

**Titre en français :** Évaluation de l'impact des microplastiques sur les performances d'un bioréacteur à membrane destiné au traitement des eaux usées

**Titre en anglais :** Assessment of the Impact of Microplastics on the Performance of a Membrane Bio-reactor for Wastewater Treatment

**Nom du directeur de thèse :** Dr. HDR. Monnot Mathias

**Tel :** +33(0)4 13 94 66 94

**E-Mail :** mathias.monnot@univ-amu.fr

**Laboratoire :** Mécanique, Modélisation et Procédés Propres (M2P2) <https://www.m2p2.fr>

**Co-directrice de thèse :** Dr. Isabelle Seyssiecq M2P2

**Co-encadrants de thèse :** Dr. Marie-Julie Dalbe, IRPHE <https://irphe.univ-amu.fr>, Dr. HDR. Cristian Barca M2P2

**Financement :** acquis ou demandé

**Type de financement :**

Financement propre M2P2 pour équipements, analyses et participation à des conférences

Financement propre IRPHE pour analyses

Financement demandé : appel à projets recherche IMI 2027 à venir

**Résumé en français :**

Les microplastiques (MPs) sont définis comme des particules d'origine synthétique ayant des dimensions comprises entre 1  $\mu\text{m}$  et 5 mm [1]. En raison des additifs chimiques qu'ils contiennent, de leur capacité à adsorber les contaminants organiques, et de leur toxicité intrinsèque lorsqu'ils sont dégradés en nanoplastiques, les MPs sont considérés comme des polluants émergents préoccupants pour la santé publique et l'environnement. Plusieurs études ont confirmé que les stations d'épuration des eaux usées (STEP) sont à la fois des puits et des sources de MPs en raison de la pollution en MPs générée par des activités humaines [2]. Des études récentes ont confirmé que le bioréacteur à membrane (BRM) peut représenter une solution efficace (Rétention en MPs > 95%) pour dépolluer les eaux usées [3,4]. Un BRM couple un procédé biologique de type boues activées classique à une membrane, généralement immergée dans le bioréacteur pour séparer les boues (la biomasse) de l'eau traitée. Cependant, les mécanismes exacts de rétention et l'effet de l'accumulation des MPs sur l'activité des boues et les performances du BRM sont encore mal compris [5,6]. En effet, la présence de MPs peut influencer considérablement la cinétique du colmatage des membranes. Les effets des MPs sur les performances des BRM demeurent complexes et dépendent de plusieurs facteurs tels que la concentration, la forme, le type et la taille des MPs, ainsi que des paramètres opérationnels du BRM (temps de rétention hydraulique et des boues, flux membranaire, etc.). **Ce projet de thèse vise, dans des conditions proches de la réalité, à contribuer à mieux élucider les mécanismes de rétention des MPs et à évaluer l'effet de leur accumulation dans les boues sur les performances du BRM pour le traitement des eaux usées urbaines en termes de dégradation de la pollution carbonée, d'efficacité de nitrification et de productivité en eau (performances hydrauliques).**

De plus, à notre connaissance, il y a un manque d'études qui investiguent l'effet de l'accumulation des MPs sur les propriétés mécaniques des biofilms dans les BRM. En effet, des opérations régulières de nettoyage de la membrane par injection d'eau propre en sens inverse de la filtration (rétrolavage) permettent de limiter le colmatage mais n'éliminent jamais complètement le biocolmatage

(biofilms formés sur la membrane) [7]. L'hypothèse est que les MPs puissent s'accumuler dans cette couche biologique (biofilm) résiduelle en affectant sur le long terme les propriétés hydrodynamiques et mécaniques de la couche de colmatage, notamment sa perméabilité. **Les objectifs de ce projet de thèse sont donc, dans le cas du fonctionnement d'un BRM alimenté en eau usée contenant des MPs, (i) de décrire la distribution des MPs à l'intérieur et à la surface du biofilm, (ii) de la comparer à la distribution des MPs à l'intérieur des boues libres, et (iii) d'évaluer l'effet des MPs sur les performances globales du BRM (taux d'élimination du C/N notamment). La nouveauté de cette étude réside également dans l'interdisciplinarité de l'approche, qui combine des compétences en génie des procédés (M2P2) et en mécanique (IRPHE), et de la méthodologie qui intègre des expériences en BRM pilote avec des observations des boues et biofilms à l'aide de la microtomographie à rayon X.**

