



**MINISTÈRE
DE LA TRANSITION
ÉCOLOGIQUE
ET DE LA COHÉSION
DES TERRITOIRES**

*Liberté
Égalité
Fraternité*

Direction générale de la prévention des risques

Arrêté ministériel relatif à l'analyse des substances per- et polyfluoroalkylées dans les rejets aqueux des installations classées pour la protection de l'environnement relevant du régime de l'autorisation

Note d'application

Version du 18 juillet 2023

Document réalisé avec l'appui de l'INERIS et du BRGM

Rédacteur :

MTECT : Malcolm SERRANO-ALARCON – Chargé de mission eau et ICPE au bureau de la nomenclature, des émissions industrielles et des pollutions des eaux

Relecteur :

MTECT : Loïc MALGORN – Chef du bureau de la nomenclature, des émissions industrielles et des pollutions des eaux

Version	Date	Modifications
1	18 juillet 2023	Version initiale

SOMMAIRE

Introduction	3
Objet et point d'attention	3
Contexte.....	3
Principales dispositions de l'arrêté.....	4
Dispositions et aide à leur mise en œuvre	5
Article 1 ^{er} : Champ d'application de l'arrêté.....	5
Article 2 : Liste des substances PFAS.....	5
Article 3 : Contenu de la campagne.....	7
Points de rejets	7
Paramètres à analyser.....	8
Article 4 : Modalités de mise en œuvre des campagnes	8
Conditions de réalisation des opérations d'échantillonnage et d'analyses pour les substances per- et polyfluoroalkylées individuelles et les paramètres complémentaires	8
Modalités de réalisation des opérations d'échantillonnage.....	9
Modalités de réalisation des analyses.....	10
Calendrier de mise en œuvre des campagnes	14
Restitution des résultats via l'outil GIDAF (gestion informatisée des données d'autosurveillance fréquente).....	14
ANNEXE	19
Rubriques de la nomenclature concernées et secteurs d'activité associé	19

Introduction

Objet et point d'attention

La présente note se lit conjointement avec l'arrêté ministériel du 20 juin 2023 relatif à l'analyse des substances per- et polyfluoroalkylées¹ dans les rejets aqueux des installations classées pour la protection de l'environnement (ICPE) relevant du régime de l'autorisation. Elle apporte des précisions et des recommandations, ordonnées en fonction des articles dudit arrêté, afin d'explicitier les objectifs des dispositions prévues et d'en faciliter la mise en œuvre. Elle est notamment destinée aux exploitants d'ICPE, aux organismes de prélèvements et d'analyses mandatés pour réaliser les campagnes d'analyses, ainsi qu'aux services d'Inspection des installations classées.

Ce document n'a pas de portée réglementaire, seules les dispositions de l'arrêté ministériel demeurent applicables aux exploitants concernés. Il pourra être mis à jour en fonction des besoins remontés au cours de la mise en œuvre des campagnes d'analyses.

Contexte

Les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAS) constituent une famille de plusieurs milliers de composés organiques persistants. Fabriqués, puis utilisés dans l'industrie depuis plusieurs décennies pour leurs nombreuses propriétés (imperméabilisantes, résistance aux fortes chaleurs, antiadhésives...), leur forte persistance et leur large diffusion dans l'environnement constituent aujourd'hui un enjeu de santé publique.

En effet, de nombreuses mesures mettent en lumière la présence de PFAS dans les eaux superficielles, souterraines et les sols de plusieurs pays européens, ainsi que dans des emballages et produits de consommation alimentaires. Si tous les effets sanitaires de certains PFAS ne sont à ce jour pas entièrement connus, ces composés présenteraient, entre autres, des effets cancérigènes, impacteraient le développement du fœtus et augmenteraient le taux de cholestérol.

Dans ce contexte, le ministère de la transition écologique et de la cohésion des territoires a pris le 20 juin 2023 un arrêté ministériel relatif à l'analyse des substances per- et polyfluoroalkylées dans les rejets aqueux des installations classées pour la protection de l'environnement (ICPE) relevant du régime de l'autorisation. Ce texte s'inscrit dans le cadre de l'axe 4 du plan d'action ministériel, rendu public par le Gouvernement le 17 janvier 2023, pour réduire les risques liés aux PFAS et améliorer la connaissance de l'exposition des citoyens à ces substances.

Il vise à établir, à l'échelle du territoire français, un premier état des lieux de la présence de PFAS au sein des rejets aqueux de divers secteurs industriels, identifiés comme étant susceptibles d'émettre ces substances en quantités significatives. Les analyses demandées ont pour but d'améliorer les connaissances disponibles sur les émissaires de PFAS, ainsi que sur les concentrations et flux de substances dont ils sont à l'origine. L'étude des résultats obtenus à l'issue de cette première campagne a vocation à faire évoluer la réglementation applicable aux ICPE en matière d'analyse, de surveillance et d'encadrement des rejets de PFAS.

Définition : PFAS (substances per- ou polyfluoroalkylées) : toute substance qui contient au moins un atome de carbone méthyle complètement fluoré (CF₃-) ou méthylène (-CF₂-), sans aucun atome H/Cl/Br/I lié.

¹ <https://www.legifrance.gouv.fr/download/pdf?id=M5X-ADVJC8ioJlgsr1U0IjFIVRKUN-sUNK3r-G5ek4A=>

Principales dispositions de l'arrêté

L'arrêté ministériel précise les modalités de mise en œuvre d'une campagne d'analyse des PFAS dans les rejets aqueux de plusieurs secteurs industriels. Les installations devant réaliser cette campagne sont celles soumises au régime de l'autorisation et relevant des rubriques de la nomenclature des installations classées listées à l'article premier. Sont notamment concernés les secteurs suivants : la fabrication de produits chimiques, le traitement textile, le traitement de surface, la papeterie, les stations d'épuration industrielles et mixtes (stations traitant également pour partie des eaux résiduaires urbaines), le traitement ou encore l'élimination et le stockage souterrain de déchets dangereux et non dangereux.

Les trente et une rubriques de la nomenclature systématiquement concernées (cf. annexe 1), ont été retenues suite à une étude bibliographique permettant d'identifier les secteurs d'activité pertinents.

L'arrêté s'applique également aux installations classées soumises à autorisation au titre d'autres rubriques de la nomenclature et produisant, utilisant, traitant² ou étant susceptible de rejeter des PFAS. C'est par exemple le cas d'un entrepôt qui stockerait des PFAS.

