



anteagroup



Protocole de recherche des PFAS

dans le matériel végétal issu
des travaux de curage

Antea Group

Understanding today.
Improving tomorrow.

Dans le contexte d'une prise de conscience et d'une inquiétude croissantes concernant la dispersion de polluants persistants dans les milieux aquatiques et terrestres, il est essentiel d'obtenir, de manière systématique, une vue d'ensemble de la présence et de la dispersion des substances per- et polyfluoroalkylées (PFAS) dans les cours d'eau et les compartiments associés. Les PFAS, substances de synthèse connues pour leur stabilité chimique et leurs propriétés hydro- et oléofuges, sont également persistantes, bioaccumulables et potentiellement toxiques pour l'homme et l'environnement. De ce fait, la mesure des PFAS fait l'objet d'une attention accrue dans diverses matrices environnementales, notamment l'eau, le sol et la biota (le terme 'biota' désignant à la fois les plantes, les animaux et les produits d'animaux tels que les œufs).

www.anteagroup.nl



1. Contexte, objectif et principes

Les plantes (aquatiques) constituent, entre autres, une matrice pertinente pour la surveillance des PFAS, car via leurs racines, leurs feuilles et leurs autres surfaces, elles sont en contact direct à la fois avec les sédiments et l'eau, qui sont les deux principaux réservoirs de PFAS. Les plantes peuvent dès lors jouer un rôle dans la possible dispersion des PFAS vers d'autres compartiments de l'environnement par le biais de mesures de gestion telles que le curage et le dragage des berges et du lit des cours d'eau. Le curage est une pratique courante au sein de la gestion néerlandaise des eaux, au cours de laquelle les plantes aquatiques et de berge sont périodiquement retirées des fossés et autres cours d'eau afin de garantir l'écoulement et d'éviter l'envasement ou l'affaissement. La biomasse retirée à cette occasion est souvent déposée sur la berge, généralement dans une zone de 25 mètres le long du cours d'eau, stockée temporairement ou, dans certains cas, réutilisée, par exemple comme engrais ou amendement sur des parcelles agricoles.

En raison de la présence avérée de PFAS dans les sédiments de divers cours d'eau, on craint que l'enlèvement et le traitement de ces plantes entraînent également le transfert de PFAS du milieu aquatique vers le milieu terrestre. Lorsque le matériel végétal des travaux de curage est déposé sur la berge ou dispersé ailleurs, il existe un risque que des PFAS se retrouvent dans le sol, avec des conséquences potentielles pour la qualité locale des sols, les eaux souterraines et la sécurité alimentaire. Le fait que ces substances puissent, par l'action humaine, s'éloigner davantage de leur source initiale souligne l'importance d'un échantillonnage et d'analyses rigoureux des plantes aquatiques dans le cadre des mesures de gestion.

Il manque actuellement une approche standardisée et largement acceptée pour l'échantillonnage et l'analyse des plantes comme matrice environnementale. L'expérience de terrain et les échanges avec les parties prenantes montrent que des laboratoires rapportent des résultats très divergents pour des échantillons comparables, en raison notamment des variations dans la préparation des échantillons, des différences dans les méthodes d'analyses et d'un manque d'uniformité dans le choix et le traitement du matériel végétal. Cette variabilité rend les concentrations difficiles à comparer et crée de l'incertitude dans l'interprétation.

Afin d'obtenir des données fiables et reproductibles pouvant servir de base à une prise de décision étayée, il est nécessaire de disposer d'une méthode standardisée, argumentée et praticable pour l'échantillonnage, le traitement et l'analyse des plantes dans le



cadre des études PFAS.

Le présent protocole répond à ce besoin : il décrit de façon structurée la façon dont les travaux de terrain et les analyses en laboratoire doivent être menés sur les plantes qui constitueront le matériel végétal des travaux de curage des berges et lits des cours d'eau ou fossés. Une attention particulière est accordée à la sélection des sites d'échantillonnage, aux types de matériel végétal, à la méthode d'échantillonnage et de stockage, ainsi qu'au traitement jusqu'à l'obtention de résultats exploitables pour l'évaluation réglementaire.

