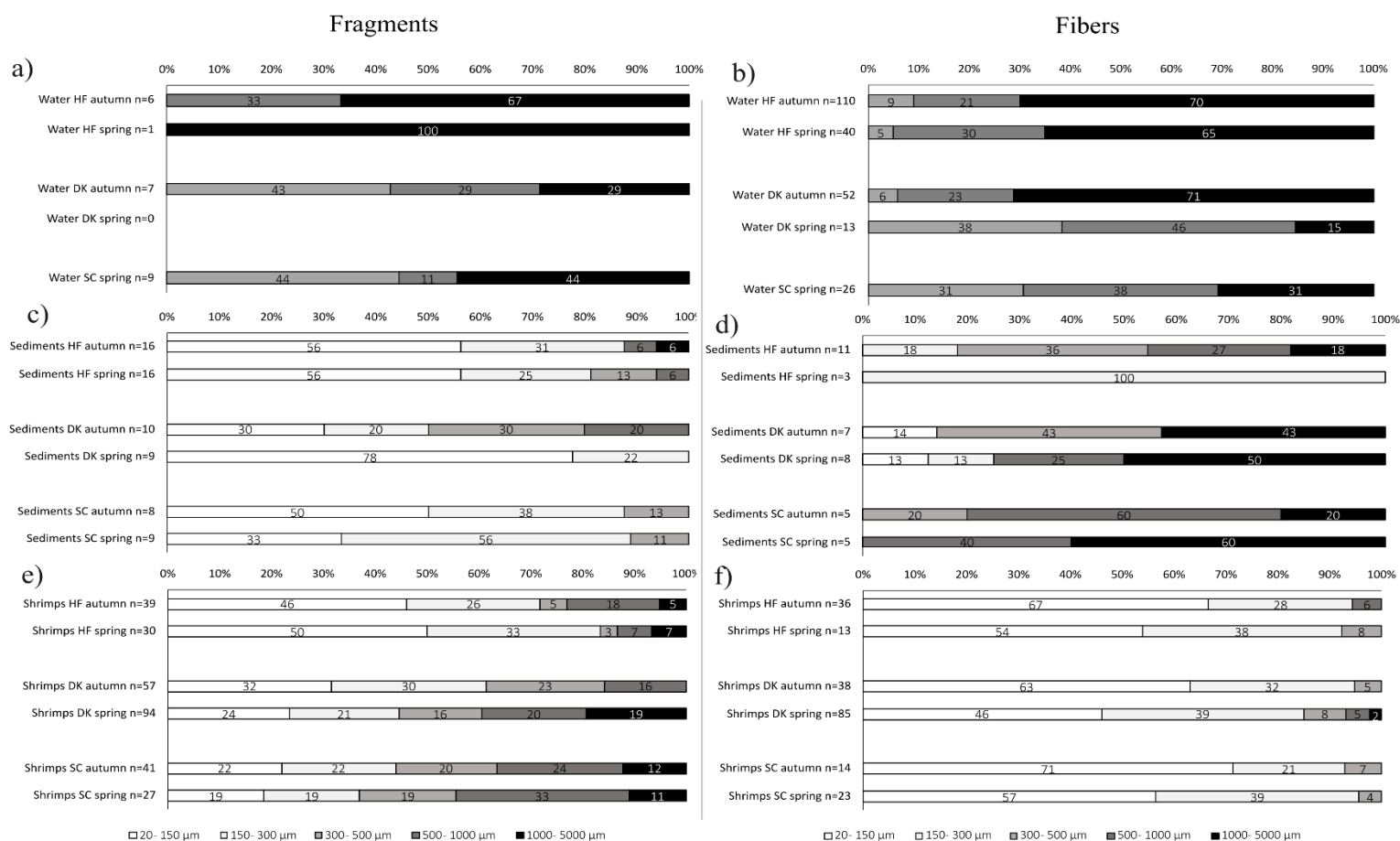


Figure 39 : Fragments (a), (c) and (e) and fibers (b), (d) and (f) sizes distribution in percentage for respectively the water, the sediments and the shrimps for all sampling campaigns. Numbers in bars represent percentage. ‘n’ = number of particles

Examining the fibers size distribution, fibers exceeding 1000 µm in length were predominant at HF autumn, HF spring and DK autumn in greater proportion with them accounting for at least 65 % of all fibers **Figure 39b**. HF being the most urbanized site, fibers that did not go through a lot of degradation may end up here explaining their higher sizes.

Sediments

Examining the outcomes derived from sediment analysis, a total of 75 MPs has been found **Figure 38b**. HF is the site that seems to display the highest contamination level which aligns with what was found in the water samples. HF autumn being the most contaminated sample with an average concentration of 0.43 ± 0.05 MPs.g⁻¹. However, the difference is not significant to the other sampling except for the one obtained at SC autumn. SC autumn displays the lowest contamination, presenting a concentration of 0.07 ± 0.06 MPs.g⁻¹. This observation is unsurprising, considering HF's status as the most urbanized locale and SC's potential as the least urbanized one. Level of MPs contamination in sediment found in rivers and coastal areas vary a lot through the literature. $11,07 \pm 0.6$ MPs.g⁻¹ in the Rhine river in Germany (Mani *et al.*, 2019); 0.11 ± 0.009 MPs.g⁻¹ in Plymouth estuary in UK (Coppock *et al.*, 2021) or 0.068 ± 0.011 MPs.g⁻¹ on the Baltic sea shore of Poland (Esiukova *et al.*, 2021).

Our results showed no difference from season to season at the different sampling sites. This phenomenon could be attributed to the sediment's relatively inert nature compared to the dynamic water samples, making it less susceptible to various environmental influences **Figure 38b**.

Concerning the shapes of microplastics (MPs), a greater proportion of fragments was detected within the sediment in contrast to the particles observed in the water **Figure 38b**. These results corroborate with prior findings (Pasquier *et al.* 2022b). Fibers exhibit a tendency to remain suspended in the water column due to their structural characteristics, which contrasts with the behavior of fragments (Hoellein *et al.*, 2017; Kaiser *et al.*, 2019). Fragments can undergo diverse processes that elevate their densities, such as biofouling, (Li *et al.* 2023b), causing them to settle at the sediment bottom.

The fragments sizes obtained in the sediment are for the majority of the sampled sites for both seasons under 300 µm **Figure 39c**. It has been proposed that smaller MPs with larger specific surface areas exhibit greater sorption capacities, and the presence of microbial colonization and aggregation enhances the sedimentation capacity of MPs by increasing their density. As a result, these factors lead to the sinking of MPs into the sediment (Li *et al.*, 2023b; Campanale *et al.*, 2020; Wardrop *et al.*, 2016). However, when discussing sinking properties, it is important to take in account particles theoretical densities which will be discussed further.

Shrimps

Analysis of the shrimp samples unveiled a cumulative count of 233 MPs identified for 180 individuals. These counts range from 4.73 ± 1.25 MPs.g⁻¹ in DK spring to 0.47 ± 0.25 MPs.g⁻¹ in HF spring **Figure 38c**. In the literature other studies have found levels of MPs in *Crangon Crangon* at 1.23 ± 0.99 particles/individual (Devriese *et al.*, 2015) and 1.0 MPs/individual (McGoran *et al.*, 2018). For our study a result per individual would be 3.7 MPs/individual total average which is in the same scale as the one found in the literature. It is important to note that the lower limit of MPs size detected by Devriese *et al.* 2015 is around 10 to 20 μ m which is comparable with our study, but the information was not provided by Mc Goran *et al.* 2018 which can impact the results. However, Devriese *et al.* 2015 used a solution of HNO₃ to digest the shrimps tissues which have been proven to impact certain type of MPs (Treilles *et al.* 2022) and therefore may have led to an underestimation if the actual contamination. Notably, these results obtained diverge from those derived from environmental samples, as DK spring rather than HF autumn emerges as the most contaminated samples. This discrepancy may be perplexing, given HF's higher degree of urbanization, as previously discussed. However, it's worth noting that DK, despite not being located at an estuary's mouth, might still receive microplastics through its industrial, harbor, which can serve as a significant conduit for these particles to reach the oceans. The smallest average weight among the collected shrimps is observed at the DK site **Figure 40**, can also help explain these results. Smaller organisms might mean that it is easier to increase their concentration of MPs due to their smaller body mass. Other studies also found that MPs concentration was higher in smaller organisms such as mussels (Kazour and Amara 2019) and crayfish (*Nephrops norvegicus*) (Joyce *et al.* 2022). However, Hara *et al.* 2020 showed these larger organisms (*Nephrops norvegicus*) might present higher MPs abundance than smaller ones.

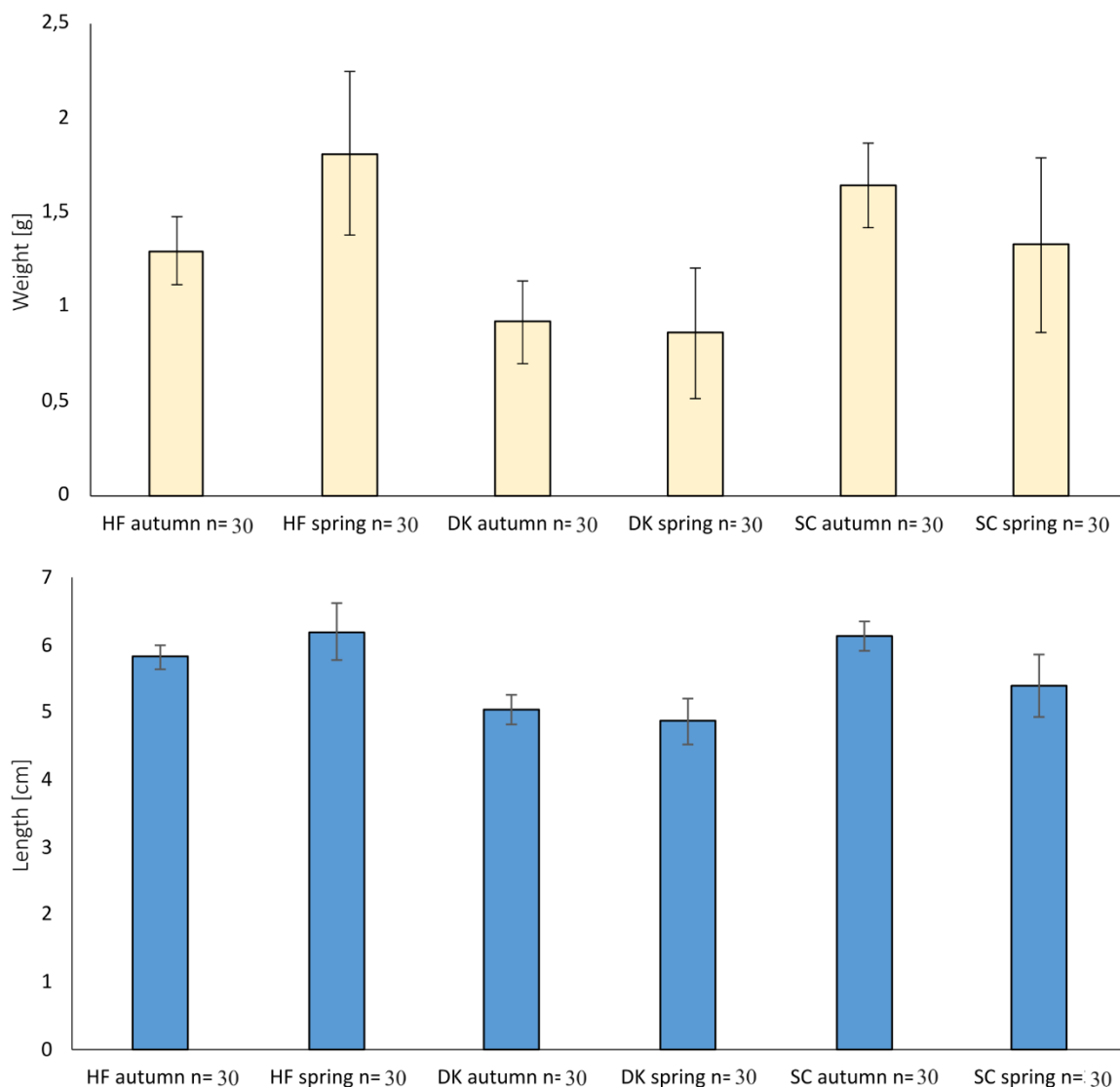


Figure 40 : Mean length (mm) and mean weight (g) of the shrimps analyzed in the laboratory for all sampling campaigns. ‘n’ = number of shrimps. Error bars represent the standard deviation.

Shrimps collected from the same location during various seasons exhibit notable disparities in their MPs contamination levels in both DK and HF sampling sites (**Figure 38c**, p-value = 0.007 and 0.006 Student test respectively). Although the influence of seasons on microplastics contamination in shrimps remains a relatively understudied area, a separate investigation conducted by Daniel *et al.* in 2020 demonstrated seasonal variations in white shrimps (*Fenneropenaeus indicus*) sampled during July and August showing higher contamination compared to other months. This study was conducted in India, where these specific months are associated with heavy rainfall, which could potentially account for the elevated contamination levels observed in the shrimps and the broader aquatic environment. In this study the

contamination is higher in autumn in HF and higher in spring in DK. The higher level of contamination observed in DK in spring can be linked to the level of rain fall during the sampling day that is higher in spring than in autumn **Table 6**. Dunkerque harbor is also equipped with gate and lock to ensure a good water height at all time. This can lead to potential release of more contaminated water at certain period of the day. Unfortunately, the gate and lock openings are not monitored.

In terms of shapes of MPs, fragments and fibers seem to be equally found in shrimps' tissues. Shrimps being benthic omnivorous scavengers with a very large and various diet (Walkinshaw *et al.*, 2020), this result is not really surprising. Without making significant distinctions based on the particles shape, they ingest whatever they find and may ingest MPs (Hossain *et al.*, 2020; Murray and Cowie, 2011).

Looking at the size distributions of the fragments found in the shrimps, 85 % are smaller than 300 μm confound of the sampling campaigns **Figure 39e**. The smaller particles are known to be the easiest to be ingested by organisms therefore these results are not surprising (Wang *et al.* 2023). No difference seems to display between sites. In terms of fibers, the results show that smaller fibers are found in the shrimps sampled at every site for both seasons with fibers < 300 μm accounting for at least 72% **Figure 39f**.

Examining the distribution of polymers within the sampled microplastics, it is evident that polyethylene (PE), polypropylene (PP), polystyrene (PS), and polyethylene terephthalate (PET) were the most frequently encountered in water, sediment and shrimps **Figure 41**. This observation can be attributed to the extensive production of these polymers, particularly within the packaging sector and textile industry, which contributes to their wide prevalence.

The sediment and shrimp samples exhibited the highest percentages of particles that couldn't be identified **Figure 41**. This observation is likely due to the small sizes of the particles present in these samples compared to those found in the water samples. Given the limitation of particle size to 300 μm in water, identification was more successful in comparison to the smaller particles detected in the sediment and shrimp samples. Another explanation would be the fouling and the pigment present on the particles which can lead to difficulties to obtain a good spectrum.

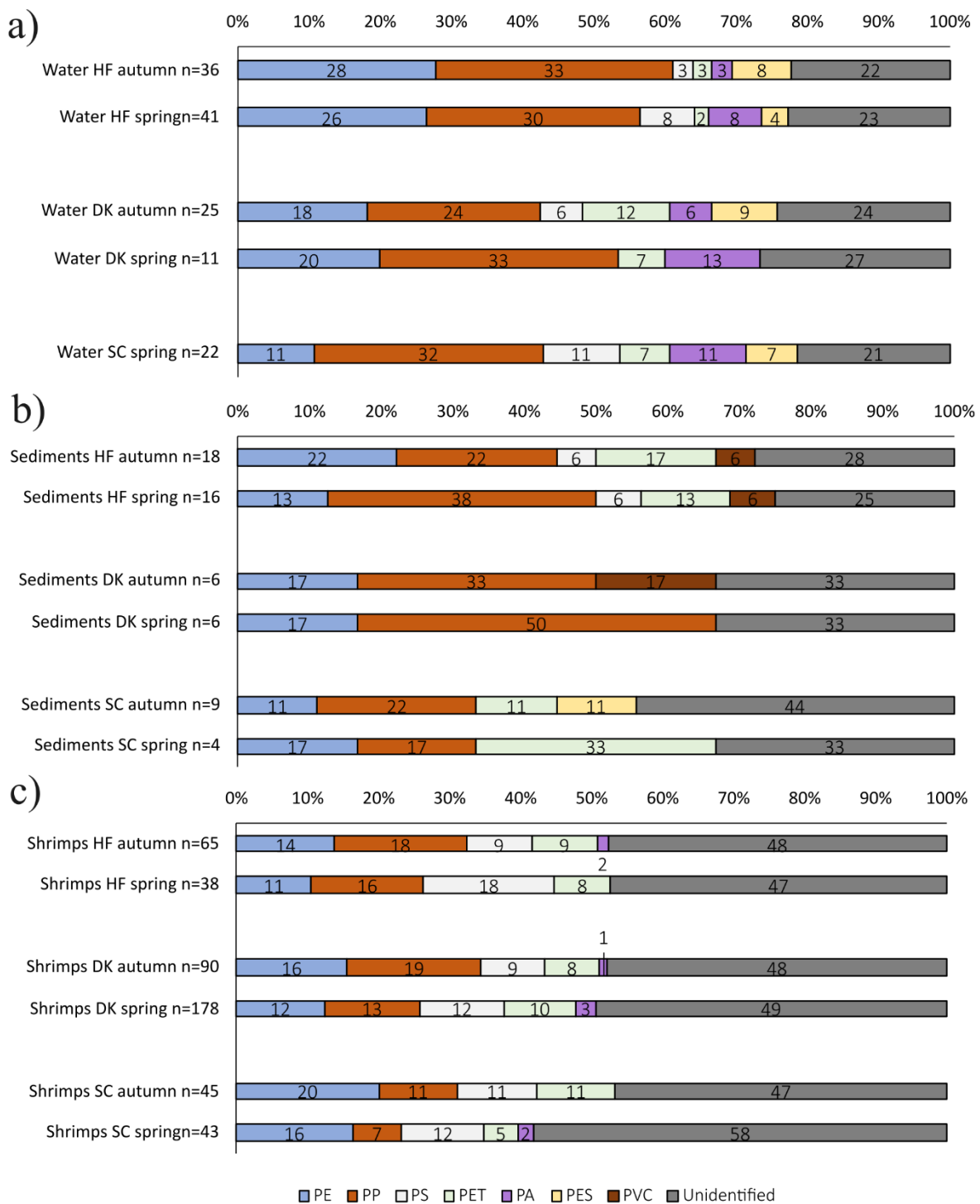


Figure 41 : MPs polymers distribution in percentage for water (a), sediments (b) and shrimps (c) samples for all sampling campaigns. Numbers in bars represent percentage. n = number of particles analyzed with the micro Raman.

Polyamide (PA) microplastics were exclusively identified in water and shrimp samples **Figure 41**. One possible source of this polymer could be the fishing industry, where nylon, composed

of polyamide-6, is a primary constituent of fishing nets. Due to their theoretical density ranging from 1.12 to 1.14 g.cm⁻³, these polyamide MPs could easily settle to the bottom of the water and become resuspended by currents. This behavior might result in inadvertent ingestion by shrimps. However, the results obtained in the sediments do not sustain this theory as no PA-6 fibers have been identified.

Polyvinylchloride (PVC) microplastics were only detected in certain sediment samples. Given its higher theoretical density (1.38 g.cm⁻³), the presence of PVC in sediment samples is unsurprising. However, the absence of these microplastics in shrimp samples could be attributed to dietary preferences influenced by the chemical properties of the PVC particles. Another study showed that PVC particles were not found in crabs' intestines after they were fed with exposed mussels (Santana *et al.* 2017).

3.1.3.2 *Microplastics contamination in shrimps in relation with their environment*

The results showed that shrimps contained fibers and fragments with comparable proportion **Figure 38c**. However, studies observed that fibrous MPs are the most common to be found in shrimps (Hara *et al.*, 2020) and therefore shrimps may have a preference for this shape type. But no evidence support this hypothesis yet (Devriese *et al.*, 2015; Wang *et al.*, 2023). Furthermore, without having information on the life's history of the shrimps, drawing conclusions is complicated. The proportion of fragment found in the shrimps that is far greater than the one found in the water samples can be explained by them being benthos. Shrimps will spend more time on the sediment bed looking for food than in the water swimming. The higher proportion of fragment found in the sediment can then explained the proportion of fragments found in shrimps **Figure 38**.

Upon analyzing the distribution of fragment sizes, it becomes evident that shrimps ingest more smaller particles **Figure 39**. Fragments measuring less than 500 µm constitute over 85% of the microplastics present in the shrimps across all sampled sites and both seasons. This proportion surpasses what's observed in both the water and sediment samples. Given the relatively small size of brown shrimps as organisms, the predilection for targeting the smallest particles is unsurprising. Moreover, these smaller particles are more prone to being inadvertently ingested. Notably, no significant distinctions emerge between various sampling sites or the seasons under consideration.

While the sediment also exhibits a dominant proportion of smaller fragments measuring less than 500 μm , albeit not to the same extent as observed in shrimps, this trend might facilitate the shrimps consumption of microplastics. Moreover, there is a suggestion that crustaceans engage in tearing apart their food during the feeding process, as discussed by Rojo *et al.* 2010. An additional study demonstrated that the small freshwater crustacean *Gammarus duebeni* has the capability to break down microplastics attached to floating weeds into smaller fragments, as reported by Mateos-Cárdenas *et al.* 2019. This all could lead for shrimps to ingest smaller MPs.

Examination of shrimp preferences for specific fibers lengths showed that shrimps contained more of the smaller fibers **Figure 39**. As explained above, this may be linked to their relatively small size leading them to target smaller particles.

However, a certain uniformity is observed in the fibers length from the shrimps obtained in DK spring and HF both seasons **Figure 39**. This uniformity in size distribution could be attributed to the structural nature of fibers. Given that fibers generally share a common feature of small diameter, they might be more easily consumed by shrimps, regardless of their length. Additionally, this phenomenon could be influenced by the higher occurrence of long fibers within the sediment. As previously discussed, if shrimps tend to ingest smaller particles, and their environment is predominantly contaminated with longer fibers, their dietary intake of fibers might naturally exhibit a more even distribution in terms of size.

These results can be linked by the ones found in literature, which indicated that shrimps tend to ingest a significant proportion of MPs within the size range of 200 to 400 μm (Wange *et al.* 2023).

PS and PET particles are common polymers that are found in the shrimps **Figure 41**. An explanation would be that both of these polymers can have a high theoretical density, making them more easily found at the water bottom and therefore more bioavailable for the shrimps.

3.1.4 Conclusion

This study is the first one to establish a connection between the level of microplastic contamination in shrimps and their environment by analyzing both water and sediment samples. It also gives insight on the possible impact of human activity depending on the sampling site and the seasonal variations with two different seasons sampled.

Seasonal effects seem to impact the contamination of shrimps between autumn and spring. However, the causes have not been not clearly identified, and further studies are required. The sampling location, and therefore the human activity, might have an impact on MPs intake by shrimps and the MPs contamination in water. The more human activity results to more contamination.

The brown shrimp *Crangon Crangon* seems to accumulate smaller particles with a size inferior of 300 μm which is most likely due to their small size. The comparison of the MPs found in the water, the sediments and the shrimps, shows that the MPs found in the shrimps look more like with the ones found in the sediments, compared to the ones found in the water. This is probably explained by being benthos organisms.

As this study is exploratory, further data is required to better understand the potential factors that may contribute to increase the level MPs contamination in locally consumed shrimps.

Contribution des travaux

Cette étude avait pour objectif de lier les niveaux de contamination en MPs des crevettes (*Crangon crangon*) et de leurs environnements, eaux et sédiments. Cette étude donne également des informations sur l'impact des niveaux anthropiques en fonction du site d'échantillonnage ainsi que des variations saisonnières potentielles.

Le développement du protocole de digestion des tissus de crevettes a permis de montrer que les taux de recouvrements (> 85%) des particules est équivalent suivant si la crevette est décortiquée ou non après un rinçage méticuleux de la carapace à l'eau ultra-pure.

Les résultats obtenus montrent des variations saisonnières dans les contaminations de MPs au sein d'un même site mais avec des variations différentes en fonction du site. Chaque site étant différent, il est encore difficile d'identifier réellement les causes de ces variations.

La comparaison des résultats obtenus entre les sites aux différentes saisons montre des différences significatives pour les échantillons d'eau ($p=0.048$ et $p=0.02$) et de sédiments ($p=0.02$). Ces différences semblent directement liées aux niveaux d'anthropisation des différents sites, plus un site étant anthropisé, plus son niveau de contamination en MPs l'est aussi.

Les crevettes grises semblent ingérer plus facilement les plus petites particules, notamment celles qui ont une taille inférieure à 300 μm . Cette observation pouvant être expliquée par la façon dont les crustacés fragmentent leur nourriture avant de l'ingérer, favorisant ainsi l'accumulation de plus petites particules.

Finalement, en comparant les types de MPs échantillonnés dans l'eau, dans les sédiments et dans les crevettes, les MPs retrouvés dans les crevettes semblent être plus semblables à ceux retrouvés dans les sédiments que ceux retrouvés dans l'eau. Les crevettes étant des organismes benthiques fouillant les sédiments à la recherche de particules, ce résultat n'est pas surprenant. De plus la limite de taille dans les particules échantillonnées dans l'eau limite la comparaison entre les MPs retrouvés dans les crevettes et ceux retrouvés dans l'eau.

