



**PRÉFET
DE LA SARTHE**

*Liberté
Égalité
Fraternité*

**Direction de la Coordination
des Politiques Publiques
et de l'Appui Territorial**
Bureau de l'environnement et de l'utilité
publique

**Direction régionale de
l'environnement, de
l'aménagement et du logement**

Arrêté n°DCPPAT 2026 – 0182 du 16 JUIL. 2026

ALLARD EMBALLAGES

**Arrêté préfectoral complémentaire
Lieu-dit « Varennes » 72800 Aubigné-Racan**

**Le préfet de la Sarthe
Chevalier de l'ordre national du Mérite**

Vu le règlement (UE) 2019/1021 du Parlement européen et du Conseil du 20 juin 2019 concernant les polluants organiques persistants ;

Vu le code de l'environnement, notamment le titre I^{er} de son livre V relatif aux installations classées pour la protection de l'environnement et ses articles L. 181-14 et R. 181-45 ;

Vu l'arrêté ministériel du 28 avril 2014 modifié relatif à la transmission des données de surveillance des émissions des installations classées pour la protection de l'environnement ;

Vu l'arrêté préfectoral n°00.1966 du 19 mai 2000 modifié portant autorisation d'exploiter au titre des installations classées ;

Considérant que les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAS) sont susceptibles de porter atteinte à l'environnement et à la santé humaine, intérêts qui sont protégés par l'article L. 511-1 du code de l'environnement ;

Considérant qu'il est possible que les substances PFAS soient présentes dans les boues issues du traitement des eaux usées d'installations industrielles, du fait que ces substances entrent dans la composition de nombreux produits ou intrants pouvant être présents dans les procédés industriels ;

Considérant que la valorisation des boues d'épuration, notamment par épandage, compostage ou méthanisation, peut entraîner la dissémination de PFAS dans l'environnement et en particulier les eaux souterraines, susceptibles d'avoir un impact sanitaire sur les populations humaines et les écosystèmes exposés ;

Considérant que le consortium scientifique et technique Aquaref a défini, dans la note technique de mai 2026 relative aux modalités de mise en œuvre de campagnes de mesures des PFAS dans les boues issues de stations d'épuration urbaines et industrielles (circulaire ministérielle du 27 avril 2026), les modalités métrologiques pertinentes à prendre comme référence pour mesurer les PFAS dans les boues de station d'épuration ;

Considérant que le projet d'arrêté a été porté à la connaissance de l'exploitant par courrier du 9 juin 2026, et que l'exploitant a indiqué ne pas avoir d'observations par courriel du 23 juin 2026 ;

Sur proposition de Madame la secrétaire générale de la préfecture de la Sarthe ;

ARRÊTE

Chapitre 1 - Campagne de prélèvements et d'analyse de boues

Article 1.1

La société ALLARD EMBALLAGES, désignée « l'exploitant » dans le présent arrêté, et dont le siège social est situé 510 Avenue Adrien Allard à Brive-la-Gaillarde (19100), est tenue de respecter les prescriptions édictées aux articles suivants pour l'exploitation de ses installations situées au lieu-dit « Varennes » à Aubigné-Racan (72800).

Article 1.2

L'exploitant réalise, sur une période maximale de douze mois, quatre campagnes de prélèvements et d'analyse sur les boues destinées à la valorisation agricole.

La durée qui sépare deux campagnes de prélèvements successives est d'au moins deux mois et au plus de quatre mois.

La première campagne débute au plus tard deux mois à compter de la notification du présent arrêté.

Chapitre 2 - Prélèvements

Article 2.1

Chaque campagne de prélèvements et d'analyses débute, au choix de l'exploitant, par :

- un prélèvement unique ;
- ou trois prélèvements successifs, espacés chacun d'au moins une semaine.

Article 2.2

Chaque prélèvement est réalisé sur les boues issues du traitement des eaux usées, le cas échéant après traitement ultérieur, et destinées à être valorisées en agriculture directement, ou indirectement via un retour au sol des matières obtenues après passage dans une installation, notamment de méthanisation ou de compostage.

Conformément aux spécifications de la note Aquaref jointe en annexe 5, chaque prélèvement consiste en une collecte d'échantillons représentatifs des conditions de fonctionnement habituel de l'installation.

Chapitre 3 :-Analyses

Article 3.1

Chaque prélèvement fait l'objet d'une analyse portant sur les PFAS mentionnés à l'annexe 1 et les paramètres mentionnés à l'annexe 2.

L'analyse est réalisée par un laboratoire indépendant, en capacité de respecter les modalités analytiques spécifiées par la note Aquaref jointe en annexe 5 ainsi que les limites de quantification suivantes :

- pour le TFA, une limite inférieure ou égale à 20 µg/kg de matière sèche ;
- pour chacun des autres PFAS mentionnés en annexe 1, une limite inférieure ou égale à 2 µg/kg de matière sèche.

Article 3.2

L'exploitant transmet par voie électronique, sur le site de télédéclaration du ministère chargé des installations classées prévu à cet effet, les éléments suivants :

- les résultats d'analyse ;
- le rapport d'analyse, mentionnant notamment les limites de quantification ;
- un rapport attestant de la représentativité des échantillons prélevés, conformément aux dispositions du second alinéa de l'article 4 ;
- et, lors de la première campagne, la quantité de boues issues de l'installation ayant fait l'objet des valorisations mentionnées au premier alinéa de l'article 4 en 2025.