Les expériences de traitement des eaux seront menées en laboratoire dans un bioréacteur aéré disponible au M2P2) inoculé avec des boues de STEP urbaine et alimenté en mode semi-continu avec un effluent synthétique qui reproduit les principales caractéristiques d'une eau usée domestique. L'alimentation sera enrichie avec des concentrations connues de différents types de MPs. Un module membranaire à fibres creuses de microfiltration sera immergé dans le bioréacteur. Des opérations de rétrolavage de la membrane seront mises en œuvre régulièrement. L'étude du colmatage membranaire et de l'efficacité des rétrolavages sera réalisée. Le contenu en MPs des boues épaissies et de l'eau traitée sera ainsi caractérisé et les rendements de rétention des MPs seront calculés par bilans entrée-sortie. L'effet de l'accumulation des MPs sur les performances du bioréacteur sera également évalué grâce au suivi expérimental des rendements de conversion de la pollution carbonée et azotée, et de la quantification de la production de biomasse.

La distribution des MPs dans le biofilm et dans les boues libres sera notamment observée par analyses au microtomographe à rayon X au cours du temps. Elle permettra de mieux comprendre les interactions entre MPs, biofilm et membrane au cours du fonctionnement d'un BRM. La microtomographie à rayon X n'a été que rarement utilisée dans le cas de l'observation de MPs [8] et dans le cas de l'observation de biofilm [9] mais des essais préliminaires réalisés par les chercheurs du projet sont prometteurs (Figure 1).

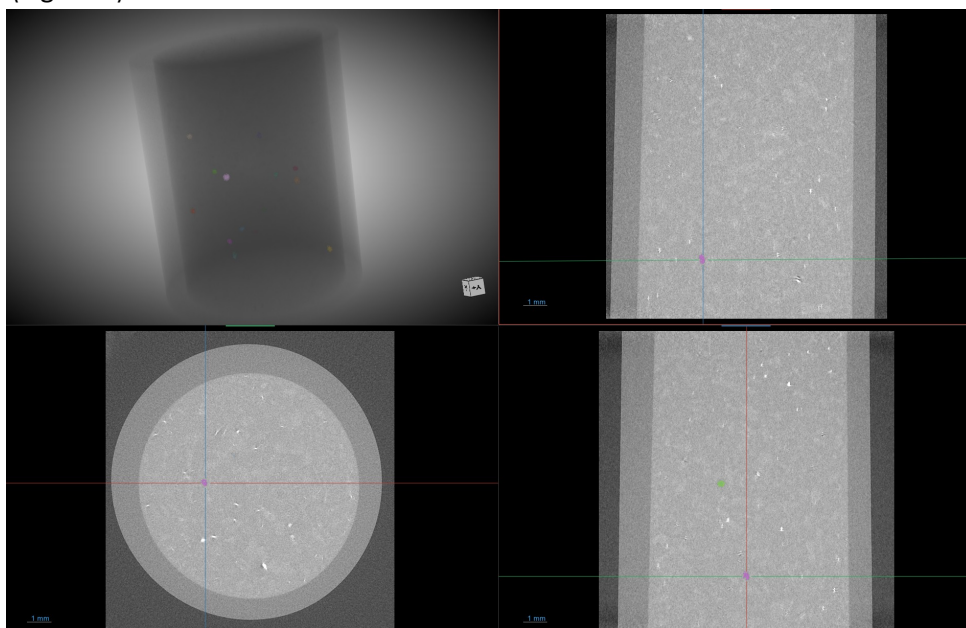


Figure 1 : Acquisitions au microtomographe à rayon X d'un échantillon de boues concentrées contenant des billes de PS d'environ 350 µm (novembre 2025)

### Programme de thèse prévisionnel (36 mois) :

M0–M6 : Revue bibliographique, définition des protocoles expérimentaux et mise en place du BRM pilote (acclimatation de la biomasse, régime permanent sans MPs).

M6–M12 : Campagne 1 (référence sans MPs) : suivi des performances biologiques (C/N), hydrauliques et caractérisation initiale du biofilm et des boues.