Finalement cette étude apporte une approche comparative entre les niveaux de contamination MPs retrouvés dans l'eau, dans les sédiments et les crevettes grises. Les résultats qui en ressortent montrent que la crevette grise peut être considérée en tant qu'espèce sentinelle pour faire du biomonitoring des niveaux de contamination MPs des sédiments de surface, ce qui est

lié à son mode de vie benthique et son mode d'alimentation. Les résultats montrant des variations en fonction de la saison et du site échantillonné. Cependant, la crevette grise ayant tendance à broyer les particules qu'elle ingère, cela peut également apporter des imprécisions sur les résultats obtenus.

La crevette grise étant un organisme consommé localement, cela peut apporter également des informations sur l'ingestion potentielle des MPs via les crevettes par les humains. Cependant, le mode d'alimentation de la crevette grise qui se traduit par un broyage de sa nourriture est également à prendre en compte et peut rendre les résultats obtenus difficiles à interpréter.

Discussion et perspectives

Le premier objectif de cette thèse était de passer en revue les différentes méthodes d'échantillonnage des MPs dans l'eau et de déterminer la méthode la plus couramment utilisée en vue du développement d'une méthode répondant aux limites existantes. Cette première partie a pu être valorisée grâce à deux articles scientifiques :

- **Article 1** : *Manta Net: The Golden Method for Sampling Surface Water Microplastics in Aquatic Environments, Frontiers of the Environment*
- **Article 2** : *An innovative approach for microplastic sampling in all surface water bodies using an aquatic drone, Heliyon*

Le deuxième objectif de cette thèse était ensuite de définir l'importance de la stratégie d'échantillonnage lors d'études sur la contamination MPs dans l'environnement aquatique et de montrer l'importance de prendre en compte les conditions environnementales lors de l'interprétation des résultats. Cette deuxième partie a également été valorisée grâce à deux articles scientifiques :

- **Article 3** : *Vertical distribution of microplastics in a river water column using an innovative sampling method, Environmental Monitoring and Assessment*
- **Article 4** : *Do tidal fluctuations affect microplastics distribution and composition in mega tidal coastal waters? Marine Pollution Bulletin*

Le dernier objectif de cette thèse était de lier les connaissances acquises sur la contamination des MPs dans les environnements aquatiques avec celle des organismes qui y vivent. Cette dernière partie est également en cours de valorisation à l'aide d'un article scientifique en préparation :

- **Article 5** : *Linking microplastics contamination in brown shrimps (Crangon crangon) to environmental contamination: seasonal effects and human activities*

Il est désormais temps d'examiner les résultats obtenus, de discuter de leur pertinence et d'aborder les perspectives envisagées pour ces travaux.

Développement d'une nouvelle méthode d'échantillonnage des MPs dans le milieu aquatique : le drone aquatique

Avec la forte augmentation du nombre de publications portant sur les MPs en sciences environnementales au cours de la dernière décennie **Figure 42**, une variété considérable de méthodes d'échantillonnage des MPs dans l'eau a également été développée et utilisée dans la littérature. Ces méthodes peuvent généralement être regroupées en deux catégories distinctes : celles à faible volume et celles à grand volume (**Etat de l'art**). Dans la première catégorie, nous retrouvons des dispositifs tels que les pompes, les seaux, les bouteilles et d'autres contenants de petite capacité tandis que dans la seconde catégorie, il s'agira de méthodes utilisant des filets, tels que les filets Manta, Neuston ou Bongo.

Bien qu'aucune méthode de référence ne soit définie pour l'échantillonnage des MPs dans les eaux de surface, l'analyse de la littérature a révélé que le filet Manta était actuellement la méthode la plus couramment employée par les scientifiques (**Chapitre 1, Article 1**). Alors qu'elle est la plus largement utilisée, cette méthode du filet Manta présente des limites et inconvénients majeurs. Par conséquent, la stratégie a été d'entreprendre le développement d'une nouvelle méthode d'échantillonnage novatrice en utilisant un drone aquatique (**Chapitre 1, Article 2**).

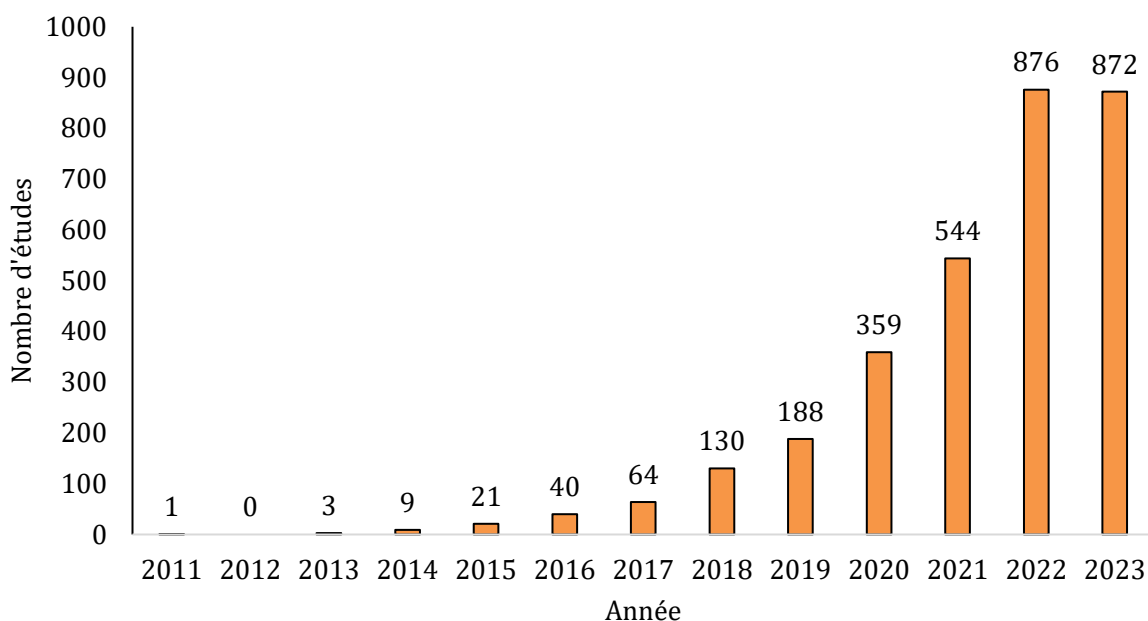


Figure 42 : Données obtenues à partir du moteur de recherche Scopus le 05 octobre 2023 en utilisant les termes de recherche "microplastics AND aquatic" en limitant les résultats dans le domaine des sciences de l'environnement. Le nombre de publications sont des sommes annuelles.

Avantages de la méthode développée

Un travail de réflexion a donc été réalisé afin de développer une méthode qui s'inspire largement de l'approche du filet Manta afin de conserver les avantages liés à la collecte de grands volumes d'échantillons tout en assurant la représentativité de l'environnement échantillonné grâce à un drone aquatique.

En concertation avec la société IADYS, des modifications de leur drone « Jellyfishboat » utilisé dans des cas de dépollution des milieux aquatiques en macrodéchets, ont pu être apportées, afin de pouvoir échantillonner des MPs à une hauteur d'eau stable. Pour cela, un cadre métallique a été ajouté pour permettre la fixation d'un filet. Les dimensions de l'ouverture, c'est-à-dire 36 x 25 cm ont été développées pour être assez similaires aux dimensions des filets Manta les plus présentes dans la littérature, afin d'avoir une certaine comparabilité des résultats obtenus (**Chapitre 1, Article 1**). Cette méthode du drone aquatique permet d'obtenir une meilleure précision de l'échantillonnage grâce à une hauteur d'eau stable et contrôlée due à la forme de catamaran du drone et de la position du cadre situé proche du centre du drone.

Il est important de souligner qu'au cours de cette année passée différentes méthodes d'échantillonnages de MPs basées sur l'utilisation d'un drone aquatique se sont développées.

Calore et Fraticelli (2022) ont développé un drone d'échantillonnage qui permet de compter les particules directement dans l'environnement grâce à une sonde. Zolich et *al.* (2022) ont également développé un drone en forme de petit catamaran équipé directement d'un filet afin d'échantillonner les particules de surface. Cependant à notre connaissance, le drone développé au cours de cette thèse est le premier drone aquatique mis en place pour l'échantillonnages des MPs dans le milieu aquatique. C'est également le seul drone ayant été utilisé dans plusieurs études environnementales.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons comparé cette nouvelle méthode à deux méthodes d'échantillonnage déjà existantes, l'utilisation du filet Manta et de la pompe, deux méthodes couramment rencontrées dans la littérature (**Chapitre 1, Article 2**). Pour ce faire, deux campagnes d'échantillonnage ont été menées, l'une en milieu fluvial et l'autre en milieu marin, afin de démontrer la pertinence de cette nouvelle méthode dans des environnements aquatiques différents. Nos résultats ont montré qu'il n'y avait pas de différences significatives en termes d'abondance de MPs entre la méthode du filet et celle du drone aquatique.

Par comparaison à l'utilisation d'un filet Manta, l'utilisation d'un drone aquatique permet de résoudre plusieurs problèmes.

Tout d'abord la représentativité du milieu est nettement améliorée :

- En effet, la mise en place de deux volucompteurs sur le drone, un situé sur le côté du drone et un autre au niveau de l'ouverture du filet, facilite le contrôle du colmatage du filet lors des échantillonnages (**Chapitre 1, Article 2**). Ceci permet d'optimiser les durées et vitesse d'échantillonnage.
- Le drone peut être manœuvré par un seul opérateur permettant de réaliser des réplica sur un même site, ce qui permet non seulement d'accroître la représentativité du milieu mais aussi la comparabilité inter-échantillons.
- L'échantillonnage dans des zones éloignées ou difficiles d'accès est largement facilitée grâce à cet équipement, ce qui permet par exemple d'étudier la prévalence des MPs en zone côtière, fleuves voire estuaires. De plus, l'utilisation du drone se réalise sans embarcation, ce qui facilite son utilisation dans tous types de milieux aquatiques, même ceux peu accessibles ou dont la profondeur d'eau est faible. Le drone peut être manié par exemple directement depuis la berge, contrairement au filet Manta dont le déploiement nécessite une embarcation. Cette dernière peut générer des turbulences, ce

qui peut entraîner un mélange de la colonne d'eau et affecter la répartition spatiale (horizontale et verticale) des MPs (Michida *et al.*, 2019).

Par ailleurs, le tracé échantillonné est précisé sur la télécommande de contrôle du drone. Dans le cas de suivi à long terme, cette donnée permet d'étudier l'évolution exacte des niveaux de contamination dans le temps et de ce fait d'améliorer la répétabilité des études selon différentes conditions étudiées sur un site donné. La réalisation de ce transect précis, grâce à une position GPS connue, ainsi que le contrôle rigoureux de la vitesse du drone sont des avantages notables de cette nouvelle méthode.

Concernant la comparaison avec l'utilisation de pompes, l'étude a également conclu que la méthode du drone aquatique, ainsi que les méthodes d'échantillonnage par filets en général, ne devraient pas être comparées à des méthodes de prélèvement à faible volume (pompe). En effet, la différence de volume entre ces approches est trop importante (de l'ordre de la centaine de litres à plusieurs mètres cubes pour les méthodes à faible volume, tandis que les méthodes d'échantillonnage par filets peuvent atteindre plusieurs dizaines de mètres cubes). Par conséquent, les ordres de grandeur en termes de particules par volume sont très différents. Il n'est pas rare de trouver plus d'un millier de particules par mètre cube avec les méthodes à faible volume, alors que les méthodes par filets peuvent souvent donner un nombre de particules par mètre cube inférieur à 1 (Xu *et al.* 2020). De plus, la pompe réalise un échantillonnage à un point de prélèvement précis alors que le drone aquatique va permettre un prélèvement d'eau plus représentatif du site étudié. Cette nouvelle méthode améliore de ce fait la représentativité spatiale des résultats obtenus, comme soulignés précédemment.

Le premier cadre développé lors du développement du drone permettait d'échantillonner les 25 premiers cm d'eau en surface. C'est le cas également de la plupart des études réalisées en eau douce qui se sont focalisées uniquement sur la contamination en surface, en lien avec les densités théoriques des MPs les rendant en principe plus disponibles en surface (Lenaker *et al.* 2019). Seules quelques études dans les rivières et dans d'autres milieux d'eau douce ont étudié la distribution des MPs dans la colonne d'eau, ce qui limite notre compréhension du comportement et du devenir des MPs dans les systèmes fluviaux (Lofty *et al.*, 2023). En effet, une sous-estimation des concentrations de MPs dans les rivières peut s'avérer si les MP distribués dans la colonne d'eau sont négligés (Wei *et al.* 2023) ce qui conduit à une estimation erronée du flux de MPs vers la mer.

Afin d'obtenir plus d'informations sur la répartition des MPs dans la colonne d'eau, un système de double cadres a ensuite été développé (**Chapitre 2, Article 3**), et ajouté au drone aquatique afin de permettre des prélèvements en surface (0-25 cm) et en subsurface (25-50 cm). Ce dispositif se compose de deux filets distincts positionnés l'un au-dessus de l'autre, tout en gardant une stabilité d'échantillonnage (**Chapitre 2, Article 3**).

Les résultats de notre étude (**Chapitre 2, Article 3**) ont montré une abondance de MPs équivalente en surface et subsurface. Cette constatation s'explique probablement par la faible profondeur de la rivière échantillonnée, qui était d'environ un mètre. De plus, les résultats de cette étude ont montré une répartition hétérogène des MPs en termes de type de polymères le long de la colonne d'eau. Ce phénomène est également observé dans plusieurs autres études qui ont montré que les particules de faible densité sont plus fréquemment trouvées en surface, tandis que celles qui ont une densité plus importante sont généralement présentes dans le fond de la colonne d'eau (Lenaker *et al.*, 2019 ; Chevalier *et al.*, 2023). L'adaptation du cadre avec ce double niveau de filet a donc permis d'améliorer la représentativité des résultats dans la colonne d'eau.

Limites de la méthode du drone aquatique et perspectives d'amélioration

La maille du filet Manta la plus utilisée dans la littérature est comprise entre 300 et 330 μm (**Chapitre 1, Article 1**). Pour la méthode du drone aquatique, deux tailles de mailles, 300 μm et 150 μm ont été développées afin de pouvoir comparer l'impact de la maille sur l'efficacité d'échantillonnage (**Chapitre 1, Article 2**). Cependant la taille de maille du filet est limitante en ne ciblant que les particules de taille supérieure à 300 μm ou 150 μm . De nombreux MPs présents dans l'environnement ne sont alors pas pris en compte, ce qui peut entraîner des sous estimations des niveaux réels de contamination (Lindeque *et al.*, 2020). Il est donc essentiel de trouver un équilibre entre les grands volumes échantillonnés par les filets, qui offrent une meilleure représentativité de l'environnement échantillonné, et la possibilité de prélever de prendre en compte les plus petites tailles de particules apportées par l'utilisation des méthodes à volumes restreints. Il n'existe pas encore de solution définitive à ce problème, mais il est recommandé, dans la mesure du possible, d'utiliser les deux types de méthodes au cours de la même étude pour maximiser la collecte d'informations (Mai *et al.* 2018), même si cela peut rendre le protocole d'échantillonnage complexe et chronophage.

La maille du filet pourra également être adaptée en fonction des objectifs de l'étude. Par exemple lors de l'étude réalisée en lien avec la contamination des crevettes grises (**Chapitre 3,**

Article 5), un maillage de 300 μm a été utilisé. Cependant, les résultats montrent que par la suite, il serait intéressant d'utiliser un maillage plus faible μm afin d'améliorer la comparaison entre les MPs observés dans l'eau et ceux présents dans les crevettes grises. Il sera également important lors de l'utilisation de maillage plus faible d'adapter la durée du transect d'échantillonnage afin d'éviter un effet de colmatage du filet et donc une perte de volume lors de cet échantillonnage (**Chapitre 1, Article 2**).

La représentativité spatiale du drone aquatique est également limitée due à la largeur d'ouverture de son filet (36 cm). Lors d'une étude en rivière par exemple, cela ne permet pas d'avoir des résultats représentatifs de toute la largeur de la rivière. Afin de limiter au maximum ce manque de représentativité, la réalisation de réplica est toujours recommandée (**Chapitre 1, Article 1**). Grâce à la praticité de la méthode du drone, il y a également la possibilité d'utiliser plusieurs drones en parallèle, permettant d'obtenir des transects plus représentatifs de la largeur du site étudié. Cette optimisation de la méthode en réalisant des réplicas en parallèle serait possible étant donné que le drone ne génère pas de perturbation du milieu contrairement au courant généré par une embarcation.

La méthode du drone échantillonne les eaux de surface et ne permet donc pas de faire des liens directs avec les phénomènes de sédimentation des microplastiques ou de leur possible remise en suspension dans l'eau par exemple, comme cela a été observé dans l'étude sur l'influence de la marée (**Chapitre 2, Article 4**). Lorsque des conditions de forts courants ou de fortes précipitations sont présentes sur les sites étudiés, des phénomènes de remise en suspension des particules peuvent se produire (Xia *et al.*, 2021, Scott *et al.*, 2019), Dans ces cas, l'utilisation du drone devra être complétée par une méthode comme celle de la pompe, comme ce qui a été réalisé précédemment pour échantillonner près des sédiments (**Chapitre 2, Article 3**) et ainsi avoir une meilleure interprétation des résultats obtenus et de compréhension des mécanismes.

De plus, l'ensemble des résultats obtenus en surface et en sub-surface lors de l'étude en rivière montre que le développement d'un cadre de filets avec plusieurs niveaux afin d'échantillonner encore plus profondément dans la colonne d'eau serait également intéressant. Bien entendu, le risque de créer ce cadre étant d'impacter la stabilité globale du drone, des tests préalables seront nécessaires pour mettre au point cet ajustement de la méthode.

Application de la méthode lors de différents contextes environnementaux et perspectives d'optimisation des stratégies d'échantillonnages

Rôle des conditions climatiques et des variations saisonnières

Bien que l'intérêt pour les écosystèmes fluviaux ait progressé, ces dernières années, ils restent tout de même insuffisamment représentés dans les études en ce qui concerne la présence des MPs, alors qu'ils sont capables de contribuer jusqu'à 80 % de la charge totale de pollution plastique dans les océans du monde selon un modèle élaboré par Meijer *et al.* (2021) et soutenu par d'autres études (Alimi *et al.*, 2018; Jambeck *et al.*, 2015).

Cette nouvelle méthode d'échantillonnage du drone aquatique, possédant un double cadre pour l'échantillonnage en surface et en subsurface, a ouvert la voie à une étude sur l'influence des conditions environnementales sur l'ensemble de la colonne d'eau dans un fleuve peu profond (**Chapitre 2, Article 3**). Cet échantillonnage n'aurait pas pu être réalisé avec la technique du filet Manta du fait de la faible profondeur qui n'autorise pas l'utilisation d'une embarcation. Cette étude a été réalisée pour répondre à plusieurs problématiques qui sont ressorties de notre analyse de la littérature (**état de l'art : « Importance de la stratégie d'échantillonnage et impact des conditions environnementales »**). Afin d'étudier la répartition verticale des MPs dans un fleuve, quatre compartiments différents ont été échantillonnés lors de cette étude : l'eau de surface et de subsurface à l'aide du drone, l'eau à proximité du fond de la colonne d'eau à l'aide d'une pompe immergée, et enfin les sédiments de surface prélevés à l'aide d'une benne à sédiments de type Van Veen 5l. Trois campagnes d'échantillonnage distinctes ont été menées pendant des événements météorologiques différents : la première en mai, lors d'un orage précédé d'une période de sécheresse, la deuxième en novembre, une semaine après de fortes pluies, et enfin la dernière en janvier, pendant une période de sécheresse. Des différences significatives d'abondance ont été observées entre ces trois campagnes d'échantillonnage. Une hypothèse qui émerge est l'impact des conditions environnementales variables lors de chaque campagne, telles que le vent et la pluie, pouvant influencer l'apport de MPs dans les milieux aquatiques. En effet, il a été montré qu'une certaine quantité de fibres synthétiques de faibles densités peuvent être transportées depuis l'atmosphère jusqu'à la surface de l'eau à l'aide du vent (Bullard *et al.* 2021). Les pluies peuvent relarguer de grandes quantités de MPs avec les eaux de ruissellement (Dris *et al.*, 2018a; Gündoğdu *et al.*, 2018) dans les environnements aquatiques.

Les résultats montrent que lors des épisodes d'orage et de fortes pluies, une abondance moyenne plus élevée de MPs est observée dans l'eau par rapport aux autres campagnes. Il est possible que ces fortes pluies aient entraîné le lessivage d'un grand nombre de MPs dans la rivière (Xia *et al.*, 2020 ; Sun *et al.*, 2023). De plus, des variations plus importantes sont également observées entre les différents échantillons, ce qui peut s'expliquer par l'apport soudain de MPs, provoquant ainsi des variations de concentrations. Les fortes pluies peuvent également avoir modifié l'hydrodynamique de la rivière, favorisant la remise en suspension des sédiments et le relargage des MPs piégés à ce moment-là (Xia *et al.*, 2020).

Ces résultats obtenus lors de trois conditions météorologiques différentes : orage, forte pluie et période de sécheresse, montrent qu'il serait nécessaire dans le futur de réaliser des études dans une « gamme » plus étendue de conditions environnementales afin de mieux comprendre et de définir les influences de ces conditions climatiques, telles que des vents forts ou des périodes de faible pluie, sur le transport et les accumulations des MPs dans l'environnement aquatique. La réalisation de ces études permettra également de vérifier que le drone aquatique est utilisable dans toutes les conditions environnementales (par exemple une houle très forte due à un vent fort pourrait peut-être rendre les prélèvements difficiles à réaliser, mais cette condition n'a pas encore été testée).

Afin d'estimer précisément le potentiel impact de ces conditions sur la pollution microplastique l'enregistrement de l'ensemble des valeurs météorologiques lors de ces études est également essentiel, tout comme pour améliorer la comparaison inter-étude.

Un autre point important à réaliser de manière systématique lors de ces échantillonnages est l'enregistrement de plusieurs paramètres environnementaux tels que la turbidité (phénomène de remise en suspension des MPs depuis les sédiments), la salinité (influence sur la flottabilité des MPs dû l'influence sur la densité de l'eau) ou encore la température (également influence sur la densité de l'eau), qui peuvent également impacter la contamination MPs dans la colonne d'eau. Ces mesures peuvent être obtenues via des prélèvements d'eau supplémentaires réalisés en parallèle de ceux effectués par le drone, comme par exemple des mesures de turbidité faites via un turbidimètre. Dans le futur, le drone pourrait aussi être équipé de différents capteurs (bathymétrie, température, salinité, turbidité, conductivité, courants...) et ainsi permettre d'acquérir de façon précise et simultanée de nombreux paramètres environnementaux utiles à l'interprétation des données. Ce développement du drone pourrait par exemple être réalisé en collaboration avec l'équipe du LISIC (ULCO) et permettrait d'adapter les enregistrements aux

objectifs d'une étude. Par exemple, connaître de manière précise et à haute fréquence d'enregistrement les variations de salinité lors d'étude en estuaire, peut aider à appréhender les origines des flux de MPs dans cet environnement.

A partir d'un ensemble de jeux de données de ces paramètres, une vue plus globale de la stratification des masses d'eau pourrait être réalisée et donc de mieux appréhender les corrélations avec la distribution des MPs dans l'eau. Des adaptations des stratégies d'échantillonnages seraient ensuite envisageables pour effectuer des monitorings plus réguliers dans des situations météo précises.

De plus, pour renforcer la robustesse de ces observations et permettre des analyses statistiques plus robustes, il serait intéressant de réaliser au moins deux campagnes par condition environnementale, en effectuant des répliques lors de chacune de ces campagnes.

Par ailleurs, l'impact des conditions météorologiques n'a été étudié que sur une seule typologie d'environnement, à savoir une rivière peu profonde. Étendre les études à un éventail plus large d'environnements (estuaires, lacs, zones côtières, rivières plus profondes, etc.) pourra contribuer à améliorer la compréhension globale des effets de ces conditions environnementales sur la contamination des MPs en milieu aquatique et son transport d'eau douce vers l'eau de mer. Des comparaisons inter-sites en fonction des conditions météorologiques pourraient alors être effectuées et aboutir à des études d'impact concrètes corrélées à ces modifications climatiques.

En plus des conditions météorologiques, l'impact des saisons peut également être avéré. Cela a été le cas dans l'étude en rivière peu profonde, avec des différences observées dans le type de MPs en fonction de la saison d'échantillonnage (**Chapitre 2, article 3**). En janvier, une proportion beaucoup plus importante de fibres a été détectée, en comparaison avec les autres campagnes. Certaines études ont montré que les fibres proviennent principalement des eaux usées des machines à laver (Browne *et al.*, 2011 ; De Falco *et al.*, 2019 ; Lots *et al.*, 2017). En hiver, les personnes ont tendance à porter des vêtements plus chauds contenant davantage de fibres, ce qui pourrait expliquer la plus grande proportion de fibres détectées en janvier par rapport aux autres saisons (Uogintè *et al.*, 2022).