Lorsque la campagne consiste en un prélèvement unique, ces éléments sont transmis à l'administration au plus tard 15 jours à compter de la transmission à l'exploitant du rapport d'analyse du laboratoire indépendant.

Lorsque la campagne consiste en trois prélèvements successifs, ces éléments sont transmis à l'administration au plus tard 15 jours à compter de la transmission à l'exploitant du troisième rapport d'analyse du laboratoire indépendant.

Chapitre 4 - Gestion des boues

Article 4.1

Pour tout résultat d'analyse dépassant l'un des seuils mentionnés à l'annexe 3 :

- les boues ne peuvent pas faire l'objet des valorisations mentionnées au premier alinéa de l'article 4 ;
- l'exploitant en informe, sans délai, l'inspection des installations classées en précisant la quantité de boues concernées.

Dans les plus brefs délais, l'exploitant transfère les boues de station d'épuration vers les filières de destruction adaptées. L'exploitant informe l'inspection des filières utilisées pour traiter les boues.

Si les boues sont valorisées en épandage direct, dans un délai de deux mois après connaissance du dépassement de l'un des seuils mentionnés à l'annexe 3 et en cas de valorisation agricole directe des boues de l'installation au cours des cinq années passées, l'exploitant réalise des analyses des PFAS mentionnés à l'annexe 1 dans les sols sur lesquels les boues ont été épandues, portant sur un échantillon représentatif avec au moins un point de prélèvement dans chaque zone homogène de parcelles ayant fait l'objet d'épandages de boues de ces installations.

Article 4.2

I. – Lorsque la campagne consiste en un prélèvement unique et que le résultat d'analyse dépasse un des seuils mentionnés à l'annexe 4, l'exploitant peut, au choix :

- (i) transférer les boues vers d'autres filières de gestion, hors celles mentionnées au premier alinéa de l'article 4, conformes à la réglementation. L'exploitant informe l'inspection des filières utilisées pour traiter les boues si les boues sont valorisées en épandage direct et engage les actions mentionnées au dernier alinéa du II ;
- ou, (ii) entreposer ces boues et engager, dans les meilleurs délais, un autre prélèvement et une autre analyse, conformément aux modalités définies par les chapitres 2 et 3 afin de confirmer ou non le dépassement des seuils mentionnés à l'annexe 4.

L'exploitant informe l'inspection des installations classées des actions engagées, dès leur mise en œuvre, en précisant les conditions de stockage temporaire de ces boues.

Lorsque la moyenne du résultat de l'analyse initiale et du résultat de l'analyse obtenue en application du (ii) du présent I dépasse l'un des seuils mentionnés à l'annexe 4, l'exploitant engage les actions mentionnées au II.

Lorsque la moyenne du résultat de l'analyse initiale et du résultat de l'analyse obtenue en application du (ii) du présent I ne dépasse aucun des seuils mentionnés à l'annexe 4, les boues peuvent faire l'objet des valorisations mentionnées au premier alinéa de l'article 4.

II. – Lorsque la campagne consiste en trois prélèvements successifs et que la moyenne des résultats des trois analyses pour chaque PFAS dépasse l'un des seuils mentionnés à l'annexe 4 :

- les boues ne peuvent pas faire l'objet des valorisations mentionnées au premier alinéa de l'article 4 ;
- l'exploitant en informe, sans délai, l'inspection des installations classées.

Par ailleurs, l'exploitant :

- identifie, dans les meilleurs délais, d'autres filières de gestion, hors celles mentionnées au premier alinéa de l'article 4, conformes à la réglementation. L'exploitant informe l'inspection des filières utilisées pour traiter les boues ;
- Si les boues étaient valorisées en épandage direct, dans un délai de deux mois après connaissance du dépassement de l'un des seuils mentionnés à l'annexe 4 et en cas de valorisation agricole directe des boues de l'installation au cours des cinq années passées, réalise des analyses des PFAS mentionnés à l'annexe 1 dans les sols sur lesquels les boues ont été épandues, portant sur un échantillon représentatif avec au moins un point de prélèvement dans chaque zone homogène de parcelles ayant fait l'objet d'épandages de boues de ces installations.

Article 4.3

Lorsqu'en application des dispositions de l'article 7 ou de l'article 8 les boues ne peuvent plus faire l'objet des valorisations mentionnées au premier alinéa de l'article 4, l'exploitant transmet, dans un délai de deux mois après la transmission des éléments mentionnés à l'article 6, un rapport à l'inspection des installations classées :

- présentant les sources de contamination des boues en PFAS ;
- identifiant les actions à engager pour mettre fin à cette contamination ;
- si les boues étaient valorisées en méthanisation ou en compostage : listant les installations de compostage ou de méthanisation ayant valorisé ces boues depuis le 1^{er} janvier 2025.

Chapitre 5 - dispositions diverses

Article 5.1

Indépendamment des poursuites pénales qui peuvent être exercées, en cas d'inobservation des prescriptions prévues par le présent arrêté, le préfet peut arrêter une ou plusieurs sanctions administratives prévues au II de l'article L. 171-8 du code de l'environnement, s'il n'a pas été déféré à la mise en demeure prévue au I du même article dans le délai imparti.