Chaque exploitant d'une de ces installations doit établir une liste, tenue à la disposition de l'inspection des installations classées, des PFAS produits, utilisés, traités ou susceptibles d'être rejetés sur son site, ainsi que des PFAS produits par dégradation.

Pour chaque établissement, trois campagnes d'analyses mensuelles consécutives devront être réalisées. Ces campagnes portent sur l'ensemble des points de rejets aqueux de l'établissement mentionnés dans l'arrêté : effluents, eaux pluviales susceptibles d'être polluées et les émissaires d'eaux de ruissellement des zones où ont été utilisées des mousses d'extinction d'incendie en quantité significative. Il s'agit par exemple des zones d'exercices incendie récurrents avec utilisation d'un émulseur contenant des PFAS. Les émissaires d'eau pluviale non polluée ne sont pas concernés.

Plusieurs paramètres sont visés :

- une estimation en équivalent fluorure de la quantité totale de PFAS présents dans les rejets aqueux de l'installation par l'utilisation de la méthode indiciaire par adsorption du fluor organique (AOF) ; Cette mesure est obligatoire.
- une mesure des concentrations de vingt substances spécifiques, mentionnées par la directive européenne relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine (EDCH) du 16 décembre 2020 ; Cette mesure est obligatoire.
- une mesure des concentrations des autres substances listées par l'exploitant et non comprises parmi les vingt substances précitées. Cette mesure n'est à réaliser que pour les PFAS (différents de ceux de la liste des 20) identifiés par l'exploitant comme potentiellement « présents », si la liste fournie par l'exploitant les mentionne et que leur analyse peut être effectuée selon les dispositions de l'arrêté ministériel (limite de quantification atteignable d'au moins 100 ng/L, accréditation pour le prélèvement...), dans le cas contraire une justification de cette impossibilité sera apportée.

² Le « traitement » peut faire référence au transport, au stockage, ou à la transformation de ces substances.

Dispositions et aide à leur mise en œuvre

Article 1^{er} : Champ d'application de l'arrêté

Qui est concerné par cet arrêté ?

1° Tout établissement relevant du régime de l'autorisation pour une des 31 rubriques suivantes : 2330, 2345, 2350, 2351, 2567, 2660, 2661, 2750, 2752, 2760, 2790, 2791, 2795, 3120, 3230, 3260, 3410, 3420, 3440, 3450, 3510, 3531, 3532, 3540, 3560, 3610, 3620, 3630, 3670, 3710 ou 4713

2° Tout établissement relevant du régime de l'autorisation pour une rubrique différente de celle mentionnée ci-dessus, s'il utilise, produit, traite ou rejette des PFAS. C'est également le cas si des PFAS ont été utilisés, produits, traités ou rejetés par le passé.

Il est à noter que l'arrêté est prévu pour s'appliquer (hors 31 rubriques ci-dessus) aux ICPE dont les rejets aqueux de PFAS sont susceptibles d'être réguliers et significatifs. Les opérations occasionnelles (utilisation de mousses ignifuges lors d'un ancien incendie, utilisation ou stockage éphémère d'une ou plusieurs substances...) pouvant éventuellement générer des émissions ponctuelles de PFAS ne justifient pas la mise en œuvre de la campagne demandée et la restitution des résultats obtenus.

Qui n'est pas concerné ?

1° Tout établissement qui relève du régime de l'enregistrement.

2° Tout établissement qui relève du régime de la déclaration.

3° Tout établissement qui relève du régime de l'autorisation au titre d'une rubrique non mentionnée parmi les 31 autorisées de l'annexe I (2330, 2345, 2350, 2351, 2567, 2660, 2661, 2750, 2752, 2760, 2790, 2791, 2795, 3120, 3230, 3260, 3410, 3420, 3440, 3450, 3510, 3531, 3532, 3540, 3560, 3610, 3620, 3630, 3670, 3710 ou 4713) **ET** qui n'a jamais utilisé, produit, traité ou rejeté des PFAS.

4° Tout établissement qui relevait d'une des 31 rubriques pour le régime de l'autorisation et dont l'activité a cessé ou est arrêtée et qui ne relève pas, pour les autres rubriques encore en activité, du régime de l'autorisation.

Article 2 : Liste des substances PFAS

Il est demandé aux exploitants d'établir, sous trois mois à compter du 28 juin 2023, donc avant le 28 septembre 2023, la liste des substances PFAS susceptibles d'être ou d'avoir été rejetées de leurs installations. Elle est élaborée et tenue à disposition de l'inspection des installations classées, selon les connaissances disponibles par l'exploitant. Il est également demandé de préciser la date à laquelle chaque substance est susceptible d'avoir été rejetée.

Cette disposition a pour but d'établir des inventaires de substances par installation, en amont de la réalisation des analyses, afin de pouvoir comparer les composés listés avec ceux effectivement quantifiés dans les rejets aqueux.

Cette liste est mise à jour si de nouveaux PFAS sont identifiés ou utilisés.

La liste se veut exhaustive et peut porter sur des substances :

- produites, utilisées, stockées, traitées (transformation, élimination...) ou transportées sur site ;

- formées par dégradation, par exemple un PFAS à courte chaîne carbonée issu de la transformation d'un autre PFAS à chaîne plus longue, ou par réaction avec une autre substance ;

Afin d'appuyer l'identification des sites en questions, plusieurs sources (cf. liens plus bas), présentent des corrélations en PFAS et secteurs d'activités.

Il est à noter que l'ensemble des substances listées, au-delà des vingt « obligatoires », devront faire l'objet d'analyses, si les méthodes analytiques disponibles permettent d'atteindre les niveaux de performance attendus par l'arrêté.