Lors de l'étude en lien avec la contamination des crevettes grises, les résultats ont également révélé des variations saisonnières de la contamination. Ces dernières concernent uniquement les niveaux de MPs dans les crevettes et l'eau sur deux des sites échantillonnés (**Chapitre 3,**

Article 5), et pas les quantités de MPs dans les sédiments. Cette absence de variations saisonnières dans ce compartiment peut s'expliquer par le caractère moins dynamique des sédiments, agissant plutôt comme un réservoir de particules, par rapport aux crevettes et à l'eau.

Les variations saisonnières observées dans les organismes et l'eau concordent avec d'autres études qui ont également mis en évidence des fluctuations selon les saisons, comme celle de Daniel *et al.* (2020), qui a observé des concentrations plus élevées de MPs dans les crevettes blanches (*Fenneropenaeus indicus*) en juillet et en août. Cependant, il est important de noter que cette étude a été menée en Inde, où ces mois correspondant à la saison des moussons, caractérisée par des pluies abondantes pouvant entraîner une plus forte contamination par les MPs.

Ces observations, faites au cours de ces deux études, ont montré la variation temporelle de la contamination MPs au cours des saisons sur un même site d'échantillonnage.

Ces impacts des saisons obligent dans la stratégie d'échantillonnage d'un site donné à procéder à des campagnes d'échantillonnages sur toute l'année, en réalisant directement les liens ici avec les différentes conditions environnementales, avec par exemple plus de précipitations en automne qui risquent d'apporter plus de particules dans les environnements aquatiques. Dans une année, les campagnes d'échantillonnages doivent donc être planifiées pour réaliser des prélèvements à chaque saison ou tous les mois selon les conditions du site étudié et les objectifs visés. Comme précisé auparavant, l'enregistrement de l'ensemble des données environnementales permettra par la suite d'identifier des tendances de distribution des MPs selon les saisons. Ces échantillonnages réguliers permettraient également de mettre les résultats en lien avec les impacts anthropiques comme par exemple l'augmentation du nombre de fibres en automne et en hiver due au nombre plus important de lessives.

Pour évaluer des tendances de pollution microplastique à plus long terme sur un site donné, il serait nécessaire de répéter ces échantillonnages sur plusieurs années, ce qui pourrait être des perspectives d'actualité en vue des changements saisonniers auxquels nous faisons face en lien avec les changements climatiques globaux.

Influence de la marée

La deuxième étude réalisée dans le cadre de la stratégie d'échantillonnage visait à évaluer l'influence de la marée sur la variation de la contamination par les MPs dans les eaux de surface à la sortie d'un port au cours de deux cycles de marée complets ayant des coefficients de marée

différents (100 et 42) pour représenter les marées en vive eau et en morte eau (**Chapitre 2, Article 4**). Peu d'études s'intéressent à l'effet de la marée au cours de cycles complets. Une fois de plus, l'échantillonnage a été effectué à l'aide de la méthode du drone aquatique. Cette étude a nécessité un échantillonnage continu sur 12 heures (la durée d'un cycle de marée) démontrant ainsi l'efficacité de la méthode du drone aquatique lors d'un échantillonnage à haute fréquence. Les points d'échantillonnage ont été réalisés toutes les 1 heure 30. Un échantillonnage en continu a été discuté comme étant un point important lors d'études sur les MPs en milieu aquatique afin de mieux pouvoir discuter les résultats obtenus et leurs variations au cours du temps en fonction des différents paramètres.

Les résultats obtenus dans cette étude ne révèlent pas de différences significatives entre les deux campagnes d'échantillonnage, ce qui est en accord avec d'autres études antérieures disponibles dans la littérature (Sadri et Thompson, 2014 ; Sukhsangchan *et al.*, 2020). Toutefois, la concentration de MPs peut varier considérablement au sein d'un même cycle de marée. Il est essentiel de prendre en considération que les courants de marée peuvent entraîner la remise en suspension des sédiments et des MPs qui y sont piégés (Zhang *et al.*, 2017, Xia *et al.*, 2021 ; Ji *et al.*, 2021). Ce phénomène est plus prononcé lors des marées basses de vive eau, lorsque les courants sont les plus forts et que les niveaux d'eau sont au plus bas. Les marées influencent également la dispersion et le mélange des MPs dans l'eau du port. Lors de la marée haute, l'augmentation du volume d'eau peut provoquer la dilution de la concentration de MPs, en particulier si les courants de marée apportent de l'eau de mer moins contaminée en provenance de l'océan.

Ces dernières années, certains chercheurs se sont intéressés à l'influence des marées sur les abondances de MPs dans l'eau ou les sédiments. Wu *et al.* (2022) ont étudié la relation entre le niveau d'eau des marées et le transport fluvio-maritime, et leurs résultats ont montré que l'efflux rapide du déversement estuarien provoqué par la marée descendante entraînait la plus forte augmentation de l'abondance des MPs. De manière similaire, Chinfak *et al.* (2021) ont étudié l'évolution de l'abondance des MPs selon les marées dans la baie de Bandon en Thaïlande, et leurs résultats ont montré que la quantité nette de MPs entrant dans la baie diminuait d'un tiers au cours du cycle des marées.

Cependant, ces études n'ont pas analysé le comportement des MPs face aux marées dans le cadre complet d'un cycle des marées, ou elles n'ont collecté que des échantillons ponctuels pendant la marée montante ou descendante, sans effectuer d'analyse d'échantillonnage en

continu à haute fréquence. L'étude des variations de la pollution par les MPs au sein de l'intégralité d'un cycle des marées complet peut permettre de mieux refléter le niveau moyen quotidien de pollution par les MPs dans une section transversale de marée typique et dans les estuaires soumis aux marées.

La stratégie d'échantillonnage à adopter pour étudier avec précision l'influence des marées pourrait également être améliorée suite aux résultats obtenus lors de cette étude. Afin de mieux comprendre si l'effet de dilution sur l'abondance des MPs observé lors de cette étude se produit de manière systématique en marée montante ou uniquement lors de fortes marées, il pourrait être intéressant de reproduire l'étude lors de différents coefficients de marées. Des points de prélèvement plus rapprochés dans le temps, comme par exemple, toutes les 45 minutes, permettraient également d'obtenir plus d'informations et de mieux analyser les variations au cours du cycle des marées. L'échantillonnage sur toute la colonne d'eau couplé à des mesures de courants fournirait également davantage d'informations sur le mélange vertical potentiel des MPs le long de la colonne d'eau induit par le courant de marée. Pour cela, un échantillonnage similaire à celui de l'étude réalisée dans le fleuve pourrait être envisagé, avec l'utilisation du drone équipé du cadre double filets, pour échantillonner en surface et subsurface, ainsi que de la pompe afin de récupérer des échantillons de fond. Ces échantillons permettraient non seulement d'étudier l'influence des marées sur les remises en suspension de sédiments, mais surtout d'appréhender les flux de microplastiques pendant le cycle des marées. En effet, l'étude des corrélations entre les abondances mesurées dans la colonne d'eau et les mesures de courant en continu, permettra de connaître les dynamiques de transport et de dispersion des MPs selon le cycle des marées. Cela peut aider à une meilleure compréhension des flux de MPs, ainsi que des processus d'échange entre la rivière et la mer. De plus, l'échantillonnage en duplicat grâce à l'usage de deux drones en parallèle pour chaque point d'échantillonnage, renforcerait également la robustesse des résultats et des analyses statistiques ultérieures pour comprendre l'ensemble de ces flux de MPs.

Relation entre contamination du milieu aquatique et celle des crevettes grises

Afin d'élargir l'horizon des recherches effectuées jusqu'à présent, nous avons entrepris une étude visant à établir des liens (**Chapitre 3, Article 5**) entre les concentrations de MPs observées dans les crevettes grises (*Crangon Crangon*), une espèce consommée localement en France et en Belgique et son environnement. Les échantillonnages d'eau, de sédiments et de crevettes ont été réalisés sur trois sites différents : Honfleur, Sainte-Cécile et Dunkerque. Ces trois sites ont été choisis en raison de leurs niveaux d'impact anthropique variables. Deux

campagnes ont également été menées, l'une à l'automne et l'autre au printemps, afin d'évaluer les éventuels effets saisonniers sur la contamination par les MPs. Toutes les campagnes d'échantillonnages ont été réalisées 2 heures avant la marée basse, pour limiter les impacts de la marée comme observé dans l'Article 4. Une fois de plus, la méthode du drone aquatique développée au cours de cette thèse a été utilisée pour mettre en œuvre cette étude. Les résultats ont révélé des différences significatives entre les niveaux de contamination des crevettes et ceux de l'eau, en fonction des différents sites d'échantillonnage. Dans ce contexte, l'hypothèse la plus probable est que le niveau d'anthropisation varie d'un site à l'autre, ce qui influe directement sur les niveaux de contamination de l'eau et des crevettes. Les sites de Honfleur et de Dunkerque, tous deux plus fortement impactés par les activités humaines que le site de Sainte-Cécile, présentent des concentrations plus élevées de MPs. D'autres études ont montré que les organismes prélevés dans l'environnement sont plus contaminés dans les zones plus urbanisées. Cho *et al.* (2021) ont réalisé une étude de surveillance à l'échelle nationale en Corée du Sud en utilisant des bivalves marins comme bioindicateurs pour évaluer le niveau de contamination par les MPs. Les résultats de cette étude ont montré une concentration de MPs plus élevée chez les bivalves issus de milieux urbanisés comparés à ceux prélevés dans les zones non urbanisées. Il est « remarquable » de constater que dans notre étude, les quantités de MPs dans les sédiments ne varient pas de manière significative en fonction du site d'échantillonnage. Cette observation est complexe à interpréter étant donné que plusieurs études ont mis en évidence l'impact des zones fortement influencées par les activités humaines sur la contamination des sédiments (Wu *et al.* 2022).

En ce qui concerne la corrélation directe entre les MPs retrouvés dans les crevettes et ceux présents dans l'eau et les sédiments, certains schémas de ressemblance semblent se dessiner. Les MPs trouvés dans les crevettes présentent une plus grande similitude en termes de formes et de tailles avec ceux retrouvés dans les sédiments par rapport à ceux présents dans l'eau. En effet, une proportion plus élevée de fragments est présente dans les sédiments et dans les crevettes, comparé à l'eau. Cette différence peut probablement s'expliquer par le comportement benthique des crevettes grises, qui passent davantage de temps au fond à chercher de la nourriture qu'à nager dans l'eau. Il convient toutefois de traiter ces résultats avec prudence car il existe une différence de limite de taille entre les MPs récupérés dans les crevettes et les sédiments, par rapport à ceux échantillonnés dans l'eau. En effet, la maille du filet pour prélever l'eau était de 300 μm , ce qui signifie que toutes les particules de taille inférieure à cette limite n'ont pas été échantillonnées. En outre, les résultats semblent montrer que les crevettes grises ont une préférence pour les petits MPs (< 500 μm) par rapport aux gros MPs (> 500 μm). Cette

observation peut s'expliquer facilement pour plusieurs raisons. Les crevettes grises sont de petits organismes, mesurant généralement quelques centimètres, et les particules de petites tailles sont donc plus faciles à ingérer pour elles. Ces résultats sont en corrélation directe avec d'autres études où les crevettes ont également privilégié les MPs ayant une taille comprise entre 200 et 400 μm (Wang *et al.*, 2023). De plus, certaines catégories de MPs sont reconnues comme étant capables d'être retenues dans les tractus digestifs, pouvant alors provoquer des lésions ou des obstructions ainsi qu'une sensation de satiété artificielle, affaiblissant ainsi l'état physiologique de l'organisme (Hirt and Body-Malapel, 2020 ; Wójcik-Fudalewska *et al.*, 2016 ; Wright *et al.*, 2013).

Cette étude a mis en évidence un lien entre les niveaux de contamination présents dans l'environnement et ceux retrouvés dans les crevettes grises. Elle a montré qu'il est essentiel d'établir cette connexion lors de l'étude de la contamination par les MPs pour mieux comprendre les impacts réels de cette contamination sur ces organismes. De plus, étant donné que cette espèce est consommée localement, cette étude permet d'établir une évaluation de la potentielle consommation directe de MPs par l'Homme via la consommation de crevettes contaminée. Cependant, pour définir ces connexions entre la contamination de l'environnement, des crevettes et de l'Homme des éléments restent encore à investiguer.

En effet, une stratégie d'échantillonnage au cours d'une année complète serait à effectuer. Ces prélèvements à intervalles réguliers permettraient non seulement d'avoir une meilleure compréhension des variations saisonnières, comme déjà précisé auparavant, mais aussi de mettre les résultats en relation avec le cycle de vie de la crevette grise qui peut ingérer plus de MPs à certaines périodes. Ces résultats pourront également être mis en lien avec les périodes majoritaires de pêche de la crevette grise et ainsi déterminer les périodes où il serait déconseillé de les consommer en lien avec une probable ingestion de MPs par les populations du Nord de la France.

De plus, comme cette étude l'a montré, s'intéresser à la contamination potentielle d'une espèce benthique oblige à poursuivre une complémentarité des méthodes. En effet, il est nécessaire de prélever des sédiments en parallèle de l'eau pour pouvoir mettre en corrélation les contaminations observées. Aussi, comme discuté précédemment, l'utilisation d'une maille de filet plus faible (150 μm , voire 80 μm) pourra également faciliter la comparaison des résultats obtenus entre eau et crevettes. En effet, la limite de taille inférieure du maillage aidera à justifier les différentes origines possibles des sources de contamination de l'organisme et à mieux appréhender les périodes à éviter en termes de consommation par l'homme.

Conclusion

La pollution MP est de plus en plus préoccupante et touche tous les compartiments terrestres et aquatiques, ainsi que l'atmosphère. L'étude de la contamination par les MPs dans le milieu aquatique souffre d'un manque de méthode standardisée, ce qui limite grandement la comparaison des résultats entre les différentes études. Bien que l'utilisation du filet Manta pour effectuer les prélèvements d'eau et en évaluer la contamination MP est la méthode la plus répandue et qu'elle est conseillée par plusieurs organisations, cette méthode présente certaines limites en termes de praticité, de précision et de reproductibilité. Pour remédier à cela, au cours de cette thèse, une méthode d'échantillonnage innovante a été développée grâce à drone aquatique dont l'efficacité malgré quelques contraintes.

Conçue lors de la première année de ma thèse, cette méthode du drone aquatique est encore en phase de développement et plusieurs axes d'améliorations sont encore explorés afin de répondre au mieux aux différentes stratégies d'échantillonnages à adopter lors de l'étude des MPs dans les environnements aquatiques.

Par ailleurs de nombreuses études restent à mener afin de mieux appréhender les flux de MPs dans les environnements aquatiques, d'identifier le rôle des événements climatiques dans dispersion des MPs et la formation de hotspots de plastiques, et d'observer si des variations saisonnières sont présentes liées aux différentes conditions environnementales recensées. L'optimisation du drone et des stratégies d'échantillonnages, ainsi que l'enregistrement des différents paramètres environnementaux, généreront de nombreuses données. Ces dernières seront utiles non seulement à la communauté scientifique en vue d'établir une méthode efficace et standardisée d'étude de cette pollution, mais aussi pour les institutions et les territoires concernés. Elles contribueront à l'élaboration de meilleure stratégie de gestion de la pollution plastique dans les milieux aquatiques et à la mise en place de plans d'actions concrets.

Références

- Abayomi, O.A., Range, P., Al-Ghouti, M.A., Obbard, J.P., Almeer, S.H., Ben-Hamadou, R., 2017. Microplastics in coastal environments of the Arabian Gulf. *Marine Pollution Bulletin* 124, 181–188. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.07.011>
- Abbasi, S., 2021. Microplastics washout from the atmosphere during a monsoon rain event. *Journal of Hazardous Materials Advances* 4, 100035. <https://doi.org/10.1016/j.hazadv.2021.100035>
- Agustian, F., Sembiring, E., 2020. Occurrence of Microplastics in Water, Sediment and Milkfish (*Chanos chanos*) in Citarum River Downstream (Case Study: Muara Gembong). Presented at the E3S Web of Conferences. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202014807005>
- Akdogan, Z., Guven, B., Kideys, A.E., 2023. Microplastic distribution in the surface water and sediment of the Ergene River. *Environmental Research* 234, 116500. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2023.116500>
- Alimba, C.G., Faggio, C., 2019. Microplastics in the marine environment: Current trends in environmental pollution and mechanisms of toxicological profile. *Environmental Toxicology and Pharmacology* 68, 61–74. <https://doi.org/10.1016/j.etap.2019.03.001>
- Alimi, O.S., Farner Budarz, J., Hernandez, L.M., Tufenkji, N., 2018. Microplastics and Nanoplastics in Aquatic Environments: Aggregation, Deposition, and Enhanced Contaminant Transport. *Environ. Sci. Technol.* 52, 1704–1724. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b05559>
- Allen, A.S., Seymour, A.C., Rittschof, D., 2017. Chemoreception drives plastic consumption in a hard coral. *Marine Pollution Bulletin* 124, 198–205. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.07.030>
- Aliabad, M.K., Nassiri, M., Kor, K., 2019. Microplastics in the surface seawaters of Chabahar Bay, Gulf of Oman (Makran Coasts). *Marine Pollution Bulletin* 143, 125–133. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.04.037>
- Almuhtaram, H., Andrews, R.C., 2022. Sampling Microplastics in Water Matrices: A Need for Standardization. *ACS EST Water* 2, 1276–1278. <https://doi.org/10.1021/acsestwater.2c00236>
- Amara, R., 2003. Seasonal Ichthyodiversity and Growth Patterns of Juvenile Flatfish on a Nursery Ground in the Southern Bight of the North Sea (France). *Environmental Biology of Fishes* 67, 191–201. <https://doi.org/10.1023/A:1025646622066>

- Anderson, Z.T., Cundy, A.B., Croudace, I.W., Warwick, P.E., Celis-Hernandez, O., Stead, J.L., 2018. A rapid method for assessing the accumulation of microplastics in the sea surface microlayer (SML) of estuarine systems. *Sci Rep* 8, 9428. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-27612-w>
- Anderson, P.J., Warrack, S., Langen, V., Challis, J.K., Hanson, M.L., Rennie, M.D., 2017. Microplastic contamination in Lake Winnipeg, Canada. *Environmental Pollution* 225, 223–231. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.02.072>
- Andrady, A.L., 2022. Weathering and fragmentation of plastic debris in the ocean environment. *Marine Pollution Bulletin* 180, 113761. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2022.113761>
- Andrady, A.L., 2017. The plastic in microplastics: A review. *Marine Pollution Bulletin* 119, 12–22. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.01.082>
- Andrady, A.L., 2011. Microplastics in the marine environment. *Marine Pollution Bulletin* 62, 1596–1605. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.05.030>
- Anticyclonic eddies increase accumulation of microplastic in the North Atlantic subtropical gyre, 2018. *Marine Pollution Bulletin* 126, 191–196. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.10.077>
- Antunes, J., Frias, J., Sobral, P., 2018. Microplastics on the Portuguese coast. *Marine Pollution Bulletin* 131, 294–302. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.04.025>
- Aragaw, T.A., 2020. Surgical face masks as a potential source for microplastic pollution in the COVID-19 scenario. *Marine Pollution Bulletin* 159, 111517. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111517>
- Arcadio, C.G.L.A., Navarro, C.K.P., Similatan, K.M., Inocente, S.A.T., Ancla, S.M.B., Banda, M.H.T., Capangpangan, R.Y., Torres, A.G., Bacosa, H.P., 2023. Microplastics in surface water of Laguna de Bay: first documented evidence on the largest lake in the Philippines. *Environ Sci Pollut Res* 30, 29824–29833. <https://doi.org/10.1007/s11356-022-24261-5>
- Arthur, C., Baker, J., Bamford, H., 2009. Proceedings of the International Research Workshop on the Occurrence, Effects and Fate of Microplastic Marine Debris. National Oceanic and Atmospheric Administration Technical Memorandum NOS-OR&R-30.

- Asensio-Montesinos, F., Anfuso, G., Randerson, P., Williams, A.T., 2019. Seasonal comparison of beach litter on Mediterranean coastal sites (Alicante, SE Spain). *Ocean & Coastal Management* 181, 104914. <https://doi.org/10.1016/j.ocecoaman.2019.104914>
- Athapaththu, A.M. a. I.K., Thushari, G.G.N., Dias, P.C.B., Abeygunawardena, A.P., Egodaunya, K.P.U.T., Liyanage, N.P.P., Pitawala, H.M.J.C., Senevirathna, J.D.M., 2020. Plastics in surface water of southern coastal belt of Sri Lanka (Northern Indian Ocean): Distribution and characterization by FTIR. *Mar Pollut Bull* 161, 111750. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111750>
- Atiwesh, G., Mikhael, A., Parrish, C.C., Banoub, J., Le, T.-A.T., 2021. Environmental impact of bioplastic use: A review. *Heliyon* 7, e07918. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e07918>
- Atwood, E.C., Falcieri, F.M., Piehl, S., Bochow, M., Matthies, M., Franke, J., Carniel, S., Sclavo, M., Laforsch, C., Siegert, F., 2019. Coastal accumulation of microplastic particles emitted from the Po River, Northern Italy: Comparing remote sensing and hydrodynamic modelling with in situ sample collections. *Marine Pollution Bulletin* 138, 561–574. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.11.045>
- Auta, H.S., Emenike, C.U., Fauziah, S.H., 2017. Distribution and importance of microplastics in the marine environment: A review of the sources, fate, effects, and potential solutions. *Environment International* 102, 165–176. <https://doi.org/10.1016/j.envint.2017.02.013>
- Baini, M., Fossi, M.C., Galli, M., Caliani, I., Campani, T., Finoia, M.G., Panti, C., 2018. Abundance and characterization of microplastics in the coastal waters of Tuscany (Italy): The application of the MSFD monitoring protocol in the Mediterranean Sea. *Marine Pollution Bulletin* 133, 543–552. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.06.016>
- Barletta, M., Lima, A.R.A., Costa, M.F., 2019. Distribution, sources and consequences of nutrients, persistent organic pollutants, metals and microplastics in South American estuaries. *Science of The Total Environment* 651, 1199–1218. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.09.276>
- Barnes, D.K.A., Galgani, F., Thompson, R.C., Barlaz, M., 2009. Accumulation and fragmentation of plastic debris in global environments. *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences* 364, 1985–1998. <https://doi.org/10.1098/rstb.2008.0205>

- Barrows, A.P.W., Neumann, C.A., Berger, M.L., Shaw, S.D., 2017. Grab vs. neuston tow net: a microplastic sampling performance comparison and possible advances in the field. *Anal. Methods* 9, 1446–1453. <https://doi.org/10.1039/C6AY02387H>
- Bayo, J., Olmos, S., López-Castellanos, J., 2020. Microplastics in an urban wastewater treatment plant: The influence of physicochemical parameters and environmental factors. *Chemosphere* 238, 124593. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.124593>
- Bergami, E., Rota, E., Caruso, T., Birarda, G., Vaccari, L., Corsi, I., 2020. Plastics everywhere: first evidence of polystyrene fragments inside the common Antarctic collembolan *Cryptopygus antarcticus*. *Biology Letters* 16, 20200093. <https://doi.org/10.1098/rsbl.2020.0093>
- Bertoldi, C., Lara, L.Z., Mizushima, F.A.D.L., Martins, F.C.G., Battisti, M.A., Hinrichs, R., Fernandes, A.N., 2021. First evidence of microplastic contamination in the freshwater of Lake Guaíba, Porto Alegre, Brazil. *Science of the Total Environment* 759. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.143503>
- Beyer, J., Green, N.W., Brooks, S., Allan, I.J., Ruus, A., Gomes, T., Bråte, I.L.N., Schøyen, M., 2017. Blue mussels (*Mytilus edulis* spp.) as sentinel organisms in coastal pollution monitoring: A review. *Marine Environmental Research* 130, 338–365. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2017.07.024>
- Bikker, J., Lawson, J., Wilson, S., Rochman, C.M., 2020. Microplastics and other anthropogenic particles in the surface waters of the Chesapeake Bay. *Marine Pollution Bulletin* 156. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111257>
- Bitter, H., Lackner, S., 2020. First quantification of semi-crystalline microplastics in industrial wastewaters. *Chemosphere* 258, 127388. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127388>
- Bråte, I.L., Halsband, C., Allan, I., Thomas, K., 2014. Report made for the Norwegian Environment Agency: Microplastics in marine environments; Occurrence, distribution and effects.
- Browne, M.A., Crump, P., Niven, S.J., Teuten, E., Tonkin, A., Galloway, T., Thompson, R., 2011. Accumulation of Microplastic on Shorelines Worldwide: Sources and Sinks. *Environ. Sci. Technol.* 45, 9175–9179. <https://doi.org/10.1021/es201811s>