Article 5.2 - Publicité

Conformément aux dispositions de l'article R.181-44 du code de l'environnement :

- une copie du présent arrêté est déposée en mairie d'Aubigné-Racan et peut y être consultée ;
- un extrait de cet arrêté est affiché en mairie d'Aubigné-Racan pendant une durée minimum d'un mois ; procès-verbal de l'accomplissement de cette formalité est dressé par les soins du maire ;
- l'arrêté est publié sur le site internet des services de l'État dans le département de la Sarthe pendant une durée minimale de quatre mois.

Article 5.3 - Délais et voies de recours

Conformément aux articles L. 181-17 et R.181-50 du code de l'environnement, le présent arrêté est soumis à un contentieux de pleine juridiction.

Il peut être déféré auprès du tribunal administratif de Nantes, dans les délais suivants, conformément à l'article R.181-50 du code de l'environnement :

1° par les pétitionnaires ou exploitants, dans un délai de deux mois à compter du jour où la décision leur a été notifiée ;

2° par les tiers intéressés en raison des inconvénients ou des dangers pour les intérêts mentionnés à l'article L. 181-3, dans un délai de deux mois à compter de :

a) l'affichage en mairie dans les conditions prévues au 2° de l'article R.181-44 ;

b) la publication de la décision sur le site internet de la préfecture prévue au 4° du même article.

Le délai court à compter de la dernière formalité accomplie. Si l'affichage constitue cette dernière formalité, le délai court à compter du premier jour d'affichage de la décision.

La juridiction administrative compétente peut aussi être saisie via l'application Télérecours citoyens accessible à partir du site www.telerecours.fr.

Conformément aux dispositions de l'article L.411-2 du code des relations entre le public et l'administration, toute décision administrative peut faire l'objet, dans le délai imparti pour l'introduction d'un recours contentieux, d'un recours gracieux ou hiérarchique qui interrompt le cours de ce délai. Lorsque dans le délai initial du recours contentieux ouvert à l'encontre de la décision, sont exercés contre cette décision un recours gracieux ou un recours hiérarchique, le délai du recours contentieux, prorogé par l'exercice de ces recours administratifs, ne recommence à courir à l'égard de la décision initiale que lorsqu'ils ont été l'un et l'autre rejetés.

Tout recours administratif ou contentieux doit être notifié à l'auteur et au bénéficiaire de la décision, à peine, selon le cas, de non prorogation du délai de recours contentieux ou d'irrecevabilité. Cette notification doit être adressée par lettre recommandée avec accusé de réception dans un délai de quinze jours francs à compter de la date d'envoi du recours administratif ou du dépôt du recours contentieux (article R.181-51 du code de l'environnement).

Article 5.4

La secrétaire générale de la préfecture de la Sarthe, le sous-préfet de l'arrondissement de La Flèche, le maire d'Aubigné-Racan, la directrice régionale de l'environnement, de l'aménagement et du logement et l'inspecteur de l'environnement (spécialité installations classées) sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté qui sera notifié à l'exploitant.

Le Préfet de la Sarthe,

Le Préfet de la Sarthe

Sébastien JALLET

ANNEXES

Annexe 1

Le Préfet de la Sarthe

Sébastien JALLET

Nom	Abréviation	N°CAS	Code SANDRE
Acide perfluorotétra-décanoïque	PFTeDA	376-06-7	6547
Acide perfluoroocta-décanoïque	PFODA	16517-11-6	8985
4 : 2 Sulfonate de fluorotélomère	4:2 FTSA	757124-72-4	7945
6:2 diester de phosphate de fluorotélomère	6:2 diPAP	57677-95-9	9124
6:2/8:2 diester de phosphate de fluorotélomère	6:2 8:2 diPAP	943913-15-3	9270
8:2 Sulfonate de fluorotélomère	8:2 FTSA	39108-34-4	7946
10:2 Sulfonate de fluorotélomère	10:2 FTSA	120226-60-0	9109
8:2 Acide carboxylique insaturé de fluorotélomère	8:2 FTUCA	70887-84-2	7970
8:2 Diester de phosphate de perfluoroalkyle	8:2 diPAP	678-41-1	9112
Perfluorooctane-sulfonamide	PFOSA	754-91-6	6548
N-méthylperfluorooctanesulfonamide	MePFOSA	31506-32-8	7089
Acide N-méthylperfluorooctanesulfonamidoacétique	MePFOSAA	2355-31-9	7987
N-éthylperfluorooctanesulfonamide	EtPFOSA	4151-50-2	6662
Acide N-éthylperfluorooctanesulfonamidoacétique	EtPFOSAA	2991-50-6	7988
N-méthylperfluorobutanesulfonamide	MePFBSA	68298-12-4	6026
Acide N-méthylperfluorobutanesulfonamidoacétique	MePFBSAA	159381-10-9	6050
Acide nonafluoro-3,6-dioxaheptanoïque	NFDHpA	151772-58-6	9117
Perfluorobutane-sulfonamide	PFBSA	30334-69-1	6049
Acide perfluoro-3-méthoxypropanoïque	PFMPA	377-73-1	9183
Acide 4,8-dioxa-3H-perfluorononanoïque	DONA	919005-14-4	8983
Acide 7H-perfluoroheptanoïque	HPFHpA	1546-95-8	9225
Acide perfluoro-3-7-diméthyl-octanoïque	PF37DMOA	172155-07-6	9224
Perfluorohexane-sulfonamide	PFHxSA	41997-13-1	9129
Acide perfluoro-4-méthoxybutanoïque	PFMBA	863090-89-5	9182
Acide perfluorobutanoïque	PFBA	375-22-4	5980
Acide perfluoropentanoïque	PFPeA	2706-90-3	5979
Acide perfluorohexanoïque	PFHxA	307-24-4	5978
Acide perfluoroheptanoïque	PFHpA	375-85-9	5977
Acide perfluorooctanoïque	PFOA	335-67-1	5347
Acide perfluorononanoïque	PFNA	375-95-1	6508
Acide perfluorodécanoïque	PFDA	335-76-2	6509
Acide perfluoroundécanoïque	PFUnDA ; PFUnA	2058-94-8	6510
Acide perfluorododécanoïque	PFDoDA ; PFDoA	307-55-1	6507
Acide perfluorotridécanoïque	PFTTrDA ; PFTTrA	72629-94-8	6549
Acide perfluorobutanesulfonique	PFBS	375-73-5	6025
Acide perfluoropentanesulfonique	PFPeS	2706-91-4	8738
Acide perfluorohexane sulfonique	PFHxS	355-46-4	6830
Acide perfluoroheptane sulfonique	PFHpS	375-92-8	6542
Acide perfluorooctane sulfonique	PFOS	1763-23-1	6561
Acide perfluorononane sulfonique	PFNS	68259-12-1	8739

