PRÉFÈTE
DE LA DRÔME
*Liberté*
*Égalité*
*Fraternité*

**Direction régionale de l'environnement,**
**de l'aménagement et du logement**
**Auvergne Rhône Alpes**
**Unité interdépartementale Drôme Ardèche**

# ARRÊTÉ PRÉFECTORAL N° 20261006-DEC-DAEN1039 EN DATE DU 10 NOV. 2026 PORTANT PRESCRIPTIONS COMPLÉMENTAIRES À LA SOCIÉTÉ REFRESCO FRANCE SITUÉE 2885 ROUTE DES PANGONS À MARGÈS (26260)

La préfète de la Drôme
Chevalier de la Légion d'honneur
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 Ier 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** le décret du 30 juillet 2025 nommant Mme Marie Aimée GASPARI, préfète de la Drôme,

**VU** le décret du 26 août 2026 nommant Mme Pauline GIRARDOT, secrétaire générale de la préfecture de la Drôme, sous-préfète de Valence ;

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

**VU** l'arrêté préfectoral d'autorisation n° 2016313-0010 du 8 novembre 2016 délivré à la société REFRESCO FRANCE pour l'exploitation sise 2885 Route des Pangons sur la commune de MARGÈS (26260) d'une installation de production de boissons non alcoolisées ;

**VU** le rapport de l'inspection des installations classées du 8 octobre 2026 ;

**VU** le projet d'arrêté porté à la connaissance de l'exploitant par courrier du 8 octobre 2026 ;

**VU** l'absence d'observation de l'exploitant sur le projet d'arrêté qui lui a été soumis ;

**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,

3 avenue des Langories
26000 VALENCE
Tél. 04 75 82 46 46
https://www.auvergne-rhone-alpes.developpement-durable.gouv.fr/

**SUR** proposition de la secrétaire générale de la préfecture de la Drôme ;

## ARRÊTE

### Article 1er

La société REFRESCO FRANCE, désignée « l'exploitant » dans le présent arrêté, et dont le siège social est situé 2885 Route des Pangons sur la commune de MARGÈS (26260), est tenue de respecter les prescriptions édictées aux articles suivants pour l'exploitation de ses installations situées à la même adresse.

## Chapitre 1 : Campagne de prélèvements et d'analyse de boues

### Article 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 3

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

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

### Article 4

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 5

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 6**

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 7**

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.

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 8**

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 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 ;
- 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 9**

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 ;
- listant les installations de compostage ou de méthanisation ayant valorisé ces boues depuis le 1er janvier 2025.

## Chapitre 5 : Dispositions diverses

**Article 10**

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 11**

Les frais inhérents à l'application des prescriptions du présent arrêté sont à la charge de l'exploitant.

**Article 12 - Délais et voies de recours – Publicité – Exécution**

**Délais et Voies de Recours**

La présente décision est soumise à contentieux de pleine juridiction. Il peut être déféré auprès du Tribunal administratif de GRENOBLE :

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 tribunal administratif peut être saisi d'une requête déposée sur le site www.telerecours.fr

Le présent arrêté et peut faire l'objet d'un recours gracieux ou hiérarchique dans le délai de deux mois. Ce recours prolonge de deux mois les délais mentionnés aux 1° et 2° ci-avant.

Les tiers qui n'ont acquis ou pris à bail des immeubles ou n'ont élevé des constructions dans le voisinage d'une installation classée que postérieurement à l'affichage ou à la publication de l'arrêté autorisant l'ouverture de cette installation ou atténuant les prescriptions primitives ne sont pas recevables à déférer ledit arrêté à la juridiction administrative.

La présente décision peut faire l'objet d'une demande d'organisation d'une mission de médiation telle que définie par l'article L. 213-1 du code de justice administrative, auprès du Tribunal administratif de Grenoble.

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).

**Publicité**

Conformément aux dispositions de l'article R. 181-44 du code de l'environnement, un extrait du présent arrêté mentionnant qu'une copie du texte intégral est déposée aux archives de la mairie et mise à la disposition de toute personne intéressée, sera affiché en mairie de MARGÈS pendant une durée minimum de quatre semaines.