- Browne, M.A., Dissanayake, A., Galloway, T.S., Lowe, D.M., Thompson, R.C., 2008. Ingested Microscopic Plastic Translocates to the Circulatory System of the Mussel, *Mytilus edulis* (L.). *Environ. Sci. Technol.* 42, 5026–5031. <https://doi.org/10.1021/es800249a>
- Brožová, K., Halfar, J., Čabanová, K., Motyka, O., Drabinová, S., Hanus, P., Heviánková, S., 2023. The first evidence of microplastic occurrence in mine water: The largest black coal mining area in the Czech Republic. *Water Research* 244, 120538. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2023.120538>
- Burgeot, T., Akcha, F., Menard, D., Robinson, C., Loizeau, V., Brach-Papa, C., Martinez-Gomez, C., Le Goff, J., Budzinski, H., Le Menach, K., Cachot, J., Minier, C., Broeg, K., Hylland, K., 2017. Integrated monitoring of chemicals and their effects on four sentinel species, *Limanda limanda*, *Platichthys flesus*, *Nucella lapillus* and *Mytilus* sp, in Seine Bay: A key step towards applying biological effects to monitoring. *Marine Environmental Research* 124, 92–105. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2016.10.009>
- Burgos-Aceves, M.A., Abo-Al-Ela, H.G., Faggio, C., 2021. Impact of phthalates and bisphenols plasticizers on haemocyte immune function of aquatic invertebrates: A review on physiological, biochemical, and genomic aspects. *Journal of Hazardous Materials* 419, 126426. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.126426>
- Burgos-Aceves, M.A., Faggio, C., 2017. An approach to the study of the immunity functions of bivalve haemocytes: Physiology and molecular aspects. *Fish & Shellfish Immunology* 67, 513–517. <https://doi.org/10.1016/j.fsi.2017.06.042>
- Cable, R.N., Beletsky, D., Beletsky, R., Wigginton, K., Locke, B.W., Duhaime, M.B., 2017. Distribution and Modeled Transport of Plastic Pollution in the Great Lakes, the World's Largest Freshwater Resource. *Frontiers in Environmental Science* 5.
- Caldwell, J., Petri-Fink, A., Rothen-Rutishauser, B., Lehner, R., 2019. Assessing meso- and microplastic pollution in the Ligurian and Tyrrhenian Seas. *Marine Pollution Bulletin* 149, 110572. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.110572>
- Calore, D., Fraticelli, N., 2022. State of the Art Offshore In Situ Monitoring of Microplastic. *Microplastics* 1, 640–650. <https://doi.org/10.3390/microplastics1040044>

- Camins, E., de, H., Salvo, V.-S., Canals, M., Raffard, A., Sanchez-Vidal, A., 2020. Paddle surfing for science on microplastic pollution. *Science of the Total Environment* 709. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.136178>
- Campanale, C., Massarelli, C., Savino, I., Locaputo, V., Uricchio, V.F., 2020a. A Detailed Review Study on Potential Effects of Microplastics and Additives of Concern on Human Health. *International Journal of Environmental Research and Public Health* 17, 1212. <https://doi.org/10.3390/ijerph17041212>
- Campanale, C., Savino, I., Pojar, I., Massarelli, C., Uricchio, V.F., 2020b. A Practical Overview of Methodologies for Sampling and Analysis of Microplastics in Riverine Environments. *Sustainability* 12, 6755. <https://doi.org/10.3390/su12176755>
- Cao, Y., Zhao, M., Ma, X., Song, Y., Zuo, S., Li, H., Deng, W., 2021. A critical review on the interactions of microplastics with heavy metals: Mechanism and their combined effect on organisms and humans. *Science of The Total Environment* 788, 147620. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.147620>
- Capriotti, M., Cocci, P., Bracchetti, L., Cottone, E., Scandiffio, R., Caprioli, G., Sagratini, G., Mosconi, G., Bovolín, P., Palermo, F.A., 2021. Microplastics and their associated organic pollutants from the coastal waters of the central Adriatic Sea (Italy): Investigation of adipogenic effects in vitro. *Chemosphere* 263, 128090. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.128090>
- Carlsson, P., Singdahl-Larsen, C., Lusher, A.L., 2021. Understanding the occurrence and fate of microplastics in coastal Arctic ecosystems: The case of surface waters, sediments and walrus (*Odobenus rosmarus*). *Science of The Total Environment* 792, 148308. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.148308>
- Carpenter, E.J., Smith, K.L., 1972. Plastics on the Sargasso Sea Surface. *Science* 175, 1240–1241. <https://doi.org/10.1126/science.175.4027.1240>
- Cau, A., Avio, C.G., Dessì, C., Follesa, M.C., Moccia, D., Regoli, F., Pusceddu, A., 2019. Microplastics in the crustaceans *Nephrops norvegicus* and *Aristeus antennatus*: Flagship species for deep-sea environments? *Environmental Pollution* 255, 113107. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.113107>

- Charlton-Howard, H.S., Bond, A.L., Rivers-Auty, J., Lavers, J.L., 2023. ‘Plasticosis’: Characterising macro- and microplastic-associated fibrosis in seabird tissues. *Journal of Hazardous Materials* 450, 131090. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2023.131090>
- Chen, H.L., Gibbins, C.N., Selvam, S.B., Ting, K.N., 2021. Spatio-temporal variation of microplastic along a rural to urban transition in a tropical river. *Environmental Pollution* 289, 117895. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.117895>
- Chen, M., Jin, M., Tao, P., Wang, Z., Xie, W., Yu, X., Wang, K., 2018. Assessment of microplastics derived from mariculture in Xiangshan Bay, China. *Environmental Pollution* 242, 1146–1156. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.07.133>
- Chen, Y.Y., Cheng, X.T., Zeng, Y.Q., 2023. The occurrence of microplastic in aquatic environment and toxic effects for organisms. *Int. J. Environ. Sci. Technol.* 20, 10477–10490. <https://doi.org/10.1007/s13762-023-04789-w>
- Cheung, C.K.H., Not, C., 2023. Impacts of extreme weather events on microplastic distribution in coastal environments. *Science of The Total Environment* 904, 166723. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.166723>
- Cheung, P.K., Hung, P.L., Fok, L., 2019. River Microplastic Contamination and Dynamics upon a Rainfall Event in Hong Kong, China. *Environ. Process.* 6, 253–264. <https://doi.org/10.1007/s40710-018-0345-0>
- Chevalier, C., Vandenberghe, M., Pagano, M., Pellet, I., Pinazo, C., Tesán Onrubia, J.A., Guilloux, L., Carlotti, F., 2023. Investigation of dynamic change in microplastics vertical distribution patterns: The seasonal effect on vertical distribution. *Marine Pollution Bulletin* 189, 114674. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2023.114674>
- Cho, Y., Shim, W.J., Jang, M., Han, G.M., Hong, S.H., 2021. Nationwide monitoring of microplastics in bivalves from the coastal environment of Korea. *Environmental Pollution* 270, 116175. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.116175>
- Claessens, M., Meester, S.D., Landuyt, L.V., Clerck, K.D., Janssen, C.R., 2011. Occurrence and distribution of microplastics in marine sediments along the Belgian coast. *Marine Pollution Bulletin* 62, 2199–2204. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.06.030>

- Cohen, J.H., Internicola, A.M., Mason, R.A., Kukulka, T., 2019. Observations and Simulations of Microplastic Debris in a Tide, Wind, and Freshwater-Driven Estuarine Environment: the Delaware Bay. *Environ. Sci. Technol.* 53, 14204–14211. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b04814>
- Cole, M., Lindeque, P., Halsband, C., Galloway, T.S., 2011. Microplastics as contaminants in the marine environment: A review. *Marine Pollution Bulletin* 62, 2588–2597. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.09.025>
- Collignon, A., Hecq, J.-H., Glagani, F., Voisin, P., Collard, F., Goffart, A., 2012. Neustonic microplastic and zooplankton in the North Western Mediterranean Sea. *Marine Pollution Bulletin* 64, 861–864. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2012.01.011>
- Compa, M., Alomar, C., Mourre, B., March, D., Tintoré, J., Deudero, S., 2020. Nearshore spatio-temporal sea surface trawls of plastic debris in the Balearic Islands. *Marine Environmental Research* 158. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2020.104945>
- Constant, M., Alary, C., Weiss, L., Constant, A., Billon, G., 2023. Trapped microplastics within vertical redeposited sediment: Experimental study simulating lake and channeled river systems during resuspension events. *Environmental Pollution* 322, 121212. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2023.121212>
- Constant, M., Ludwig, W., Kerhervé, P., Sola, J., Charrière, B., Sanchez-Vidal, A., Canals, M., Heussner, S., 2020. Microplastic fluxes in a large and a small Mediterranean river catchments: The Têt and the Rhône, Northwestern Mediterranean Sea. *Science of The Total Environment* 716, 136984. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.136984>
- Coppock, R.L., Cole, M., Lindeque, P.K., Queirós, A.M., Galloway, T.S., 2017. A small-scale, portable method for extracting microplastics from marine sediments. *Environmental Pollution* 230, 829–837. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.07.017>
- Coppock, R.L., Lindeque, P.K., Cole, M., Galloway, T.S., Näkki, P., Birgani, H., Richards, S., Queirós, A.M., 2021. Benthic fauna contribute to microplastic sequestration in coastal sediments. *Journal of Hazardous Materials* 415, 125583. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.125583>

- Cordova, M.R., Nurhati, I.S., 2019. Major sources and monthly variations in the release of land-derived marine debris from the Greater Jakarta area, Indonesia. *Sci Rep* 9, 18730. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-55065-2>
- Cowger, W., Booth, A.M., Hamilton, B.M., Thaysen, C., Primpke, S., Munno, K., Lusher, A.L., Dehaut, A., Vaz, V.P., Liboiron, M., Devriese, L.I., Hermabessiere, L., Rochman, C., Athey, S.N., Lynch, J.M., Lynch, J.M., Frond, H.D., Gray, A., Jones, O.A.H., Brander, S., Steele, C., Moore, S., Sanchez, A., Nel, H., 2020. Reporting Guidelines to Increase the Reproducibility and Comparability of Research on Microplastics. *Appl. Spectrosc.*, AS 74, 1066–1077. <https://doi.org/10.1364/AS.74.001066>
- Coyle, R., Hardiman, G., Driscoll, K.O., 2020. Microplastics in the marine environment: A review of their sources, distribution processes, uptake and exchange in ecosystems. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering* 2, 100010. <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2020.100010>
- Cózar, A., Echevarría, F., González-Gordillo, J.I., Irigoien, X., Úbeda, B., Hernández-León, S., Palma, Á.T., Navarro, S., García-de-Lomas, J., Ruiz, A., Fernández-de-Puelles, M.L., Duarte, C.M., 2014. Plastic debris in the open ocean. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 111, 10239–10244. <https://doi.org/10.1073/pnas.1314705111>
- Cózar, A., Sanz-Martín, M., Martí, E., González-Gordillo, J.I., Ubeda, B., Gálvez, J.Á., Irigoien, X., Duarte, C.M., 2015. Plastic Accumulation in the Mediterranean Sea. *PLOS ONE* 10, e0121762. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0121762>
- Critchell, K., Lambrechts, J., 2016. Modelling accumulation of marine plastics in the coastal zone; what are the dominant physical processes? *Estuarine, Coastal and Shelf Science* 171, 111–122. <https://doi.org/10.1016/j.ecss.2016.01.036>
- Cruz-Salas, A.A., Álvarez-Zeferino, J.C., Tapia-Fuentes, J., Pérez-Aragón, B., Martínez-Salvador, C., Vázquez-Morillas, A., Ojeda-Benítez, S., 2023. Measures to prevent cross-contamination in the analysis of microplastics: A short literature review. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental* 39, 241–256. <https://doi.org/10.20937/RICA.54740>
- Dai, Z., Zhang, H., Zhou, Q., Tian, Y., Chen, T., Tu, C., Fu, C., Luo, Y., 2018. Occurrence of microplastics in the water column and sediment in an inland sea affected by intensive

- anthropogenic activities. *Environmental Pollution* 242, 1557–1565.
<https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.07.131>
- Daniel, D.B., Ashraf, P.M., Thomas, S.N., 2022. Impact of 2018 Kerala flood on the abundance and distribution of microplastics in marine environment off Cochin, Southeastern Arabian Sea, India. *Regional Studies in Marine Science* 53, 102367.
<https://doi.org/10.1016/j.rsma.2022.102367>
- Daniel, D.B., Ashraf, P.M., Thomas, S.N., 2020. Abundance, characteristics and seasonal variation of microplastics in Indian white shrimps (*Fenneropenaeus indicus*) from coastal waters off Cochin, Kerala, India. *Science of The Total Environment* 737, 139839.
<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139839>
- Dauvergne, P., 2018. The power of environmental norms: marine plastic pollution and the politics of microbeads. *Environmental Politics* 27, 579–597.
<https://doi.org/10.1080/09644016.2018.1449090>
- Davis, W., Murphy, A.G., 2015. Plastic in surface waters of the Inside Passage and beaches of the Salish Sea in Washington State. *Marine Pollution Bulletin* 97, 169–177.
<https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.06.019>
- D’Costa, A.H., 2022. Microplastics in decapod crustaceans: Accumulation, toxicity and impacts, a review. *Science of The Total Environment* 832, 154963.
<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.154963>
- De Falco, F., Di Pace, E., Cocca, M., Avella, M., 2019. The contribution of washing processes of synthetic clothes to microplastic pollution. *Sci Rep* 9, 6633. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-43023-x>
- de Haan, W.P., Sanchez-Vidal, A., Canals, M., 2019. Floating microplastics and aggregate formation in the Western Mediterranean Sea. *Marine Pollution Bulletin* 140, 523–535.
<https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.01.053>
- de, L., Vianello, A., Camedda, A., Vani, D., Tomassetti, P., Coppa, S., Palazzo, L., Amici, M., Romanelli, G., Zampetti, G., Cicero, A.M., Carpentieri, S., Di, V., Matiddi, M., 2018. Sea water contamination in the Vicinity of the Italian minor islands caused by microplastic pollution. *Water (Switzerland)* 10. <https://doi.org/10.3390/w10081108>

- de Lucia, G.A., Caliani, I., Marra, S., Camedda, A., Coppa, S., Alcaro, L., Campani, T., Giannetti, M., Coppola, D., Cicero, A.M., Panti, C., Bainsi, M., Guerranti, C., Marsili, L., Massaro, G., Fossi, M.C., Matiddi, M., 2014. Amount and distribution of neustonic micro-plastic off the western Sardinian coast (Central-Western Mediterranean Sea). *Marine Environmental Research*, Large marine vertebrates as sentinels of GES in the European MSFD 100, 10–16. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2014.03.017>
- de Sá, L.C., Oliveira, M., Ribeiro, F., Rocha, T.L., Futter, M.N., 2018. Studies of the effects of microplastics on aquatic organisms: What do we know and where should we focus our efforts in the future? *Science of The Total Environment* 645, 1029–1039. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.07.207>
- De Witte, B., Devriese, L., Bekaert, K., Hoffman, S., Vandermeersch, G., Cooreman, K., Robbens, J., 2014. Quality assessment of the blue mussel (*Mytilus edulis*): Comparison between commercial and wild types. *Marine Pollution Bulletin* 85, 146–155. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.06.006>
- Defontaine, S., Jalón-Rojas, I., 2023. Physical processes matters! Recommendations for sampling microplastics in estuarine waters based on hydrodynamics. *Marine Pollution Bulletin* 191, 114932. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2023.114932>
- Defontaine, S., Sous, D., Tesan, J., Monperrus, M., Lenoble, V., Lancelleur, L., 2020. Microplastics in a salt-wedge estuary: Vertical structure and tidal dynamics. *Marine Pollution Bulletin* 160, 111688. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111688>
- Dehaut, A., Hermabessiere, L., Duflos, G., 2019. Current frontiers and recommendations for the study of microplastics in seafood. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 116, 346–359. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.11.011>
- Dehaut, A., Himber, C., Colin, M., Duflos, G., 2023. Think positive: Proposal of a simple method to create reference materials in the frame of microplastics research. *Methods X* 10. <https://doi.org/10.1016/j.mex.2023.102030>
- De-la-Torre, G.E., Pizarro-Ortega, C.I., Dioses-Salinas, D.C., Castro Loayza, J., Smith Sanchez, J., Meza-Chuquizuta, C., Espinoza-Morriberón, D., Rakib, M.R.J., Ben-Haddad, M., Dobaradaran, S., 2022. Are we underestimating floating microplastic pollution? A quantitative

- analysis of two sampling methodologies. *Marine Pollution Bulletin* 178, 113592. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2022.113592>
- Desforges, J.-P.W., Galbraith, M., Dangerfield, N., Ross, P.S., 2014. Widespread distribution of microplastics in subsurface seawater in the NE Pacific Ocean. *Marine Pollution Bulletin* 79, 94–99. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2013.12.035>
- Devriese, L.I., van der Meulen, M.D., Maes, T., Bekaert, K., Paul-Pont, I., Frère, L., Robbens, J., Vethaak, A.D., 2015. Microplastic contamination in brown shrimp (*Crangon crangon*, Linnaeus 1758) from coastal waters of the Southern North Sea and Channel area. *Marine Pollution Bulletin* 98, 179–187. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.06.051>
- Dhivert, E., Phuong, N.N., Mourier, B., Grosbois, C., Gasperi, J., 2022. Microplastic trapping in dam reservoirs driven by complex hydrosedimentary processes (Villerest Reservoir, Loire River, France). *Water Research* 225, 119187. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2022.119187>
- Dianna.P., 2015. Proceedings of the Second Research Workshop on Microplastic Marine Debris | OR&R's Marine Debris Program [WWW Document]. URL <https://marinedebris.noaa.gov/proceedings-second-research-workshop-microplastic-marine-debris>, <https://marinedebris.noaa.gov/proceedings-second-research-workshop-microplastic-marine-debris> (accessed 9.13.23).
- Ding, J., Sun, C., He, C., Li, J., Ju, P., Li, F., 2021. Microplastics in four bivalve species and basis for using bivalves as bioindicators of microplastic pollution. *Science of The Total Environment* 782, 146830. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.146830>
- Ding, L., Mao, R. fan, Guo, X., Yang, X., Zhang, Q., Yang, C., 2019. Microplastics in surface waters and sediments of the Wei River, in the northwest of China. *Science of The Total Environment* 667, 427–434. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.02.332>
- Do, T., Park, Y., Lim, B., Kim, S., Chae, M.-Y., Chun, C.-H., 2023. Effect of the first-flush phenomenon on the quantification of microplastics in rainwater. *Marine Pollution Bulletin* 187, 114559. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2022.114559>
- Dris, R., Gasperi, J., Rocher, V., Saad, M., Renault, N., Tassin, B., 2015. Microplastic contamination in an urban area: a case study in Greater Paris. *Environ. Chem.* 12, 592. <https://doi.org/10.1071/EN14167>

- Dris, R., Gasperi, J., Rocher, V., Tassin, B., 2018a. Synthetic and non-synthetic anthropogenic fibers in a river under the impact of Paris Megacity: Sampling methodological aspects and flux estimations. *Science of The Total Environment* 618, 157–164. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.11.009>
- Dris, R., Gasperi, J., Saad, M., Mirande, C., Tassin, B., 2016. Synthetic fibers in atmospheric fallout: A source of microplastics in the environment? *Marine Pollution Bulletin* 104, 290–293. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.01.006>
- Dris, R., Gasperi, J., Tassin, B., 2018b. Sources and Fate of Microplastics in Urban Areas: A Focus on Paris Megacity, in: Wagner, M., Lambert, S. (Eds.), *Freshwater Microplastics : Emerging Environmental Contaminants?*, *The Handbook of Environmental Chemistry*. Springer International Publishing, Cham, pp. 69–83. https://doi.org/10.1007/978-3-319-61615-5_4
- Drivdal, M., Broström, G., Christensen, K., 2014. Wave-induced mixing and transport of buoyant particles: application to the Statfjord A oil spill. *Ocean Science* 10, 977–991. <https://doi.org/10.5194/os-10-977-2014>
- Du, R., Sun, X., Lin, H., Pan, Z., 2022. Assessment of manta trawling and two newly-developed surface water microplastic monitoring techniques in the open sea. *Science of The Total Environment* 842, 156803. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.156803>
- East Asian seas: A hot spot of pelagic microplastics, 2015. . *Marine Pollution Bulletin* 101, 618–623. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.10.042>
- Egessa, R., Nankabirwa, A., Ocaya, H., Pabire, W.G., 2020. Microplastic pollution in surface water of Lake Victoria. *Science of the Total Environment* 741. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.140201>
- Egger, M., Nijhof, R., Quiros, L., Leone, G., Royer, S.-J., McWhirter, A.C., Kantakov, G.A., Radchenko, V.I., Pakhomov, E.A., Hunt, B.P.V., Lebreton, L., 2020. A spatially variable scarcity of floating microplastics in the eastern North Pacific Ocean. *Environ. Res. Lett.* 15, 114056. <https://doi.org/10.1088/1748-9326/abbb4f>
- Enfrin, M., Myszka, R., Giustozzi, F., 2022. Paving roads with recycled plastics: Microplastic pollution or eco-friendly solution? *Journal of Hazardous Materials* 437, 129334. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2022.129334>

- Eo, S., Hong, S.H., Song, Y.K., Han, G.M., Shim, W.J., 2019. Spatiotemporal distribution and annual load of microplastics in the Nakdong River, South Korea. *Water Res* 160, 228–237. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2019.05.053>
- Eo, S., Hong, S.H., Song, Y.K., Lee, Jongsu, Lee, Jongmyoung, Shim, W.J., 2018. Abundance, composition, and distribution of microplastics larger than 20 µm in sand beaches of South Korea. *Environmental Pollution* 238, 894–902. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.03.096>
- Eriksen, M., Liboiron, M., Kiessling, T., Charron, L., Alling, A., Lebreton, L., Richards, H., Roth, B., Ory, N.C., Hidalgo-Ruz, V., Meerhoff, E., Box, C., Cummins, A., Thiel, M., 2018. Microplastic sampling with the AVANI trawl compared to two neuston trawls in the Bay of Bengal and South Pacific. *Environmental Pollution* 232, 430–439. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.09.058>
- Eriksen, M., Mason, S., Wilson, S., Box, C., Zellers, A., Edwards, W., Farley, H., Amato, S., 2013. Microplastic pollution in the surface waters of the Laurentian Great Lakes. *Marine Pollution Bulletin* 77, 177–182. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2013.10.007>
- Erni-Cassola, G., Zadjelovic, V., Gibson, M.I., Christie-Oleza, J.A., 2019. Distribution of plastic polymer types in the marine environment; A meta-analysis. *Journal of Hazardous Materials* 369, 691–698. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.02.067>
- Esiukova, E., Lobchuk, O., Haseler, M., Chubarenko, I., 2021. Microplastic contamination of sandy beaches of national parks, protected and recreational areas in southern parts of the Baltic Sea. *Marine Pollution Bulletin* 173, 113002. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.113002>
- Evangelidou, N., Grythe, H., Klimont, Z., Heyes, C., Eckhardt, S., Lopez-Aparicio, S., Stohl, A., 2020. Atmospheric transport is a major pathway of microplastics to remote regions. *Nat Commun* 11, 3381. <https://doi.org/10.1038/s41467-020-17201-9>
- Fan, Y., Zheng, K., Zhu, Z., Chen, G., Peng, X., 2019. Distribution, sedimentary record, and persistence of microplastics in the Pearl River catchment, China. *Environmental Pollution* 251, 862–870. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.05.056>
- Farrell, P., Nelson, K., 2013. Trophic level transfer of microplastic: *Mytilus edulis* (L.) to *Carcinus maenas* (L.). *Environmental Pollution* 177, 1–3. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2013.01.046>

- Faure, F., Demars, C., Wieser, O., Kunz, M., Alencastro, L.F. de, Faure, F., Demars, C., Wieser, O., Kunz, M., Alencastro, L.F. de, 2015a. Plastic pollution in Swiss surface waters: nature and concentrations, interaction with pollutants. *Environ. Chem.* 12, 582–591. <https://doi.org/10.1071/EN14218>
- Faure, F., Saini, C., Potter, G., Galgani, F., Alencastro, L.F. de, Hagmann, P., 2015b. An evaluation of surface micro- and mesoplastic pollution in pelagic ecosystems of the Western Mediterranean Sea. *Environ Sci Pollut Res* 22, 12190–12197. <https://doi.org/10.1007/s11356-015-4453-3>
- Fava, M.F., 2022. Plastic pollution in the ocean: data, facts, consequences. Ocean Literacy Portal. URL <https://oceanliteracy.unesco.org/plastic-pollution-ocean/> (accessed 9.13.23).
- Felismino, M.E.L., Helm, P.A., Rochman, C.M., 2021. Microplastic and other anthropogenic microparticles in water and sediments of Lake Simcoe. *Journal of Great Lakes Research* 47, 180–189. <https://doi.org/10.1016/j.jglr.2020.10.007>
- Feng, Q., Chen, Z., An, C., Yang, X., Wang, Z., 2023. Tide-induced infiltration and resuspension of microplastics in shorelines: Insights from tidal tank experiments. *Water Research* 236, 119970. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2023.119970>
- Fernández-González, V., Andrade, J.M., Ferreira, B., López-Mahía, P., Muniategui-Lorenzo, S., 2021. Monitorization of polyamide microplastics weathering using attenuated total reflectance and microreflectance infrared spectrometry. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 263, 120162. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2021.120162>
- Figueiredo, G.M., Vianna, T.M.P., 2018. Suspended microplastics in a highly polluted bay: Abundance, size, and availability for mesozooplankton. *Marine Pollution Bulletin* 135, 256–265. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.07.020>
- Fischer, E.K., Paglialonga, L., Czech, E., Tamminga, M., 2016. Microplastic pollution in lakes and lake shoreline sediments – A case study on Lake Bolsena and Lake Chiusi (central Italy). *Environmental Pollution* 213, 648–657. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.03.012>
- Fok, L., Cheung, P.K., 2015. Hong Kong at the Pearl River Estuary: A hotspot of microplastic pollution. *Marine Pollution Bulletin* 99, 112–118. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.07.050>