A ce jour, il n'existe pas de base de données exhaustive reliant les PFAS à leurs usages. Cependant, un certain nombre de travaux de compilation de données ont été menés. Même si pour nombre de ces composés, leur(s) application(s) restent inconnue(s), à titre indicatif, les sources de données suivantes peuvent aider à identifier dans quels contextes certaines de ces substances sont employées. Cette liste, non exhaustive, pourra être mise à jour ultérieurement en fonction de l'avancée des connaissances :

- La Base de données des corrélations Activités-Polluants disponible sur le site <https://ssp-infoterre.brgm.fr/fr/base-de-donnees/bd-activipoll#outil-de-recherche-bd-activipoll>. La recherche en ligne permet de sélectionner l'entrée substance/famille de substances ou activité industrielle pour établir les corrélations. 36 composés sont regroupés sous la famille de substances PFC (PFOA, PFOS, PFAS).
- Le site de l'Ineris relatif à la substitution des substances chimique contient une page dédiée à la Substitution des composés per- et polyfluoroalkylés (PFAS) et des substances persistantes, mobiles et toxiques (PMT) <https://substitution-perfluores.ineris.fr/fr>. La base documentaire associée fournit des informations sur l'utilisation des PFAS dans certains secteurs industriels en lien avec leur possibilité de substitution.
- Une étude du CETIM réalisée à la demande de la FIM sur les substances poly et perfluoroalkylées explore leurs usages en mécanique et leurs substituts possibles. <https://www.cetim.fr/actualites/pour-tout-savoir-sur-les-pfas-en-mecanique/>
- La base de données de l'OCDE. Elle peut être téléchargée sur la page dédiée « Portal on Per and Poly Fluorinated Chemicals» : <https://www.oecd.org/chemicalsafety/portal-perfluorinated-chemicals/>
- La page web « SIN list » (Substitute It Now) de ChemSec recense les substances chimiques identifiées comme substances constituant une menace pour la santé humaine et l'environnement. Elle contient 416 PFAS actuellement ; ces substances seraient les plus pertinentes pour engager un travail de substitution : <https://sinlist.chemsec.org/>
- ChemSec dédie aussi une page aux PFAS « PFAS Guide » où, entre autres ressources, un outil permettant une recherche par secteur est accessible : <https://pfas.chemsec.org/>
- Le site internet dédié aux PFAS « PFAS HOME » de l'Interstate Technology and Regulatory Council (ITRC) qui fournit différentes ressources sur les PFAS notamment sur les usages : <https://pfas-1.itrcweb.org/>

- La publication *An overview of the uses of per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS)* de Glüge³ et al et ses annexes fournissent une vision globale des usages où des PFAS sont employés et pour quelles fonctions. Sans être exhaustive, cette étude liste également les PFAS qui ont été identifiés par catégorie.

Pour établir la liste des substances potentiellement rejetées, l'exploitant peut :

- passer en revue les Fiches de Données de Sécurité des produits chimiques qu'il utilise afin d'identifier les molécules de la famille des PFAS ;
- interroger les fournisseurs de produits chimiques pour savoir quels produits contiennent des PFAS.

Dans certains cas, les PFAS sont constitutifs de la production (résines perfluorées, revêtements Teflon®). Les producteurs de PFAS peuvent s'appuyer sur les équations de réaction pour identifier les composés per et polyfluoroalkylés issus des activités de production : composés principaux et co-produits par exemple.

Au-delà de ces situations où les PFAS sont produits ou utilisés en réactif ou en additif principaux, la recherche des PFAS présents au sein de mélanges peut s'avérer plus délicate. Dans ce cas, si les exploitants disposent d'un inventaire des produits chimiques informatisé, ils peuvent croiser les numéros CAS des produits avec des listes génériques de PFAS, comme par exemple celle de l'OCDE.

Cette démarche présente néanmoins des limites :

- les PFAS peuvent être en quantité inférieure au seuil d'obligation de déclaration dans les fiches de données de sécurité ;
- certains PFAS n'ont pas de mention de danger et peuvent ne pas figurer pas dans un inventaire des produits chimiques ;
- pour des raisons de confidentialité, les fournisseurs de produits chimiques peuvent ne pas indiquer les compositions exactes, la formulation peut alors être imprécise (par exemple : « le produit contient des « composés fluorés à 6 atomes de carbone »).

Par ailleurs, des PFAS peuvent résulter de la décomposition partielle ou de la décomposition chimique d'une substance. Ces produits de dégradation sont nombreux : par exemple, le 6:2 FTOH peut se dégrader en 5:3 Acid; 5:2 sFTOH; PFHxA; 6:2 FTUCA; PFPeA.

Article 3 : Contenu de la campagne

Points de rejets

Il est demandé, pour chaque exploitant concerné par l'arrêté, de réaliser trois campagnes d'analyse mensuelles consécutives (une campagne chaque mois pendant 3 mois consécutifs) sur l'ensemble des points de rejets aqueux de son installation. Les points visés sont ceux susceptibles de présenter des rejets de PFAS significatifs : effluents industriels, eaux pluviales

³ Glüge, Juliane, Martin Scheringer, Ian T. Cousins, Jamie C. DeWitt, Gretta Goldenman, Dorte Herzke, Rainer Lohmann, Carla A. Ng, Xenia Trier, and Zhanyun Wang. 2020. "An overview of the uses of per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS)." *Environmental Science: Processes & Impacts* 22 (12):2345-237

susceptibles d'être polluées, eaux de ruissellement sur des aires d'exercices incendies où ont été utilisés des mousses ignifuges en quantité significative...

Pour le cas des plateformes industrielles, chaque établissement concerné appartenant à une plateforme doit faire l'objet d'analyse sur ces points de rejets aqueux.

Paramètres à analyser

Chaque campagne mensuelle porte sur plusieurs paramètres. Parmi ceux-ci, deux sont obligatoires pour l'ensemble des points de rejets aqueux de chaque installation :

- l'évaluation d'un paramètre indiciaire, le fluor organique adsorbable (AOF) ;
- la mesure de la concentration de vingt PFAS (prélèvement et analyse en laboratoire).

Il est également demandé de rechercher la concentration de tout autre PFAS listé par l'exploitant et quantifiable selon les niveaux de performance prévus à l'article 4.

Le cadre d'analyse (paramètres considérés, notamment si analyse de substances non obligatoires, nombre et nature des points de rejet, méthodes employées...) doit être clairement établi pour chaque installation dès la première campagne d'analyse mensuelle.

D'une manière générale, une attention particulière doit être portée à l'homogénéité des différentes campagnes réalisées, afin d'assurer la comparabilité des résultats obtenus : mêmes points de prélèvements, mêmes méthodes de prélèvements et d'analyses, mêmes limites de quantification...

Article 4 : Modalités de mise en œuvre des campagnes

Conditions de réalisation des opérations d'échantillonnage et d'analyses pour les substances per- et polyfluoroalkylées individuelles et les paramètres complémentaires

Les opérations de mesure (échantillonnage et analyse) sont à réaliser par :

- Un organisme de prélèvement accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour l'échantillonnage automatique avec asservissement au débit sur la matrice « eaux résiduaires », en vue d'analyse physico-chimique selon la norme FD T90-523-2 ;
- Un laboratoire d'analyse agréé selon la réglementation en vigueur sur la matrice « eaux résiduaires » pour chaque substance à analyser, dès lors que cet agrément existe.