Le maire de MARGÈS fera connaître par procès verbal, adressé à la DDPP de la Drôme, l'accomplissement de cette formalité.

Le présent arrêté sera publié sur le site internet de la préfecture pendant une durée minimale de quatre mois.

**Exécution - Notification**

La secrétaire générale de la préfecture de la Drôme, le directeur régional de l'environnement, de l'aménagement et du logement (DREAL) Auvergne-Rhône-Alpes et le maire de MARGÈS sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté qui sera notifié au représentant légal de l'exploitation.

Fait à Valence, le 10 NOV. 2026

La Préfète,

Pour la Préfète et par délégation,
La Secrétaire Générale

Pauline GIRARDOT

# ANNEXES

## Annexe 1

| Nom | Abréviation | N°CAS | Code SANDRE |
|---|---|---|---|
| Acide perfluorotétra-décanoique | PFTeDA | 376-06-7 | 6547 |
| Acide perfluorocta-décanoique | 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-dioxaheptanoique | NFDHpA | 151772-58-6 | 9117 |
| Perfluorobutane-sulfonamide | PFBSA | 30334-69-1 | 6049 |
| Acide perfluoro-3-méthoxypropanoique | PFMPA | 377-73-1 | 9183 |
| Acide 4,8-dioxa-3H-perfluorononanoique | DONA | 919005-14-4 | 8983 |
| Acide 7H-perfluoroheptanoique | HPFHpA | 1546-95-8 | 9225 |
| Acide perfluoro-3-7-diméthyloctanoique | PF37DMOA | 172155-07-6 | 9224 |
| Perfluorohexane-sulfonamide | PFHxSA | 41997-13-1 | 9129 |
| Acide perfluoro-4-méthoxybutanoique | 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 | PFTrDA ; PFTrA | 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 |
| Acide perfluorodecane 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 | PFTrDS | 791563-89-8 | 8742 |
| Acide 6 : 2 fluorotélomère sulfonique | 6:2 FTSA | 27619-97-2 | 7893 |
| Acide perfluorohexadecanoïque | PFHxDA | 67905-19-5 | 8984 |
| Acide 9-chlorohexadecafluoro-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)<br>40 mg/kg (somme des composés apparentés) |
| PFHxS, ses sels et les composés apparentés | 1 mg/kg (PFHxS et ses sels)<br>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 ; PFTrDS ; PFOSA ; 6 : 2 FTSA ; PFBA ; PFPeA ; PFHxA ; PFHpA ; PFOA ; PFNA ; PFDA ; PFUnA ; PFDoA ; PFTrDA | 400 |

Vu pour être annexé
2026-1006-DEC_DAEN1039
à l'arrêté n° du 10 NOV. 2026

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
PRÉFECTURE de la DRÔME

Pour la Préfète et par délégation,
La Secrétaire Générale

Pauline GIRARDOT

**Annexe 5**

Vu pour être annexé
à l'arrêté n° 2026106-DEC-DAENU039 du 10 NOV. 2026

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
PRÉFECTURE de la DRÔME

Pour la Préfète et par délégation,
La Secrétaire Générale

Pauline GIRARDOT

AQUAREF
Consortium scientifique et technique
BRGM, IFREMER, Ineris, INRAE et LNE

# 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)

*Version 1 - Mai 2026*

## Référence et droits d'usage

Référence du document : AQUAREF – Modalités de mise en œuvre de campagnes de mesures des PFAS dans les boues issues de stations d'épuration urbaines ou industrielles (circulaire ministérielle du 27 avril 2026) - Version 1 - Mai 2026

Droits d'usage : Accès libre

## 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

# 1 Introduction

A la lumière des connaissances actuelles, ce document a pour but de fournir des exigences techniques minimales et des recommandations pour la mise en œuvre de la circulaire ministérielle du 27 avril 2026 relative à la recherche de PFAS dans les boues issues de stations d'épuration destinées à la valorisation agricole et à la gestion des boues contenant des PFAS.

Ce document est à destination des exploitants, des prestataires d'échantillonnage et d'analyses ainsi que des services de l'état concernés et sert de référence pour la réalisation des campagnes de mesure. Ce document est annexé à l'arrêté préfectoral. Il précise les intervenants pouvant réaliser les campagnes ainsi que les modalités d'échantillonnage et d'analyses.