M12–M24 : Campagne 2 : injection contrôlée de MPs (par type et taille), suivi du colmatage, de la pression transmembranaire et des rendements de rétention (bilans entrée–sortie,  $\mu$ FTIR [10, 11]). Analyse de l'accumulation des MPs dans les boues et le biofilm.

M24–M30 : Observations spatio-temporelles par microtomographie à rayon X: distribution des MPs dans biofilm vs boues libres, identification d'agglomérations et chemins préférentiels. Modélisation et interprétation mécanistique des phénomènes de rétention et de colmatage en fonction des propriétés des MPs et des conditions opératoires.

M30–M36 : Synthèse des résultats, fin de rédaction de la thèse, et finalisation de la valorisation scientifique.

### Abstract in English / Résumé en anglais :

Microplastics (MPs) are defined as particles of synthetic origin with sizes ranging from 1  $\mu$ m to 5 mm [1]. Due to the chemical additives they contain, their ability to adsorb organic contaminants, and their intrinsic toxicity when degraded into nanoplastics, MPs are considered emerging pollutants of concern for public health and the environment. Several studies have confirmed that wastewater treatment plants (WWTPs) act both as sinks and sources of MPs because of microplastic pollution generated by human activities [2]. Recent studies have shown that membrane bioreactors (MBRs) can represent an effective solution (MP retention > 95%) for wastewater treatment [3,4]. An MBR couples a conventional activated sludge biological process with a membrane, generally immersed in the bioreactor to separate sludge (biomass) from treated water. However, the exact retention mechanisms and the effect of MP accumulation on sludge activity and MBR performance remain poorly understood [5,6]. Indeed, the presence of MPs can significantly influence membrane fouling kinetics. The effects of MPs on MBR performance remain complex and depend on several factors such as concentration, shape, type and size of MPs, as well as MBR operating parameters (hydraulic and sludge retention times, membrane flux, etc.). **Under conditions close to real operation, this PhD project aims to contribute to a better elucidation of MP retention mechanisms and to evaluate the effect of their accumulation in sludge on MBR performance for urban wastewater treatment in terms of carbon pollution degradation, nitrification efficiency, and water productivity (hydraulic performance).**

Moreover, to our knowledge, there is a lack of studies investigating the effect of MP accumulation on the mechanical properties of biofilms in MBRs. Indeed, regular membrane cleaning operations by injecting clean water in the reverse direction of filtration (backwashing) help limit fouling but never completely remove biofouling (biofilms formed on the membrane) [7]. The hypothesis is that MPs may accumulate in this residual biological layer (biofilm), thereby affecting over the long term the hydrodynamic and mechanical properties of the fouling layer, particularly its permeability. **The objectives of this PhD project are therefore, in the case of an MBR fed with wastewater containing MPs, (i) to describe the distribution of MPs within and on the surface of the biofilm, (ii) to compare it with the distribution of MPs within the bulk sludge, and (iii) to evaluate the effect of MPs on the overall performance of the MBR (notably C/N removal rates). The novelty of this study also lies in the interdisciplinary nature of the approach, which combines expertise in process engineering (M2P2) and mechanics (IRPHE), and in the methodology that integrates pilot-scale MBR experiments with observations of sludge and biofilms using X-ray microtomography.**

Water treatment experiments will be carried out in the laboratory in an aerated bioreactor available at M2P2, inoculated with urban WWTP sludge and fed in semi-continuous mode with a synthetic effluent reproducing the main characteristics of domestic wastewater. The feed will be enriched with known concentrations of different types of MPs. A hollow-fiber microfiltration membrane module will be immersed in the bioreactor. Regular membrane backwashing operations will be implemented. Membrane fouling and backwashing efficiency will be studied. The MP content of thickened sludge and treated water will be characterized, and MP retention efficiencies will be calculated by inlet-outlet mass balances. The effect of MP accumulation on bioreactor performance will also be evaluated through experimental monitoring of carbon and nitrogen conversion efficiencies and quantification of biomass production.

