



Bruxelles, le 11.3.2024
C(2024) 1459 final

ANNEX

ANNEXE

de la

décision déléguée de la Commission

**complétant la directive (UE) 2020/2184 du Parlement européen et du Conseil en
établissant une méthode de mesure des microplastiques dans l'eau destinée à la
consommation humaine**

ANNEXE

MÉTHODE DE MESURE DES MICROPLASTIQUES DANS L'EAU DESTINÉE À LA CONSOMMATION HUMAINE

1. Définitions

Aux fins de la présente annexe, on entend par:

- 1) «microplastique»: un objet individuel de petite taille, solide, insoluble dans l'eau et composé partiellement ou entièrement de polymères synthétiques ou de polymères naturels modifiés chimiquement;
- 2) «particule»: un minuscule fragment de matière possédant des contours physiques bien définis;
- 3) «particule microplastique»: un microplastique d'une taille inférieure ou égale à 5 mm et d'un rapport longueur/largeur inférieur ou égal à 3;
- 4) «fibre microplastique»: un microplastique d'une longueur inférieure ou égale à 15 mm et d'un rapport longueur/largeur supérieur à 3;
- 5) «polymère»: une substance constituée de molécules se caractérisant par la séquence d'un ou de plusieurs types d'unités monomères. Ces molécules doivent être réparties sur un éventail de poids moléculaires, les écarts de poids moléculaire étant dus essentiellement aux différences de nombres d'unités monomères. Un polymère comprend:
 - i) une simple majorité pondérale de molécules contenant au moins trois unités monomères liées par covalence à au moins une autre unité monomère ou à une autre substance réactive;
 - ii) une quantité inférieure à une simple majorité pondérale de molécules présentant le même poids moléculaire;
- 6) «unité monomère»: la forme réagie d'un monomère dans un polymère;
- 7) «polymère synthétique»: un polymère fabriqué par l'humain, issu d'un processus de polymérisation qui ne s'est pas produit dans la nature;
- 8) «concentration en microplastiques»: la quantité de microplastiques présente dans l'eau, exprimée en nombre de microplastiques (particules et/ou fibres) par mètre cube d'eau;
- 9) «polymère naturel»: un polymère issu d'un processus de polymérisation qui s'est produit dans la nature et non modifié chimiquement;
- 10) «taille d'une particule microplastique»: le diamètre équivalent en surface d'une particule microplastique, déterminé à partir de son image optique ou chimique;
- 11) «diamètre équivalent en surface»: le diamètre d'un cercle de même surface que la projection en deux dimensions de l'image optique ou chimique hyperspectrale d'une particule;
- 12) «taille d'une fibre microplastique»: la valeur moyenne de la largeur projetée d'une fibre microplastique;
- 13) «polymère insoluble»: un polymère d'une solubilité dans l'eau inférieure à 2 g/L dans des conditions thermiques et chimiques pertinentes pour l'eau destinée à la consommation humaine;