Si l'agrément n'existe pas pour une substance donnée (ce qui est le cas pour les PFAS à la date de publication de l'arrêté), le laboratoire d'analyses choisi doit être accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la substance à analyser sur la matrice « eaux résiduaires », excepté pour l'estimation de la quantité totale de substances PFAS par la méthode indiciaire AOF et pour les substances supplémentaires identifiées aux 1^o et 3^o de l'article 3 de l'arrêté ministériel.

Il est du ressort de l'exploitant de s'assurer en amont de la sélection des organismes (prélèvement et laboratoire d'analyse) de l'obtention de ces reconnaissances (accréditation, agrément si existant).

La confirmation de l'accréditation peut être demandée directement aux organismes ou vérifiée sur le site internet de l'organisme d'accréditation (en France : le COFRAC).

Pour les laboratoires français, chaque organisme accrédité possède une « Attestation d'accréditation » précisant la date de validité de son accréditation et dans laquelle une « annexe technique » liste les types d'échantillonnages ou les substances, ainsi que les types d'eaux pour lesquels le laboratoire est déclaré compétent. « L'Attestation » est accessible sur le site <https://www.cofrac.fr/>. Dans ce document, la compétence pour l'analyse de composés de la famille des PFAS est incluse dans la famille des « Composés organiques » sans description détaillée de la compétence.

Pour connaître la liste des composés et la nature de la matrice pour laquelle le laboratoire est accrédité, il est nécessaire de consulter la « Portée détaillée », document également disponible sur le site <https://www.cofrac.fr/> ou qui peut être demandé au laboratoire. La recherche des laboratoires accrédités pourra se faire par mot clé sur les paramètres PFOS ou PFOA par exemple.

L'accréditation peut être faite par le COFRAC ou dans un autre pays européen par un organisme signataire de l'accord multilatéral dans le cadre de la Coordination Européenne des organismes d'accréditation.

Les agréments des laboratoires sont également consultables sur le site du LABEAU : <https://www.labeau.ecologie.gouv.fr/>

L'organisme ou le laboratoire auquel vous faites appel doit être en mesure de vous l'attester.

Modalités de réalisation des opérations d'échantillonnage

Les modalités de réalisation des opérations d'échantillonnage doivent être conformes à la version en vigueur du « Guide de mise en œuvre relatif aux opérations d'échantillonnage et d'analyse de substances dans les rejets aqueux des ICPE », accessible sous https://aida.ineris.fr/sites/aida/files/guides/Guide_echantillonnage_substances_eau_ICPE_VF_02_2022.pdf

Un échantillonnage représentatif de l'activité journalière de l'établissement doit être réalisé en privilégiant par ordre de priorité décroissante respectivement pour chaque type de rejets :

Pour les rejets continus :

- Échantillonnage automatique réfrigéré asservi au débit ;
- Échantillonnage automatique réfrigéré asservi au temps, reconstitué proportionnellement au débit ;
- En dernier recours, Échantillonnage automatique réfrigéré asservi au temps.

Pour les rejets ponctuels ou discontinus :

- Échantillonnage automatique réfrigéré asservi au temps de fonctionnement de la pompe de vidange ou vanne de rejet ;
- Échantillonnage ponctuel durant la durée de la vidange (si incapacité à installer un échantillonneur ou durée de vidange très courte).

En absence de retour d'expérience à l'heure actuelle sur les risques de contamination liées aux systèmes d'échantillonnage (tuyau en téflon) et aux opérateurs (vêtements déperlants, produits cosmétiques, etc.), il est demandé de réaliser des blancs de système d'échantillonnage pour vérifier a minima l'innocuité du matériel avant chaque campagne.

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 tracées dans le rapport d'analyse : point de rejet, lieu de rejet (Milieu naturel / STEP, Milieu naturel final), volume émis sur 24h, numéro échantillon, nom de l'organisme de prélèvement, type de rejet (continu, discontinu), type de prélèvement (asservi au débit/asservi au temps...), date de début de prélèvement, date de fin de prélèvement ou durée de prélèvement, blanc du système de prélèvement ; commentaires éventuels.

Les modalités de transport des échantillons sont les mêmes que celles stipulées dans la version en vigueur du « Guide de mise en œuvre relatif aux opérations d'échantillonnage et d'analyse de substances dans les rejets aqueux des ICPE » ; à savoir pour la métropole :

- Transport des échantillons dans une enceinte maintenue à une température comprise entre $5\pm 3^{\circ}\text{C}$, sauf si le laboratoire est basé sur site ou à moins d'une heure ;
- Réception des échantillons par le laboratoire d'analyse au plus tard le lendemain de la date de fin de l'opération d'échantillonnage

Des spécificités de transport sont définies pour les échantillons provenant des départements et régions d'outre-mer (DROM) en vue de l'analyse en métropole dans le guide.

La prise en charge des échantillons par le laboratoire d'analyse est de 24 heures après réception de l'échantillon (soit 48 heures au plus tard après la fin de l'opération d'échantillonnage (cas de la métropole) ou 72 heures au plus tard après la fin de l'opération d'échantillonnage (cas des DROM).

Spécificités relatives à l'échantillonnage pour les substances per- et polyfluoroalkylées dans les rejets aqueux

- Utilisation de flaconnage plastique (en PE) et non de flaconnage en verre.
- Renforcement des contrôles qualité (blanc de système d'échantillonnage) du fait de la présence répandue des substances per- et polyfluoroalkylées dans l'environnement et dans les matériaux des équipements utilisés pour l'échantillonnage.
- Avant le lancement de toute campagne, le laboratoire/organisme de prélèvement s'assure que sa méthode de nettoyage est performante au regard de l'ensemble des substances per- et polyfluoroalkylées. Pour cela, il convient de réaliser avant les premières campagnes de prélèvements des blancs du système d'échantillonnage (système d'aspiration, échantillonneur automatique, flacon de l'échantillonneur, flacon destiné au laboratoire) pour vérifier à minima l'innocuité du matériel. Ce type de blanc est à renouveler tous les 3 à 6 mois sur le système d'échantillonnage afin de contrôler qu'il n'y ait pas de dégradation de la qualité du prélèvement au cours du temps. Ces éléments peuvent être demandés par l'exploitant au moment de la phase de sélection du laboratoire/organisme de prélèvement.

Modalités de réalisation des analyses

Toutes les analyses des substances per- et polyfluoroalkylées (substances individuelles) doivent rendre compte de la totalité de l'échantillon (effluent brut, MES comprises).

Il n'est pas demandé de réaliser une séparation des phases particulaire et aqueuse lorsque la teneur en MES est supérieure à 250 mg/L.