Sébastien JALLET

Acide perfluorodécane sulfonique	PFDS	335-77-3	6550
Acide perfluoroundécane sulfonique	PFUnDS	749786-16-1	8740
Acide perfluorododécane sulfonique	PFDoDS	79780-39-5	8741
Acide perfluorotridécane sulfonique	PFTTrDS	791563-89-8	8742
Acide 6 : 2 fluorotélomère sulfonique	6:2 FTSA	27619-97-2	7893
Acide perfluorohexadécanoïque	PFHxDA	67905-19-5	8984
Acide 9-chlorohexadécafluoro-3-oxanonane-1-sulfonique	9Cl-PF3ONS	756426-58-1	9111
Acide 4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,11-heptadécafluoroundécanoïque	4H-PFUnDA	34598-33-9	9223
Acide Decafluoro-4-(pentafluoroéthyl)cyclohexanesulfonique	4-PFECHS	646-83-3	9180
2,3,3,3-Tétrafluoro-2- (heptafluoropropoxy) acide propionique	HPFO-DA	13252-13-6	8982
Acide trifluoroacétique	TFA	76-05-1	8858
Alkylbétaine 6 : 2 fluorotélomère sulfonamide	6:2 FTAB	34455-29-3	7991

Annexe 2

Paramètre	Code SANDRE
Matière sèche (en % MB)	1799
Carbone organique (en % MB)	1841
Azote total (en % MB)	6018

Annexe 3

Substance	Seuil POP (mg/kg)
PFOS et ses dérivés	50 mg/kg
PFOA, ses sels et les composés apparentés	1 mg/kg (PFOA et ses sels) 40 mg/kg (somme des composés apparentés)
PFHxS, ses sels et les composés apparentés	1 mg/kg (PFHxS et ses sels) 40 mg/kg (somme des composés apparentés)

Annexe 4

Substance	Seuil en µg/kg de matière sèche
Total des concentrations des PFAS suivants : PFOS, PFOA, PFNA, PFHxS, PFDA, PFHxA	40
Total des concentrations des PFAS suivants : PFBS ; PFPeS ; PFHxS ; PFHpS ; PFOS ; PFNS ; PFDS ; PFUnDS ; PFDoDS ; PFTTrDS ; PFOSA ; 6 : 2 FTSA ; PFBA ; PFPeA ; PFHxA ; PFHpA ; PFOA ; PFNA ; PFDA ; PFUnA ; PFDoA ; PFTTrDA	400

Annexe 5

Guide Aquaref : Modalités de mise en œuvre de campagne de mesures des PFAS dans les boues issues de stations d'épuration urbaines et industrielles (circulaire ministérielle du 27 avril 2026)

Modalités de mise en œuvre de campagnes de mesures des PFAS dans les boues issues de stations d'épuration urbaines et industrielles (circulaire ministérielle du 27 avril 2026)

SOMMAIRE

1	Introduction	4
2	Qualification des intervenants.....	4
3	Modalités de réalisation des opérations d'échantillonnage	5
3.1	Termes et définitions	6
3.2	Conditions générales de l'échantillonnage	6
3.3	Opérateur et matériel d'échantillonnage	6
3.4	Opérations d'échantillonnage.....	7
3.4.1	Echantillonnage de boues liquides	7
3.4.2	Echantillonnage de boues solides ou pâteuses	8
3.5	Acheminement des échantillons jusqu'au laboratoire	11
4	Modalités de réalisation des analyses de PFAS	12
4.1	Analyse du TFA.....	12
4.1.1	Généralités	12
4.1.2	Prétraitement	12
4.1.3	Préparation des boues de teneur en matière sèche supérieure ou égale à 10%	13
4.1.4	Préparation pour les boues de teneur en matière sèche inférieure à 10%	13
4.2	Analyse des autres PFAS	14
4.3	Exigences qualité	15
5	Références.....	16
6	Annexes	17

Les opérations d'analyses doivent être réalisées par un laboratoire d'analyses capable de mettre en œuvre la norme EN ISO 25652 [1] dans les 6 mois après sa parution ou d'appliquer avant cette date, une méthode d'analyse validée répondant aux exigences du paragraphe 4.2 (et notamment dont la caractérisation des performances a été évaluée suivant les principes des normes NF T 90-210 [3] ou X31-131 [4]). Pour l'analyse du TFA, le laboratoire d'analyses, doit respecter les exigences définies dans le paragraphe 4.1.

