

(ID Modèle = 454913)

Ineris - 227153 - 2820038 - v1.0

16/12/2024

Comportement des substances per et polyfluoroalkylées (PFAS) dans les sols et les eaux souterraines

Rapport d'avancement : travaux expérimentaux menés par l'Ineris en 2024 et perspectives

PRÉAMBULE

Le présent document a été réalisé au titre de la mission d'appui aux pouvoirs publics confiée à l'Ineris, en vertu des dispositions de l'article R131-36 du Code de l'environnement.

La responsabilité de l'Ineris ne peut pas être engagée, directement ou indirectement, du fait d'inexactitudes, d'omissions ou d'erreurs ou tous faits équivalents relatifs aux informations utilisées.

L'exactitude de ce document doit être appréciée en fonction des connaissances disponibles et objectives et, le cas échéant, de la réglementation en vigueur à la date d'établissement du document. Par conséquent, l'Ineris ne peut pas être tenu responsable en raison de l'évolution de ces éléments postérieurement à cette date. La mission ne comporte aucune obligation pour l'Ineris d'actualiser ce document après cette date.

Au vu de ses missions qui lui incombent, l'Ineris, n'est pas décideur. Les avis, recommandations, préconisations ou équivalents qui seraient proposés par l'Ineris dans le cadre des missions qui lui sont confiées, ont uniquement pour objectif de conseiller le décideur dans sa prise de décision. Par conséquent, la responsabilité de l'Ineris ne peut pas se substituer à celle du décideur qui est donc notamment seul responsable des interprétations qu'il pourrait réaliser sur la base de ce document. Tout destinataire du document utilisera les résultats qui y sont inclus intégralement ou sinon de manière objective. L'utilisation du document sous forme d'extraits ou de notes de synthèse s'effectuera également sous la seule et entière responsabilité de ce destinataire. Il en est de même pour toute autre modification qui y serait apportée. L'Ineris dégage également toute responsabilité pour chaque utilisation du document en dehors de l'objet de la mission.

Nom de la Direction en charge du rapport : DIRECTION SITES ET TERRITOIRES

Rédaction : MICHEL Julien

Vérification : CHARMOILLE ARNAUD

Approbation : DUPLANTIER STEPHANE - le 16/12/2024

Liste des personnes ayant participé à l'étude : Lamyae EL-MRABET (Ineris), Sophie DORGE (UHA)
Gwenaëlle TROUVE (UHA).

Table des matières

1	Contexte et objet du rapport	7
1.1	Actions internationales sur les PFAS.....	7
1.2	Actions européennes sur les PFAS.....	7
1.2.1	Règlement REACH	7
1.2.2	Directive cadre sur l'eau (DCE).....	8
1.2.3	Directive relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine (EDCH).....	8
1.3	Actions nationales sur les PFAS	8
1.3.1	Mission de l'IGEDD.....	8
1.3.2	Plan d'action interministériel sur les PFAS.....	9
1.4	Comportement des PFAS dans les sols	9
2	Travaux expérimentaux menés en 2024	10
2.1	Sols étudiés.....	10
2.2	Mise en évidence de la proportion relative des différentes familles de PFAS dans un sol pollué 12	
2.2.1	Contexte et objectif	12
2.2.2	Programme analytique	12
2.2.3	Résultats.....	15
2.2.4	Conclusion	18
2.3	Répartition des PFAS dans les sols selon la granulométrie	18
2.3.1	Contexte et objectif	18
2.3.2	Programme analytique	18
2.3.3	Résultats.....	19
2.3.4	Conclusion	21
2.4	Expérimentations à l'échelle du laboratoire : étude de la cinétique de relargage des PFAS sous différentes conditions (batch)	21
2.4.1	Contexte et objectif	21
2.4.2	Matériel et méthodes.....	21
2.4.3	Résultats.....	24
3	Conclusions	25
4	Perspectives	26
4.1	Laboratoire	26
4.2	Site atelier	26
5	Références.....	27