La circulaire ministérielle vise la surveillance de 52 PFAS comprenant :

- Les 50 PFAS visés par le projet de norme EN ISO 25652 *« Sédiments, sol, boues et déchets - Analyse des PFAS par CLHP et spectrométrie de masse »* [1] ;
- Le 6:2 FTAB retrouvé fréquemment dans certaines publications scientifiques relatives aux boues épandues ; et
- L'acide trifluoroacétique (TFA).

A cette liste, certains paramètres de caractérisation usuels des boues destinées à la valorisation agricole seront également à rechercher. Il s'agit de la matière sèche, du carbone organique et de l'azote total. Ces paramètres seront utiles pour l'interprétation des résultats.

# 2 Qualification des intervenants

Dans le cadre de la mise en œuvre de la campagne de surveillance des PFAS dans les boues, la circulaire n'impose pas l'accréditation des intervenants pour l'échantillonnage et l'analyse des PFAS dans cette matrice. Ce choix vient du fait de l'absence de référentiel d'accréditation pour l'échantillonnage des boues, d'un nombre très limité de laboratoires d'analyse accrédités sur l'analyse des PFAS dans les boues selon le référentiel NF EN ISO/IEC 17025 [2] et de l'absence de norme d'analyse publiée (la norme EN ISO 25652 [1] devrait être publiée d'ici la fin du premier semestre).

Les opérations d'échantillonnage peuvent être réalisées par :

- Le prestataire d'analyse ayant une entité échantillonnage ;
- Le prestataire d'échantillonnage, sélectionné par le prestataire d'analyse et/ou le maître d'ouvrage ;
- L'exploitant lui-même.

L'exploitant ou le prestataire devra disposer des procédures nécessaires à assurer la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques d'échantillonnage, et des enregistrements démontrant leur adéquation. A ce titre, il doit disposer : d'un plan de localisation des points d'échantillonnage des boues, d'un personnel qualifié, formé à la réalisation des opérations d'échantillonnage de boues, de matériels de prélèvement adaptés et entretenus dédiés à cet usage, de protocoles d'échantillonnage des boues et de constitution d'un échantillon global et final, etc...

L'exploitant ou le prestataire doit réaliser les opérations d'échantillonnage en concertation étroite avec le laboratoire réalisant les analyses.

Lorsque les opérations d'échantillonnage sont réalisées par l'exploitant lui-même ou son sous-traitant, l'exploitant est le seul responsable de l'exécution des prestations d'échantillonnage et de ce fait, responsable solidaire de la qualité des résultats d'analyse.

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 « *Qualité de l'eau - Echantillonnage – partie 13 : lignes directrices pour l'échantillonnage des boues* » [5]<br>• La norme NF U 44-108 « *Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines- Boues liquides- échantillonnage en vue de l'estimation de la teneur moyenne d'un lot* » [6]<br>• 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 « *Qualité de l'eau – Echantillonnage – Partie 15 : lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments* » [8] |

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

## 3.1 Termes et définitions

| Termes | Définitions pour l'application du présent document |
|---|---|
| Boue | On entend par boue, les boues destinées à la valorisation agricole. Les boues peuvent avoir une consistance liquide, pâteuse ou solide :<br>- Boue liquide : teneur en matière sèche inférieure à 10%<br>- Boue pâteuse : teneur en matière sèche de l'ordre de 10 à 25-30%<br>- Boue solide : teneur en matière sèche supérieure à 25-30% |
| Lot | Quantité de boues produites par le même procédé, dans les mêmes conditions, ayant les mêmes caractéristiques correspondant à une même unité de stockage (par exemple, plusieurs tas de boues peuvent constituer un même lot) |
| Prélèvement élémentaire | Petite quantité de boue, prélevée, en une fois, en un point du lot. Une série de prélèvements élémentaires doit être effectuée en différents points du lot de manière que leur ensemble soit représentatif du lot. |
| Echantillon global | Quantité de boues constituée en réunissant tous les prélèvements élémentaires |
| Echantillon final | Quantité représentative de l'échantillon global prélevé sur un même lot et obtenue après homogénéisation ou par un procédé de réduction (quartage) |

## 3.2 Conditions générales de l'échantillonnage

L'objectif visé est de produire un échantillon final, représentatif du lot destiné à la valorisation agricole, et en quantité suffisante pour la caractérisation des PFAS et des paramètres usuels par le laboratoire d'analyse.