- Forsberg, P.L., Sous, D., Stocchino, A., Chemin, R., 2020. Behaviour of plastic litter in nearshore waters: First insights from wind and wave laboratory experiments. *Marine Pollution Bulletin* 153, 111023. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111023>
- Foulon, V., Le Roux, F., Lambert, C., Huvet, A., Soudant, P., Paul-Pont, I., 2016. Colonization of Polystyrene Microparticles by *Vibrio crassostreae*: Light and Electron Microscopic Investigation. *Environ. Sci. Technol.* 50, 10988–10996. <https://doi.org/10.1021/acs.est.6b02720>
- Fox, J.M., Schwoerer, G.D., Schreiner, K.M., Minor, E.C., Maurer-Jones, M.A., 2022. Microplastics in the Water Column of Western Lake Superior. *ACS EST Water* 2, 1659–1666. <https://doi.org/10.1021/acsestwater.2c00169>
- Franco, A.A., Arellano, J.M., Albendín, G., Rodríguez-Barroso, R., Zahedi, S., Quiroga, J.M., Coello, M.D., 2020. Mapping microplastics in Cadiz (Spain): Occurrence of microplastics in municipal and industrial wastewaters. *Journal of Water Process Engineering* 38, 101596. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101596>
- Frank, Y.A., Vorobiev, D.S., Kayler, O.A., Vorobiev, E.D., Kulinicheva, K.S., Trifonov, A.A., Soliman Hunter, T., 2021a. Evidence for Microplastics Contamination of the Remote Tributary of the Yenisei River, Siberia—The Pilot Study Results. *Water* 13, 3248. <https://doi.org/10.3390/w13223248>
- Frank, Y.A., Vorobiev, E.D., Vorobiev, D.S., Trifonov, A.A., Antsiferov, D.V., Soliman Hunter, T., Wilson, S.P., Strezov, V., 2021b. Preliminary Screening for Microplastic Concentrations in the Surface Water of the Ob and Tom Rivers in Siberia, Russia. *Sustainability* 13, 80. <https://doi.org/10.3390/su13010080>
- Franzellitti, S., Canesi, L., Auguste, M., Wathsala, R.H.G.R., Fabbri, E., 2019. Microplastic exposure and effects in aquatic organisms: A physiological perspective. *Environmental Toxicology and Pharmacology* 68, 37–51. <https://doi.org/10.1016/j.etap.2019.03.009>
- Free, C.M., Jensen, O.P., Mason, S.A., Eriksen, M., Williamson, N.J., Boldgiv, B., 2014. High-levels of microplastic pollution in a large, remote, mountain lake. *Marine Pollution Bulletin* 85, 156–163. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.06.001>
- Frère, L., Paul-Pont, I., Rinnert, E., Petton, S., Jaffré, J., Bihannic, I., Soudant, P., Lambert, C., Huvet, A., 2017. Influence of environmental and anthropogenic factors on the composition,

concentration and spatial distribution of microplastics: A case study of the Bay of Brest (Brittany, France). *Environmental Pollution* 225, 211–222.
<https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.03.023>

Frias, J.P.G.L., Lyashevskaya, O., Joyce, H., Pagter, E., Nash, R., 2020. Floating microplastics in a coastal embayment: A multifaceted issue. *Marine Pollution Bulletin* 158.
<https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111361>

Fu, L., Li, J., Wang, G., Luan, Y., Dai, W., 2021. Adsorption behavior of organic pollutants on microplastics. *Ecotoxicology and Environmental Safety* 217, 112207.
<https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2021.112207>

Gago, J., Filgueiras, A., Pedrotti, M.L., Caetano, M., Frias, J., 2019. Standardised protocol for monitoring microplastics in seawater. Deliverable 4.1. (Report). JPI-Oceans BASEMAN Project. <https://doi.org/10.25607/OBP-605>

Gago, J., Henry, M., Galgani, F., 2015. First observation on neustonic plastics in waters off NW Spain (spring 2013 and 2014). *Marine Environmental Research, Particles in the Oceans: Implication for a safe marine environment* 111, 27–33.
<https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2015.07.009>

Gallitelli, L., Scalici, M., 2022. Riverine macroplastic gradient along watercourses: A global overview. *Frontiers in Environmental Science* 10.

Galloway, T.S., Cole, M., Lewis, C., 2017. Interactions of microplastic debris throughout the marine ecosystem. *Nat Ecol Evol* 1, 1–8. <https://doi.org/10.1038/s41559-017-0116>

Garrido Gamarro, E., Ryder, J., Elvevoll, E.O., Olsen, R.L., 2020. Microplastics in Fish and Shellfish – A Threat to Seafood Safety? *Journal of Aquatic Food Product Technology* 29, 417–425.
<https://doi.org/10.1080/10498850.2020.1739793>

Gasperi, J., Alligant, S., Tassin, B., Revel, M., Mouneyrac, C., Mohamed, M., Châtel, A., Perreine-Ettajani, H., Halm-Lemeille, M.-P., Gangnery, A., Galgani, F., Begout, M.L., Cousin, X., Dreanno, C., Rakwe, M.E., They, J., Bialais, C., Souissi, S., Kazour, M., Amara, R., Coulaud, R., Monsinjon, T., Xuereb, B., Clérandeau, C., Bihanic, F.L., Vignet, C., Pannetier, P., Morin, B., Cachot, J., 2019. PLASTIC-Seine research project: Microplastic Flux and Impact on biota in the Seine estuary. Presented at the SETAC Europe 29th annual meeting - One Environment.

One Health. Sustainable Societies. <https://www.seine-aval.fr/wp-content/uploads/2017/01/RR-PlasticSeine.pdf>

- Gaylor, M.O., Harvey, E., Hale, R.C., 2013. Polybrominated Diphenyl Ether (PBDE) Accumulation by Earthworms (*Eisenia fetida*) Exposed to Biosolids-, Polyurethane Foam Microparticle-, and Penta-BDE-Amended Soils. *Environ. Sci. Technol.* 47, 13831–13839. <https://doi.org/10.1021/es403750a>
- González-Ortegón, E., Sendra, M., Sparaventi, E., F. Sánchez Leal, R., de los Ríos, I., Baldó, F., González-Fernández, D., Yeste, M.P., 2022. Coastal gradients of small microplastics and associated pollutants influenced by estuarine sources. *Marine Pollution Bulletin* 174, 113292. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.113292>
- Gray, A.D., Wertz, H., Leads, R.R., Weinstein, J.E., 2018. Microplastic in two South Carolina Estuaries: Occurrence, distribution, and composition. *Marine Pollution Bulletin* 128, 223–233. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.01.030>
- Green, D.S., Kregting, L., Boots, B., Blockley, D.J., Brickle, P., da, C., Crowley, Q., 2018. A comparison of sampling methods for seawater microplastics and a first report of the microplastic litter in coastal waters of Ascension and Falkland Islands. *Marine Pollution Bulletin* 137, 695–701. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.11.004>
- Guan, Q.-F., Yang, H.-B., Zhao, Y.-X., Han, Z.-M., Ling, Z.-C., Yang, K.-P., Yin, C.-H., Yu, S.-H., 2021. Microplastics release from victuals packaging materials during daily usage. *EcoMat* 3, e12107. <https://doi.org/10.1002/eom2.12107>
- Guidelines for the Monitoring and Assessment of Plastic Litter in the Ocean [WWW Document], 2022. . GESAMP. URL <http://www.gesamp.org/publications/guidelines-for-the-monitoring-and-assessment-of-plastic-litter-in-the-ocean> (accessed 7.6.22).
- Gündoğdu, S., Çevik, C., Ayat, B., Aydoğan, B., Karaca, S., 2018. How microplastics quantities increase with flood events? An example from Mersin Bay NE Levantine coast of Turkey. *Environmental Pollution* 239, 342–350. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.04.042>
- Gündoğdu, S., Çevik, C., 2017. Micro- and mesoplastics in Northeast Levantine coast of Turkey: The preliminary results from surface samples. *Marine Pollution Bulletin* 118, 341–347. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.03.002>

- Guo, J.-J., Huang, X.-P., Xiang, L., Wang, Y.-Z., Li, Y.-W., Li, H., Cai, Q.-Y., Mo, C.-H., Wong, M.-H., 2020. Source, migration and toxicology of microplastics in soil. *Environment International* 137, 105263. <https://doi.org/10.1016/j.envint.2019.105263>
- Güven, O., Gökdağ, K., Jovanović, B., Kıdeyş, A.E., 2017. Microplastic litter composition of the Turkish territorial waters of the Mediterranean Sea, and its occurrence in the gastrointestinal tract of fish. *Environmental Pollution* 223, 286–294. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.01.025>
- Guzzetti, E., Sureda, A., Tejada, S., Faggio, C., 2018. Microplastic in marine organism: Environmental and toxicological effects. *Environmental Toxicology and Pharmacology* 64, 164–171. <https://doi.org/10.1016/j.etap.2018.10.009>
- Gwada, B., Ogendi, G., Makindi, S.M., Trott, S., 2019. Composition of plastic waste discarded by households and its management approaches. *Global Journal of Environmental Science and Management* 5, 83–94. <https://doi.org/10.22034/gjesm.2019.01.07>
- Haegerbaeumer, A., Mueller, M.-T., Fueser, H., Traunspurger, W., 2019. Impacts of Micro- and Nano-Sized Plastic Particles on Benthic Invertebrates: A Literature Review and Gap Analysis. *Frontiers in Environmental Science* 7.
- Hamilton, B.M., Bourdages, M.P.T., Geoffroy, C., Vermaire, J.C., Mallory, M.L., Rochman, C.M., Provencher, J.F., 2021. Microplastics around an Arctic seabird colony: Particle community composition varies across environmental matrices. *Science of The Total Environment* 773, 145536. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.145536>
- Han, M., Niu, X., Tang, M., Zhang, B.-T., Wang, G., Yue, W., Kong, X., Zhu, J., 2020. Distribution of microplastics in surface water of the lower Yellow River near estuary. *Science of The Total Environment* 707, 135601. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135601>
- Hanvey, J.S., Lewis, P.J., Lavers, J.L., Crosbie, N.D., Pozo, K., Clarke, B.O., 2017. A review of analytical techniques for quantifying microplastics in sediments. *Anal. Methods* 9, 1369–1383. <https://doi.org/10.1039/C6AY02707E>
- Hara, J., Frias, J., Nash, R., 2020. Quantification of microplastic ingestion by the decapod crustacean *Nephrops norvegicus* from Irish waters. *Marine Pollution Bulletin* 152, 110905. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.110905>

- Harris, R., 1998. Is there an “i” in gdis? the problem of representation in geodemographic and lifestyle systems. *Cybergeog: European Journal of Geography*.
<https://doi.org/10.4000/cybergeog.1546>
- Hartmann, N.B., Hüffer, T., Thompson, R.C., Hassellöv, M., Verschoor, A., Daugaard, A.E., Rist, S., Karlsson, T., Brennholt, N., Cole, M., Herrling, M.P., Hess, M.C., Ivleva, N.P., Lusher, A.L., Wagner, M., 2019. Are We Speaking the Same Language? Recommendations for a Definition and Categorization Framework for Plastic Debris. *Environ. Sci. Technol.* 53, 1039–1047. <https://doi.org/10.1021/acs.est.8b05297>
- He, B., Smith, M., Egodawatta, P., Ayoko, G.A., Rintoul, L., Goonetilleke, A., 2021. Dispersal and transport of microplastics in river sediments. *Environmental Pollution* 279, 116884. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.116884>
- He, L., Li, P., Yu, L.-H., Li, L., Zhang, Y., Guo, Y., Long, M., He, J.-B., Yang, S.-H., 2018. Protective effects of proanthocyanidins against cadmium-induced testicular injury through the modification of Nrf2-Keap1 signal path in rats. *Environmental Toxicology and Pharmacology* 57, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.etap.2017.11.002>
- Herrera, A., Raymond, E., Martínez, I., Álvarez, S., Canning-Clode, J., Gestoso, I., Pham, C.K., Ríos, N., Rodríguez, Y., Gómez, M., 2020. First evaluation of neustonic microplastics in the Macaronesian region, NE Atlantic. *Marine Pollution Bulletin* 153. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.110999>
- Hidalgo-Ruz, V., Gutow, L., Thompson, R.C., Thiel, M., 2012. Microplastics in the Marine Environment: A Review of the Methods Used for Identification and Quantification. *Environ. Sci. Technol.* 46, 3060–3075. <https://doi.org/10.1021/es2031505>
- Hoellein, T.J., McCormick, A.R., Hittie, J., London, M.G., Scott, J.W., Kelly, J.J., 2017. Longitudinal patterns of microplastic concentration and bacterial assemblages in surface and benthic habitats of an urban river. *Freshwater Science* 36, 491–507. <https://doi.org/10.1086/693012>
- Hofmans, G., n.d. The quantification of microplastics along a primary Puget Sound river 13.
- Horton, A.A., Dixon, S.J., 2018. Microplastics: An introduction to environmental transport processes. *WIREs Water* 5, e1268. <https://doi.org/10.1002/wat2.1268>

- Hossain, M.S., Rahman, M.S., Uddin, M.N., Sharifuzzaman, S.M., Chowdhury, S.R., Sarker, S., Nawaz Chowdhury, M.S., 2020. Microplastic contamination in Penaeid shrimp from the Northern Bay of Bengal. *Chemosphere* 238, 124688. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.124688>
- Hossain, M.S., Sobhan, F., Uddin, M.N., Sharifuzzaman, S.M., Chowdhury, S.R., Sarker, S., Chowdhury, M.S.N., 2019. Microplastics in fishes from the Northern Bay of Bengal. *Science of The Total Environment* 690, 821–830. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.07.065>
- Huang, D., Tao, J., Cheng, M., Deng, R., Chen, S., Yin, L., Li, R., 2021a. Microplastics and nanoplastics in the environment: Macroscopic transport and effects on creatures. *Journal of Hazardous Materials* 407, 124399. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124399>
- Huang, W., Chen, M., Song, B., Deng, J., Shen, M., Chen, Q., Zeng, G., Liang, J., 2021b. Microplastics in the coral reefs and their potential impacts on corals: A mini-review. *Science of The Total Environment* 762, 143112. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.143112>
- Hung, C., Klasios, N., Zhu, X., Sedlak, M., Sutton, R., Rochman, C.M., 2021. Methods Matter: Methods for Sampling Microplastic and Other Anthropogenic Particles and Their Implications for Monitoring and Ecological Risk Assessment. *Integrated Environmental Assessment and Management* 17, 282–291. <https://doi.org/10.1002/ieam.4325>
- Iwasaki, S., Isobe, A., Kako, S., Uchida, K., Tokai, T., 2017. Fate of microplastics and mesoplastics carried by surface currents and wind waves: A numerical model approach in the Sea of Japan. *Marine Pollution Bulletin* 121, 85–96. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.05.057>
- Iyare, P.U., Ouki, S.K., Bond, T., 2020. Microplastics removal in wastewater treatment plants: a critical review. *Environ. Sci.: Water Res. Technol.* 6, 2664–2675. <https://doi.org/10.1039/D0EW00397B>
- Jalón-Rojas, I., Wang, X.H., Fredj, E., 2019a. A 3D numerical model to Track Marine Plastic Debris (TrackMPD): Sensitivity of microplastic trajectories and fates to particle dynamical properties and physical processes. *Marine Pollution Bulletin* 141, 256–272. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.02.052>
- Jalón-Rojas, I., Wang, X.-H., Fredj, E., 2019b. Technical note: On the importance of a three-dimensional approach for modelling the transport of neustic microplastics. *Ocean Science* 15, 717–724. <https://doi.org/10.5194/os-15-717-2019>

- Jambeck, J.R., Geyer, R., Wilcox, C., Siegler, T.R., Perryman, M., Andrady, A., Narayan, R., Law, K.L., 2015. Plastic waste inputs from land into the ocean. *Science* 347, 768–771. <https://doi.org/10.1126/science.1260352>
- Jamieson, A.J., Brooks, L.S.R., Reid, W.D.K., Piertney, S.B., Narayanaswamy, B.E., Linley, T.D., 2019. Microplastics and synthetic particles ingested by deep-sea amphipods in six of the deepest marine ecosystems on Earth. *Royal Society Open Science* 6, 180667. <https://doi.org/10.1098/rsos.180667>
- Jemaa, S., Mahfouz, C., Kazour, M., Lteif, M., Hassoun, A.E.R., Ghsoub, M., Amara, R., Khalaf, G., Fakhri, M., 2021. Floating Marine Litter in Eastern Mediterranean From Macro to Microplastics: The Lebanese Coastal Area as a Case Study. *Frontiers in Environmental Science* 9.
- Ji, X., Ma, Y., Zeng, G., Xu, X., Mei, K., Wang, Z., Chen, Z., Dahlgren, R., Zhang, M., Shang, X., 2021. Transport and fate of microplastics from riverine sediment dredge piles: Implications for disposal. *Journal of Hazardous Materials* 404, 124132. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124132>
- Jia, Q., Duan, Y., Han, X., Sun, X., Munyaneza, J., Ma, J., Xiu, G., 2022. Atmospheric deposition of microplastics in the megalopolis (Shanghai) during rainy season: Characteristics, influence factors, and source. *Science of The Total Environment* 847, 157609. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.157609>
- Jiang, J.-J., Hanun, J.N., Chen, K.-Y., Hassan, F., Liu, K.-T., Hung, Y.-H., Chang, T.-W., 2023. Current levels and composition profiles of microplastics in irrigation water. *Environmental Pollution* 318, 120858. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2022.120858>
- Jouanneau, N., Sentchev, A., Dumas, F., 2013. Numerical modelling of circulation and dispersion processes in Boulogne-sur-Mer harbour (Eastern English Channel): sensitivity to physical forcing and harbour design. *Ocean Dynamics* 63, 1321–1340. <https://doi.org/10.1007/s10236-013-0659-4>
- Jovanović, B., 2017. Ingestion of microplastics by fish and its potential consequences from a physical perspective. *Integrated Environmental Assessment and Management* 13, 510–515. <https://doi.org/10.1002/ieam.1913>

- Joyce, H., Frias, J., Kavanagh, F., Lynch, R., Pagter, E., White, J., Nash, R., 2022. Plastics, prawns, and patterns: Microplastic loadings in *Nephrops norvegicus* and surrounding habitat in the North East Atlantic. *Science of The Total Environment* 826, 154036. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.154036>
- Kaiser, D., Estelmann, A., Kowalski, N., Glockzin, M., Waniek, J.J., 2019. Sinking velocity of sub-millimeter microplastic. *Marine Pollution Bulletin* 139, 214–220. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.12.035>
- Kallenbach, E.M.F., Rødland, E.S., Buenaventura, N.T., Hurley, R., 2022. Microplastics in Terrestrial and Freshwater Environments, in: Bank, M.S. (Ed.), *Microplastic in the Environment: Pattern and Process, Environmental Contamination Remediation and Management*. Springer International Publishing, Cham, pp. 87–130. https://doi.org/10.1007/978-3-030-78627-4_4
- Kang, J.-H., Kwon, O.-Y., Shim, W.J., 2015. Potential Threat of Microplastics to Zooplanktivores in the Surface Waters of the Southern Sea of Korea. *Arch Environ Contam Toxicol* 69, 340–351. <https://doi.org/10.1007/s00244-015-0210-3>
- Karami, A., Golieskardi, A., Keong Choo, C., Larat, V., Galloway, T.S., Salamatinia, B., 2017. The presence of microplastics in commercial salts from different countries. *Sci Rep* 7, 46173. <https://doi.org/10.1038/srep46173>
- Karlsson, T.M., Kärrman, A., Rotander, A., Hassellöv, M., 2020. Comparison between manta trawl and in situ pump filtration methods, and guidance for visual identification of microplastics in surface waters. *Environmental Science and Pollution Research* 27, 5559–5571. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-07274-5>
- Kashiwabara, L.M., Kahane-Rapport, S.R., King, C., DeVogelaere, M., Goldbogen, J.A., Savoca, M.S., 2021. Microplastics and microfibers in surface waters of Monterey Bay National Marine Sanctuary, California. *Marine Pollution Bulletin* 165, 112148. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.112148>
- Kataoka, T., Murray, C.C., Isobe, A., 2018. Quantification of marine macro-debris abundance around Vancouver Island, Canada, based on archived aerial photographs processed by projective transformation. *Marine Pollution Bulletin, SI: Japanese Tsunami Debris* 132, 44–51. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.08.060>

- Kazour, M., Amara, R., 2020. Is blue mussel caging an efficient method for monitoring environmental microplastics pollution? *Science of The Total Environment* 710, 135649. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135649>
- Kazour, M., Jemaa, S., Issa, C., Khalaf, G., Amara, R., 2019a. Microplastics pollution along the Lebanese coast (Eastern Mediterranean Basin): Occurrence in surface water, sediments and biota samples. *Sci Total Environ* 696, 133933. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.133933>
- Kazour, M., Terki, S., Rabhi, K., Jemaa, S., Khalaf, G., Amara, R., 2019b. Sources of microplastics pollution in the marine environment: Importance of wastewater treatment plant and coastal landfill. *Marine Pollution Bulletin* 146, 608–618. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.06.066>
- Kibria, Md.G., Masuk, N.I., Safayet, R., Nguyen, H.Q., Mourshed, M., 2023. Plastic Waste: Challenges and Opportunities to Mitigate Pollution and Effective Management. *Int J Environ Res* 17, 20. <https://doi.org/10.1007/s41742-023-00507-z>
- Klein, S., Worch, E., Knepper, T.P., 2015. Occurrence and Spatial Distribution of Microplastics in River Shore Sediments of the Rhine-Main Area in Germany. *Environ. Sci. Technol.* 49, 6070–6076. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b00492>
- Klemeš, J.J., Fan, Y.V., Tan, R.R., Jiang, P., 2020. Minimising the present and future plastic waste, energy and environmental footprints related to COVID-19. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 127, 109883. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2020.109883>
- Koelmans, A.A., Mohamed Nor, N.H., Hermsen, E., Kooi, M., Mintenig, S.M., De France, J., 2019. Microplastics in freshwaters and drinking water: Critical review and assessment of data quality. *Water Research* 155, 410–422. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2019.02.054>
- Kole, P.J., Löhr, A.J., Van Belleghem, F.G.A.J., Ragas, A.M.J., 2017. Wear and Tear of Tyres: A Stealthy Source of Microplastics in the Environment. *International Journal of Environmental Research and Public Health* 14, 1265. <https://doi.org/10.3390/ijerph14101265>
- Kovač Viršek, M., Palatinus, A., Koren, Š., Peterlin, M., Horvat, P., Kržan, A., 2016. Protocol for Microplastics Sampling on the Sea Surface and Sample Analysis. *J Vis Exp* 55161. <https://doi.org/10.3791/55161>

- Kowalski, N., Reichardt, A.M., Waniek, J.J., 2016. Sinking rates of microplastics and potential implications of their alteration by physical, biological, and chemical factors. *Marine Pollution Bulletin* 109, 310–319. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.05.064>
- Kukkola, A.T., Senior, G., Maes, T., Silburn, B., Bakir, A., Kröger, S., Mayes, A.G., 2022. A large-scale study of microplastic abundance in sediment cores from the UK continental shelf and slope. *Marine Pollution Bulletin* 178, 113554. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2022.113554>
- Kukulka, T., Proskurowski, G., Morét-Ferguson, S., Meyer, D.W., Law, K.L., 2012. The effect of wind mixing on the vertical distribution of buoyant plastic debris. *Geophysical Research Letters* 39. <https://doi.org/10.1029/2012GL051116>
- Kumar, A.S., Varghese, G.K., 2021. Microplastic pollution of Calicut beach - Contributing factors and possible impacts. *Marine Pollution Bulletin* 169, 112492. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.112492>
- Kumar, R., Sharma, P., Manna, C., Jain, M., 2021. Abundance, interaction, ingestion, ecological concerns, and mitigation policies of microplastic pollution in riverine ecosystem: A review. *Science of The Total Environment* 782, 146695. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.146695>
- Kwon, J.-H., Chang, S., Hong, S.H., Shim, W.J., 2017. Microplastics as a vector of hydrophobic contaminants: Importance of hydrophobic additives. *Integrated Environmental Assessment and Management* 13, 494–499. <https://doi.org/10.1002/ieam.1906>
- Kwon, O.Y., Kang, J.-H., Hong, S.H., Shim, W.J., 2020. Spatial distribution of microplastic in the surface waters along the coast of Korea. *Marine Pollution Bulletin* 155. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.110729>
- Kye, H., Kim, J., Ju, S., Lee, J., Lim, C., Yoon, Y., 2023. Microplastics in water systems: A review of their impacts on the environment and their potential hazards. *Heliyon* 9, e14359. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e14359>
- Lacerda, A.L. d F., Rodrigues, L. dos S., van Sebille, E., Rodrigues, F.L., Ribeiro, L., Secchi, E.R., Kessler, F., Proietti, M.C., 2019. Plastics in sea surface waters around the Antarctic Peninsula. *Sci Rep* 9, 3977. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-40311-4>