Comme pour l'échantillonnage, un renforcement des contrôles qualité est nécessaire (blanc du processus analytique) du fait de la présence répandue des substances per- et polyfluoroalkylées dans l'environnement et dans les matériaux des équipements utilisés en laboratoire. Pour les besoins de cette phase exploratoire, un blanc par série analytique est recommandé afin d'identifier la contribution de l'analyse dans les contaminations éventuelles et restitué dans le rapport d'analyse.

Estimation de la quantité totale de substances PFAS présente, en équivalent fluorure, par l'utilisation de la méthode indiciaire par absorption du fluor organique (AOF)

Une norme pour la mesure du paramètre AOF (Fluor Organique Adsorbable) (Code Sandre 8986) est en cours de développement au niveau international. Il s'agit du projet de norme pr ISO 18127. La norme décrit les étapes clés de la méthode afin de fixer des conditions techniques de réalisation des mesures à respecter. Elles sont listées ci-dessous. Les autres dispositions du document normatif en cours d'élaboration doivent également être suivies.

Les principes de base pour la détermination du fluor organique adsorbable sont les suivants :

- Adsorption des substances organiques contenant du fluor et contenues dans l'échantillon d'eau (prise d'essai de 100 ml, représentative de l'échantillon, diluée ou non, avec un minimum de 5 ml de l'échantillon original) sur charbon actif. Les échantillons ne sont pas acidifiés. L'adsorption se fait au pH naturel de l'échantillon ;
- Élimination du fluor inorganique par lavage du charbon actif avec une solution neutre de nitrate de sodium ;
- Récupération du charbon actif chargé et combustion dans un courant d'oxygène à une température d'au moins 950°C ;
- Absorption des halogénures d'hydrogène émis pendant la combustion dans une phase aqueuse et détermination des ions fluorures par chromatographie ionique avec détection conductimétrique.

Les contrôles à mettre en œuvre pour assurer la qualité de la mesure sont les suivants :

- Effectuer une homogénéisation correcte. Si l'échantillon ne peut pas être complètement homogénéisé, une filtration de l'échantillon (0,45 µm) doit être envisagée et les deux fractions analysées. Dans ce cas, il est nécessaire de l'indiquer dans le rapport d'analyse.
- Par série analytique, réaliser un blanc et un étalon de contrôle (ex : acide 4 fluoro benzoïque) intégrant l'ensemble du protocole opératoire.
- Pour les eaux usées, effectuer un minimum de 2 déterminations à 2 niveaux de dilution : l'écart entre les déterminations doit être inférieur à 10 % pour les valeurs supérieures à 20 µg/L et inférieur à 2 µg/L pour les valeurs inférieures à 20 µg/L. Si ces exigences ne sont pas atteintes, la valeur reportée est la plus élevée des deux déterminations et la non-conformité est signalée par un commentaire dans le rapport.

REMARQUES :

- La connaissance de la concentration en COD (carbone organique dissous) de l'échantillon ou, dans le cas d'échantillons non filtrés, la concentration en COT (carbone organique total) est utile pour évaluer la mise en œuvre de la procédure, le carbone organique pouvant interférer dans l'adsorption des composés fluorés.
- De même, il est pertinent de connaître la concentration en ions halogénures de l'échantillon : de fortes teneurs en fluorures en particulier peuvent également interférer sur le résultat final.
- Certaines variables expérimentales (e.g., la masse maximale de charbon actif pouvant être utilisée, le volume de l'échantillon testé, les dimensions du four, le temps de séjour, la température de combustion et le réglage du débit de gaz) dépendent de l'appareil et peuvent influencer le résultat.

Mesure des substances per- et polyfluoroalkylées individuelles

Les limites de quantification à respecter sont celles définies dans l'arrêté pour chaque substance individuelle. Tout dépassement de ces limites doit être rapporté et dûment justifié.

Pour l'analyse des substances supplémentaires, l'accréditation n'est pas demandée à ce stade. En l'absence d'accréditation, les exigences doivent néanmoins être conformes à la version en vigueur du « Guide de mise en œuvre relatif aux opérations d'échantillonnage et d'analyse de substances dans les rejets aqueux des ICPE », accessible sous :

https://aida.ineris.fr/sites/aida/files/guides/Guide_echantillonnage_substances_eau_ICPE_VF_02_2022.pdf

Le paragraphe 2.2.2 – « Méthodes de référence et performances analytiques », précise qu'en l'absence d'accréditation, avant toute utilisation d'une méthode, le laboratoire doit valider sa mise en œuvre pour le domaine d'application considéré (matrice et gamme de concentration). Le référentiel technique de caractérisation de performances des méthodes d'analyse des eaux à suivre est la norme NF T 90-210 (2018) et les incertitudes sont établies suivant la norme NF ISO 11352.

Pour les substances mentionnées au 3° de l'article 3 de l'arrêté ministériel, le tableau ci-dessous mentionne les normes disponibles pour l'analyse de certains de ces composés. Il n'existe pour l'instant pas de normes mentionnant tous les composés. Il est cependant possible de s'appuyer sur les normes existantes pour l'analyse d'autres PFAS dans les eaux résiduaires pour développer et valider les méthodes pour ces composés.

Pour cette liste de substances, la disponibilité d'étalons est parfois limitée mais il a été vérifié qu'elle existait.

Nom	Abréviation	N° CAS	Code Sandre	Norme
Acide perfluorotétradécanoïque	PFTeA ; PFTeDA	376-06-7	6547	ISO 21675
Acide perfluorohexadécanoïque	PFHxDA	67905-19-5	8984	
Acide perfluorooctadécanoïque	PFODA	16517-11-6	8985	
Ammonium perfluoro (2-méthyl-3-oxahexanoate)	HFPO-DA (Gen X)	13252-13-6 (62037-80-3)	8982	prEN 17892 ISO 21675

4,8-Dioxa-3H-perfluorononanoic acid	DONA ; ADONA	919005-14-4 (958445-44-8)	8983	prEN 17892 ISO 21675
Perfluoro([5-methoxy-1,3-dioxolan-4-yl]oxy) acetic acid	C6O4	1190931-27-1 (1190931-41-9)	8981	
2-perfluorohexyl ethanol (6 : 2)	6 : 2 FTOH ; FHET	647-42-7	7997	
2-perfluorooctyl ethanol (8 : 2)	8 : 2 FTOH ; FOET	678-39-7	8000	

Pour d'autres substances qui seraient listées dans le cadre de l'article 2 de l'arrêté, en cas d'absence d'étalon, l'analyse ne sera pas réalisée.