Le laboratoire d'analyse doit respecter les limites de quantification pour chacune des substances listées dans l'annexe 2 de la circulaire ; limite de quantification inférieure ou égale à :

- 2 µg/kg de matière sèche pour chaque PFAS hors TFA ;
- 20 µg/kg de matière sèche pour le TFA.

Pour les paramètres de caractérisation usuels, les analyses doivent être réalisées par un laboratoire d'analyse titulaire de l'accréditation selon la norme NF EN ISO/IEC 17025 [2] pour ces paramètres dans la matrice boue.

La sous-traitance analytique est autorisée. Toutefois, en cas de sous-traitance, le laboratoire désigné pour ces analyses devra respecter les conditions visées ci-dessus.

Le prestataire restera, en tout état de cause, le seul responsable de l'exécution des prestations et s'engagera à faire respecter par ses sous-traitants toutes les obligations du document.

3 Modalités de réalisation des opérations d'échantillonnage

La caractérisation de la qualité des boues d'épuration exige la mise en œuvre d'une méthode d'échantillonnage statistiquement fiable permettant de recueillir un échantillon final représentatif du lot de boue destiné à la valorisation agricole.

Les opérations d'échantillonnage devront respecter l'arrêté modifié du 8 janvier 1998 et s'appuyer sur les normes ou les guides en vigueur suivants :

Référentiels liés à l'opération d'échantillonnage	• La norme NF EN 5667-13 « <i>Qualité de l'eau - Echantillonnage – partie 13 : lignes directrices pour l'échantillonnage des boues</i> » [5] • La norme NF U 44-108 « <i>Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines- Boues liquides- échantillonnage en vue de l'estimation de la teneur moyenne d'un lot</i> » [6] • Le protocole de prélèvement, d'échantillonnage, et d'analyse des boues de Filtres Plantés de Roseaux (FPR) en vue de leur valorisation par épandage agricole [7]
Référentiels liés aux conditions de conservation et de transport	• La norme projet NF EN ISO 5667-15 « <i>Qualité de l'eau – Echantillonnage – Partie 15 : lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments</i> » [8]

Les points essentiels de ces référentiels techniques sont détaillés ci-dessous.

Le terme « matériel d'échantillonnage » englobe l'outil d'échantillonnage utilisé pour l'opération d'échantillonnage, le container qui rassemble les prélèvements élémentaires, l'agitateur mécanique le cas échéant et tous les autres outils utilisés pour la constitution de l'échantillon final destiné au laboratoire d'analyse.

Une synthèse des différents outils d'échantillonnage et les applications principales en fonction du type de boues (boues liquides, boues pâteuses, boues solides) est disponible en annexe A de la norme NF EN ISO 5667-13 [5].

3.4 Opérations d'échantillonnage

3.4.1 Echantillonnage de boues liquides

Dans le cas des boues liquides, un lot est généralement défini par la capacité de l'unité de stockage de la boue (silos de stockage, fosses, etc).

Si plusieurs unités de stockage constituent le lot destiné à la valorisation agricole, le nombre de prélèvements élémentaires est calculé par unité de stockage et l'ensemble des prélèvements élémentaires de chaque unité de stockage est rassemblé en quantité proportionnelle au volume de chaque unité pour constituer un échantillon global pour tout le lot. Pour une unité de stockage, le volume prélevé lors de chaque prélèvement élémentaire doit être connu avec précision et identique pour tous les prélèvements élémentaires. Des exemples sont fournis en annexe 1.

Avant tout échantillonnage, les boues liquides du lot à caractériser, doivent être homogénéisées, soit par recirculation, soit par agitation mécanique, pendant une durée de 30 minutes à 2 heures selon leur état. Pour les unités de stockage de capacité importante (supérieure à 200 m³), une homogénéisation préalable de 24 heures est recommandée.

Selon la configuration, les contraintes techniques et l'accessibilité du stockage, les prélèvements élémentaires seront à effectuer soit directement dans celui-ci, soit en cours de transfert au niveau de la tuyauterie de transfert, soit à l'arrivée de la boue dans le récipient récepteur.

3.4.1.1 Echantillonnage direct dans l'unité de stockage

Réaliser 4 séries de 5 prélèvements élémentaires de 2 litres, en veillant au choix spatial des points de prélèvements - points répartis sur toute la hauteur et sur toute la surface de l'unité de stockage en évitant de prélever la surface et contre les parois. Au total 20 prélèvements élémentaires de 2 litres doivent être réalisés.

La quantité prélevée lors de chaque prélèvement élémentaire doit être connue avec précision et identique pour tous les prélèvements élémentaires. Au total, 40 litres seront prélevés.