Ce protocole est établi sur base d'une combinaison de recherche bibliographique, d'entretiens avec des experts de terrain, de méthodes d'analyse existantes et d'enseignements tirés de projets pilotes antérieurs. L'objectif est de mettre en place une méthode uniforme permettant d'obtenir des données fiables, vérifiables et comparables, et de contribuer ainsi à une gestion écologiquement responsable des boues de dragage dans un environnement contaminé par les PFAS.

2. Travail de terrain

2.1 Sélection des points d'échantillonnage et des plantes

Contexte

Le curage est effectué une à deux fois par an avec du matériel spécialisé, tel que des pelles mécaniques de curage, des paniers de fauchage ou des bras hydrauliques. Ceux-ci sont utilisés depuis la berge jusqu'à environ la moitié de la largeur du cours d'eau ou, le plus souvent pour les plus grands cours d'eau, depuis un bateau jusqu'à la berge (la méthode d'échantillonnage s'aligne alors sur la méthode standard d'échantillonnage sol/eau pour les PFAS). Le matériel végétal des travaux de curage est généralement déposé sur la berge, à moins de 25 mètres du cours d'eau. Selon la région et le degré de contamination, la durée autorisée de dépôt des plantes sur la berge varie. En Frise, cette durée est d'au moins deux jours, tandis qu'en cas de contamination par les PFAS, un maximum de cinq jours ouvrables s'applique. Ce délai minimal vise à donner la possibilité à la faune aquatique de regagner l'eau.

Sélection des échantillons

L'échantillonnage doit reproduire aussi fidèlement que possible le processus de curage. Pour obtenir un échantillon végétal représentatif, quatre sous-échantillons sont prélevés le long d'un transect perpendiculaire au cours d'eau. Un transect est une ligne imaginaire le long de laquelle des échantillons sont prélevés à plusieurs endroits. Dans ce cas-ci, le transect s'étend de la berge jusqu'au milieu du cours d'eau. Le long de ce transect, du matériel végétal est collecté en quatre emplacements, composé des différentes espèces présentes (plantes de berge, plantes aquatiques du talus et du fond, et plantes flottantes) ainsi que des algues, en évitant autant que possible d'emporter du sédiment.

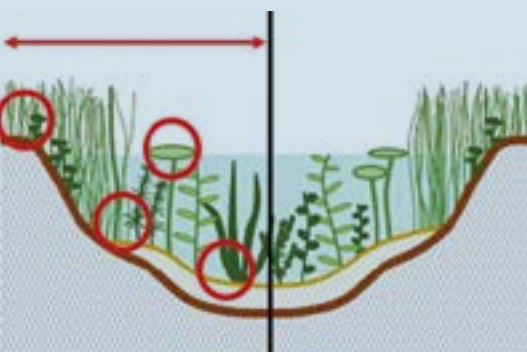


Schéma d'échantillonnage au sein du transect.





¹Si l'objectif de l'étude l'exige, par exemple lorsqu'on souhaite étudier comment la concentration en PFAS varie entre différentes parties de la plante et/ou entre différentes espèces végétales, on peut choisir de distinguer les groupes de plantes. Il est alors important qu'un spécialiste en botanique soit présent lors de l'échantillonnage afin de pouvoir identifier correctement la végétation.

Pour l'échantillonnage des différents types de plantes, on retient la procédure suivante :

- Les plantes aquatiques sont généralement ratissées lors du curage, de sorte que la plante entière est extraite et que les racines viennent souvent avec. Ces racines sont donc pertinentes pour le matériel végétal de curage. Lors de l'échantillonnage, on peut également arracher des plantes aquatiques à l'aide d'un râteau, afin d'emporter les structures racinaires.
- Les plantes flottantes (p. ex. lentilles d'eau) se retrouvent intégralement dans le matériel végétal de curage et peuvent être prélevées à l'épuisette.
- Les plantes de berge (p. ex. roseaux) sont en général fauchées ou partiellement arrachées avec la pelle mécanique. Les racines se retrouvent alors rarement dans les boues de curage, de sorte que la zone racinaire peut être laissée de côté pour ces plantes.