Mesure de paramètres complémentaires pour l'interprétation des résultats :

Il est recommandé de fournir également :

- les paramètres de suivi habituel de l'établissement qui seront analysés systématiquement (sans séparation des fractions dissoutes et particulaires) afin de vérifier la représentativité de l'effluent le jour de la mesure et interpréter les résultats des substances per- et polyfluoroalkylées ;
- les paramètres concernés que sont les MES (matières en suspension), la DCO (demande chimique en oxygène), le COD/COT (carbone organique dissous/total), les fluorures pour interpréter les résultats de la méthode AOF, et le débit ;
- les méthodes à mettre en œuvre pour les paramètres MES, DCO, COD et COT qui sont celles définies dans l'Avis en vigueur « sur les méthodes normalisées de référence pour les mesures dans l'air, l'eau et les sols dans les installations classées pour la protection de l'environnement » ;
- l'avis en vigueur à la diffusion de la version initiale de la présente note : <https://www.legifrance.gouv.fr/jorf/id/JORFTEXT000045198569>.

Limites de quantification

Pour l'estimation de la quantité totale de PFAS par l'utilisation de la méthode indiciaire AOF, une limite de quantification de 2µg/L est demandée. Pour la mesure des concentrations des PFAS spécifiques, une limite de quantification de 100 ng/L est demandée. Pour la mesure des PFAS qui ne sont pas nommés dans l'arrêté, une limite de quantification de 100 ng/l est recommandée.

Pour chacune des limites de quantification, si une mesure présente un résultat inférieur, la mention « non quantifiée » doit être sélectionnée lors de la restitution des résultats. **Cette mention ne doit pas être interprétée comme une absence de PFAS au sein des rejets**, mais permet d'indiquer que la concentration en PFAS n'était pas suffisamment importante pour être précisément déterminée, ou que les limites analytiques ont compromis la quantification de cette concentration.

Remarque : une limite de quantification présente un caractère purement technique et ne doit pas être assimilée à une valeur limite d'émission ou une valeur toxicologique de référence.

Comme précisé plus haut, si les limites de quantification demandées n'ont pas pu être atteintes, cette impossibilité doit être dûment justifiée. Par exemple, pour l'analyse d'eaux pluviales susceptibles d'être significativement polluées, il peut être indiqué que les

précipitations n'ont pas été suffisamment importantes et n'ont pas entraîné de rejets importants pour permettre leur prélèvement.

Calendrier de mise en œuvre des campagnes

Rubriques / Etablissements concernés*	Délais pour réaliser la première campagne d'analyse (soit premier prélèvement)	Période pour réaliser les trois campagnes mensuelles	Période de restitution des résultats
2660, 2661, 2760, 2790, 3410, 3420, 3440, 3450, 4713	Avant le 27 septembre 2023	Chaque mois, au plus tard du 28 septembre 2023 au 28 novembre 2023	Chaque mois, le dernier jour du mois suivant chaque campagne mensuelle, au plus tard du 31 octobre 2023 au 31 décembre 2023
2330, 2345, 2350, 2351, 2567, 2750, 2752, 2795, 3120, 3230, 3260, 3610, 3620, 3630, 3670, 3710	Avant le 27 décembre 2023	Chaque mois, au plus tard du 28 décembre 2023 au 28 février 2024	Chaque mois, le dernier jour du mois suivant chaque campagne mensuelle, au plus tard du 31 janvier 2024 au 31 mars 2024
2791, 3510, 3531, 3532, 3540, 3560 + tout autre ICPE A produisant, utilisant, traitant ou rejetant des PFAS	Avant le 27 mars 2024	Chaque mois, au plus tard du 28 mars 2024 au 28 mai 2024	Chaque mois, le dernier jour du mois suivant chaque campagne mensuelle, au plus tard du 30 avril au 30 juin 2024

*Rappels

Si une ICPE A relève de plusieurs rubriques concernées, le délai le plus long est retenu. Par exemple, l'établissement est autorisé pour les rubriques 2660 et 2330. L'exploitant doit faire sa première campagne mensuelle (sur les 3) avant le 27 décembre 2023, les deux suivantes seront en janvier 2024 et février 2024.

Si une ICPE A ne relève d'aucune des 31 rubriques, le délai de neuf mois pour réaliser la première campagne est retenu. Il doit donc faire sa première campagne mensuelle avant le 27 mars 2024.

Restitution des résultats via l'outil GIDAF (gestion informatisée des données d'autosurveillance fréquente)

Le dernier jour du mois suivant chaque campagne, il est demandé aux exploitants de transmettre les résultats des analyses effectuées sur les rejets de leur installation.

Ainsi, pour chaque établissement, trois déclarations mensuelles doivent être effectuées. Il ne faut pas déclarer l'ensemble des résultats à la fin des trois campagnes, mais bien chaque mois après chaque campagne mensuelle.

La première déclaration présente une importance particulière. En effet, c'est lors de celle-ci que le cadre de surveillance général est défini. L'exploitant y fixe notamment :

- les points de rejets où des prélèvements sont réalisés ;
- la nature des rejets (effluents industriels, eaux pluviales susceptibles d'être polluées...) associés à chaque point de prélèvement ;

- les substances faisant l'objet d'analyse sur les trois campagnes mensuelles (il n'est pas possible de modifier le nombre et la nature des substances par la suite).

Ces informations générales, transmises lors de cette première déclaration, seront automatiquement reprises pour les déclarations suivantes. Il convient donc de porter une attention particulière aux données fournies lors de celle-ci.