Si l'unité de stockage (par exemple : silo) est équipée de plusieurs points de prélèvements fixes (robinets, vannes) dédiés à l'échantillonnage des boues, il sera nécessaire avant chaque prélèvement élémentaire de purger les vannes ou les lignes d'au moins trois fois le volume permanent pour s'assurer que toute matière stagnante est éliminée avant échantillonnage.

3.4.1.2 Echantillonnage en cours de transfert

Calculer la durée de transvasement de l'unité de stockage en fonction du débit de la pompe et réaliser à intervalles réguliers, sur la tuyauterie de transfert ou à l'arrivée de la boue dans le récipient récepteur, un nombre de prélèvements élémentaires de 2 litres dépendant de la capacité de l'unité de stockage.

La norme NF U 44-108 [6] définit le nombre de prélèvements élémentaires à réaliser en fonction de la capacité de l'unité de stockage, avec un minimum de 5 prélèvements élémentaires pour une capacité

Les fragments de boue pressée ou consolidée par tout moyen ont tendance à se regrouper par taille et densité quand on les agite et les particules fines ont tendance à tomber au fond.

Pour obtenir un échantillon représentatif de la boue transportée en continu, il est nécessaire de prélever une tranche transversale complète, avec les particules fines (c'est-à-dire la totalité de la largeur et de la profondeur du flux de boue sur une longueur suffisante) ou de prélever temporairement la totalité de l'écoulement au point de déversement.

25 prélèvements élémentaires régulièrement espacés au cours de la période de production du lot doivent être réalisés pour obtenir un échantillon représentatif du lot à caractériser. La quantité à prélever doit être connue avec précision et identique pour tous les prélèvements élémentaires.

Au total 25 prélèvements élémentaires de 0,5 à 1 kg doivent être réalisés.

3.4.2.3 Echantillonnage des boues de filtres plantés de roseaux

La méthodologie à appliquer est décrite dans « le protocole de prélèvement, et d'analyse des boues de filtres plantés de roseaux en vue de leur valorisation par épandage agricole » [7].

Le protocole consiste à définir, en premier lieu, le nombre de prélèvements élémentaires à réaliser au sein du filtre planté de roseaux afin de réaliser un échantillon global représentatif de la qualité globale du lot. Le nombre de prélèvements élémentaires sera à déterminer selon la formule :

$$C = \frac{1}{2} \sqrt{V}$$

Avec

- V : le volume en m³ de boues brutes présentes dans le filtre ;
- C : le nombre de prélèvements élémentaires à réaliser dans le filtre, arrondi au nombre entier le plus proche ;
- Avec un minimum de 4 prélèvements élémentaires par filtre.

Pour une bonne représentativité de la qualité globale des boues du filtre, le protocole d'échantillonnage à appliquer consiste à :

- Réaliser les prélèvements élémentaires uniformément répartis dans le filtre, en fonction de la densité des roseaux ;
- Prélever le long d'une diagonale du filtre en tenant compte de la variabilité verticale (épaisseur de boues) ;
- Éviter de prélever :
 - Les boues à moins d'un mètre des points particuliers du filtre (points d'alimentation, bords du filtre, drains et cheminées d'aération) ;
 - Le média filtrant (gravier/sable).

La quantité à prélever doit être connue avec précision et identique pour tous les prélèvements élémentaires.

Le matériel d'échantillonnage « carottier » de 10 cm de diamètre est recommandé pour ce type de prélèvement. Il a l'avantage par rapport à une tarière, de limiter la déstructuration du prélèvement et de pouvoir prélever des boues de faible siccité sans perte par écoulement.

Si plusieurs filtres correspondent au même lot destiné à la valorisation agricole, le nombre de prélèvements élémentaires est défini pour chaque filtre en appliquant la formule ci-dessus. L'ensemble des prélèvements élémentaires de chaque filtre est rassemblé en quantité proportionnelle au volume de chaque filtre pour constituer un échantillon global pour tout le lot. Le volume prélevé lors de chaque prélèvement élémentaire doit être connu avec précision et identique pour tous les prélèvements élémentaires.