- 14) «polymères prioritaires»: les polymères suivants, à prendre en considération aux fins de la caractérisation des microplastiques:
- i) le polyéthylène (PE);
 - ii) le polypropylène (PP);
 - iii) le polyéthylène téréphtalate (PET);
 - iv) le polystyrène (PS);
 - v) le polychlorure de vinyle (PVC);
 - vi) le polyamide (PA);
 - vii) le polyuréthane (PU);
 - viii) le polyméthacrylate de méthyle (PMMA);
 - ix) le polytétrafluoroéthylène (PTFE);
 - x) le polycarbonate (PC);
- 15) «classification du polymère»: le classement des particules analysées dans l'une des trois catégories suivantes:
- i) polymère prioritaire;
 - ii) polymère synthétique ou polymère naturel modifié chimiquement ne figurant pas dans la liste des polymères prioritaires;
 - iii) autres (par exemple, minéraux, polymères naturels ou autres) ou matières non identifiées;
- 16) «classification par taille»: la classification des particules microplastiques en fonction de leur diamètre équivalent en surface dans l'une des classes de taille suivantes:
- i) $20 \mu\text{m} \leq \text{diamètre équivalent en surface} < 50 \mu\text{m}$;
 - ii) $50 \mu\text{m} \leq \text{diamètre équivalent en surface} < 100 \mu\text{m}$;
 - iii) $100 \mu\text{m} \leq \text{diamètre équivalent en surface} < 300 \mu\text{m}$;
 - iv) $300 \mu\text{m} \leq \text{diamètre équivalent en surface} < 1\,000 \mu\text{m}$;
 - v) $1\,000 \mu\text{m} \leq \text{diamètre équivalent en surface} < 5\,000 \mu\text{m}$;
- 17) «cascade de filtres»: une séquence de filtres disposés en série afin de prélever les particules présentes dans le liquide passant à travers les filtres;
- 18) «blanc»: un échantillon soumis à l'ensemble de la procédure d'échantillonnage, de traitement et de mesure et analysé de la même manière qu'un échantillon normal, mais qui n'a pas été exposé à l'analyte;
- 19) «spectroscopie vibrationnelle»: une technique permettant de mesurer l'interaction des rayonnements visibles et infrarouges avec la matière par absorption, diffusion ou réflexion;
- 20) «spectroscopie Raman»: une technique spectroscopique permettant de déterminer les modes de vibration des molécules présentes dans les solides, les liquides et les gaz, consistant à éclairer un échantillon à l'aide d'un faisceau de lumière monochromatique intense puis à mesurer la part de lumière subissant une diffusion inélastique à partir de la matière;

- 21) «spectroscopie infrarouge (IR)»: une technique spectroscopique permettant de déterminer les modes de vibration des molécules présentes dans les solides, les liquides et les gaz, consistant à mesurer l'interaction du rayonnement infrarouge avec la matière (absorption ou réflexion);
- 22) «micro-spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (μ -FTIR)»: un type de spectroscopie infrarouge (IR) combinant un spectromètre FTIR et un système de microscope, permettant d'obtenir des spectres IR spatialement résolus et de produire de l'imagerie chimique;
- 23) «micro-spectroscopie Raman (μ -Raman)»: un type de spectroscopie Raman combinant un spectromètre Raman et un système de microscope, permettant d'obtenir des spectres spatialement résolus et de produire de l'imagerie chimique;
- 24) «microscopie QCL-IR»: un type de microscopie infrarouge (IR) utilisant un laser à cascade quantique (QCL) ajustable en tant que source de rayonnement infrarouge, permettant d'obtenir des spectres IR spatialement résolus et de produire de l'imagerie chimique.

2. Méthode de mesure des microplastiques dans l'eau destinée à la consommation humaine

Les particules et les fibres présentes dans l'eau destinée à la consommation humaine doivent être prélevées au moyen d'une cascade de filtres. Des images obtenues par microscopie optique ou cartographie chimique doivent ensuite être utilisées pour déterminer la taille et la forme des particules individuelles, leur composition étant quant à elle déterminée par micro-spectroscopie vibrationnelle. La présente méthode est applicable uniquement aux particules d'une dimension comprise entre 20 μm et 5 mm et aux fibres d'une longueur comprise entre 20 μm et 15 mm. Elle doit être utilisée pour déterminer la concentration en microplastiques, exprimée en nombre de microplastiques par mètre cube d'eau, ainsi que les concentrations en microplastiques par catégories de taille, de forme et de composition prédéfinies.