Table des figures

Figure 1 : Proportion des différentes familles de PFAS dans l'échantillon B2 et concentrations des PFAS de la directive EDCH.....	15
Figure 2 : Proportion des différentes familles de PFAS dans l'échantillon C2 et concentrations des PFAS de la directive EDCH.....	17
Figure 3 : Concentrations des 20 PFAS de la directive EDCH dans les fractions totale et inférieure à 2 mm de l'échantillon B2.....	19
Figure 4 : Concentrations des 20 PFAS de la directive EDCH dans les fractions totale et inférieure à 2 mm de l'échantillon C2.....	20

LISTE DES ABREVIATIONS

ADONA	acide 4,8-dioxa-3H-perfluorononanoïque
C6O4/F-DIOX	acide 2,2-difluoro-2-[[2,2,4,5-tétrafluoro-5-(trifluorométhoxy)-1,3-dioxolan-4-yl]oxy]acétique
CI-PFESA	acide sulfonique d'éther per et polyfluoroalkylé chloré
DCE	directive cadre sur l'eau
ECHA	agence européenne des produits chimiques
EDCH	eaux destinées à la consommation humaine
EEE	espace économique européen
EtFOSE	éthylperfluorooctanesulfonamidoéthanol
FASA	sulfonamide d'alkyl perfluoré
FASAA	acide acétique de sulfonamide d'alkyl perfluoré
FOSE	alcool de sulfonamide d'alkyl perfluoré
FTCA	acide carboxylique fluorotélomère
FTUCA	acide carboxylique insaturé fluorotélomère
FTOH	alcool de fluorotélomère
FTS	sulfonate de fluorotélomère
HFPO-DA	acide 2,3,3,3-Tétrafluor-2-(Heptafluoropropoxy)Propanoïque
HPFHpA	acide 7H-perfluoroheptanoïque
IGEDD	inspection générale de l'environnement et du développement durable
INRAE	institut national de recherche pour l'agriculture, l'alimentation et l'environnement
MePFBSA	N-méthylperfluorobutanesulfonamide
MePFBSAA	N-méthylperfluorobutanesulfonamide acétate
MePFOSE	méthylperfluorooctanesulfonamidoéthanol
N-EtFOSA	N-éthyl perfluorooctanesulfonamide
N-EtFOSAA	acide N-éthylperfluorooctanesulfamido acétique
N-MeFOSA	N-méthylperfluorooctanesulfonamide
N-MeFOSAA	acide N-méthylperfluorooctane sulfonamide acétique
NAFION_BP2	acide 7H-perfluoro4-méthyl-3,6-dioxaoctanesulfonique
PAP	phosphate d'alkyls polyfluorés
PBSA	perfluorobutanesulfonamide
PFAA	acides perfluoroalkylés
PFAS	substances per et polyfluoroalkylées
PFBA	acide perfluorobutanoïque
PFBS	acide perfluorobutanesulfonique
PFCA	acide carboxylique perfluoré
PFDA	acide perfluorodécanoïque
PFDoDA	acide perfluorododécanoïque
PFDoDS	acide perfluorododécanesulfonique
PFDS	acide perfluorodécanesulfonique
PFEA	acide d'éther per et polyfluoroalkylé
PFECA	acide carboxylique d'éther per et polyfluoroalkylé
PFECHS	acide perfluoro-éthylcyclohexanesulfonique
PFESA	acide sulfonique d'éther per et polyfluoroalkylé
PFHpA	acide perfluoroheptanoïque
PFHpS	acide perfluoroheptanesulfonique
PFHxA	acide perfluorohexanoïque
PFHxDA	acide perfluorohexadécanoïque
PFHxS	acide perfluorohexanesulfonique
PFHxSA	perfluorohexanesulfonamide
PFMPA	acide perfluoro-4-oxapentanoïque
PFNA	acide perfluorononanoïque
PFNS	acide perfluorononanesulfonique
PFOA	acide perfluorooctanoïque
PFODA	acide perfluorooctadécanoïque
PFOS	acide perfluorooctane sulfonique
PFOSA	perfluorooctanesulfonamide