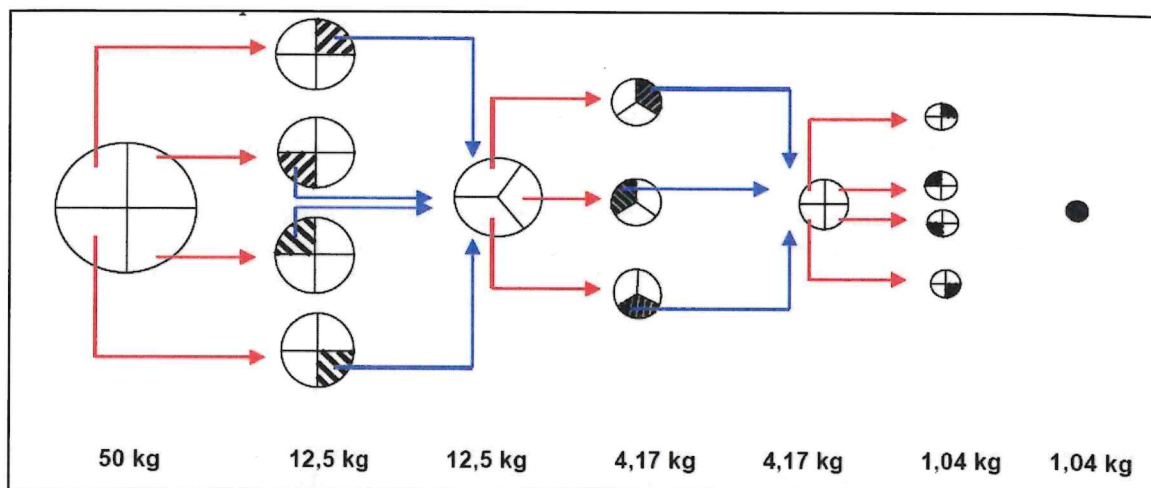


Figure 2 : Exemple de schéma de réduction d'un échantillon (méthode décrite dans le Cahier des Techniques de l'INRA, 2008) [9]

3.4.2.5.2 Méthode par homogénéisation simple

Dans le cas de l'échantillonnage des boues issues de filtres plantés de roseaux (§ 3.4.2.3), la méthode par homogénéisation simple peut être utilisée ; la quantité de boues prélevée étant plus faible (quelques kg) à homogénéiser.

La méthode consiste à :

- Regrouper les prélèvements élémentaires dans un container ;
- Retirer le média filtrant (graviers) et les morceaux grossiers de rhizomes (supérieurs à 1 cm de diamètre) ;
- Morceler les amas de boue secs ;
- Mélanger, homogénéiser le contenu du container à l'aide d'une pelle en évitant les volumes morts tels que le fond du container ;
- Vérifier visuellement l'homogénéité du contenu et répéter l'opération de mélange au moins trois fois ;
- Prélever au sein du container, à l'aide d'une pelle, l'échantillon final destiné au laboratoire d'analyse.

Si plusieurs filtres correspondent au même lot destiné à la valorisation agricole, l'échantillon global est constitué d'un mélange des échantillons de chaque filtre, proportionnel aux volumes de boues stockées sur chacun des filtres. Si le nombre total de prélèvements élémentaires atteint 25 prélèvements, la méthode des quartiers sera à appliquer.

3.5 Acheminement des échantillons jusqu'au laboratoire

Les modalités de transport, de réception et de mise en analyse des échantillons doivent être compatibles avec les prescriptions des normes en vigueur, à savoir :

- Transport des échantillons dans une enceinte ayant la capacité de maintenir la température à $5 \pm 3^\circ\text{C}$;
- Réception des échantillons par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 h après la fin de l'opération d'échantillonnage afin de ne pas altérer ou modifier la composition de l'échantillon, et de limiter les risques d'accumulation de gaz dans les flacons ;

4.1.3 Préparation des boues de teneur en matière sèche supérieure ou égale à 10%

Pour les boues de teneur en matière sèche supérieure ou égale à 10%, le protocole consiste en une lixiviation de la boue avec un rapport solide/liquide constant quel que soit l'échantillon.

- Homogénéiser l'échantillon pour essai ;
- Prélever de façon représentative une masse d'échantillon humide équivalente à au moins 10 g de matière sèche ;
- Ajouter un volume d'eau ultrapure exempte de TFA permettant d'atteindre un rapport liquide sur solide de 10 (ml/g) (cf Tableau 1) ;
- Agiter pendant au moins une heure ;
- Récupérer tout ou partie de la phase liquide pour la réalisation de l'analyse du TFA (par exemple par centrifugation ou filtration en ayant montré que cette dernière étape n'apporte pas de contamination) ;
- Ajouter la molécule marquée ^{13}C -TFA avant analyse et l'utiliser comme étalon interne pour quantifier le TFA.

Une étape de purification de l'échantillon peut être effectuée sur la phase liquide récupérée dès lors qu'il aura été montré qu'elle n'affecte pas le résultat.

Le résultat final sera exprimé en $\mu\text{g/kg}$ de matière sèche.

Tableau 1 : Exemple de volume d'eau à ajouter pour une quantité de matière sèche visée de 10 g en fonction du taux de matière sèche de la boue.

Taux de matière sèche (%)	Masse de matière sèche visée (g)	Masse de boue humide à prélever (g)	Masse d'eau contenue dans la prise d'essai de boue humide (g)	Quantité d'eau à ajouter pour la lixiviation (ml)
10	10	100,0	90,0	10,0
20	10	50,0	40,0	60,0
30	10	33,3	23,3	76,7
40	10	25,0	15,0	85,0
50	10	20,0	10,0	90,0
60	10	16,7	6,7	93,3
70	10	14,3	4,3	95,7
80	10	12,5	2,5	97,5
90	10	11,1	1,1	98,9
100	10	10,0	0,0	100,0

4.1.4 Préparation pour les boues de teneur en matière sèche inférieure à 10%

Pour ces boues, on considérera que la quantité d'eau présente est suffisante pour avoir solubilisé le TFA. Le rapport solide /liquide sera proche de 10 ou supérieur.

- Homogénéiser l'échantillon pour essai ;
- Récupérer tout ou partie de la phase liquide pour la réalisation de l'analyse du TFA (par exemple par centrifugation ou filtration en ayant montré que cette dernière étape n'apporte pas de contamination) ;
- Ajouter la molécule marquée ^{13}C -TFA avant analyse et l'utiliser comme étalon interne pour quantifier le TFA.