Un dialogue étroit entre l'opérateur d'échantillonnage et le prestataire d'analyse doit être mis en place préalablement à la campagne d'échantillonnage. La fourniture des éléments suivants est de la responsabilité du laboratoire d'analyses :

- Le flaconnage clairement identifié ;
- Le matériel de réfrigération ou de conservation ayant la capacité de maintenir une température de transport de (5±3°C) ;
- Les consignes spécifiques de remplissage et de transport (délais) etc...

## 3.3 Opérateur et matériel d'échantillonnage

L'opérateur d'échantillonnage doit prendre les mesures appropriées de santé et de sécurité lors de la manipulation de boues susceptibles de contenir des agents pathogènes ou d'émettre des bioaérosols ou des poussières. Il doit être équipé d'équipement de protection individuelle (EPI) comme des gants « nitrile » non poudrés. Les risques de contamination des échantillons par l'opérateur et de l'opérateur par le milieu sont ainsi réduits. Les gants « nitrile » doivent être changés autant que de besoin.

Le matériel d'échantillonnage retenu doit être robuste et ne présenter aucun risque de contamination ou d'interférences vis-à-vis des substances à analyser. Il doit être maintenu dans un bon état de propreté, stocké dans un endroit propre et protégé de la corrosion et des contaminations extérieures.

Avant chaque opération, le matériel d'échantillonnage doit être rincé à l'eau et séché afin de limiter les risques de contamination. Il ne doit en aucun cas être utilisé pour une autre fonction sur le site.

Le matériel d'échantillonnage en plastique (polyéthylène, polypropylène) ou en inox convient à la recherche des PFAS et des paramètres de caractérisation usuels.

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 $m^3$), 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

de l'unité de stockage inférieure à 10 m³ et un maximum de 20 prélèvements élémentaires pour une capacité de l'unité de stockage supérieure à 100 m³.
La quantité prélevée lors de chaque prélèvement élémentaire doit être connue avec précision et identique pour tous les prélèvements élémentaires.

#### 3.4.1.3 Conservation des prélèvements élémentaires avant constitution de l'échantillon global

Pour garantir la représentativité de chaque prélèvement élémentaire, le volume de chaque prélèvement élémentaire (2 litres) devra être conservé au froid (entre 1 et 8°C au réfrigérateur ou en glacière) pour assurer une bonne conservation des prélèvements sur toute la durée de l'opération d'échantillonnage.

Si chaque prélèvement élémentaire est ajouté dans un unique container, le container doit être équipé d'un couvercle et être conservé dans un local au frais jusqu'à la fin de l'échantillonnage.

#### 3.4.1.4 Constitution de l'échantillon final destiné au laboratoire d'analyse

Les prélèvements élémentaires sont rassemblés dans un unique container et mélangés à l'aide d'un agitateur mécanique pendant au moins une dizaine de minutes pour constituer l'échantillon global.

Sous agitation continue, la quantité nécessaire, pour caractériser les PFAS et les paramètres de caractérisation usuels, est prélevée à l'aide d'une louche ou d'un robinet si le container utilisé en est équipé. Dans le cas de l'utilisation d'un robinet, le volume mort (robinet) est vidangé plusieurs fois et réintroduit dans l'échantillon global. L'ensemble est homogénéisé pendant quelques minutes avant remplissage des flacons destinés au laboratoire (échantillon final).

Cette opération d'homogénéisation est à réaliser à l'abri de toute perturbation extérieure (intempéries, poussières, ...).

### 3.4.2 Echantillonnage de boues solides ou pâteuses

#### 3.4.2.1 Echantillonnage sur un lot (tas, andain)

Pour obtenir un échantillon représentatif du lot à caractériser, au moins 25 prélèvements élémentaires uniformément répartis en différents points (en tournant autour du tas, si possible) et différentes profondeurs du lot sont indispensables.