1) Les échantillons doivent être prélevés par filtration, en faisant passer l'eau destinée à la consommation humaine à travers une cascade de quatre filtres. Les filtres doivent être montés sur des supports capables de supporter des pressions positives. Le premier («filtre a») doit avoir un seuil de coupure de 100 μm et le deuxième («filtre b») un seuil de coupure de 20 μm . Le troisième («filtre c») doit avoir un seuil de coupure de 100 μm et le quatrième («filtre d») un seuil de coupure de 20 μm . Les filtres a et b doivent servir à prélever les matières en suspension dans l'eau destinée à la consommation humaine. Les filtres c et d serviront, s'il y a lieu, à la réalisation de blancs afin d'évaluer la contamination par les microplastiques liée, en particulier, aux équipements de laboratoire, aux réactifs et à l'air ambiant, susceptible de survenir aux stades de l'échantillonnage, du traitement et de l'analyse. Afin de limiter au maximum la contamination aérienne des échantillons, il conviendra d'acheminer par une conduite le volume d'eau nécessaire directement depuis le point de prélèvement jusqu'à la cascade de filtres, sans passer par un réservoir de collecte ou de stockage intermédiaire. Le recours à des réservoirs de collecte/stockage intermédiaire n'est autorisé que lorsque la filtration immédiate et directe par une cascade de filtres au point de prélèvement est impossible ou irréalisable, notamment pour des raisons techniques ou de sécurité.

2) À chaque étape du prélèvement, du traitement, du stockage et de l'analyse des échantillons, toutes les précautions raisonnables devront être prises afin d'éviter la contamination des échantillons par des particules de plastique extérieures, issues du milieu environnant, des équipements de protection individuelle ou du matériel de laboratoire. Tous

les liquides utilisés dans le traitement des échantillons devront être filtrés (à 0,45 µm ou moins) avant utilisation.

3) Un échantillon d'un volume minimal de 1 000 (mille) litres d'eau doit être prélevé. Le volume d'eau total passé par la cascade de filtres doit être mesuré et consigné.

4) Une analyse des échantillons par micro-spectroscopie vibrationnelle peut être réalisée directement sur les filtres de collecte initiaux si ceux-ci sont compatibles avec la méthode d'analyse utilisée. L'incompatibilité du filtre de collecte initial peut être due à des aspérités à la surface du filtre, à des interférences liées aux signaux diffusés par le filtre, à des phénomènes de fluorescence ou à l'absorption des signaux optiques lorsque le mode transmission est utilisé.

5) Si l'analyse de l'échantillon ne peut être réalisée directement sur le filtre de collecte, les matières particulaires peuvent être remises en suspension dans le liquide et transférées vers un autre support en vue de leur analyse ultérieure. Si nécessaire, des opérations de séparation densimétrique et/ou de traitement chimique/enzymatique peuvent être réalisées en vue de réduire la présence de matières autres que les matières plastiques, telles que des minéraux, des oxydes métalliques et des matières organiques naturelles.

6) Il conviendra de procéder à des vérifications expérimentales afin de contrôler le taux de récupération des matières sur chacun des filtres a et b lors de l'application de la méthode telle que mise en œuvre par l'utilisateur. On pourra, à cette fin, ajouter à l'eau de l'échantillon passée par la cascade de filtres une quantité connue de microplastiques clairement identifiables et vérifier la quantité récupérée à l'issue de la procédure d'analyse. Les microplastiques de référence ajoutés doivent comprendre des particules d'une taille, d'une densité et d'une quantité appropriés pour évaluer le taux de récupération des filtres a et b. Pour évaluer le taux de récupération du filtre a, le recours à des particules d'une taille comprise entre 120 et 200 µm est recommandé. Pour évaluer le taux de récupération du filtre b, le recours à des particules d'une taille comprise entre 30 et 70 µm est recommandé. Le taux de récupération doit être évalué à l'aide de particules appartenant à deux polymères prioritaires au moins. Parmi les polymères utilisés, l'un au moins doit avoir une densité supérieure à celle de l'eau (par exemple, le PET) et l'un au moins une densité inférieure à celle de l'eau (par exemple, le PE). Dans chaque cas, le nombre de particules de référence ajoutées doit être compris entre 50 et 150. La procédure d'analyse est jugée acceptable si le taux de récupération est compris entre 100 % et +/- 40 %.