Accès à l'outil de restitution des résultats

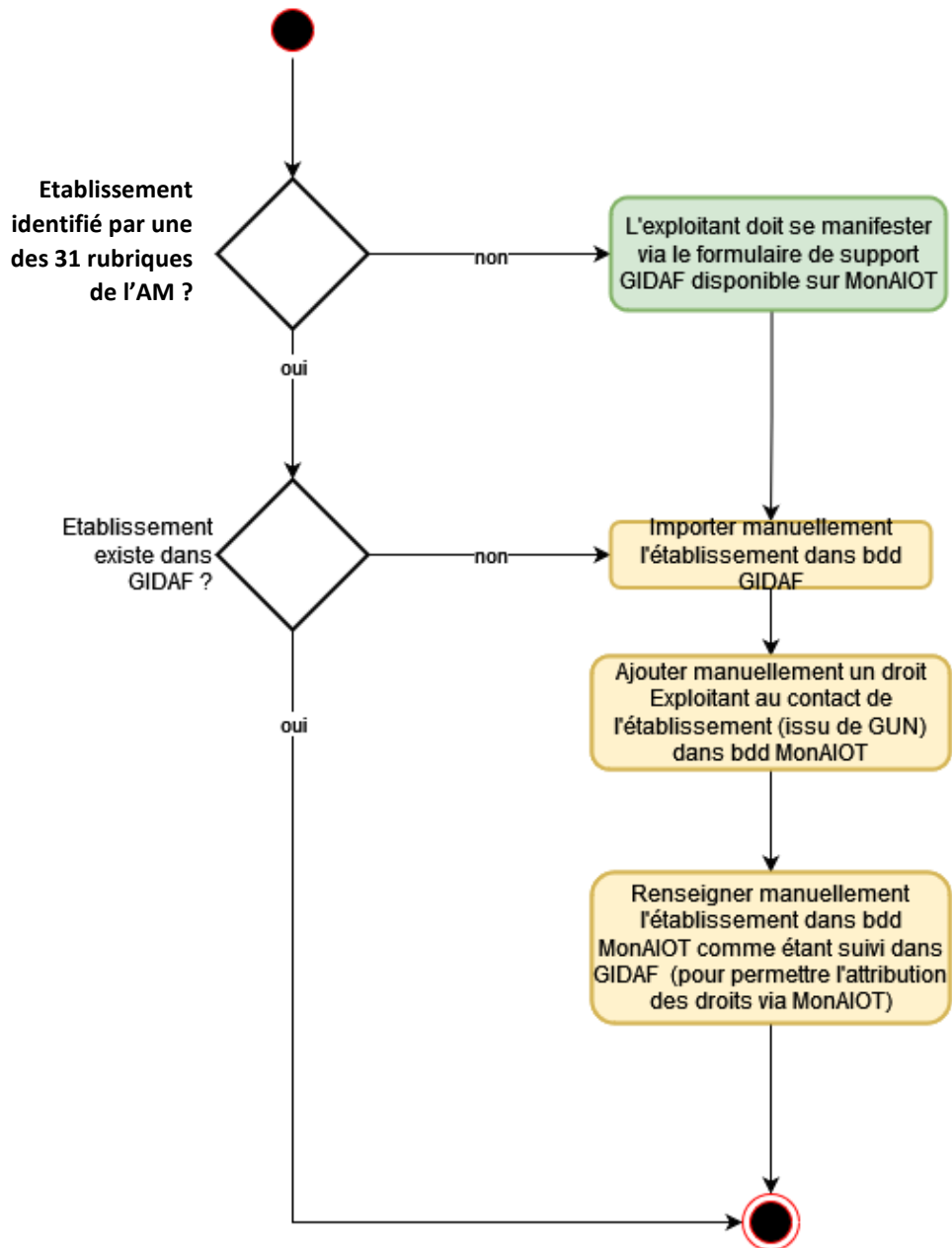
Plusieurs cas sont possibles pour accéder à l'outil :

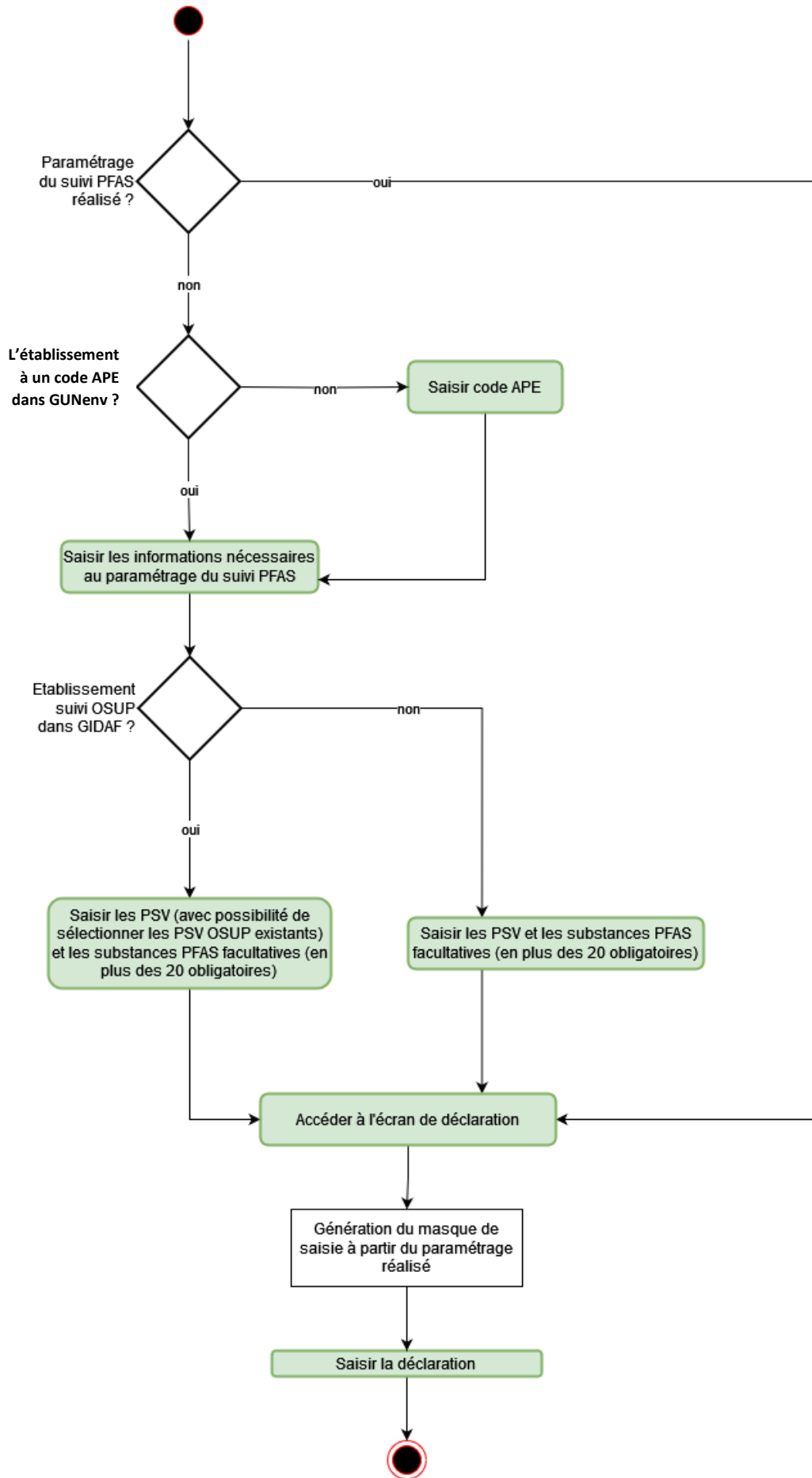
- si l'exploitant possède déjà un accès et un cadre de surveillance sur GIDAF, certaines informations déjà connues pourront être reprises dans le cadre de la déclaration des résultats des campagnes PFAS ;
- si l'exploitant ne possède pas de compte à l'outil GIDAF, il devra se rapprocher du support de l'application* afin d'y demander l'accès. Sont en particulier concernés les exploitants des sites produisant, utilisant, traitant ou rejetant des PFAS et n'étant pas classé selon une des 31 rubriques mentionnées à l'article 1^{er}.