- Lahens, L., Strady, E., Kieu-Le, T.-C., Dris, R., Boukerma, K., Rinnert, E., Gasperi, J., Tassin, B., 2018. Macroplastic and microplastic contamination assessment of a tropical river (Saigon River, Vietnam) transversed by a developing megacity. *Environmental Pollution* 236, 661–671. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.02.005>
- Lam, T.W.L., Fok, L., Lin, L., Xie, Q., Li, H.-X., Xu, X.-R., Yeung, L.C., 2020. Spatial variation of floatable plastic debris and microplastics in the Pearl River Estuary, South China. *Marine Pollution Bulletin* 158, 111383. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111383>
- Lanorte, A., De Santis, F., Nolè, G., Blanco, I., Loisi, R.V., Schettini, E., Vox, G., 2017. Agricultural plastic waste spatial estimation by Landsat 8 satellite images. *Computers and Electronics in Agriculture* 141, 35–45. <https://doi.org/10.1016/j.compag.2017.07.003>
- Law, K.L., Thompson, R.C., 2014. Microplastics in the seas. *Science* 345, 144–145. <https://doi.org/10.1126/science.1254065>
- Leads, R.R., Weinstein, J.E., Kell, S.E., Overcash, J.M., Ertel, B.M., Gray, A.D., 2023. Spatial and temporal variability of microplastic abundance in estuarine intertidal sediments: Implications for sampling frequency. *Science of The Total Environment* 859, 160308. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.160308>
- Lebreton, L.C.M., van der Zwet, J., Damsteeg, J.-W., Slat, B., Andrady, A., Reisser, J., 2017. River plastic emissions to the world's oceans. *Nat Commun* 8, 15611. <https://doi.org/10.1038/ncomms15611>
- Lee, J., Lee, J.S., Jang, Y.C., Hong, S.Y., Shim, W.J., Song, Y.K., Hong, S.H., Jang, M., Han, G.M., Kang, D., Hong, S., 2015. Distribution and Size Relationships of Plastic Marine Debris on Beaches in South Korea. *Arch Environ Contam Toxicol* 69, 288–298. <https://doi.org/10.1007/s00244-015-0208-x>
- Lefebvre, C., Le Bihanic, F., Jalón-Rojas, I., Dusacre, E., Chassaing--Viscaïno, L., Bichon, J., Clérandeau, C., Morin, B., Lecomte, S., Cachot, J., 2023. Spatial distribution of anthropogenic particles and microplastics in a meso-tidal lagoon (Arcachon Bay, France): A multi-compartment approach. *Science of The Total Environment* 898, 165460. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.165460>
- Lenaker, P.L., Baldwin, A.K., Corsi, S.R., Mason, S.A., Reneau, P.C., Scott, J.W., 2019. Vertical Distribution of Microplastics in the Water Column and Surficial Sediment from the Milwaukee

- River Basin to Lake Michigan. *Environ. Sci. Technol.* 53, 12227–12237. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b03850>
- Leslie, H.A., Brandsma, S.H., van Velzen, M.J.M., Vethaak, A.D., 2017. Microplastics en route: Field measurements in the Dutch river delta and Amsterdam canals, wastewater treatment plants, North Sea sediments and biota. *Environment International* 101, 133–142. <https://doi.org/10.1016/j.envint.2017.01.018>
- Li, J., Shan, E., Zhao, J., Teng, J., Wang, Q., 2023a. The factors influencing the vertical transport of microplastics in marine environment: A review. *Science of The Total Environment* 870, 161893. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.161893>
- Li, Yanfang, Xiao, P., Donnici, S., Cheng, J., Tang, C., 2023b. Spatial and seasonal distribution of microplastics in various environmental compartments around Sishili Bay of North Yellow Sea, China. *Marine Pollution Bulletin* 186, 114372. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2022.114372>
- Li, Yanan, Zhang, Q., Baartman, J., van Wijnen, J., Beriot, N., Kroeze, C., Wang, M., Xu, W., Ma, L., Wang, K., Zhang, F., Stokal, M., 2023c. The Plastic Age: River Pollution in China from Crop Production and Urbanization. *Environ. Sci. Technol.* 57, 12019–12032. <https://doi.org/10.1021/acs.est.3c03374>
- Li, Bowen, Li, Bo, Jia, Q., Cai, Y., Xie, Y., Yuan, X., Yang, Z., 2023d. Dynamic characteristics of microplastics under tidal influence and potential indirect monitoring methods. *Science of The Total Environment* 869, 161869. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.161869>
- Li, Changchao, Gan, Y., Zhang, C., He, H., Fang, J., Wang, L., Wang, Y., Liu, J., 2021a. “Microplastic communities” in different environments: Differences, links, and role of diversity index in source analysis. *Water Research* 188, 116574. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.116574>
- Li, C., Wang, X., Liu, K., Zhu, L., Wei, N., Zong, C., Li, D., 2021b. Pelagic microplastics in surface water of the Eastern Indian Ocean during monsoon transition period: Abundance, distribution, and characteristics. *Science of the Total Environment* 755. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.142629>
- Li, J., Huang, W., Xu, Y., Jin, A., Zhang, D., Zhang, C., 2020a. Microplastics in sediment cores as indicators of temporal trends in microplastic pollution in Andong salt marsh, Hangzhou Bay,

China. *Regional Studies in Marine Science* 35, 101149.
<https://doi.org/10.1016/j.rsma.2020.101149>

Li, Yubo, Lu, Z., Zheng, H., Wang, J., Chen, C., 2020b. Microplastics in surface water and sediments of Chongming Island in the Yangtze Estuary, China. *Environmental Sciences Europe* 32, 15.
<https://doi.org/10.1186/s12302-020-0297-7>

Li, Yanfang, Zhang, H., Tang, C., 2020c. A review of possible pathways of marine microplastics transport in the ocean. *Anthropocene Coasts* 3, 6–13. <https://doi.org/10.1139/anc-2018-0030>

Li, J., Lusher, A.L., Rotchell, J.M., Deudero, S., Turra, A., Bråte, I.L.N., Sun, C., Shahadat Hossain, M., Li, Q., Kolandhasamy, P., Shi, H., 2019a. Using mussel as a global bioindicator of coastal microplastic pollution. *Environmental Pollution* 244, 522–533.
<https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.10.032>

Li, R., Zhang, L., Xue, B., Wang, Y., 2019b. Abundance and characteristics of microplastics in the mangrove sediment of the semi-enclosed Maowei Sea of the south China sea: New implications for location, rhizosphere, and sediment compositions. *Environmental Pollution* 244, 685–692.
<https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.10.089>

Liedermann, M., Gmeiner, P., Pessenlehner, S., Haimann, M., Hohenblum, P., Habersack, H., 2018. A Methodology for Measuring Microplastic Transport in Large or Medium Rivers. *Water* 10, 414. <https://doi.org/10.3390/w10040414>

Lima, A.R.A., Costa, M.F., Barletta, M., 2014. Distribution patterns of microplastics within the plankton of a tropical estuary. *Environmental Research* 132, 146–155.
<https://doi.org/10.1016/j.envres.2014.03.031>

Lin, L., Zuo, L.-Z., Peng, J.-P., Cai, L.-Q., Fok, L., Yan, Y., Li, H.-X., Xu, X.-R., 2018. Occurrence and distribution of microplastics in an urban river: A case study in the Pearl River along Guangzhou City, China. *Science of The Total Environment* 644, 375–381.
<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.06.327>

Lindeque, P.K., Cole, M., Coppock, R.L., Lewis, C.N., Miller, R.Z., Watts, A.J.R., Wilson-McNeal, A., Wright, S.L., Galloway, T.S., 2020. Are we underestimating microplastic abundance in the marine environment? A comparison of microplastic capture with nets of different mesh-size. *Environmental Pollution* 265, 114721. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.114721>

- Liu, D., Guo, Z.-F., Xu, Yao-Yang, Ka Shun Chan, F., Xu, Yu-Yao, Johnson, M., Zhu, Y.-G., 2022a. Widespread occurrence of microplastics in marine bays with diverse drivers and environmental risk. *Environment International* 168, 107483. <https://doi.org/10.1016/j.envint.2022.107483>
- Liu, J., Liu, H., He, D., Zhang, T., Qu, J., Lv, Y., Zhang, Y., 2022b. Comprehensive Effects of Temperature, Salinity, and Current Velocity on the Microplastic Abundance in Offshore Area. *Pol. J. Environ. Stud.* 31, 1727–1736. <https://doi.org/10.15244/pjoes/142389>
- Liu, Y., Zhang, J., Cai, C., He, Y., Chen, L., Xiong, X., Huang, H., Tao, S., Liu, W., 2020. Occurrence and characteristics of microplastics in the Haihe River: An investigation of a seagoing river flowing through a megacity in northern China. *Environmental Pollution* 262. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.114261>
- Liu, F., Olesen, K.B., Borregaard, A.R., Vollertsen, J., 2019. Microplastics in urban and highway stormwater retention ponds. *Science of The Total Environment* 671, 992–1000. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.03.416>
- Lofty, J., Ouro, P., Wilson, C.A.M.E., 2023. Microplastics in the riverine environment: Meta-analysis and quality criteria for developing robust field sampling procedures. *Science of The Total Environment* 863, 160893. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.160893>
- Lorenzi, L., Reginato, B.C., Mayer, D.G., Gentil, E., Pezzin, A.P.T., Silveira, V.F., Dantas, D.V., 2021. Spatio-seasonal microplastics distribution along a shallow coastal lagoon ecocline within a marine conservation unit. *Marine Pollution Bulletin* 170, 112644. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.112644>
- Lots, F.A.E., Behrens, P., Vijver, M.G., Horton, A.A., Bosker, T., 2017. A large-scale investigation of microplastic contamination: Abundance and characteristics of microplastics in European beach sediment. *Marine Pollution Bulletin* 123, 219–226. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.08.057>
- Lu, Xuhong, He, H., Wang, Y., Guo, Y., Fei, X., 2023. Masses and size distributions of mechanically fragmented microplastics from LDPE and EPS under simulated landfill conditions. *Journal of Hazardous Materials* 445, 130542. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2022.130542>
- Lu, Xiaorong, Wang, X., Liu, X., Singh, V.P., 2023. Dispersal and transport of microplastic particles under different flow conditions in riverine ecosystem. *Journal of Hazardous Materials* 442, 130033. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2022.130033>

- Lusher, A.L., Burke, A., O'Connor, I., Officer, R., 2014. Microplastic pollution in the Northeast Atlantic Ocean: Validated and opportunistic sampling. *Marine Pollution Bulletin* 88, 325–333. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.08.023>
- Lusher, A.L., Tirelli, V., O'Connor, I., Officer, R., 2015. Microplastics in Arctic polar waters: The first reported values of particles in surface and sub-surface samples. *Scientific Reports* 5. <https://doi.org/10.1038/srep14947>
- Lusher, A.L., Welden, N.A., Sobral, P., Cole, M., 2017. Sampling, isolating and identifying microplastics ingested by fish and invertebrates. *Anal. Methods* 9, 1346–1360. <https://doi.org/10.1039/C6AY02415G>
- Lv, L., Yan, X., Feng, L., Jiang, S., Lu, Z., Xie, H., Sun, S., Chen, J., Li, C., 2021. Challenge for the detection of microplastics in the environment. *Water Environment Research* 93, 5–15. <https://doi.org/10.1002/wer.1281>
- Lyche, J., Gutleb, A., Bergman, A., Eriksen, G., Ropstad, E., Saunders, M., Skaare, J., 2009. Reproductive and Developmental Toxicity of Phthalates. *Journal of toxicology and environmental health. Part B, Critical reviews* 12, 225–49. <https://doi.org/10.1080/10937400903094091>
- MacLeod, M., Arp, H.P.H., Tekman, M.B., Jahnke, A., 2021. The global threat from plastic pollution. *Science* 373, 61–65. <https://doi.org/10.1126/science.abg5433>
- Mai, L., Bao, L.-J., Shi, L., Wong, C.S., Zeng, E.Y., 2018. A review of methods for measuring microplastics in aquatic environments. *Environ Sci Pollut Res* 25, 11319–11332. <https://doi.org/10.1007/s11356-018-1692-0>
- Mai, L., You, S.-N., He, H., Bao, L.-J., Liu, L.-Y., Zeng, E.Y., 2019. Riverine Microplastic Pollution in the Pearl River Delta, China: Are Modeled Estimates Accurate? *Environmental Science and Technology* 53, 11810–11817. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b04838>
- Mani, T., Burkhardt-Holm, P., 2020. Seasonal microplastics variation in nival and pluvial stretches of the Rhine River – From the Swiss catchment towards the North Sea. *Science of The Total Environment* 707, 135579. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135579>
- Mani, T., Hauk, A., Walter, U., Burkhardt-Holm, P., 2015. Microplastics profile along the Rhine River. *Sci Rep* 5, 17988. <https://doi.org/10.1038/srep17988>

- Mani, T., Primpke, S., Lorenz, C., Gerdts, G., Burkhardt-Holm, P., 2019. Microplastic Pollution in Benthic Midstream Sediments of the Rhine River. *Environ. Sci. Technol.* 53, 6053–6062. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b01363>
- Mao, Q., Shi, P., Yin, K., Gan, J., Qi, Y., 2004. Tides and tidal currents in the Pearl River Estuary. *Continental Shelf Research, Pearl River Estuary Study* 24, 1797–1808. <https://doi.org/10.1016/j.csr.2004.06.008>
- IUCN, Marine plastic pollution , n.d. URL <https://www.iucn.org/resources/issues-brief/marine-plastic-pollution> (accessed 9.13.23).
- Market Study for Thailand: Plastics Circularity Opportunities and Barriers [WWW Document], n.d. . World Bank. URL <https://www.worldbank.org/en/country/thailand/publication/market-study-for-thailand-plastics-circularity-opportunities-and-barriers> (accessed 9.13.23).
- Masó, M., Garcés, E., Pagès, F., Camp, J., 2003. Drifting plastic debris as a potential vector for dispersing Harmful Algal Bloom (HAB) species. *Scientia Marina* 67.
- Mateos-Cárdenas, A., Scott, D.T., Seitmaganbetova, G., Frank N.A.M., van P., John, O., Marcel A.K., J., 2019. Polyethylene microplastics adhere to *Lemna minor* (L.), yet have no effects on plant growth or feeding by *Gammarus duebeni* (Lillj.). *Science of The Total Environment* 689, 413–421. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.06.359>
- Matjašič, T., Mori, N., Hostnik, I., Bajt, O., Kovač Viršek, M., 2023. Microplastic pollution in small rivers along rural–urban gradients: Variations across catchments and between water column and sediments. *Science of The Total Environment* 858, 160043. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.160043>
- Matozzo, V., Pagano, M., Spinelli, A., Caicci, F., Faggio, C., 2016. *Pinna nobilis*: A big bivalve with big haemocytes? *Fish & Shellfish Immunology* 55, 529–534. <https://doi.org/10.1016/j.fsi.2016.06.039>
- McEachern, K., Alegria, H., Kalagher, A.L., Hansen, C., Morrison, S., Hastings, D., 2019. Microplastics in Tampa Bay, Florida: Abundance and variability in estuarine waters and sediments. *Marine Pollution Bulletin* 148, 97–106. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.07.068>

- McGoran, A.R., Cowie, P.R., Clark, P.F., McEvoy, J.P., Morritt, D., 2018. Ingestion of plastic by fish: A comparison of Thames Estuary and Firth of Clyde populations. *Marine Pollution Bulletin* 137, 12–23. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.09.054>
- Medical masks during the COVID-19 pandemic | UNICEF Supply Division [WWW Document], n.d. URL <https://www.unicef.org/supply/stories/world-mask-week-during-covid-19-pandemic> (accessed 9.25.23).
- Meijer, L.J.J., van Emmerik, T., van der Ent, R., Schmidt, C., Lebreton, L., 2021. More than 1000 rivers account for 80% of global riverine plastic emissions into the ocean. *Science Advances* 7, eaaz5803. <https://doi.org/10.1126/sciadv.aaz5803>
- Mendrik, F., Fernández, R., Hackney, C.R., Waller, C., Parsons, D.R., 2023. Non-buoyant microplastic settling velocity varies with biofilm growth and ambient water salinity. *Commun Earth Environ* 4, 1–9. <https://doi.org/10.1038/s43247-023-00690-z>
- Metcalf, R., White, H.L., Ormsby, M.J., Oliver, D.M., Quilliam, R.S., 2023. From wastewater discharge to the beach: Survival of human pathogens bound to microplastics during transfer through the freshwater-marine continuum. *Environmental Pollution* 319, 120955. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2022.120955>
- Michida, Y., Chavanich, S., Chiba, S., Cordova, M.R., Cozsar Cabanas, A., Glagani, F., Hagmann, P., Hinata, H., Isobe, A., Kershaw, P., Kozlovskii, N., Li, D., Lusher, A.L., Marti, E., Mason, S.A., Mu, J., Saito, H., Shim, W.J., Syakti, A.D., Takada, H., Thompson, R., Tokai, T., Uchida, K., Vasilenko, K., Wang, J., 2019. Guidelines for Harmonizing Ocean Surface Microplastic Monitoring Methods. Version 1.1. (Report). Ministry of the Environment, Japan. <https://doi.org/10.25607/OBP-867>
- Miller, E., Sedlak, M., Lin, D., Box, C., Holleman, C., Rochman, C.M., Sutton, R., 2021. Recommended best practices for collecting, analyzing, and reporting microplastics in environmental media: Lessons learned from comprehensive monitoring of San Francisco Bay. *Journal of Hazardous Materials* 409, 124770. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124770>
- Miller, M.E., Hamann, M., Kroon, F.J., 2020. Bioaccumulation and biomagnification of microplastics in marine organisms: A review and meta-analysis of current data. *PLOS ONE* 15, e0240792. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0240792>

- Mishra, S., Rath, C. charan, Das, A.P., 2019. Marine microfiber pollution: A review on present status and future challenges. *Marine Pollution Bulletin* 140, 188–197. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.01.039>
- Montarsolo, A., Mossotti, R., Patrucco, A., Caringella, R., Zoccola, M., Pozzo, P.D., Tonin, C., 2018. Study on the microplastics release from fishing nets. *Eur. Phys. J. Plus* 133, 494. <https://doi.org/10.1140/epjp/i2018-12415-1>
- Moore, C.J., 2008. Synthetic polymers in the marine environment: A rapidly increasing, long-term threat. *Environmental Research, The Plastic World* 108, 131–139. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2008.07.025>
- Moore, C.J., Lattin, G.L., Zellers, A.F., 2011. Quantity and type of plastic debris flowing from two urban rivers to coastal waters and beaches of Southern California. *RGCI* 11, 65–73. <https://doi.org/10.5894/rgci194>
- Morgana, S., Ghigliotti, L., Estévez-Calvar, N., Stifanese, R., Wieckzorek, A., Doyle, T., Christiansen, J.S., Faimali, M., Garaventa, F., 2018. Microplastics in the Arctic: A case study with sub-surface water and fish samples off Northeast Greenland. *Environmental Pollution* 242, 1078–1086. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.08.001>
- Morris, A.W., Hamilton, E.I., 1974. Polystyrene spherules in the Bristol Channel. *Marine Pollution Bulletin* 5, 26–27. [https://doi.org/10.1016/0025-326X\(74\)90311-7](https://doi.org/10.1016/0025-326X(74)90311-7)
- Mourshed, M., Masud, M.H., Rashid, F., Joardder, M.U.H., 2017. Towards the effective plastic waste management in Bangladesh: a review. *Environ Sci Pollut Res* 24, 27021–27046. <https://doi.org/10.1007/s11356-017-0429-9>
- Mu, J., Qu, L., Jin, F., Zhang, S., Fang, C., Ma, X., Zhang, W., Huo, C., Cong, Y., Wang, J., 2019a. Abundance and distribution of microplastics in the surface sediments from the northern Bering and Chukchi Seas. *Environmental Pollution* 245, 122–130. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.10.097>
- Mu, J., Zhang, S., Qu, L., Jin, F., Fang, C., Ma, X., Zhang, W., Wang, J., 2019b. Microplastics abundance and characteristics in surface waters from the Northwest Pacific, the Bering Sea, and the Chukchi Sea. *Marine Pollution Bulletin* 143, 58–65. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.04.023>

- Multisanti, C.R., Merola, C., Perugini, M., Aliko, V., Faggio, C., 2022. Sentinel species selection for monitoring microplastic pollution: A review on one health approach. *Ecological Indicators* 145, 109587. <https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2022.109587>
- Murphy, F., Ewins, C., Carbonnier, F., Quinn, B., 2016. Wastewater Treatment Works (WwTW) as a Source of Microplastics in the Aquatic Environment. *Environ. Sci. Technol.* 50, 5800–5808. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b05416>
- Murray, F., Cowie, P.R., 2011. Plastic contamination in the decapod crustacean *Nephrops norvegicus* (Linnaeus, 1758). *Marine Pollution Bulletin* 62, 1207–1217. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.03.032>
- Nadal, M.A., Alomar, C., Deudero, S., 2016. High levels of microplastic ingestion by the semipelagic fish bogue *Boops boops* (L.) around the Balearic Islands. *Environmental Pollution* 214, 517–523. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2016.04.054>
- Naidoo, T., Glassom, D., 2019. Sea-surface microplastic concentrations along the coastal shelf of KwaZulu–Natal, South Africa. *Marine Pollution Bulletin* 149. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.110514>
- Naidoo, T., Glassom, D., Smit, A.J., 2015. Plastic pollution in five urban estuaries of KwaZulu–Natal, South Africa. *Marine Pollution Bulletin* 101, 473–480. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.09.044>
- Nan, B., Su, L., Kellar, C., Craig, N.J., Keough, M.J., Pettigrove, V., 2020. Identification of microplastics in surface water and Australian freshwater shrimp *Paratya australiensis* in Victoria, Australia. *Environmental Pollution* 259, 113865. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.113865>
- Nantege, D., Odong, R., Auta, H.S., Keke, U.N., Ndatimana, G., Assie, A.F., Arimoro, F.O., 2023. Microplastic pollution in riverine ecosystems: threats posed on macroinvertebrates. *Environ Sci Pollut Res.* <https://doi.org/10.1007/s11356-023-27839-9>
- Napper, I.E., Baroth, A., Barrett, A.C., Bholá, S., Chowdhury, G.W., Davies, B.F.R., Duncan, E.M., Kumar, S., Nelms, S.E., Hasan Niloy, M.N., Nishat, B., Maddalene, T., Thompson, R.C., Koldewey, H., 2021. The abundance and characteristics of microplastics in surface water in the transboundary Ganges River. *Environmental Pollution* 274, 116348. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.116348>

- Napper, I.E., Thompson, R.C., 2016. Release of synthetic microplastic plastic fibres from domestic washing machines: Effects of fabric type and washing conditions. *Marine Pollution Bulletin* 112, 39–45. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.09.025>
- Nel, H.A., Sambrook Smith, G.H., Harmer, R., Sykes, R., Schneidewind, U., Lynch, I., Krause, S., 2020. Citizen science reveals microplastic hotspots within tidal estuaries and the remote Scilly Islands, United Kingdom. *Marine Pollution Bulletin* 161, 111776. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111776>
- Oo, P.Z., Boontanon, S.K., Boontanon, N., Tanaka, S., Fujii, S., 2021. Horizontal variation of microplastics with tidal fluctuation in the Chao Phraya River Estuary, Thailand. *Marine Pollution Bulletin* 173, 112933. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.112933>
- Ory, N.C., Lehmann, A., Javidpour, J., Stöhr, R., Walls, G.L., Clemmesen, C., 2020. Factors influencing the spatial and temporal distribution of microplastics at the sea surface – A year-long monitoring case study from the urban Kiel Fjord, southwest Baltic Sea. *Science of The Total Environment* 736, 139493. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139493>
- Ory, N.C., Sobral, P., Ferreira, J.L., Thiel, M., 2017. Amberstripe scad *Decapterus muroadsi* (Carangidae) fish ingest blue microplastics resembling their copepod prey along the coast of Rapa Nui (Easter Island) in the South Pacific subtropical gyre. *Science of The Total Environment* 586, 430–437. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.01.175>
- Osinski, R.D., Enders, K., Gräwe, U., Klingbeil, K., Radtke, H., 2020. Model uncertainties of a storm and their influence on microplastics and sediment transport in the Baltic Sea. *Ocean Science* 16, 1491–1507. <https://doi.org/10.5194/os-16-1491-2020>
- Pagano, M., Vazzana, I., Gentile, A., Caracappa, G., Faggio, C., 2019. Hematological and biochemical parameters in Sea turtles (*Caretta caretta*) after stranding. *Regional Studies in Marine Science* 32, 100832. <https://doi.org/10.1016/j.rsma.2019.100832>
- Palatinus, A., Kovač, V., Robič, U., Grego, M., Bajt, O., Šiljić, J., Suaria, G., Liubartseva, S., Coppini, G., Peterlin, M., 2019. Marine litter in the Croatian part of the middle Adriatic Sea: Simultaneous assessment of floating and seabed macro and micro litter abundance and composition. *Marine Pollution Bulletin* 139, 427–439. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.12.038>

- Pan, T., Liao, H., Yang, F., Sun, F., Guo, Y., Yang, H., Feng, D., Zhou, X., Wang, Q., 2023. Review of microplastics in lakes: sources, distribution characteristics, and environmental effects. *Carbon Res.* 2, 25. <https://doi.org/10.1007/s44246-023-00057-1>
- Pan, Z., Liu, Q., Jiang, R., Li, W., Sun, X., Lin, H., Jiang, S., Huang, H., 2021. Microplastic pollution and ecological risk assessment in an estuarine environment: The Dongshan Bay of China. *Chemosphere* 262. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127876>
- Pan, Z., Liu, Q., Sun, Y., Sun, X., Lin, H., 2019. Environmental implications of microplastic pollution in the Northwestern Pacific Ocean. *Marine Pollution Bulletin* 146, 215–224. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.06.031>
- Parać, M., Cuculić, V., Cukrov, Nuša, Geček, S., Lovrić, M., Cukrov, Neven, 2022. Microplastic Distribution through the Salinity Gradient in a Stratified Estuary. *Water* 14, 3255. <https://doi.org/10.3390/w14203255>
- Paredes, M., Castillo, T., Viteri, R., Fuentes, G., Boderó, E., 2019. Microplastics in the drinking water of the Riobamba city, Ecuador. *Scientific Review Engineering and Environmental Sciences (SREES)* 28, 653–663. <https://doi.org/10.22630/PNIKS.2019.28.4.59>
- Park, T.-J., Lee, S.-H., Lee, M.-S., Lee, J.-K., Park, J.-H., Zoh, K.-D., 2020. Distributions of Microplastics in Surface Water, Fish, and Sediment in the Vicinity of a Sewage Treatment Plant. *Water* 12, 3333. <https://doi.org/10.3390/w12123333>
- Pasquier, G., Doyen, P., Carlesi, N., Amara, R., 2022a. An innovative approach for microplastic sampling in all surface water bodies using an aquatic drone. *Heliyon* 8, e11662. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11662>
- Pasquier, G., Doyen, P., Dehaut, A., Veillet, G., Duflos, G., Amara, R., 2023. Vertical distribution of microplastics in a river water column using an innovative sampling method. *Environ Monit Assess* 195, 1302. <https://doi.org/10.1007/s10661-023-11915-1>
- Pasquier, G., Doyen, P., Kazour, M., Dehaut, A., Diop, M., Duflos, G., Amara, R., 2022b. Manta Net: The Golden Method for Sampling Surface Water Microplastics in Aquatic Environments. *Frontiers in Environmental Science* 10.
- Patrício Silva, A.L., Prata, J.C., Walker, T.R., Duarte, A.C., Ouyang, W., Barcelò, D., Rocha-Santos, T., 2021. Increased plastic pollution due to COVID-19 pandemic: Challenges and

recommendations. *Chemical Engineering Journal* 405, 126683.
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.126683>

Pazos, R.S., Bauer, D.E., Gómez, N., 2018. Microplastics integrating the coastal planktonic community in the inner zone of the Río de la Plata estuary (South America). *Environmental Pollution* 243, 134–142. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.08.064>

Pedrotti, M.L., Bruzaud, S., Dumontet, B., Elineau, A., Petit, S., Grohens, Y., Voisin, P., Crebassa, J.-C., Gorsky, G., 2014. Plastic fragments on the surface of Mediterranean waters 9.