7) Lorsque des matières sont transférées depuis les filtres de collecte a ou b vers un autre support d'analyse (filtre secondaire ou autre surface appropriée), ce transfert doit s'effectuer de préférence sans sous-échantillonnage. Si la procédure d'analyse comporte des étapes de sous-échantillonnage, l'échantillon analysé final doit représenter au moins 10 % des matières récupérées dans le volume d'eau initialement prélevé. L'analyse doit être réalisée séparément pour les matières prélevées sur chacun des filtres a et b.

8) Les filtres c et d sont destinés à la réalisation de blancs de contrôle. Le blanc réalisé avec le filtre c doit être filtré à 100 µm et être soumis aux mêmes étapes de traitement et d'analyse que pour le filtre de collecte a. Le blanc réalisé avec le filtre d doit être filtré à 20 µm et être soumis aux mêmes étapes de traitement et d'analyse que pour le filtre de collecte b. Afin de quantifier les niveaux de contamination de fond normaux lors de la mise en œuvre des procédures d'analyse, il est recommandé de prélever, de traiter et d'analyser au moins dix blancs par type de filtre. Ces valeurs doivent servir à calculer la moyenne (en µ) et l'écart-type (σ) de la contamination de fond par les microplastiques. Il conviendra par la suite de prélever et d'analyser périodiquement d'autres blancs afin de surveiller les variations du niveau de contamination de fond. Si un blanc périodique dépasse la contamination de fond

moyenne (en μ) de plus de trois fois l'écart-type (σ), le laboratoire devra rechercher l'origine de l'augmentation de la contamination et prendre des mesures afin d'y remédier.

9) Avant de procéder aux analyses par spectroscopie vibrationnelle, il conviendra d'avoir recours à la microscopie optique ou à la cartographie chimique pour mesurer ou estimer le nombre de particules génériques ($\geq 20 \mu\text{m}$) présentes sur la totalité du filtre ou du support de l'échantillon. Si le nombre total de particules génériques sur le filtre est trop élevé pour pouvoir être mesuré dans un délai réaliste, l'opérateur peut limiter l'analyse à une ou plusieurs zones plus réduites du filtre: la sélection de la zone à analyser doit obéir à des stratégies de sous-échantillonnage adéquates, de façon à conserver un échantillon représentatif. Le sous-échantillonnage doit couvrir au moins 20 % de la surface du support de l'échantillon ou du filtre. En cas de limitation à l'une des zones du filtre, l'opérateur doit analyser toutes les particules et fibres d'une taille supérieure ou égale à $20 \mu\text{m}$.

10) L'analyse de la composition des particules et fibres microplastiques doit être réalisée à l'aide de méthodes de spectroscopie vibrationnelle telles que les méthodes μ -FTIR, μ -Raman ou autres variantes équivalentes, par exemple la méthode QCL-IR. Les instruments utilisés doivent permettre d'obtenir des spectres IR/Raman à partir de particules d'une taille inférieure ou égale à $20 \mu\text{m}$. La taille des particules et fibres microplastiques doit être déterminée au moyen d'images optiques ou de cartes chimiques. Les images optiques doivent être obtenues au moyen d'un objectif à grossissement $\times 4$ au minimum. Pour la classification par taille des particules, l'opérateur de l'instrument doit se fonder sur le diamètre équivalent en surface chaque fois que cette option est disponible. Les autres mesures du diamètre ne doivent être utilisées que si cette option n'est pas envisageable. L'autre type de diamètre utilisé doit alors être précisé.

11) L'identification des particules et des fibres à partir des spectres obtenus doit s'effectuer par comparaison avec les spectres de matières connues, répertoriés dans une bibliothèque de spectres. La bibliothèque de spectres utilisée aux fins de cette identification doit contenir des exemples de tous les polymères prioritaires, ainsi que des exemples de protéines, de minéraux et de polymères naturels, tels que la cellulose, susceptibles d'être couramment présents dans l'eau destinée à la consommation humaine.