Lors de l'analyse des concentrations de PFAS dans les plantes (aquatiques), il est recommandé, en règle générale, de ne pas faire de distinction entre les espèces végétales. Pour chaque transect, quatre sous-échantillons représentatifs doivent être prélevés, comprenant autant que possible des plantes, des parties de plantes et des espèces diverses. Ces sous-échantillons sont combinés en un seul échantillon composite. Cette approche correspond à la pratique du dragage, où les boues de dragage sont généralement traitées et valorisées comme un mélange homogène. Une expertise botanique n'est ainsi pas indispensable et l'on obtient une image représentative des concentrations de PFAS dans l'ensemble du matériel végétal issu de la gestion¹. Il convient toutefois de veiller, lors de l'échantillonnage, à ce que l'échantillon composite soit représentatif des plantes présentes, en évitant qu'une espèce ou une partie de plante soit sur-représentée dans l'échantillonnage par rapport à sa présence réelle sur le terrain.

Période d'échantillonnage

Pour obtenir des résultats aussi représentatifs et comparables que possible, l'étude doit se dérouler sur une période bien déterminée, car les teneurs en PFAS peuvent varier selon la phase de croissance des plantes. L'échantillonnage doit idéalement avoir lieu après le jour le plus long, à partir de fin mai (semaine 22), période à laquelle les concentrations en PFAS dans les plantes sont présumées maximales. Cela s'explique par une absorption moindre des nutriments par la plante et par la transition vers la floraison et la formation des graines.

2.2 Collecte, conditionnement et manipulation des échantillons

Indépendamment des objectifs précis de l'étude, le curage et l'échantillonnage doivent être réalisés avec des matériaux exempts de PFAS et dans des conditions d'hygiène strictes. Cela implique notamment:



- ne pas utiliser de vêtements ni de gants avec revêtement fluoropolymère ou traitement PFAS. D'après les connaissances actuelles, les gants en latex non enduits conviennent, de même que les gants jetables en nitrile, pour autant qu'ils soient exempts de PFAS et sans revêtement fluoré. Les gants en silicone, généralement réutilisables, sont moins utilisés lors des prélèvements pour des raisons d'hygiène ;
- ne pas utiliser de combinaisons de pêche, de vêtements de pluie ou de vêtements ou chaussures hydrofuges traités avec un revêtement fluoropolymère, car ceux-ci contiennent souvent des PFAS. L'utilisation de vêtements en LDPE ou PVC est toutefois possible ;
- ne pas utiliser de cosmétiques, de crèmes hydratantes, de crèmes pour les mains, de crèmes solaires, de sprays anti-moustiques ou de produits similaires susceptibles de contenir des PFAS. N'utilisez que des produits dont la composition est entièrement naturelle. Si, pour des raisons personnelles, leur usage est malgré tout nécessaire, veillez à éviter tout contact direct avec les échantillons, par exemple en portant des gants et une blouse de laboratoire ou un vêtement de protection similaire ;
- tous les matériaux entrant en contact avec l'échantillon lors du prélèvement, du stockage et de l'expédition doivent être exempts de PFAS. Cela concerne notamment:
 - » le matériel de prélèvement (comme les cuillères ou les pinces);
 - » les récipients pour échantillons, y compris les couvercles et les fermetures;
 - » les tapis de découpe ou autres supports sur lesquels le matériel végétal est traité;
- Avoid the use of plastics that contain fluoropolymers, such as:
 - » le polytétrafluoroéthylène (PTFE ou Téflon);
 - » le polyfluorure de vinylidène (PVDF);
 - » d'autres matériaux ou revêtements contenant des polymères fluorés.

Ces mesures de précaution sont essentielles pour éviter toute contamination des échantillons et garantir la fiabilité des résultats d'analyse². Pour des informations complémentaires sur l'échantillonnage et les méthodes d'analyse des PFAS, voir le Guide pratique pour l'échantillonnage des PFAS élaboré par Arcadis³. Bien que ces lignes directrices visent spécifiquement les échantillons de (sous)sol et d'eau, certaines recommandations et points d'attention sont également pertinents pour le prélèvement de matériel végétal.