Le prélèvement des échantillons élémentaires doit être réalisé en dehors de la croûte de surface, des zones où une accumulation d'eau s'est produite et au moins à plus de 30 cm au-dessus du sol et des bords. Les prélèvements doivent être réalisés dans toute l'épaisseur, la largeur et la longueur du lot. 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.

Si plusieurs unités de stockage (par exemple, plusieurs tas) constituent le lot destiné à la valorisation agricole, le nombre de prélèvements élémentaires s'applique à chaque unité de stockage (à chaque tas) 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.

NB : l'échantillonnage directement à partir de bennes n'est pas conseillé du fait que la plus grande partie des boues contenues dans la benne est inaccessible pour permettre de réaliser des prélèvements élémentaires. L'échantillonnage en continu à partir d'un point de chute dans ce cas est recommandé (NF EN ISO 5667-13 [5]).

#### 3.4.2.2 Echantillonnage en continu (bande transporteuse, point de chute)

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 $m^3$ 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.

#### 3.4.2.4 Conservation des prélèvements élémentaires avant constitution de l'échantillon global

Pour garantir la représentativité de l'échantillon, le volume de chaque prélèvement élémentaire devra être conservé au froid (entre 1 et 8 °C au réfrigérateur ou en glacière).

Si chaque prélèvement élémentaire est ajouté dans un unique container, le container doit être équipé d'un couvercle et être conservé dans un local au frais jusqu'à la fin de l'échantillonnage.

#### 3.4.2.5 Constitution de l'échantillon final destiné au laboratoire d'analyse

Cette opération est à réaliser à l'abri de toute perturbation extérieure (intempéries, poussières, ...).

##### *3.4.2.5.1 Méthode des quartiers*

Cette méthode doit être utilisée pour les échantillonnages réalisés sur un tas (§ 3.4.2.1) et en continu (§ 3.4.2.2), du fait de la quantité importante de boues à homogénéiser (entre 12,5 et 25 kg) pour constituer l'échantillon final destiné au laboratoire d'analyse.

Pour chaque unité de stockage à considérer, les prélèvements élémentaires individuels sont rassemblés et mélangés pour ensuite constituer l'échantillon final par la méthode des quartiers (NF EN ISO 5667-13 [5]). La méthode utilisée doit être réalisée de façon à obtenir à chaque étape une partie représentative de l'échantillon final (Figure 1).

La méthode consiste à :

- Déposer sur une surface plane et propre (bâche, par exemple) tous les prélèvements élémentaires ;
- Mélanger soigneusement les prélèvements élémentaires en les mettant en tas pour former un cône. Ce tas doit être retourné, à l'aide d'une pelle, pour former un nouveau cône. Cette opération doit être répétée trois fois ;
- Former un tas aplati avec la boue homogénéisée (épaisseur et diamètre uniforme) et diviser en 4 quartiers équivalents. Eliminer 2 quartiers opposés et conserver les 2 autres ;
- Mélanger soigneusement les 2 quartiers ;
- Procéder à nouveau à la division de la boue restante en 4 quartiers équivalents, éliminer cette fois les quartiers opposés selon la diagonale perpendiculaire à celle des quartiers précédemment éliminés ;
- Poursuivre ce procédé jusqu'à la réduction de l'échantillon global en un échantillon final destiné au laboratoire.

Les quartiers éliminés au cours du quartage pourront être mélangés ensemble et utilisés pour constituer d'autres échantillons finaux ou conservés pour contre analyse.