* En complétant le formulaire de demande de support GIDAF, disponible sur mon AIOT : <https://monaiot.developpement-durable.gouv.fr/form/contact>.

Processus d'import des établissements dans l'outil de restitution

Vert : action Exploitant / Jaune : action BRGM





Les données collectées lors des différentes campagnes d'analyses feront l'objet d'une exploitation afin d'établir un premier état des lieux de la présence de PFAS à l'échelle du territoire. Une attention sera portée à la fiabilité des résultats fournis et, le cas échéant, à la justification des limites analytiques ou difficultés rencontrées.

Prise en compte des analyses déjà réalisées

Pour les sites ayant déjà fait l'objet d'analyses de PFAS au sein de leurs rejets aqueux, le préfet peut adapter les conditions dans lesquelles sont réalisées les nouvelles analyses.

Par exemple, il pourrait être possible :

- de prendre en compte des résultats issus d'analyses effectuées avant l'entrée en vigueur de l'arrêté ministériel et réduire le nombre de campagnes mensuelles ;
- de réduire le nombre de paramètres visés sur une campagne d'analyse.

Dans ce cas, le préfet doit apporter une attention particulière à la représentativité des opérations réalisées, par exemple prélèvements effectués lors d'une période de fonctionnement normal de l'installation, à l'obtention de l'ensemble des paramètres demandés par les dispositions de l'arrêté ministériel (AOF + 20 substances obligatoires + autres substances quantifiables listées par l'exploitant) ainsi qu'à la fiabilité des résultats obtenus. Les prélèvements ou les analyses (pour les 20 substances obligatoires) réalisées sans accréditation ne peuvent pas justifier une adaptation des campagnes.

Ce point est à voir avec l'Inspection des installations classées.

A noter, trois déclarations portant sur l'ensemble des paramètres précités devront être effectuées par les exploitants.

Cas des établissements qui n'ont pas de rejets aqueux.

Pour les établissements qui relèvent de l'une des 31 rubriques soumises à autorisation, ou qui relèvent d'une autre rubrique soumise à autorisation et qui utilisent des PFAS, s'ils n'ont aucun rejet aqueux, à l'exception des points de rejets des eaux pluviales non souillées (qui ne sont pas concernés par les prélèvements et analyses), ils n'ont pas de campagnes d'analyse à mener.

Ils doivent cependant établir la liste des PFAS « utilisés », telle que demandée à l'article 2 et la tenir à la disposition de l'Inspection des installations classées.

Ils tiennent également à la disposition de l'Inspection des installations classées, les documents démontrant et attestant qu'ils n'ont pas de rejets aqueux sur le site.

ANNEXE

Rubriques de la nomenclature concernées et secteurs d'activité associé

Rubrique	Secteur d'activité
2330	Teinture, impression, apprêt, enduction, blanchiment et délavage de matières textiles
2345	Utilisation de solvants pour le nettoyage à sec et le traitement des textiles ou vêtements
2350	Tanneries, mégisseries, et toute opération de préparation des cuirs et peaux
2351	Teinture et pigmentation de peaux
2567	Galvanisation, étamage de métaux ou revêtement métallique d'un matériau quelconque par un procédé autre que chimique ou électrolytique
2660	Polymères (matières plastiques, caoutchoucs, élastomères, résines et adhésifs synthétiques) (fabrication ou régénération)
2661	Polymères (matières plastiques, caoutchoucs, élastomères, résines et adhésifs synthétiques) (transformation de)
2750	Station d'épuration collective d'eaux résiduaires industrielles en provenance d'au moins une installation classée soumise à autorisation
2752	Station d'épuration mixte (recevant des eaux résiduaires domestiques et des eaux résiduaires industrielles) ayant une capacité nominale de traitement d'au moins 10 000 E-H, lorsque la charge est supérieure à 70% de la capacité de la station en DCO
2760	Installation de stockage de déchets
2790	Installation de traitement de déchets dangereux
2791	Installation de traitement de déchets non dangereux
2795	Installation de lavage de fûts, conteneurs et citernes de transport de matières alimentaires, de substances ou mélanges dangereux
3120	Raffinage de pétrole et de gaz
3230	Transformation des métaux ferreux
3260	Traitement de surface de métaux ou de matières plastiques par un procédé électrolytique ou chimique
3410	Fabrication en quantité industrielle par transformation chimique ou biologique de produits chimiques organiques
3420	Fabrication en quantité industrielle par transformation chimique ou biologique de produits chimiques inorganiques
3440	Fabrication en quantité industrielle par transformation chimique ou biologique de produits phytosanitaires ou de biocides
3450	Fabrication en quantité industrielle par transformation chimique ou biologique de produits pharmaceutiques, y compris d'intermédiaires
3510	Élimination ou valorisation des déchets dangereux
3531	Élimination des déchets non dangereux non inertes avec une capacité de plus de 50 t/j
3532	Valorisation ou un mélange de valorisation et d'élimination, de déchets non dangereux non inertes avec une capacité supérieure à 75 t/j
3540	Installations de stockage de déchets
3560	Stockage souterrain de déchets dangereux, avec une capacité totale supérieure à 50 t
3610	Fabrication, dans des installations industrielles, de pâte à papier à partir du bois ou d'autres matières fibreuses, de papier ou carton ou de panneaux à base de bois
3620	Prétraitement (opérations de lavage, blanchiment, mercerisation) ou teinture de fibres textiles ou de textiles
3630	Tannage des peaux, avec une capacité de traitement supérieure à 12 tonnes de produits finis par jour
3670	Traitement de surface de matières, d'objets ou de produits à l'aide de solvants organiques
3710	Traitement des eaux résiduaires
4713	Fluor (numéro CAS 7782-41-4)