Pour chaque point de prélèvement, un pot est rempli avec le matériel végétal collecté, y compris les éventuelles racines emportées et les résidus de terre ou de sédiments qui y adhèrent. Le matériau est égoutté ou secoué quelques secondes pour enlever l'excès d'eau. L'échantillon ne doit pas être rincé ni secoué de manière intensive, car cela ne correspond pas à la pratique du curage.

Par analyse, on utilise généralement 5 grammes de matière après homogénéisation en laboratoire. C'est pourquoi une quantité minimale de 10 grammes est requise pour chaque échantillon, afin d'en disposer en quantité suffisante pour l'analyse initiale et d'éventuelles réanalyses. Il est préférable de collecter 15 grammes pour répondre de manière optimale aux besoins actuels des laboratoires. Une photo de chaque échantillon est prise avant son conditionnement, afin de documenter son état et sa composition.

Après prélèvement, les échantillons de plantes sont immédiatement conditionnés dans un emballage hermétique, anti-UV et exempt de PFAS. Cet emballage protège l'échantillon contre la dégradation ou les modifications chimiques sous l'effet de la lumière du soleil. Si aucun matériau anti-UV n'est disponible, l'échantillon doit être conservé dans un endroit frais et sombre et transporté au laboratoire dans les plus brefs délais. Pour de petites quantités (environ 15 grammes), il est recommandé d'utiliser des pots à sédiments ou des récipients similaires, de petite taille et sans PFAS. L'utilisation de sachets plastiques standards est déconseillée, sauf s'il est démontré qu'ils ne contiennent pas de PFAS et n'en libèrent pas.

Quel que soit le type d'emballage, les échantillons doivent toujours être conservés à l'abri de la lumière et au frais immédiatement après le prélèvement. Il est préférable d'acheminer les échantillons au laboratoire dans les heures qui suivent.

²La sécurité du personnel prime toujours sur la prévention d'une éventuelle contamination. Si du matériel susceptible de contenir des PFAS est néanmoins utilisé (par exemple dans le cadre de mesures de sécurité), veuillez l'indiquer sur le formulaire d'assurance qualité.

³<https://iplo.nl/thema/bodem/documenten/bbk2008/bemonstering-analyse-pfas-verbindingen/@@iplo.nl/@213782/bemonstering-analyse-pfas-verbindingen/>



3. Analyses en laboratoire

Les analyses sont effectuées conformément au [règlement d'exécution 2022/1428- EN- EUR-Lex](#), qui constitue la directive européenne relative aux méthodes d'échantillonnage et d'analyse pour le contrôle des substances perfluoroalkylées dans certains aliments. Cependant, certains aspects ne sont pas spécifiquement mentionnés dans cette directive et sont donc abordés ci-dessous.

Méthode d'échantillonnage

Les échantillons de plantes collectés sont analysés afin de détecter la présence de PFAS au moyen de techniques de laboratoire avancées. On utilise pour cela la chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse (LC-MS/MS), une méthode d'analyse réputée pour sa grande sensibilité et sa précision dans la détection des PFAS au sein de matrices complexes telles que le matériel biotique.

Prétraitement : avec/sans séchage

Il existe deux approches concernant l'état de l'échantillon végétal avant analyse :

1. Certains laboratoires choisissent de sécher d'abord les plantes, puis de broyer et d'analyser la matière sèche;
2. d'autres laboratoires analysent l'échantillon humide, tel qu'il a été prélevé sur le terrain.

Les deux méthodes présentent des avantages et des inconvénients. Le séchage des plantes avant analyse permet d'exprimer les résultats par gramme de masse sèche, ce qui permet une comparaison plus précise avec les valeurs de référence issues d'études toxicologiques ou écologiques. Par ailleurs, après curage, le matériau reste toujours un certain temps sur la berge où il s'égoutte et sèche avant d'être traité. L'inconvénient du séchage préalable est que des composés PFAS volatils ou moins stables peuvent se perdre pendant le processus de séchage. L'analyse à l'état humide évite ce risque, mais introduit une plus grande variation en raison de la teneur en humidité variable des plantes.