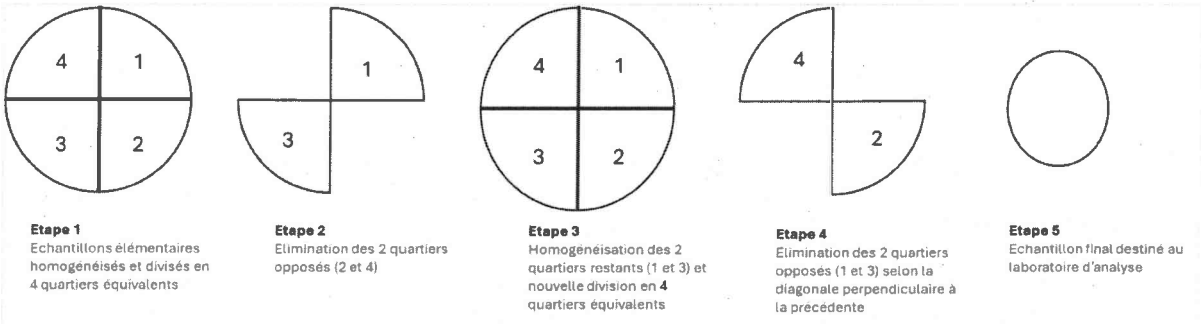



Figure 1 : *Méthode de quartage*

Si la quantité de boues solides constituant l'échantillon global est très volumineuse, d'autres méthodes de quartage peuvent être appliquées pour constituer l'échantillon final destiné au laboratoire (*Figure 2*).

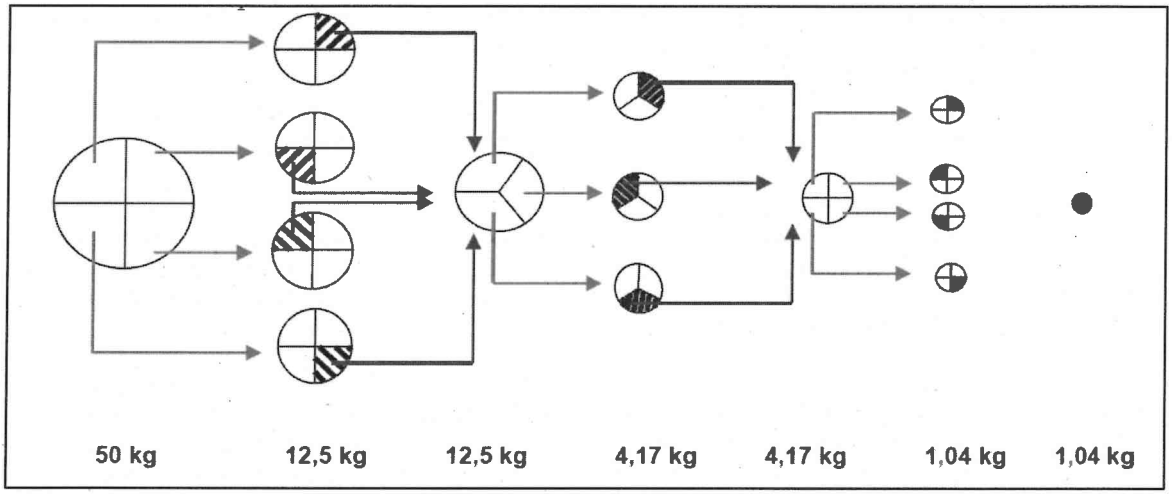



*Figure 2 : Exemple de schéma de réduction d'un échantillon (méthode décrite dans le Cahier des Techniques de l'INRA, 2008) [9]*

#### *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±3°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 ;

- Prise en charge des échantillons par le laboratoire d'analyse et respect des délais de mise en analyse compatibles avec les prescriptions des normes en vigueur ou les dispositions validées par le laboratoire afin de garantir l'absence de dégradation/adsorption des PFAS et des paramètres de caractérisation usuels.
    - Pour les PFAS, les projets de norme NF EN ISO 5667-15 [8] et EN ISO 25652 [1], précisent un délai maximal de conservation avant analyse de 28 jours.

Dans le cas particulier des échantillons provenant des départements et régions d'outre-mer (DROM) et devant être analysés en métropole, la réception des échantillons au laboratoire d'analyse doit avoir lieu au plus tard 72 heures après la fin de l'opération d'échantillonnage. Les conditions de prise en charge et de délai maximal de conservation des échantillons par le laboratoire d'analyses de métropole sont les mêmes que celles stipulées ci-dessus.

La traçabilité des opérations d'échantillonnage doit être assurée à toutes les étapes, de la préparation de la campagne jusqu'à la restitution des données. Les opérations de terrain proprement dites doivent être formalisées dans le rapport d'analyse ou de prélèvement : point d'échantillonnage, type de boues (liquides, pâteuses, sèches), type de prélèvement réalisé sur la boue, date d'échantillonnage (début, fin), nombre de prélèvements élémentaires réalisés, traitement de la boue (liste de polymères, etc), date d'envoi au laboratoire, etc.