Une étape de purification de l'échantillon peut être effectuée sur la phase liquide récupérée dès lors qu'il aura été montré qu'elle n'affecte pas le résultat.

- $^{13}\text{C}_8\text{-PFOS}$
- $^{13}\text{C}_2\text{-8:2FTS}$
- $^{13}\text{C}_2\text{-4:2FTS}$
- $^{13}\text{C}_2\text{-6:2FTS}$
- $^{13}\text{C}_2\text{-D}_4\text{-10:2FTS}$
- $^{13}\text{C}_8\text{-PFOSA}$
- $\text{D}_3\text{-MePFOSA}$
- $\text{D}_3\text{-MePFOSAA}$
- $^{13}\text{C}_4\text{-8:2diPAP}$
- $^{13}\text{C}_3\text{-HFPO-DA}$
- Analyser les extraits en LC MS/MS ;
- Appliquer les exigences de la norme NF EN-ISO 21253-1 [12] pour les critères d'identification (sauf exception pour certains composés PFBA, PFPeA pour lesquels certaines transitions sont peu sensibles) ;
- Rapporter les résultats en $\mu\text{g/kg}$ de matière sèche et en référence à la forme acide en cohérence avec les dénominations des référentiels SANDRE ;
- Pour les PFAS disposant de formes linéaires et ramifiées il est demandé de rendre un résultat correspondant à la somme de ces formes en utilisant un étalon linéaire pour la quantification ;
- Sauf exception pour certaines substances montrant peu de sensibilité ou en cas d'interférences spécifiques, il est demandé de respecter une limite de quantification inférieure ou égale à $2 \mu\text{g/kg}$ de matière sèche.

4.3 Exigences qualité

L'accréditation des résultats n'est pas imposée dans le cadre de cette circulaire ministérielle du 27 avril 2026. Cependant si elle est disponible, il s'agit d'une garantie supplémentaire pour la qualité des résultats.

Avant mise en œuvre dans le cadre de la circulaire, les méthodes devront avoir été validées suivant les principes des normes NF T90-210 [3] ou X31-131 [4] en utilisant des échantillons représentatifs de boues industrielles et urbaines destinées à l'épandage. Les limites de quantification devront être validées suivant les principes de ces normes.

Des incertitudes devront pouvoir être fournies sur demande.

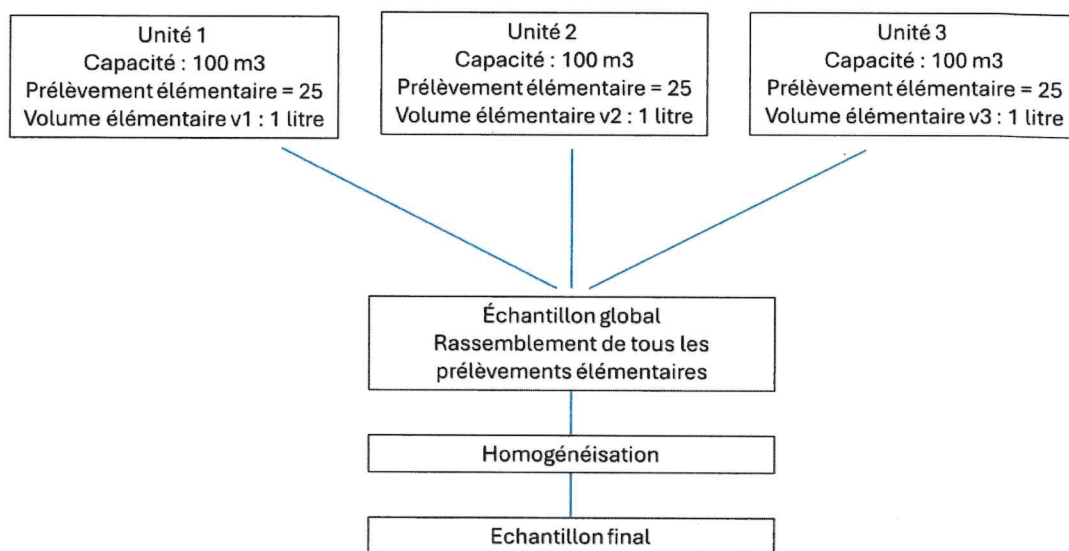
Dès lors qu'ils existent, les laboratoires devront participer à des essais d'intercomparaison afin d'apporter des preuves de la fiabilité des résultats fournis.

Des contrôles qualité internes devront être insérés dans chaque série analytique. En particulier, au moins un blanc de méthode est analysé pour chaque série d'extraction afin de démontrer que la procédure est exempte de contaminants. Il est recommandé d'inclure un blanc de système pour vérifier l'absence de contamination des solvants et de contrôler régulièrement les taux de récupération.

6 Annexes

Annexe 1 : Echantillonnage de boues liquides dans le cas où plusieurs unités de stockage constituent le lot destiné à la valorisation agricole

Cas simple : lot regroupant plusieurs unités de stockage de même capacité
Nombre de prélèvements et volumes élémentaires identiques



Autre cas : lot regroupant plusieurs unités de stockage de capacités différentes
Nombre de prélèvements et volumes élémentaires identiques