PFPeA	acide perfluoropentanoïque
PFPeS	acide perfluoropentanesulfonique
PFSA	acide sulfonique perfluoré
PFTeDA	acide perfluorotétradécanoïque
PFTrDA	acide perfluorotridécanoïque
PFTrDS	acide perfluorotridécanesulfonique
PFUnDA	acide perfluoroundécanoïque
PFUnDS	acide perfluoroundécanesulfonique
PMPA	acide Perfluoro-2-méthoxy-propanoïque
POP	polluants organiques persistants
REACH	registration, evaluation, authorization and restriction of chemicals
UE	union européenne
3,7-DMPFOA	acide 3,7-diméthylperfluorooctanoïque
4:2 FTS	acide 1H,1H,2H,2H-perfluorohexanesulfonique
5:3 FTCA	acide 2H,2H,3H,3H-perfluorooctanoïque
6:2 diPAP	6:2 polyfluoroalkylphosphate diester
6:2 FTAB	6:2 sulfonamidoalkyl bétaïne fluorotélomère
6:2 FTCA	6:2 acide carboxylique fluorotélomère
6:2 FTOH	6:2 alcool de fluorotélomère
6:2 FTS	6:2 sulfonate de fluorotélomère
6:2 FTUA	6:2 acide carboxylique fluorotélomère insaturé
6:2 FTUCA	acide 2H-perfluoro-2-octénoïque
7:3 FTCA	acide 3-perfluoroheptylpropanoïque
8:2 diPAP	8:2 polyfluoroalkylphosphate diester
8:2 FTCA	acide 2H,2H-perfluorodécanoïque
8:2 FTUCA	acide 2H-perfluoro-2-décénoïque
8:3 FTCA	acide 2H,2H,3H,3H-perfluorundécanoïque
8:2 FTS	8:2 sulfonate de fluorotélomère
9Cl-PF3ONS	acide 9-chloro-hexadécafluoro-3-oxanone-1-sulfonique
10:2 FTS	10:2 sulfonate de fluorotélomère
11Cl-PF3OUdS	Acide 2-((8-chloro-1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-hexadécafluorooctyl)oxy)-1,1,2,2-tétrafluoroéthanesulfonique

Résumé

Les travaux expérimentaux menés par l'Ineris en 2024 sur les PFAS dans les sols se sont focalisés sur deux échantillons de sols prélevés d'une part au droit d'un site industriel sur lequel des mousses d'extinction d'incendie avaient été utilisées et d'autre part sur un site d'entraînement au feu des pompiers.

Sur ces deux sols, une liste de 58 PFAS a été analysée, comprenant plusieurs familles de PFAS, dont les 20 PFAS de la directive EDCH (Directive (UE) 2020/2184 du Parlement européen et du Conseil du 16 décembre 2020 relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine). Les résultats mettent en évidence le fait que la composition d'un sol impacté par des mousses d'extinction d'incendie peut varier d'un site à un autre, en termes de familles de PFAS représentées et de composés présents au sein de ces familles. Par ailleurs, la prise en compte des seuls 20 PFAS issus de la directive EDCH n'est pas suffisante pour représenter la totalité de la pollution aux PFAS de sols impactés par des mousses d'extinction d'incendie. Ceux-ci représentaient entre 33 et 61 % de la pollution totale dans les échantillons analysés. L'ajout de l'analyse des FTS permet en revanche d'expliquer plus de 95 % de la pollution. L'analyse du 6:2 FTAB permettrait encore d'augmenter ce pourcentage au regard des données issues de la littérature.