# 4 Modalités de réalisation des analyses de PFAS

## 4.1 Analyse du TFA

Il n'existe pas de méthode normalisée pour l'analyse du TFA dans les matrices solides. Les publications scientifiques sont rares et varient sur les protocoles appliqués. Compte tenu du nombre restreint de connaissances disponibles, la proposition de protocole ci-dessous s'appuie :

- Sur les échanges organisés début 2026 par le ministère avec les associations de laboratoires dans le cadre de la préparation de la circulaire ministérielle ;
- Sur la prise en compte du caractère très hydrophile du TFA et de sa volatilité.

Cette proposition permet a minima d'assurer une comparabilité des résultats.

### 4.1.1 Généralités

Compte tenu de sa présence très répandue dans l'environnement et dans beaucoup de matériaux, les analyses de TFA sont souvent impactées par des contaminations. Des sources possibles de contamination sont les suivantes :

- Les composants des systèmes de préparation et d'analyse ;
- L'air ambiant ;
- Les consommables (flaconnages par exemple, ...) ;
- Les réactifs.

Il est donc particulièrement important de veiller à l'absence de contamination sur l'ensemble de la méthode (flaconnage, prétraitement et analyse) et à la réalisation régulière de blancs.

La limite de quantification attendue pour ce paramètre est inférieure ou égale à 20 µg/kg de matière sèche.

### 4.1.2 Prétraitement

L'analyse sera réalisée sur un échantillon brut (non séché). L'homogénéisation de l'échantillon devra assurer la représentativité de la prise d'essai pour analyse.

### 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 µg/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.

Le résultat final sera exprimé en µg/kg de matière sèche (MS).

Le cas échéant, pour les teneurs en MS inférieures à 3%, la limite de quantification pourra être supérieure à 20 µg/kg de matière sèche.

## 4.2 Analyse des autres PFAS

Une norme sur l'analyse des PFAS par HPLC et spectrométrie de masse sur les matrices sédiment, sol, boue et déchet est en préparation au niveau CEN et ISO (projet de norme EN ISO 25652 [1]). Elle devrait être publiée d'ici la fin du premier semestre. Cette norme couvrira l'analyse de 50 PFAS auxquels il faut ajouter les formes ramifiées pour certains de ces PFAS. La norme devrait également indiquer qu'elle peut être appliquée à l'analyse d'autres PFAS non mentionnés dans son champ d'application, à condition que la validité soit démontrée par des protocoles de validation internes appropriés.

Les 51 PFAS (hors TFA) entrant dans le cadre de la circulaire ministérielle font partie du domaine d'application de la norme à l'exception du 6:2 FTAB. Pour certaines substances, les résultats de l'essai d'intercomparaison de la norme n'ont pas permis une validation précise pour la matrice boue mais ces substances (ainsi que le 6:2 FTAB) pourront être analysées suivant la norme dès lors qu'une validation interne aura été réalisée.

Au maximum six mois après la publication de la norme, les laboratoires d'analyses devront l'appliquer.

La limite de quantification attendue pour les 51 PFAS sera inférieure ou égale à 2µg/kg de matière sèche. Pour beaucoup des PFAS de la norme, des limites de quantification plus basses sont atteignables (de l'ordre de 0,5 µg/kg MS).

Dans l'attente de la publication de la norme et afin de disposer de résultats harmonisés avant sa publication et le délai de sa prise en compte par les laboratoires, des exigences techniques sont données ci-dessous :