12) En cas de recours à des procédures d'identification automatiques, une vérification expérimentale doit être menée afin d'évaluer les critères d'identification positive appropriés pour la mise en correspondance des spectres. Cette vérification doit tenir compte des spécificités des instruments utilisés, de la bibliothèque de spectres et de la stratégie d'identification appliquée. Des microparticules de polymères purs peuvent être utilisées à cette fin, toutefois l'évaluation doit porter sur les classes de taille que sont censés retenir les filtres d'échantillonnage, soit plus de $100 \mu\text{m}$ pour le filtre a, et entre 20 et $100 \mu\text{m}$ pour le filtre b. Une fois établi le niveau de qualité minimal appliqué pour une identification spectrale positive, ce niveau doit rester le même pour l'ensemble du protocole mis en œuvre par le laboratoire d'analyse.

13) Les données relatives aux matières prélevées sur chacun des deux filtres de collecte (présentant respectivement un seuil de coupure de $100 \mu\text{m}$ et $20 \mu\text{m}$) sont à consigner séparément. Lorsque des blancs de contrôle sont réalisés, les données relatives aux matières prélevées sur chacun des deux filtres correspondants (présentant respectivement un seuil de coupure de $100 \mu\text{m}$ et $20 \mu\text{m}$) sont à consigner séparément.

14) Exigences relatives aux mesures: le filtre ou la zone du filtre doit être analysé(e) de manière à examiner toutes les particules et fibres microplastiques comprises dans les classes de taille indiquées à la section 1, points 3) et 4).

15) Les données recueillies sur les particules et fibres microplastiques doivent être traitées de manière à permettre le classement de chaque objet en fonction de sa taille, de sa quantité, de sa forme et de sa composition, comme suit:

- a) forme: particules ou fibres, telles que définies à la section 1, points 3) et 4);
- b) taille (pour les particules): classe de taille, conformément à la section 1, point 16);
- c) composition (pour les particules): polymère prioritaire au sens de la section 1, point 14), ou polymère non prioritaire au sens de la section 1, point 15) ii), ou autre matière au sens de la section 1, point 15) iii);
- d) type de polymère (pour les fibres): lorsque les dimensions d'une fibre et les capacités de l'instrument rendent possible une identification positive du type de polymère, celui-ci doit être identifié conformément aux catégories définies à la section 1, points 14) et 15); dans le cas contraire, la matière doit être consignée comme une fibre non identifiée.

16) Si l'analyse des matières présentes sur les filtres ou le support d'échantillonnage ne porte pas sur la totalité des particules prélevées (par exemple, en raison d'un sous-échantillonnage) pour la classe de taille pertinente, les données doivent être adaptées proportionnellement de manière à représenter de manière adéquate la concentration en microplastiques dans l'échantillon initial d'eau destinée à la consommation humaine. La teneur en microplastiques de l'eau destinée à la consommation humaine est à exprimer en nombre de particules ou de fibres microplastiques par mètre cube.

17) Pour chaque échantillon prélevé et mesuré, les utilisateurs de la présente méthode doivent veiller à ce que toutes les informations supplémentaires suivantes soient consignées:

- a) le volume total d'eau prélevé;
- b) le lieu et la date de l'échantillonnage et de l'analyse des échantillons;
- c) une description détaillée du traitement appliqué à l'échantillon;
- d) la méthode et l'instrument spectroscopiques utilisés;
- e) les détails relatifs aux sous-échantillonnages effectués pendant l'analyse ou la préparation des échantillons;
- f) la nature chimique de tout composant plastique présent dans le dispositif d'échantillonnage ou les équipements utilisés lors de la préparation de l'échantillon;
- g) les écarts éventuels par rapport à la méthode, en indiquant leur justification.

18) Lors de l'application de la présente méthode, les règles standard de laboratoire et de sécurité environnementale doivent être observées.