Les PFAS ont également été analysés dans deux fractions de ces deux sols : la fraction totale et la fraction inférieure à 2 mm. Les résultats ont mis en évidence d'une part, une quantification des mêmes PFAS dans les deux fractions et d'autre part, des concentrations similaires ou du même ordre de grandeur dans les deux fractions. Ceci implique que les PFAS sont retenus majoritairement par la fraction du sol inférieure à 2 mm. Ces résultats montrent que les expériences de laboratoire conduites généralement sur des fractions inférieures à 2 mm sont cohérentes avec la prise en compte de l'ensemble de la pollution en PFAS.

Sur ces deux sols, des cinétiques de relargage des PFAS ont été menées sous différentes conditions expérimentales (avec ou sans inhibiteur bactérien et avec des concentrations différentes de chlorure de calcium). Ces expériences ont généré plus de 500 échantillons d'eaux qui ont été analysés par l'Ineris. Au regard du nombre d'analyses et du besoin de mettre tous les résultats en regard les uns des autres afin de pouvoir dresser des conclusions robustes, les résultats sont en cours d'exploitation. Les premières tendances montrent que la famille de PFAS et la longueur de la chaîne carbonée sont des paramètres importants à prendre en compte pour l'évaluation de leur comportement dans les sols et donc de l'exposition de l'Homme.

Dans l'objectif général d'améliorer les connaissances sur le comportement des PFAS dans les sols et les eaux souterraines, les perspectives de travail correspondent à l'étude du relargage et du transfert de ces composés à deux échelles.

A l'échelle du laboratoire, il s'agira de se rapprocher des conditions de terrain en ajoutant la composante dynamique lors d'expériences de relargage en colonne de laboratoire. Des expériences seront également menées sur des sols dopés, ce qui permettra de mettre en évidence l'effet de l'âge de la pollution sur leur comportement dans les sols. La part de la dégradation des PFAS à chaînes longues et des fluorotélomères dans les expériences de relargage sera également évaluée. Ces expériences permettront d'acquérir de nouvelles connaissances sur le comportement des PFAS dans les sols et les eaux souterraines, prérequis à une meilleure évaluation et prédiction des expositions.

A l'échelle d'un site atelier (ancienne décharge), des prélèvements de sols et d'eaux souterraines seront réalisés, afin d'évaluer la distribution des différentes familles de PFAS dans ces deux milieux et de mettre en évidence l'évolution de la signature en PFAS en aval des sources de pollution, due à une possible dégradation.

Pour citer ce document, utilisez le lien ci-après :

Institut national de l'environnement industriel et des risques, Comportement des substances per et polyfluoroalkylées (PFAS) dans les sols et les eaux souterraines, Verneuil-en-Halatte : Ineris - 227153 - v1.0, 16/12/2024.

Mots-clés :

PFAS, sol, relargage

1 Contexte et objet du rapport

Les substances per et polyfluoroalkylées PFAS (de l'anglais per- and polyfluoroalkyl substances) sont des composés aliphatiques¹ fluorés synthétiques, composés de chaînes carbonées de différentes longueurs et de groupes fonctionnels hydrophiles. Cette famille regroupe plus de 10 000 substances. En raison de leurs propriétés hydrophobes (conférées par la chaîne carbonée), hydrophiles (générées par les groupes fonctionnels) et de leur **stabilité chimique**, due à la liaison C-F très forte, les PFAS ont été utilisés dans de **nombreux produits industriels et de consommation courante** depuis les années 1950, comme par exemple des surfactants, des revêtements et des détachants pour le textile, des revêtements anti-salissures et anti-graisses pour les sols, des emballages alimentaires, des ustensiles de cuisine non adhérents, des mousses pour l'extinction des feux, ou encore dans des cosmétiques (Cui *et al.*, 2020 ; Buck *et al.*, 2011). Par ailleurs, ces propriétés, couplées à une résistance à la dégradation physique, chimique et biologique, mènent à une forte **persistance dans l'environnement** de ces composés, à leur **bioaccumulation** ainsi qu'à une **présence ubiquiste** dans l'environnement (Sima et Jaffé 2021 ; Ochoa-Herrera *et al.*, 2016 ; Gyllenhammar *et al.*, 2015 ; Ahrens 2011). Par ailleurs, les PFAS ont des **effets toxiques chez l'Homme**. Par exemple, le PFOA (acide perfluorooctanoïque) peut provoquer des cancers du rein ou des testicules, un taux élevé de cholestérol ou encore des maladies de la thyroïde (Winqvist et Steenland 2014a ; Winqvist et Steenland 2014b ; Barry *et al.*, 2013). D'une manière générale, les PFAS sont associés à des perturbations endocriniennes, des anomalies du développement et un risque accru de cancer (Cousins *et al.*, 2020). **Les substances les mieux documentées en termes de toxicité sont l'acide perfluorooctanoïque (PFOA) et l'acide perfluorooctanesulfonique PFOS.**