- L'échantillon doit être séché avant analyse. Le séchage peut être effectué, par exemple, par lyophilisation ou à une température maximale de 40 °C. Utiliser une prise d'essai comprise entre 1 et 10 g d'échantillon séché ;
- Extraire avec du méthanol ou un mélange 1 :1 d'acétonitrile et méthanol avec de l'hydroxyde de sodium ou de l'hydroxyde d'ammonium 0,05 mol/L. Respecter un rapport L/S d'au moins 2 jusqu'à 4 ;
- Agiter les échantillons pendant au moins 60 minutes (agitateur horizontal 200-300 tr/min). L'agitation peut être remplacée par des ultrasons pendant 60 minutes ;
- Centrifuger au moins 3 minutes ;
- Une purification peut être réalisée si nécessaire. En absence de purification ajouter 100µl de solution d'acétate d'ammonium (3.8g dans 100ml d'eau) à 900 µl d'extrait ;
- Utiliser au moins les étalons internes marqués suivants :
    - $^{13}C_5$-PFPeA
    - $^{13}C_4$-PFBA
    - $^{13}C_5$-PFHxA
    - $^{13}C_4$-PFHpA
    - $^{13}C_8$-PFOA
    - $^{13}C_9$-PFNA
    - $^{13}C_6$-PFDA
    - $^{13}C_7$-PFUnDA
    - $^{13}C_2$-PFDoDA
    - $^{13}C_2$-PFTeDA
    - $^{13}C_3$-PFHxS
    - $^{13}C_3$-PFBS

- $^{13}C_8$-PFOS
- $^{13}C_2$-8:2FTS
- $^{13}C_2$-4:2FTS
- $^{13}C_2$-6:2FTS
- $^{13}C_2$-$D_4$-10:2FTS
- $^{13}C_8$-PFOSA
- $D_3$-MePFOSA
- $D_3$-MePFOSAA
- $^{13}C_4$-8:2diPAP
- $^{13}C_3$-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 µg/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 µg/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.

# 5 Références

Les références ci-dessous sont citées dans le document.

| Références | Libellé |
|---|---|
| [1] | Projet de norme EN ISO 25652 " Sédiments, sol, boues et déchets - Analyse des PFAS par CLHP et spectrométrie de masse " |
| [2] | NF EN ISO/IEC 17025 "Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais" |
| [3] | NF T 90-210 "Qualité de l'eau — Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire" |
| [4] | XP X31-131 "Méthodes d'essais pour la caractérisation environnementale des matrices solides - Caractérisation des méthodes d'analyses - Guide pour la validation de méthodes d'analyses physico-chimiques sur les matrices sols, sédiments et boues et pour le choix des échantillons d'essai" |
| [5] | NF EN 5667-13 "Qualité de l'eau - Echantillonnage – partie 13 : lignes directrices pour l'échantillonnage des boues" |
| [6] | NF U 44-108 "Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines- Boues liquides- échantillonnage en vue de l'estimation de la teneur moyenne d'un lot" |
| [7] | Protocole de prélèvement, d'échantillonnage, et d'analyse des boues de Filtres Plantés de Roseaux (FPR) en vue de leur valorisation par épandage agricole – protocole élaboré par le groupe de travail EPNAC, convention Onema-Cemagref, (2011) |
| [8] | Projet de norme NF EN ISO 5667-15 "Qualité de l'eau – Echantillonnage – Partie 15 : lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments" |
| [9] | Prélèvement, préservation et prétraitement des échantillons. Cahier des Techniques de l'INRA, 2008, 63, pp.25-32. ⟨hal-02663490⟩- Mireille Barbaste, Giovanni Caria, Henri Ciesielski, Nicolas Proix, Fabienne Trolard. |
| [10] | Projet de norme EN 38407-53 "Méthodes allemandes normalisées pour l'analyse de l'eau, des eaux usées et des boues — Groupes de substances pouvant être analysés conjointement (groupe F) - Partie 53 : Dosage de l'acide trifluoroacétique (TFA) dans l'eau - Méthode par chromatographie en phase liquide et détection par spectrométrie de masse (LC MS/MS) après injection directe (F 53)" |
| [11] | Fiche Aquaref MA-90.1 "Composés Perfluorés (PFAS) à chaîne courte et ultracourte TFA, PFPrA, PFBA, TFMSA, PFEtS, PFPrS et TFSH - Méthode d'analyse dans les eaux - fraction dissoute" |
| [12] | NF EN ISO 21253-1 "Qualité de l'eau - Méthodes d'analyse de composés multi-classes - Partie 1 : critères pour l'identification des composées cibles par chromatographie en phase gazeuse et liquide et spectrométrie de masse" |

# 6 Annexes

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