Dans le cadre de ce protocole, il a été décidé d'effectuer les analyses sur des échantillons humides, égoutté de manière non uniforme, tels qu'ils ont été collectés sur le terrain. Ce choix correspond le mieux à la pratique du curage, car cela permet d'examiner les échantillons tels qu'ils ont été libérés. Cela minimise aussi le risque de perte de composés PFAS volatils. Parallèlement, l'échantillonnage de matériau humide donne une image plus réaliste de ce qui est effectivement recueilli sur la berge.

Préparation des échantillons: broyage et homogénéisation

Il est essentiel que les échantillons soient préalablement broyés et homogénéisés avant leur analyse en laboratoire. Cela implique que toutes les parties de la plante, les racines et, le cas échéant, l'eau, la vase ou la terre qui y adhèrent soient broyées ensemble pour former un échantillon homogène. On obtient ainsi une image globale représentative des concentrations en PFAS dans l'ensemble des débris végétaux, tels qu'ils sont libérés lors de l'entretien réel des fossés. De plus, le rapport entre la matière végétale et les boues correspond ainsi à la réalité.

Composés à analyser

De nombreux laboratoires commerciaux proposent actuellement (à la mi-2025) un panel d'analyse PFAS standard, destiné à être appliqué au niveau du sol, des eaux souterraines ou des eaux d'extinctions. Ces kits se limitent souvent à une sélection de 24⁴ à 30⁵ composés courants, tels que le PFOS, le PFOA, le GenX et les substances figurant sur la liste consultative des PFAS5. D'autres kits sont également disponibles, comprenant par exemple uniquement le PFOS et le PFOA. Pour les analyses sur des matériaux végétaux, il est impératif que le panel d'analyse comprenne les formes à chaîne courte, telles que l'acide perfluorobutanoïque (PFBA), l'acide perfluoropentanoïque (PFPeA), l'acide perfluorohexanoïque (PFHxA) et l'acide perfluorobutanesulfonique (PFBS). Ces composés sont plus mobiles et plus facilement assimilables par les racines, ce qui leur permet d'atteindre des concentrations relativement élevées dans les plantes aquatiques et riveraines.

⁴Concawe PFAS EQS reflections article publication.pdf

⁵Liste de recommandation sur les PFAS 2019: https://iplo.nl/publish/pages/224246/1907012-pfas_-_advieslijst_tbv_tijdelijk_handelingskader_v4.pdf



Ces composés font partie de la liste indicative des PFAS mentionnée précédemment. Il n'est donc généralement pas nécessaire de demander explicitement au laboratoire d'utiliser un panel PFAS complet comprenant ces formes à chaîne courte. Il convient toutefois de noter que la sélection des composés PFAS courants faisant l'objet d'analyses n'est pas bien documentée et ne suit pas de méthode de hiérarchisation claire⁴. Cette liste est donc susceptible d'évoluer, plus ou moins rapidement selon les progrès de la recherche sur les PFAS et la disponibilité de nouvelles informations. Il est donc recommandé de vérifier au préalable si le panel sélectionné contient effectivement les formes à chaîne courte pertinentes.

Si vous le souhaitez, une analyse du fluor total (EOF, composés organofluorés extractibles) peut être réalisée en complément de l'analyse PFAS standard. Une analyse EOF peut s'avérer utile car elle permet de détecter des composés organofluorés inconnus ou non mesurés spécifiquement, qui ne sont pas analysés individuellement lors d'une détermination PFAS classique. Cela permet d'obtenir une image plus complète de la charge totale en substances fluorées. Dans le cadre des récentes évolutions au niveau de l'UE, l'acide trifluoroacétique (TFA), un produit de dégradation de certains PFAS, a également été ajouté à la liste prioritaire des PFAS dans les eaux de surface⁶. L'expérience en matière d'analyses EOF et d'intégration du TFA est toutefois encore variable, ce qui peut parfois rendre l'interprétation des résultats difficile. La réalisation d'une analyse EOF peut être utile, mais son application pratique et ses résultats doivent être interprétés avec prudence.

⁶Water pollution: [Council and Parliament reach provisional deal to update priority substances in surface and ground waters-Consilium](#)

Vous voulez en savoir plus?

Ivar Lanting

Conseiller principal Environnement & Énergie

+31 6 11602639

ivar.lanting@anteagroup.nl

www.anteagroup.nl