La mise en lumière de la contamination de différents milieux environnementaux, dont les sols, par les PFAS, a accéléré, en France, la prise de conscience du risque pour l'Homme et l'Environnement de ces molécules. Par ailleurs, au niveau réglementaire, plusieurs actions nationales et internationales poussent à leur prise en compte lors de l'analyse des différents milieux environnementaux.

1.1 Actions internationales sur les PFAS

A l'échelle internationale, certains PFAS sont inclus au règlement POP « Polluants Organiques Persistants » qui interdit sauf dérogation ou restreint sous condition la production, la mise sur le marché et l'utilisation de substances qualifiées de polluants organiques persistants. Le PFOS est interdit depuis 2009, le PFOA depuis 2020 et le PFHxS, ses sels et les composés apparentés au PFHxS depuis juin 2022.

1.2 Actions européennes sur les PFAS

1.2.1 Règlement REACH

A l'échelle européenne, dans le cadre du règlement REACH, les acides carboxyliques perfluorés (PFCA en C9-14), leurs sels et leurs précurseurs sont soumis à des restrictions dans l'UE/EEE depuis février 2023. Le règlement (UE) 2023/1608 de la commission du 30 mai 2023 modifie l'annexe I du règlement (UE) 2019/1021 du Parlement européen et du Conseil aux fins d'y inscrire l'acide perfluorohexane sulfonique (PFHxS), ses sels et les composés apparentés au PFHxS. Le règlement UE 2024/2462 du 19 septembre 2024 restreint l'utilisation du PFHxA, ses sels et les substances apparentées dans le cadre de REACH. De plus, en janvier 2023, les autorités nationales du Danemark, de l'Allemagne, des Pays-Bas, de la Norvège et de la Suède ont soumis à l'ECHA (agence européenne des produits chimiques), une proposition visant à restreindre les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAS) dans le cadre de REACH. De plus, l'ECHA a introduit en janvier 2022 une proposition de restriction pour les PFAS utilisés dans les mousses d'extinction d'incendie. La commission européenne doit statuer sur cela, sachant que cette utilisation n'est pas incluse dans la proposition de restriction proposée par les cinq autorités nationales.

¹ Un composé organique est aliphatique lorsqu'il contient une chaîne carbonée linéaire ou ramifiée ouverte ou lorsqu'il comprend un ou plusieurs cycles non aromatiques.

1.2.2 Directive cadre sur l'eau (DCE)

De plus, lors de la révision de la **DCE** (Directive Cadre sur l'Eau) en 2013, le PFOS a été introduit dans la liste des substances dangereuses prioritaires dont les émissions doivent être supprimées et une norme de qualité environnementale a été fixée dans les différents milieux et matrices (NQE eaux de surface continentales et littorales : 0,00065 µg/L, NQE biote : 9,1 µg/Kgbiote). Une proposition de révision de la directive et de ses directives filles a été adoptée par la commission européenne le 26 octobre 2022 et approuvée par le Conseil de l'Union Européenne le 19 juin 2024. Au total, 23 PFAS supplémentaires seront ajoutés à la liste des substances dangereuses prioritaires à surveiller dans les eaux de surface. Une NQE qui correspond à la somme de ces 24 PFAS est proposée pour l'évaluation de l'état chimique des eaux de surface (4,4 ng/L). Elle est exprimée en équivalent PFOA (pondération des PFAS par rapport au PFOA). En ce qui concerne les eaux souterraines, l'exigence relative aux PFAS est alignée sur la directive relative à l'eau potable, qui fixe des normes de qualité pour 20 PFAS (voir ci-dessous).