Peng, G., Xu, B., Li, D., 2022. Gray Water from Ships: A Significant Sea-Based Source of Microplastics? *Environ. Sci. Technol.* 56, 4–7. <https://doi.org/10.1021/acs.est.1c05446>

Peng, X., Chen, M., Chen, S., Dasgupta, S., Xu, H., Ta, K., Du, M., Li, J., Guo, Z., Bai, S., 2018. Microplastics contaminate the deepest part of the world's ocean. *Geochemical Perspectives Letters* 9, 1–5. <https://doi.org/10.7185/geochemlet.1829>

Philippines: Plastics Circularity Opportunities Report [WWW Document], n.d. . World Bank. URL <https://www.worldbank.org/en/country/philippines/publication/market-study-for-philippines-plastics-circularity-opportunities-and-barriers-report-landing-page> (accessed 9.13.23).

Phuong, N.N., Poirier, L., Pham, Q.T., Lagarde, F., Zalouk-Vergnoux, A., 2018. Factors influencing the microplastic contamination of bivalves from the French Atlantic coast: Location, season and/or mode of life? *Marine Pollution Bulletin* 129, 664–674. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.10.054>

Pinheiro, L.M., Agostini, V.O., Lima, A.R.A., Ward, R.D., Pinho, G.L.L., 2021. The fate of plastic litter within estuarine compartments: An overview of current knowledge for the transboundary issue to guide future assessments. *Environmental Pollution* 279, 116908. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.116908>

Pinheiro, M., Martins, I., Raimundo, J., Caetano, M., Neuparth, T., Santos, M.M., 2023. Stressors of emerging concern in deep-sea environments: microplastics, pharmaceuticals, personal care products and deep-sea mining. *Science of The Total Environment* 876, 162557. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.162557>

Pini, A., Tomassetti, P., Matiddi, M., Lucia, G.A. de, Camedda, A., Zampetti, G., Lattanzi, C., Leuzzi, G., Monti, P., 2018. Microplastic samplings and inverse trajectory recognition in the

Mediterranean Sea, in: 2018 IEEE International Workshop on Metrology for the Sea; Learning to Measure Sea Health Parameters (MetroSea). Presented at the 2018 IEEE International Workshop on Metrology for the Sea; Learning to Measure Sea Health Parameters (MetroSea), pp. 115–119. <https://doi.org/10.1109/MetroSea.2018.8657848>

Plastic production worldwide 2021 [WWW Document], n.d. . Statista. URL <https://www.statista.com/statistics/282732/global-production-of-plastics-since-1950/> (accessed 8.14.23).

Plastics - the Facts 2022 • Plastics Europe, 2023. . Plastics Europe. URL <https://plasticseurope.org/knowledge-hub/plastics-the-facts-2022/> (accessed 7.6.23).

Plastics Europe • Enabling a sustainable future [WWW Document], 2023. . Plastics Europe. URL <https://plasticseurope.org/> (accessed 8.14.23).

Plastics Market Study for Malaysia [WWW Document], n.d. . World Bank. URL <https://www.worldbank.org/en/country/malaysia/publication/market-study-for-malaysia-plastics-circularity-opportunities-and-barriers> (accessed 9.13.23).

Pohl, F., Hildebrandt, L., O'Dell, J., Talling, P., Baker, M., El Gareb, F., La Nasa, J., De Falco, F., Mattonai, M., Ruffell, S., Eggenhuisen, J., Modugno, F., Proefrock, D., Pope, E., Silva Jacinto, R., Heijnen, M., Hage, S., Simmons, S., Hasenhündl, M., Heerema, C., 2023. The submarine Congo Canyon as a conduit for microplastics to the deep sea EGU-12344. <https://doi.org/10.5194/egusphere-egu23-12344>

Prata, J.C., da Costa, J.P., Duarte, A.C., Rocha-Santos, T., 2019. Methods for sampling and detection of microplastics in water and sediment: A critical review. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 110, 150–159. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.10.029>

Prokić, M.D., Gavrilović, B.R., Radovanović, T.B., Gavrić, J.P., Petrović, T.G., Despotović, S.G., Faggio, C., 2021. Studying microplastics: Lessons from evaluated literature on animal model organisms and experimental approaches. *Journal of Hazardous Materials* 414, 125476. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.125476>

Rajesh, M., 2020. Impact of Microplastics on Aquatic Organisms and Human Health: A Review. *IJESNR* 26. <https://doi.org/10.19080/IJESNR.2020.26.556184>

- Raju, S., Carbery, M., Kuttykattil, A., Senathirajah, K., Subashchandrabose, S.R., Evans, G., Thavamani, P., 2018. Transport and fate of microplastics in wastewater treatment plants: implications to environmental health. *Rev Environ Sci Biotechnol* 17, 637–653. <https://doi.org/10.1007/s11157-018-9480-3>
- Ramadan, A.H., Sembiring, E., 2020. Occurrence of Microplastic in surface water of Jatiluhur Reservoir. Presented at the E3S Web of Conferences. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202014807004>
- Ravit, B., Cooper, K., Moreno, G., Buckley, B., Yang, I., Deshpande, A., Meola, S., Jones, D., Hsieh, A., 2017. Microplastics in urban New Jersey freshwaters: distribution, chemical identification, and biological affects. *AIMS Environmental Science* 4, 809–826. <https://doi.org/10.3934/environsci.2017.6.809>
- Ray, S.S., Lee, H.K., Huyen, D.T.T., Chen, S.-S., Kwon, Y.-N., 2022. Microplastics waste in environment: A perspective on recycling issues from PPE kits and face masks during the COVID-19 pandemic. *Environmental Technology & Innovation* 26, 102290. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2022.102290>
- Razeghi, N., Hamidian, A.H., Wu, C., Zhang, Y., Yang, M., 2021. Microplastic sampling techniques in freshwaters and sediments: a review. *Environ Chem Lett* 19, 4225–4252. <https://doi.org/10.1007/s10311-021-01227-6>
- Reisser, J., Shaw, J., Hallegraeff, G., Proietti, M., Barnes, D.K.A., Thums, M., Wilcox, C., Hardesty, B.D., Pattiaratchi, C., 2014. Millimeter-Sized Marine Plastics: A New Pelagic Habitat for Microorganisms and Invertebrates. *PLOS ONE* 9, e100289. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0100289>
- Reporting Guidelines to Increase the Reproducibility and Comparability of Research on Microplastics - Win Cowger, Andy M. Booth, Bonnie M. Hamilton, Clara Thaysen, Sebastian Primpke, Keenan Munno, Amy L. Lusher, Alexandre Dehaut, Vitor P. Vaz, Max Liboiron, Lisa I. Devriese, Ludovic Hermabessiere, Chelsea Rochman, Samantha N. Athey, Jennifer M. Lynch, Hannah De Frond, Andrew Gray, Oliver A.H. Jones, Susanne Brander, Clare Steele, Shelly Moore, Alterra Sanchez, Holly Nel, 2020 [WWW Document], n.d. URL <https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/0003702820930292> (accessed 9.4.23).

- Rezaei, M., Riksen, M.J.P.M., Sirjani, E., Sameni, A., Geissen, V., 2019. Wind erosion as a driver for transport of light density microplastics. *Science of The Total Environment* 669, 273–281. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.02.382>
- Ribeiro, V.V., Nobre, C.R., Moreno, B.B., Semensatto, D., Sanz-Lazaro, C., Moreira, L.B., Castro, Í.B., 2023. Oysters and mussels as equivalent sentinels of microplastics and natural particles in coastal environments. *Science of The Total Environment* 874, 162468. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.162468>
- Ripken, C., Kotsifaki, D.G., Nic Chormaic, S., 2021. Analysis of small microplastics in coastal surface water samples of the subtropical island of Okinawa, Japan. *Science of The Total Environment* 760, 143927. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.143927>
- Robin, R.S., Karthik, R., Purvaja, R., Ganguly, D., Anandavelu, I., Mugilarasan, M., Ramesh, R., 2020. Holistic assessment of microplastics in various coastal environmental matrices, southwest coast of India. *Sci Total Environ* 703, 134947. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.134947>
- Rodrigues, D., Antunes, J., Otero, V., Sobral, P., Costa, M.H., 2020. Distribution Patterns of Microplastics in Seawater Surface at a Portuguese Estuary and Marine Park. *Frontiers in Environmental Science*. <http://dx.doi.org/10.3389/fenvs.2020.582217>
- Rodrigues, S.M., Almeida, C.M.R., Silva, D., Cunha, J., Antunes, C., Freitas, V., Ramos, S., 2019. Microplastic contamination in an urban estuary: Abundance and distribution of microplastics and fish larvae in the Douro estuary. *Science of The Total Environment* 659, 1071–1081. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.12.273>
- Rojo, L., Muhlia-Almazan, A., Saborowski, R., García-Carreño, F., 2010. Aspartic Cathepsin D Endopeptidase Contributes to Extracellular Digestion in Clawed Lobsters *Homarus americanus* and *Homarus gammarus*. *Mar Biotechnol* 12, 696–707. <https://doi.org/10.1007/s10126-010-9257-3>
- Ronda, A.C., Arias, A.H., Oliva, A.L., Marcovecchio, J.E., 2019. Synthetic microfibers in marine sediments and surface seawater from the Argentinean continental shelf and a Marine Protected Area. *Marine Pollution Bulletin* 149, 110618. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.110618>

- Rose, D., Webber, M., 2019. Characterization of microplastics in the surface waters of Kingston Harbour. *Science of the Total Environment* 664, 753–760. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.01.319>
- Rowley, K.H., Cucknell, A.-C., Smith, B.D., Clark, P.F., Morrill, D., 2020. London's river of plastic: High levels of microplastics in the Thames water column. *Science of The Total Environment* 740, 140018. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.140018>
- Ruangpanupan, N., Ussawarujikulchai, A., Prapagdee, B., Chavanich, S., 2022. Microplastics in the surface seawater of Bandon Bay, Gulf of Thailand. *Marine Pollution Bulletin* 179, 113664. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2022.113664>
- Ruiz-Orejón, L.F., Sardá, R., Ramis-Pujol, J., 2016. Floating plastic debris in the Central and Western Mediterranean Sea. *Marine Environmental Research* 120, 136–144. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2016.08.001>
- Ruiz-Orejón, L.F., Sardá, R., Ramis-Pujol, J., 2018. Now, you see me: High concentrations of floating plastic debris in the coastal waters of the Balearic Islands (Spain). *Marine Pollution Bulletin* 133, 636–646. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.06.010>
- Ryan, P.G., 2015. A Brief History of Marine Litter Research, in: Bergmann, M., Gutow, L., Klages, M. (Eds.), *Marine Anthropogenic Litter*. Springer International Publishing, Cham, pp. 1–25. https://doi.org/10.1007/978-3-319-16510-3_1
- Ryan, P.G., Perold, V., Osborne, A., Moloney, C.L., 2018. Consistent patterns of debris on South African beaches indicate that industrial pellets and other mesoplastic items mostly derive from local sources. *Environmental Pollution* 238, 1008–1016. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.02.017>
- Ryan, P.G., Suaria, G., Perold, V., Pierucci, A., Bornman, T.G., Aliani, S., 2020. Sampling microfibrils at the sea surface: The effects of mesh size, sample volume and water depth. *Environmental Pollution* 258, 113413. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.113413>
- Sadri, S.S., Thompson, R.C., 2014. On the quantity and composition of floating plastic debris entering and leaving the Tamar Estuary, Southwest England. *Marine Pollution Bulletin* 81, 55–60. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.02.020>

- Santillo, D., Oakes, G., Labunska, I., Casado, J., Brigden, K., Thompson, K., Wang, M., Johnston, P., n.d. Physical and chemical characterisation of sea-surface microplastics collected from coastal and inland waters of Scotland in the summer of 2017 63.
- Sarkar, D.J., Das Sarkar, S., Das, B.K., Manna, R.K., Behera, B.K., Samanta, S., 2019. Spatial distribution of meso and microplastics in the sediments of river Ganga at eastern India. *Science of The Total Environment* 694, 133712. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.133712>
- Schmidt, N., Thibault, D., Galgani, F., Paluselli, A., Sempéré, R., 2018. Occurrence of microplastics in surface waters of the Gulf of Lion (NW Mediterranean Sea). *Progress in Oceanography*, Special issue of MERMEX project: Recent advances in the oceanography of the Mediterranean Sea 163, 214–220. <https://doi.org/10.1016/j.pocean.2017.11.010>
- Schönlau, C., Karlsson, T.M., Rotander, A., Nilsson, H., Engwall, M., van, B., Kärman, A., 2020. Microplastics in sea-surface waters surrounding Sweden sampled by manta trawl and in-situ pump. *Marine Pollution Bulletin* 153. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111019>
- Scott, N., Porter, A., Santillo, D., Simpson, H., Lloyd-Williams, S., Lewis, C., 2019. Particle characteristics of microplastics contaminating the mussel *Mytilus edulis* and their surrounding environments. *Marine Pollution Bulletin* 146, 125–133. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.05.041>
- Sea surface microplastics in Slovenian part of the Northern Adriatic, 2016. . *Marine Pollution Bulletin* 113, 392–399. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.10.031>
- Selective transport of microplastics and mesoplastics by drifting in coastal waters, 2014. . *Marine Pollution Bulletin* 89, 324–330. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.09.041>
- Sembiring, E., Fareza, A.A., Suendo, V., Reza, M., 2020. The Presence of Microplastics in Water, Sediment, and Milkfish (*Chanos chanos*) at the Downstream Area of Citarum River, Indonesia. *Water, Air, and Soil Pollution* 231. <https://doi.org/10.1007/s11270-020-04710-y>
- Sentchev, A., Yaremchuk, M., 2016. Monitoring tidal currents with a towed ADCP system. *Ocean Dynamics* 66, 119–132. <https://doi.org/10.1007/s10236-015-0913-z>
- Setälä, O., Magnusson, K., Lehtiniemi, M., Norén, F., 2016. Distribution and abundance of surface water microlitter in the Baltic Sea: A comparison of two sampling methods. *Marine Pollution Bulletin* 110, 177–183. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.06.065>

- Setälä, O., Tirroniemi, J., Lehtiniemi, M., 2022. Testing citizen science as a tool for monitoring surface water microplastics. *Environ Monit Assess* 194, 851. <https://doi.org/10.1007/s10661-022-10487-w>
- Sewwandi, M., Hettithanthri, O., Egodage, S.M., Amarathunga, A.A.D., Vithanage, M., 2022. Unprecedented marine microplastic contamination from the X-Press Pearl container vessel disaster. *Science of The Total Environment* 828, 154374. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.154374>
- Shahul Hamid, F., Bhatti, M.S., Anuar, Norkhairiyah, Anuar, Norkhairah, Mohan, P., Periathamby, A., 2018. Worldwide distribution and abundance of microplastic: How dire is the situation? *Waste Manag Res* 36, 873–897. <https://doi.org/10.1177/0734242X18785730>
- Sharma, V.K., Ma, X., Lichtfouse, E., Robert, D., 2023. Nanoplastics are potentially more dangerous than microplastics. *Environ Chem Lett* 21, 1933–1936. <https://doi.org/10.1007/s10311-022-01539-1>
- Sheavly, S.B., Register, K.M., 2007. Marine Debris & Plastics: Environmental Concerns, Sources, Impacts and Solutions. *J Polym Environ* 15, 301–305. <https://doi.org/10.1007/s10924-007-0074-3>
- Shim, W.J., Hong, S.H., Eo, S., 2018. Chapter 1 - Marine Microplastics: Abundance, Distribution, and Composition, in: Zeng, E.Y. (Ed.), *Microplastic Contamination in Aquatic Environments*. Elsevier, pp. 1–26. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813747-5.00001-1>
- Shu, X., Xu, L., Yang, M., Qin, Z., Zhang, Q., Zhang, L., 2023. Spatial distribution characteristics and migration of microplastics in surface water, groundwater and sediment in karst areas: The case of Yulong River in Guilin, Southwest China. *Science of The Total Environment* 868, 161578. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.161578>
- Siegfried, M., Koelmans, A.A., Besseling, E., Kroeze, C., 2017. Export of microplastics from land to sea. A modelling approach. *Water Research* 127, 249–257. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.10.011>
- Sighicelli, M., Pietrelli, L., Lecce, F., Iannilli, V., Falconieri, M., Coscia, L., Di Vito, S., Nuglio, S., Zampetti, G., 2018. Microplastic pollution in the surface waters of Italian Subalpine Lakes. *Environmental Pollution* 236, 645–651. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.02.008>

- Sillanpää, M., Sainio, P., 2017. Release of polyester and cotton fibers from textiles in machine washings. *Environ Sci Pollut Res* 24, 19313–19321. <https://doi.org/10.1007/s11356-017-9621-1>
- So, W.K., Chan, K., Not, C., 2018. Abundance of plastic microbeads in Hong Kong coastal water. *Marine Pollution Bulletin* 133, 500–505. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.05.066>
- Song, K., Ding, R., Sun, C., Yao, L., Zhang, W., 2021. Microparticles and microplastics released from daily use of plastic feeding and water bottles and plastic injectors: potential risks to infants and children in China. *Environ Sci Pollut Res* 28, 59813–59820. <https://doi.org/10.1007/s11356-021-14939-7>
- Song, Y.K., Hong, S.H., Eo, S., Jang, M., Han, G.M., Isobe, A., Shim, W.J., 2018. Horizontal and Vertical Distribution of Microplastics in Korean Coastal Waters. *Environ. Sci. Technol.* 52, 12188–12197. <https://doi.org/10.1021/acs.est.8b04032>
- Song, Y.K., Hong, S.H., Jang, M., Kang, J.-H., Kwon, O.Y., Han, G.M., Shim, W.J., 2014. Large Accumulation of Micro-sized Synthetic Polymer Particles in the Sea Surface Microlayer. *Environ. Sci. Technol.* 48, 9014–9021. <https://doi.org/10.1021/es501757s>
- Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment (Part 1) [WWW Document], 2022. . GESAMP. URL <http://www.gesamp.org/publications/reports-and-studies-no-90> (accessed 7.8.22).
- Soursou, V., Campo, J., Picó, Y., 2023. A critical review of the novel analytical methods for the determination of microplastics in sand and sediment samples. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 166, 117190. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2023.117190>
- Stara, A., Pagano, M., Capillo, G., Fabrello, J., Sandova, M., Albano, M., Zuskova, E., Velisek, J., Matozzo, V., Faggio, C., 2020. Acute effects of neonicotinoid insecticides on *Mytilus galloprovincialis*: A case study with the active compound thiacloprid and the commercial formulation calypso 480 SC. *Ecotoxicology and Environmental Safety* 203, 110980. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2020.110980>
- Stead, J.L., Cundy, A.B., Hudson, M.D., Thompson, C.E.L., Williams, I.D., Russell, A.E., Pabortsava, K., 2020. Identification of tidal trapping of microplastics in a temperate salt marsh system using sea surface microlayer sampling. *Sci Rep* 10, 14147. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-70306-5>

- Stock, F., Kochleus, C., Bänisch-Baltruschat, B., Brennholt, N., Reifferscheid, G., 2019. Sampling techniques and preparation methods for microplastic analyses in the aquatic environment – A review. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 113, 84–92. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2019.01.014>
- Suksangchan, R., Keawsang, R., Worachananant, S., Thamrongnawasawat, T., Phaksopa, J., 2020. Suspended microplastics during a tidal cycle in sea-surface waters around Chao Phraya River mouth, Thailand. *ScienceAsia* 46, 724. <https://doi.org/10.2306/scienceasia1513-1874.2020.091>
- Sul, J.A.I. do, Costa, M.F., Fillmann, G., 2014. Microplastics in the pelagic environment around oceanic islands of the Western Tropical Atlantic Ocean. *Water Air Soil Pollut* 225, 1–13. <https://doi.org/10.1007/s11270-014-2004-z>
- Sun, J., Dai, X., Wang, Q., van Loosdrecht, M.C.M., Ni, B.-J., 2019. Microplastics in wastewater treatment plants: Detection, occurrence and removal. *Water Research* 152, 21–37. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.12.050>
- Sun, X., Jia, Q., Ye, J., Zhu, Y., Song, Z., Guo, Y., Chen, H., 2023. Real-time variabilities in microplastic abundance and characteristics of urban surface runoff and sewer overflow in wet weather as impacted by land use and storm factors. *Science of The Total Environment* 859, 160148. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.160148>
- Sussarellu, R., Suquet, M., Thomas, Y., Lambert, C., Fabioux, C., Pernet, M.E.J., Le Goïc, N., Quillien, V., Mingant, C., Epelboin, Y., Corporeau, C., Guyomarch, J., Robbens, J., Paul-Pont, I., Soudant, P., Huvet, A., 2016. Oyster reproduction is affected by exposure to polystyrene microplastics. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 113, 2430–2435. <https://doi.org/10.1073/pnas.1519019113>
- Suteja, Y., Atmadipoera, A.S., Riani, E., Nurjaya, I.W., Nugroho, D., Cordova, M.R., 2021. Spatial and temporal distribution of microplastic in surface water of tropical estuary: Case study in Bena Bay, Bali, Indonesia. *Marine Pollution Bulletin* 163, 111979. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.111979>
- Syakti, A.D., 2017. Microplastics Monitoring in Marine Environment. *Omni-Akuatika* 13. <https://doi.org/10.20884/1.oa.2017.13.2.430>
- Syakti, A.D., Bouhroum, R., Hidayati, N.V., Koenawan, C.J., Boulkamh, A., Sulisty, I., Lebarillier, S., Akhlus, S., Doumenq, P., Wong-Wah-Chung, P., 2017. Beach macro-litter monitoring and

- floating microplastic in a coastal area of Indonesia. *Marine Pollution Bulletin* 122, 217–225. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.06.046>
- Ta, A.T., Babel, S., Haarstrick, A., 2020. Microplastics contamination in a high population density area of the chao phraya river, Bangkok. *Journal of Engineering and Technological Sciences* 52, 534–545. <https://doi.org/10.5614/j.eng.technol.sci.2020.52.4.6>
- Tamminga, M., Fischer, E.K., 2020. Microplastics in a deep, dimictic lake of the North German Plain with special regard to vertical distribution patterns. *Environmental Pollution* 267, 115507. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.115507>
- Tamminga, M., Hengstmann, E., Fischer, E.K., 2018. Microplastic analysis in the South Funen Archipelago, Baltic Sea, implementing manta trawling and bulk sampling. *Marine Pollution Bulletin* 128, 601–608. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.01.066>
- Tamminga, M., Stoewer, S.-C., Fischer, E.K., 2019. On the representativeness of pump water samples versus manta sampling in microplastic analysis. *Environmental Pollution* 254, 112970. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.112970>
- Tokai, T., Uchida, K., Kuroda, M., Isobe, A., 2021. Mesh selectivity of neuston nets for microplastics. *Marine Pollution Bulletin* 165, 112111. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.112111>
- Thompson, R.C., Olsen, Y., Mitchell, R.P., Davis, A., Rowland, S.J., John, A.W.G., McGonigle, D., Russell, A.E., 2004. Lost at Sea: Where Is All the Plastic? *Science* 304, 838–838. <https://doi.org/10.1126/science.1094559>
- Tošić, T.N., Vrugink, M., Vesman, A., 2020. Microplastics quantification in surface waters of the Barents, Kara and White Seas. *Marine Pollution Bulletin* 161. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111745>
- Treilles, R., Cayla, A., Gaspéri, J., Strich, B., Ausset, P., Tassin, B., 2020. Impacts of organic matter digestion protocols on synthetic, artificial and natural raw fibers. *Sci Total Environ* 748, 141230. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.141230>
- Treilles, R., Gasperi, J., Gallard, A., Saad, M., Dris, R., Partibane, C., Breton, J., Tassin, B., 2021. Microplastics and microfibers in urban runoff from a suburban catchment of Greater Paris. *Environmental Pollution* 287, 117352. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.117352>