The distribution of MPs in the biofilm and in the bulk sludge will be observed over time using X-ray microtomography analyses. This will provide a better understanding of the interactions between MPs, biofilm, and membrane during MBR operation. X-ray microtomography has rarely been used for observing MPs [8] and for observing biofilms [9], but preliminary tests conducted by the project researchers are promising (Figure 1).

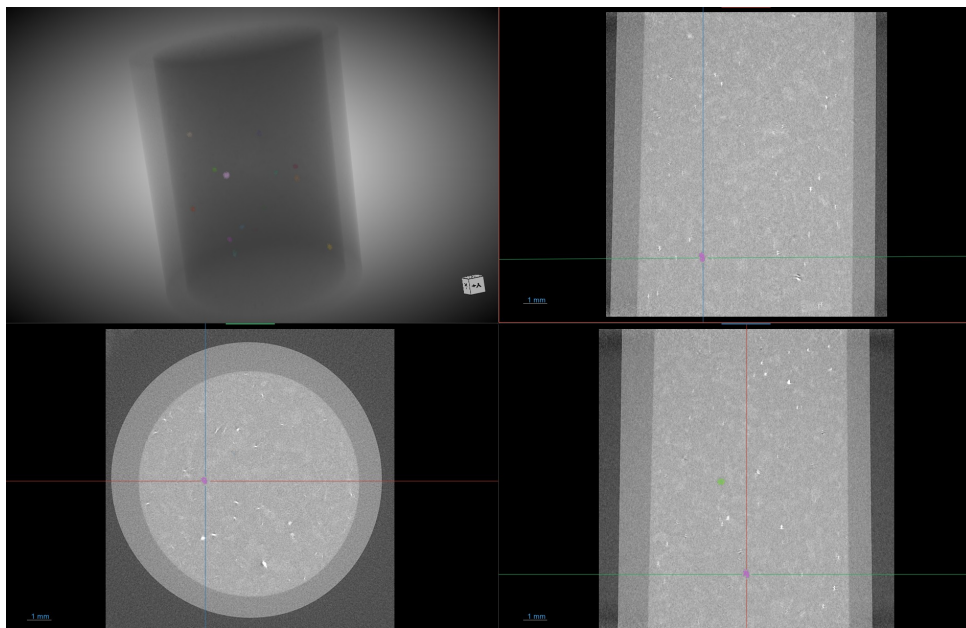


Figure 2 : X-ray microtomography acquisitions of a sample of concentrated sludge containing PS beads of approximately 350  $\mu\text{m}$  (November 2025)

**Provisional PhD program (36 months):**

M0–M6: Literature review, definition of experimental protocols, and setup of the pilot MBR (biomass acclimation, steady state without MPs).

M6–M12: Campaign 1 (reference without MPs): monitoring of biological (C/N) and hydraulic performances and initial characterization of biofilm and sludge.

M12–M24: Campaign 2: controlled injection of MPs (by type and size), monitoring of fouling, transmembrane pressure, and retention efficiencies (input–output balances,  $\mu\text{FTIR}$  [10, 11]).

Analysis of MP accumulation in sludge and biofilm; study of impacts on EPS, SMP, flocculation, and biological performance.

M24–M30: Spatio-temporal observations by X-ray microtomography: distribution of MPs in biofilm vs. free sludge, identification of agglomerations and preferential pathways. Modeling and mechanistic interpretation of retention and fouling phenomena as a function of MP properties and operating conditions.

M30–M36: Synthesis of results, completion of thesis writing, and finalization of scientific dissemination.

### Profil du candidat recherché :

Le(a) candidat(e) recherché(e) devra être diplômé(e) d'une formation bac+5 en génie des (bio)procédés (master ou ingénieur). Il devra avoir une bonne connaissance des opérations unitaires et en particulier des procédés biologique et/ou des procédés membranaires. Des compétences en chimie analytique et/ou analyses d'images seraient appréciées. Le candidat devra montrer des qualités d'expérimentateur. Des compétences relationnelles, ainsi que des qualités d'expression et de présentation des résultats sont attendues. Très bonne maîtrise de l'anglais (oral et écrit).