1.2.3 Directive relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine (EDCH)

La directive concernant la qualité des eaux destinées à la consommation humaine (**directive EDCH**, directive 2020/184 du Parlement européen et du Conseil du 16 décembre 2020) a été transposée en droit national en décembre 2022. Elle inclut de nouvelles normes de qualité dans l'eau potable (annexe I de la directive) au regard des PFAS :

- « total PFAS » (0,5 µg/L) : il s'agit de la totalité des substances alkylées per et polyfluorées,
- « somme PFAS » (0,1 µg/L) : il s'agit de la somme de 20 substances listées en annexe III de la directive, sous-ensemble des substances constituant le « total PFAS », comportant les acides carboxyliques et sulfoniques perfluorés ayant des longueurs de chaînes carbonées de C4 à C13.

1.3 Actions nationales sur les PFAS

L'arrêté du 26 avril 2022 modifiant l'arrêté du 25 janvier 2010 établissant le programme de surveillance de l'état des eaux en application de l'article R. 212-22 du code de l'environnement (dit « **arrêté surveillance** ») intègre, pour **les eaux souterraines, les 20 PFAS de la directive EDCH de décembre 2020**.

Par ailleurs, le 20 juin 2023, un arrêté a été publié, concernant 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.

1.3.1 Mission de l'IGEDD

En plus des obligations réglementaires qui s'appliquent au niveau national, d'autres actions ont vu le jour entre 2022 et 2024 en France. Ainsi, par lettre de mission en date du 8 février 2022, le ministère chargé de l'environnement a demandé à l'inspection générale de l'environnement et du développement durable (IGEDD) de :

- présenter une analyse de présence de PFAS dans les différents compartiments environnementaux, sur la base de rapports existants,
- faire des propositions quant aux études et recherches à mener pour disposer de méthodes de caractérisation de la présence de ces substances dans l'environnement, quant aux moyens de limiter les risques de transfert vers les eaux, de tester plus efficacement les eaux et effluents contaminés et de réhabiliter les sites contaminés.

Ce rapport met en évidence la **nécessité de prise en compte des PFAS dans les études de diagnostics exigés lors des cessations d'activité en lien avec la politique de gestion des sites et sols pollués** (les PFAS sont intégrés à la base ActiviPoll depuis 2022).

1.3.2 Plan d'action interministériel sur les PFAS

Un « **Plan d'action interministériel sur les PFAS** » a été publié en avril 2024. Il définit la doctrine du Gouvernement pour réduire le plus rapidement possible les risques associés aux PFAS. Il a été élaboré conjointement par les ministères chargés de la Transition Écologique et de la Cohésion des Territoires, de l'Industrie, du Travail et de la Santé, de l'Intérieur, de l'Agriculture, des Armées et de la Recherche. Ce plan s'organise autour de cinq axes d'actions. En particulier, l'axe 1 vise à acquérir des connaissances sur les méthodes de mesures des émissions, sur la dissémination et les expositions. L'évaluation des expositions des populations passe par la **compréhension du comportement de ces composés dans les différents milieux** environnementaux, notamment les sols et les eaux souterraines, afin de pouvoir **prédire leur relargage** à partir des sources de pollution ainsi que **leur transfert** dans ces milieux et mettre en place des **mesures de gestion** des pollutions donc de **réduction des risques sanitaires**, adaptées.