- Treilles, R., Gasperi, J., Tramoy, R., Dris, R., Gallard, A., Partibane, C., Tassin, B., 2022. Microplastic and microfiber fluxes in the Seine River: Flood events versus dry periods. *Science of The Total Environment* 805, 150123. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.150123>
- Tziourrou, P., Kordella, S., Ardali, Y., Papatheodorou, G., Karapanagioti, H.K., 2021. Microplastics formation based on degradation characteristics of beached plastic bags. *Marine Pollution Bulletin* 169, 112470. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.112470>
- Unnikrishnan, V., Valsan, G., Amrutha, K., Sebastian, J.G., Rangel-Buitrago, N., Khaleel, R., Chandran, T., Reshma, S.R., Warriar, A.K., 2023. A baseline study of microplastic pollution in a Southern Indian Estuary. *Marine Pollution Bulletin* 186, 114468. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2022.114468>
- Uogintė, I., Pleskytė, S., Pauraitė, J., Lujanienė, G., 2022. Seasonal variation and complex analysis of microplastic distribution in different WWTP treatment stages in Lithuania. *Environ Monit Assess* 194, 829. <https://doi.org/10.1007/s10661-022-10478-x>
- Uurasjärvi, E., Hartikainen, S., Setälä, O., Lehtiniemi, M., Koistinen, A., 2020. Microplastic concentrations, size distribution, and polymer types in the surface waters of a northern European lake. *Water Environment Research* 92, 149–156. <https://doi.org/10.1002/wer.1229>
- Van Cauwenberghe, L., Devriese, L., Galgani, F., Robbins, J., Janssen, C.R., 2015. Microplastics in sediments: A review of techniques, occurrence and effects. *Marine Environmental Research, Particles in the Oceans: Implication for a safe marine environment* 111, 5–17. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2015.06.007>
- Van Cauwenberghe, L., Janssen, C.R., 2014. Microplastics in bivalves cultured for human consumption. *Environmental Pollution* 193, 65–70. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2014.06.010>
- van der Hal, N., Ariel, A., Angel, D.L., 2017. Exceptionally high abundances of microplastics in the oligotrophic Israeli Mediterranean coastal waters. *Marine Pollution Bulletin* 116, 151–155. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.12.052>
- van Wijnen, J., Ragas, A.M.J., Kroeze, C., 2019. Modelling global river export of microplastics to the marine environment: Sources and future trends. *Science of The Total Environment* 673, 392–401. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.04.078>

- Vasantha Raman, N., Dubey, A., Millar, E., Nava, V., Leoni, B., Gallego, I., 2023. Monitoring contaminants of emerging concern in aquatic systems through the lens of citizen science. *Science of The Total Environment* 874, 162527. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.162527>
- Vermaire, J.C., Pomeroy, C., Herczegh, S.M., Haggart, O., Murphy, M., 2017. Microplastic abundance and distribution in the open water and sediment of the Ottawa River, Canada, and its tributaries. *FACETS*. <https://doi.org/10.1139/facets-2016-0070>
- Vermeiren, P., Muñoz, C.C., Ikejima, K., 2016. Sources and sinks of plastic debris in estuaries: A conceptual model integrating biological, physical and chemical distribution mechanisms. *Marine Pollution Bulletin* 113, 7–16. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.10.002>
- Verschoor, A., Poorter, L., Roex, E., Bellert, B., 2014. Quick scan and prioritization of microplastic sources and emissions.
- Villarrubia-Gómez, P., Cornell, S.E., Fabres, J., 2018. Marine plastic pollution as a planetary boundary threat – The drifting piece in the sustainability puzzle. *Marine Policy* 96, 213–220. <https://doi.org/10.1016/j.marpol.2017.11.035>
- Volume 6 Plankton and .The minimum size of plankton collected with a plankton net is defined by the - [PDF Document] [WWW Document], n.d. . fdocuments.in. URL <https://fdocuments.in/document/volume-6-plankton-and-the-minimum-size-of-plankton-collected-with-a-plankton.html> (accessed 2.7.22).
- Wagner, M., Lambert, S. (Eds.), 2018. *Freshwater Microplastics: Emerging Environmental Contaminants?*, *The Handbook of Environmental Chemistry*. Springer International Publishing, Cham. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-61615-5>
- Walkinshaw, C., Lindeque, P.K., Thompson, R., Tolhurst, T., Cole, M., 2020. Microplastics and seafood: lower trophic organisms at highest risk of contamination. *Ecotoxicology and Environmental Safety* 190, 110066. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2019.110066>
- Wang, T., Tong, C., Wu, F., Jiang, S., Zhang, S., 2023. Distribution characteristics of microplastics and corresponding feeding habits of the dominant shrimps in the rivers of Chongming Island. *Science of The Total Environment* 888, 164041. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.164041>

- Wang, Z.-C., Yang, J.-L., Yang, F., Yang, W.-H., Li, W.-P., Li, X., 2021. [Distribution Characteristics of Microplastics in Ice Sheets and Its Response to Salinity and Chlorophyll a in the Lake Wuliangsuhai]. *Huan Jing Ke Xue* 42, 673–680. <https://doi.org/10.13227/j.hjcx.202007042>
- Wang, S., Chen, H., Zhou, X., Tian, Y., Lin, C., Wang, W., Zhou, K., Zhang, Y., Lin, H., 2020a. Microplastic abundance, distribution and composition in the mid-west Pacific Ocean. *Environmental Pollution* 264, 114125. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.114125>
- Wang, W., Ge, J., Yu, X., 2020b. Bioavailability and toxicity of microplastics to fish species: A review. *Ecotoxicology and Environmental Safety* 189, 109913. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2019.109913>
- Wang, J., Lu, L., Wang, M., Jiang, T., Liu, X., Ru, S., 2019a. Typhoons increase the abundance of microplastics in the marine environment and cultured organisms: A case study in Sanggou Bay, China. *Science of The Total Environment* 667, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.02.367>
- Wang, J., Wang, M., Ru, S., Liu, X., 2019b. High levels of microplastic pollution in the sediments and benthic organisms of the South Yellow Sea, China. *Science of The Total Environment* 651, 1661–1669. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.10.007>
- Wang, W., Yuan, W., Chen, Y., Wang, J., 2018. Microplastics in surface waters of Dongting Lake and Hong Lake, China. *Science of The Total Environment* 633, 539–545. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.03.211>
- Wang, W., Ndungu, A.W., Li, Z., Wang, J., 2017. Microplastics pollution in inland freshwaters of China: A case study in urban surface waters of Wuhan, China. *Science of The Total Environment* 575, 1369–1374. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.09.213>
- Wardrop, P., Shimeta, J., Nugegoda, D., Morrison, P.D., Miranda, A., Tang, M., Clarke, B.O., 2016. Chemical Pollutants Sorbed to Ingested Microbeads from Personal Care Products Accumulate in Fish. *Environ. Sci. Technol.* 50, 4037–4044. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b06280>
- Watkins, L., Sullivan, P.J., Walter, M.T., 2021. What You Net Depends on if You Grab: A Meta-analysis of Sampling Method's Impact on Measured Aquatic Microplastic Concentration. *Environmental Science & Technology*. <https://doi.org/10.1021/acs.est.1c03019>

- Watts, A.J.R., Urbina, M.A., Corr, S., Lewis, C., Galloway, T.S., 2015. Ingestion of Plastic Microfibers by the Crab *Carcinus maenas* and Its Effect on Food Consumption and Energy Balance. *Environ. Sci. Technol.* 49, 14597–14604. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b04026>
- Wei, N., Bai, M., Wang, Y., Wang, J., Liu, K., Zhu, L., Zhang, F., Wang, X., Wu, T., Zhang, Z., Li, C., Wu, H., Song, Z., Jiang, P., Li, D., 2023. Dynamic signatures of microplastic distribution across the water column of Yangtze River Estuary: Complicated implication of tidal effects. *Marine Environmental Research* 188, 106005. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2023.106005>
- Weideman, E.A., Perold, V., Ryan, P.G., 2019. Little evidence that dams in the Orange–Vaal River system trap floating microplastics or microfibres. *Marine Pollution Bulletin* 149, 110664. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.110664>
- Wessel, C.C., Lockridge, G.R., Battiste, D., Cebrian, J., 2016. Abundance and characteristics of microplastics in beach sediments: Insights into microplastic accumulation in northern Gulf of Mexico estuaries. *Marine Pollution Bulletin* 109, 178–183. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.06.002>
- Williams, A.T., Randerson, P., Allen, C., Cooper, J.A.G., 2017. Beach litter sourcing: A trawl along the Northern Ireland coastline. *Marine Pollution Bulletin* 122, 47–64. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.05.066>
- Williams, A.T., Randerson, P., Di Giacomo, C., Anfuso, G., Macias, A., Perales, J.A., 2016. Distribution of beach litter along the coastline of Cádiz, Spain. *Marine Pollution Bulletin* 107, 77–87. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.04.015>
- Wong, C.S., Green, D.R., Cretney, W.J., 1974. Quantitative Tar and Plastic Waste Distributions in the Pacific Ocean. *Nature* 247, 30–32. <https://doi.org/10.1038/247030a0>
- Wong, G., Löwemark, L., Kunz, A., 2020. Microplastic pollution of the Tamsui River and its tributaries in northern Taiwan: Spatial heterogeneity and correlation with precipitation. *Environmental Pollution* 260. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.113935>
- Woodall, L.C., Sanchez-Vidal, A., Canals, M., Paterson, G.L.J., Coppock, R., Sleight, V., Calafat, A., Rogers, A.D., Narayanaswamy, B.E., Thompson, R.C., 2014. The deep sea is a major sink for microplastic debris. *Royal Society Open Science* 1, 140317. <https://doi.org/10.1098/rsos.140317>

- Wright, L.S., Napper, I.E., Thompson, R.C., 2021. Potential microplastic release from beached fishing gear in Great Britain's region of highest fishing litter density. *Marine Pollution Bulletin* 173, 113115. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.113115>
- Wright, S.L., Kelly, F.J., 2017. Plastic and Human Health: A Micro Issue? *Environ. Sci. Technol.* 51, 6634–6647. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b00423>
- Wright, S.L., Thompson, R.C., Galloway, T.S., 2013. The physical impacts of microplastics on marine organisms: A review. *Environmental Pollution* 178, 483–492. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2013.02.031>
- Wu, F., Pennings, S.C., Tong, C., Xu, Y., 2020. Variation in microplastics composition at small spatial and temporal scales in a tidal flat of the Yangtze Estuary, China. *Science of The Total Environment* 699, 134252. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.134252>
- Wu, P., Huang, J., Zheng, Y., Yang, Y., Zhang, Y., He, F., Chen, H., Quan, G., Yan, J., Li, T., Gao, B., 2019. Environmental occurrences, fate, and impacts of microplastics. *Ecotoxicol Environ Saf* 184, 109612. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2019.109612>
- Wu, Yinglin, Chen, X., Wen, L., Li, Z., Peng, M., Wu, H., Xie, L., 2022. Linking human activity to spatial accumulation of microplastics along mangrove coasts. *Science of The Total Environment* 825, 154014. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.154014>
- Wu, Yue, Wang, S., Wu, L., Yang, Y., Yu, X., Liu, Q., Liu, X., Li, Y., Wang, X., 2022. Vertical distribution and river-sea transport of microplastics with tidal fluctuation in a subtropical estuary, China. *Science of The Total Environment* 822, 153603. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.153603>
- Xia, F., Wang, Y., Wang, D., Cai, Y., Zhang, J., 2023. Seasonal pulse effect of microplastics in the river catchment-From tributary catchment to mainstream. *Journal of Environmental Management* 342, 118316. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2023.118316>
- Xia, F., Yao, Q., Zhang, J., Wang, D., 2021. Effects of seasonal variation and resuspension on microplastics in river sediments. *Environmental Pollution* 286, 117403. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.117403>

- Xia, W., Rao, Q., Deng, X., Chen, J., Xie, P., 2020. Rainfall is a significant environmental factor of microplastic pollution in inland waters. *Sci Total Environ* 732, 139065. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139065>
- Xiong, X., Wu, C., Elser, J.J., Mei, Z., Hao, Y., 2019. Occurrence and fate of microplastic debris in middle and lower reaches of the Yangtze River – From inland to the sea. *Science of The Total Environment* 659, 66–73. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.12.313>
- Xu, S., Chen, L., Zhang, K., Cao, Y., Ma, Y., Chau, H.S., Tao, D., Wu, C., Li, C., Lam, P.K.S., 2022. Microplastic occurrence in the northern South China Sea, A case for Pre and Post cyclone analysis. *Chemosphere* 296, 133980. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.133980>
- Xu, S., Ma, J., Ji, R., Pan, K., Miao, A.-J., 2020. Microplastics in aquatic environments: Occurrence, accumulation, and biological effects. *Science of The Total Environment* 703, 134699. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.134699>
- Xu, Y., Ou, Q., Wang, X., Hou, F., Li, P., van der Hoek, J.P., Liu, G., 2023. Assessing the Mass Concentration of Microplastics and Nanoplastics in Wastewater Treatment Plants by Pyrolysis Gas Chromatography–Mass Spectrometry. *Environ. Sci. Technol.* 57, 3114–3123. <https://doi.org/10.1021/acs.est.2c07810>
- Yang, F., Li, D., Zhang, Z., Wen, L., Liu, S., Hu, E., Li, M., Gao, L., 2022. Characteristics and the potential impact factors of microplastics in wastewater originated from different human activity. *Process Safety and Environmental Protection* 166, 78–85. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2022.07.048>
- Yin, K., Wang, D., Zhao, H., Wang, Y., Guo, M., Liu, Y., Li, B., Xing, M., 2021. Microplastics pollution and risk assessment in water bodies of two nature reserves in Jilin Province: Correlation analysis with the degree of human activity. *Science of The Total Environment* 799, 149390. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.149390>
- Yin, L., Jiang, C., Wen, X., Du, C., Zhong, W., Feng, Z., Long, Y., Ma, Y., 2019. Microplastic Pollution in Surface Water of Urban Lakes in Changsha, China. *International Journal of Environmental Research and Public Health* 16, 1650. <https://doi.org/10.3390/ijerph16091650>
- Yonkos, L.T., Friedel, E.A., Perez-Reyes, A.C., Ghosal, S., Arthur, C.D., 2014. Microplastics in Four Estuarine Rivers in the Chesapeake Bay, U.S.A. *Environ. Sci. Technol.* 48, 14195–14202. <https://doi.org/10.1021/es5036317>

- You, X., Wang, S., Li, G., Du, L., Dong, X., 2022. Microplastics in the soil: A review of distribution, anthropogenic impact, and interaction with soil microorganisms based on meta-analysis. *Science of The Total Environment* 832, 154975. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.154975>
- Yuan, Z., Nag, R., Cummins, E., 2022. Ranking of potential hazards from microplastics polymers in the marine environment. *Journal of Hazardous Materials* 429, 128399. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2022.128399>
- Zeri, C., Adamopoulou, A., Bojanić, V., Fortibuoni, T., Kovač, V., Kržan, A., Mandić, M., Mazziotti, C., Palatinus, A., Peterlin, M., Prvan, M., Ronchi, F., Siljic, J., Tutman, P., Vlachogianni, T., 2018. Floating plastics in Adriatic waters (Mediterranean Sea): From the macro- to the micro-scale. *Marine Pollution Bulletin* 136, 341–350. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.09.016>
- Zeri, C., Adamopoulou, A., Koi, A., Koutsikos, N., Lytras, E., Dimitriou, E., 2021. Rivers and Wastewater-Treatment Plants as Microplastic Pathways to Eastern Mediterranean Waters: First Records for the Aegean Sea, Greece. *Sustainability* 13, 5328. <https://doi.org/10.3390/su13105328>
- Zhang, W., Zhang, S., Qu, L., Ju, M., Huo, C., Wang, J., 2023. Seasonal distribution of microplastics in the surface waters of the Yellow Sea, China. *Marine Pollution Bulletin* 193, 115051. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2023.115051>
- Zhang, L., Wang, S., Jian, Q., Zhang, P., Lu, Y., Liu, H., 2022a. Tidal variation shaped microplastic enrichment patterns in mangrove blue carbon ecosystem of northern Beibu Gulf, China. *Frontiers in Marine Science* 9.
- Zhang, S., Zhang, W., Ju, M., Qu, L., Chu, X., Huo, C., Wang, J., 2022b. Distribution characteristics of microplastics in surface and subsurface Antarctic seawater. *Science of The Total Environment* 838, 156051. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.156051>
- Zhang, Z., Wu, X., Zhang, J., Huang, X., 2022c. Distribution and migration characteristics of microplastics in farmland soils, surface water and sediments in Caohai Lake, southwestern plateau of China. *Journal of Cleaner Production* 366, 132912. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.132912>

- Zhang, B., Chen, L., Chao, J., Yang, X., Wang, Q., 2020a. Research Progress of Microplastics in Freshwater Sediments in China. *Environ Sci Pollut Res* 27, 31046–31060. <https://doi.org/10.1007/s11356-020-09473-x>
- Zhang, L., Liu, J., Xie, Y., Zhong, S., Yang, B., Lu, D., Zhong, Q., 2020b. Distribution of microplastics in surface water and sediments of Qin river in Beibu Gulf, China. *Science of The Total Environment* 708, 135176. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135176>
- Zhang, W., Zhang, S., Zhao, Q., Qu, L., Ma, D., Wang, J., 2020c. Spatio-temporal distribution of plastic and microplastic debris in the surface water of the Bohai Sea, China. *Marine Pollution Bulletin* 158, 111343. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111343>
- Zhang, Y., Liang, J., Zeng, G., Tang, W., Lu, Y., Luo, Y., Xing, W., Tang, N., Ye, S., Li, X., Huang, W., 2020d. How climate change and eutrophication interact with microplastic pollution and sediment resuspension in shallow lakes: A review. *Science of The Total Environment* 705, 135979. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135979>
- Zhang, C., Zhou, H., Cui, Y., Wang, C., Li, Y., Zhang, D., 2019a. Microplastics in offshore sediment in the Yellow Sea and East China Sea, China. *Environmental Pollution* 244, 827–833. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.10.102>
- Zhang, F., Wang, X., Xu, J., Zhu, L., Peng, G., Xu, P., Li, D., 2019b. Food-web transfer of microplastics between wild caught fish and crustaceans in East China Sea. *Marine Pollution Bulletin* 146, 173–182. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.05.061>
- Zhang, G.S., Liu, Y.F., 2018. The distribution of microplastics in soil aggregate fractions in southwestern China. *Science of The Total Environment* 642, 12–20. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.06.004>
- Zhang, H., 2017. Transport of microplastics in coastal seas. *Estuarine, Coastal and Shelf Science* 199, 74–86. <https://doi.org/10.1016/j.ecss.2017.09.032>
- Zhao, S., Zhu, L., Li, D., 2015. Microplastic in three urban estuaries, China. *Environmental Pollution* 206, 597–604. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2015.08.027>
- Zhao, S., Zhu, L., Wang, T., Li, D., 2014. Suspended microplastics in the surface water of the Yangtze Estuary System, China: First observations on occurrence, distribution. *Marine Pollution Bulletin* 86, 562–568. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.06.032>

- Zheng, Y., Li, J., Sun, C., Cao, W., Wang, M., Jiang, F., Ju, P., 2021. Comparative study of three sampling methods for microplastics analysis in seawater. *Science of the Total Environment* 765. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.144495>
- Zhou, N., Wang, Z., Yang, L., Zhou, W., Qin, Z., Zhang, H., 2023. Size-dependent toxicological effects of polystyrene microplastics in the shrimp *Litopenaeus vannamei* using a histomorphology, microbiome, and metabolic approach. *Environmental Pollution* 316, 120635. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2022.120635>
- Zhou, Q., Tu, C., Yang, J., Fu, C., Li, Y., Waniek, J.J., 2021. Trapping of Microplastics in Halocline and Turbidity Layers of the Semi-enclosed Baltic Sea. *Frontiers in Marine Science* 8.
- Zolich, A., Faltynkova, A., Johnsen, G., Johansen, T.A., 2022. Portable Catamaran Drone – an uncrewed sampling vehicle for micro-plastics and aquaculture research, in: *OCEANS 2022, Hampton Roads*. Presented at the *OCEANS 2022, Hampton Roads*, pp. 1–6. <https://doi.org/10.1109/OCEANS47191.2022.9977294>

Résumé

Les microplastiques (MPs), présents dans tous les compartiments de l'environnement (eau, terre, air, biote), représentent à l'heure actuelle un des plus gros challenges environnementaux, sanitaire et sociétal. L'étude des MPs dans les environnements aquatiques se heurte à des problèmes de stratégies d'échantillonnages et d'analyses, notamment l'absence de méthodes d'échantillonnages standardisées. Cela limite les comparaisons entre les études et l'évaluation précise des niveaux de contamination MP. Une analyse de la littérature a montré que la méthode du filet Manta est actuellement la plus utilisée pour échantillonner les eaux de surface, bien que cette méthode ait des limites en termes de praticité, de précision et de reproductibilité.

Pour répondre à ces problématiques, une nouvelle méthode d'échantillonnage basée sur l'utilisation d'un drone aquatique a été développée. Cette méthode a été comparée à celles utilisant un filet Manta et une pompe *in-situ* dans différents environnements aquatiques et s'est avérée efficace, ouvrant la voie à la mise en place de trois études environnementales.

Lors de la première étude, la répartition verticale des MPs a été examinée dans un fleuve peu profond à différentes saisons et lors de diverses conditions météorologiques. Les résultats ont révélé que les concentrations et les types de MPs variaient au cours des saisons sur toute la colonne d'eau. Dans une seconde étude, les variations de la contamination MP dans les eaux de surface en zones côtières, au cours de deux cycles complets de marée en vive-eau et en morte-eau, ont été étudiées, montrant des variations de concentrations liées aux conditions environnementales. Une dernière étude a été effectuée afin de faire le lien entre la contamination des crevettes grises et de leur environnement proche (eau et sédiments). Deux campagnes d'échantillonnages ont été menées lors de deux saisons différentes sur trois sites choisis pour leurs degrés divers d'anthropisation. Des variations de type saisonnières et en fonction du site échantillonné ont été observées.

L'ensemble des résultats met en évidence l'importance du choix de la stratégie d'échantillonnage (saison, cycle de marée), et la prise en compte des conditions environnementales et anthropiques afin de mieux comprendre les variations de contamination et les flux de MPs dans les milieux aquatiques ainsi que dans les organismes.

La poursuite de ces travaux permettra de développer et d'améliorer la méthode de prélèvement du drone aquatique et les stratégies d'échantillonnages des MPs, en vue d'une meilleure connaissance et gestion de la pollution plastique.

Mots clés : microplastiques – méthode d'échantillonnage – environnement - aquatique

Abstract

Microplastics (MPs), present in all environmental compartments (water, land, air, biota), represent one of the greatest environmental, health, and societal challenges. The study of MPs in aquatic environments faces problems of sampling strategies and analyses, notably the absence of standardized sampling methods. This limits comparisons between studies and the accurate assessment of MP contamination levels. A review of the literature has shown that the Manta net method is currently the most used for sampling surface waters, although this method has its limitations in terms of practicality, precision, and reproducibility.

To address these issues, a new sampling method based on the use of an aquatic drone has been developed. This method has been compared to the Manta net and *in-situ* pump in different aquatic environments and has proven effective, paving the way for the implementation of three environmental studies.

In the first study, the vertical distribution of MPs was examined in a shallow river during different seasons and under various weather conditions. The results revealed that the concentrations and types of MPs varied throughout the seasons across the water column. In a second study, variations in MP contamination in surface waters in coastal areas during two complete spring and neap tide cycles were investigated, showing variations in concentrations linked to environmental conditions. A final study was conducted to establish a link between the contamination of brown shrimp and their immediate environment: water and sediments. Two sampling campaigns were conducted during two different seasons at three sites chosen for their varying degrees of human influence. Seasonal and site-specific variations were observed.

Overall, the results highlight the importance of choosing the right sampling strategy (season, tidal cycle) and considering environmental and anthropogenic conditions to better understand contamination variations and the flow of MPs in aquatic environments as well as in organisms.

The continuation of this work will enable the development and improvement of the aquatic drone method and MPs sampling strategies, with a view to better management of plastic pollution.

Keywords: microplastics – sampling method – environment - aquatic