### Lieu de réalisation du doctorat :

Laboratoire M2P2 Site de l'Arbois : Europôle de l'Arbois, Bat. Laennec, Hall C, Avenue Louis Philibert, 13545 Aix en Provence + déplacements à prévoir au LMA et à l'IRPHE (site de Château Gombert à Marseille) pour analyses. Le laboratoire Mécanique, Modélisation et Procédés Propres (M2P2) d'Aix-Marseille Université est spécialisé en mécanique des fluides numérique et en génie des procédé au service de nombreuses applications industrielles répondant à de multiples enjeux sociétaux actuels.

### Publications sur le sujet :

- [1] R.C. Thompson, Y. Olsen, R.P. Mitchell, A. Davis, S.J. Rowland, A.W.G. John, D. McGonigle, A.E. Russell, Lost at Sea: Where Is All the Plastic?, *Science* 304 (2004) 838–838. <https://doi.org/10.1126/science.1094559>.
- [2] G. Di Bella, S.F. Corsino, F. De Marines, F. Lopresti, V. La Carrubba, M. Torregrossa, G. Viviani, Occurrence of Microplastics in Waste Sludge of Wastewater Treatment Plants: Comparison between Membrane Bioreactor (MBR) and Conventional Activated Sludge (CAS) Technologies, *Membranes* 12 (2022) 371. <https://doi.org/10.3390/membranes12040371>.
- [3] R. Ladeia Ramos, C. Rodrigues dos Santos, G. Pinheiro Drumond, L. Valéria de Souza Santos, M. Cristina Santos Amaral, Critical review of microplastic in membrane treatment plant: Removal efficiency, environmental risk assessment, membrane fouling, and MP release, *Chemical Engineering Journal* 480 (2024) 148052. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.148052>.
- [4] M.V.A. Corpuz, S. Cairone, M. Natale, A. Giannattasio, V. Iuliano, A. Grassi, A. Pollice, G. Mannina, A. Buonerba, V. Belgiorno, V. Naddeo, Sustainable control of microplastics in wastewater using the electrochemically enhanced living membrane bioreactor, *Journal of Environmental Management* 370 (2024) 122649. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2024.122649>.
- [5] T. Maliwan, W. Pungrasmi, J. Lohwacharin, Effects of microplastic accumulation on floc characteristics and fouling behavior in a membrane bioreactor, *Journal of Hazardous Materials* 411 (2021) 124991. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124991>.
- [6] Q. Wang, Y. Li, Y. Liu, Z. Zhou, W. Hu, L. Lin, Z. Wu, Effects of microplastics accumulation on performance of membrane bioreactor for wastewater treatment, *Chemosphere* 287 (2022) 131968. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131968>.
- [9] S.I. Patsios, T.B. Goudoulas, E.G. Kastrinakis, S.G. Nychas, A.J. Karabelas, A novel method for rheological characterization of biofouling layers developing in Membrane Bioreactors (MBR), *Journal of Membrane Science* 482 (2015) 13–24. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2015.02.016>.
- [10] C. Tötze, S.E. Oswald, A. Hilger, N. Kardjilov, Non-invasive detection and localization of microplastic particles in a sandy sediment by complementary neutron and X-ray tomography, *J Soils Sediments* 21 (2021) 1476–1487. <https://doi.org/10.1007/s11368-021-02882-6>.
- [11] Y. Davit, G. Iltis, G. Debenest, S. Veran-Tissoires, D. Wildenschild, M. Gerino, M. Quintard, Imaging biofilm in porous media using X-ray computed microtomography: IMAGING BIOFILM IN POROUS MEDIA USING X-RAY COMPUTED MICROTOMOGRAPHY, *Journal of Microscopy* 242 (2011) 15–25. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2010.03432.x>.
- [12] J. Yang, M. Monnot, Y. Sun, L. Asia, P. Wong-Wah-Chung, P. Doumenq, P. Moulin, Microplastics in different water samples (seawater, freshwater, and wastewater): methodology approach for characterization using micro-FTIR spectroscopy, *Water Research* (2023) 119711. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2023.119711>.
- [13] J. Yang, M. Monnot, Y. Sun, L. Asia, P. Wong-Wah-Chung, P. Doumenq, P. Moulin, Microplastics in different water samples (seawater, freshwater, and wastewater): Removal efficiency of membrane treatment processes, *Water Research* (2023) 119673. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2023.119673>.

**Insertion professionnelle après thèse :** publique et/ou privée