1.4 Comportement des PFAS dans les sols

Cependant, **à ce jour, il n'y a pas de consensus dans la littérature sur l'influence des propriétés principales du sol sur le comportement des PFAS dans ce milieu** (Campos-Pereira *et al.*, 2023 ; Liu *et al.*, 2020). En effet, le comportement des PFAS dans les sols sera différent de celui des autres polluants organiques persistants en raison d'une chaîne carbonée poly ou perfluorée hydrophobe, associée à un groupe fonctionnel hydrophile (Campos Pereira *et al.*, 2018). Ainsi, il est nécessaire d'aller plus loin dans la caractérisation du devenir et du transport des PFAS dans les sols (Naidu *et al.*, 2020). Il est en effet indispensable de déterminer et de comprendre les paramètres principaux qui gouvernent le relargage et le transport des PFAS à partir de sols contaminés, en zones saturée et non saturée : familles de PFAS, effet de l'âge de la contamination, de la présence de co-contaminants et des propriétés du sol (notamment la force ionique, le pH, la nature de la matière organique) (Li *et al.*, 2019 ; Li *et al.*, 2018 ; Du *et al.*, 2014). Dans ce cadre, les contributions relatives de la sorption des PFAS sur les phases organiques et inorganiques, l'échange d'ions, *etc.* doivent être mises en évidence, idéalement en s'appuyant sur des expériences à l'échelle du laboratoire permettant d'étudier les mécanismes et en s'appuyant sur des échantillons réels (Sharifan *et al.*, 2021), pour ensuite inclure ces résultats dans des modèles. **Il est donc nécessaire d'acquérir des données scientifiques solides sur ces points.**

Les travaux en cours de l'Ineris sur le comportement des PFAS dans les sols vont dans ce sens. L'objectif de ce rapport est de présenter les travaux expérimentaux menés par l'Ineris en 2024 sur ce sujet, ainsi que les perspectives.

2 Travaux expérimentaux menés en 2024

2.1 Sols étudiés

Dans le cadre de tous les travaux expérimentaux menés en 2024 sur le comportement des PFAS dans les sols, deux sols ont été utilisés (sols B2 et C2). Le sol B2 a été prélevé en 2024 au droit d'un site industriel sur lequel des mousses d'extinction d'incendie ont été utilisées, entre 2,5 et 3,6 m de profondeur. Le sol C2 correspond à un échantillon composite de prélèvements de sols réalisés en 2023 sur un site d'entraînement au feu de pompiers, à une profondeur de 5 à 30 cm. Ce sol a déjà fait l'objet de premières expérimentations en 2023, présentées dans le rapport « Comportement des substances per et polyfluoroalkylées (PFAS) dans les sols et les eaux souterraines - Rapport d'avancement : travaux expérimentaux menés par l'Ineris en 2023 et perspectives » (référence Ineris - 213870 - 2790452 - v1.0), à savoir : analyse des PFAS dans la fraction totale (42 PFAS) et étude préliminaire de la cinétique de désorption des PFAS.

Après prélèvement, ces deux sols ont été homogénéisés et séchés à l'air à température ambiante. Leur caractérisation physico-chimique a été déterminée par l'INRAE Arras. Pour le sol C2, elle est présentée Tableau 1 (fraction inférieure à 2 mm, correspondant à la fraction utilisée lors des expériences de laboratoire). La caractérisation physico-chimique du sol B2 est en cours.

De plus, pour chacun des deux sites sur lesquels les échantillons B2 et C2 ont été prélevés, une zone témoin a été recherchée, afin de mettre en évidence l'éventuelle dégradation de la qualité des milieux par les activités considérées (utilisation de mousses d'extinction d'incendie / entraînement au feu). Deux critères ont été retenus pour la recherche de la zone témoin (environnement local témoin) :

- un contexte naturel similaire au « territoire » étudié : environnement dans lequel le contexte géologique et pédologique est proche de celui rencontré sur la zone supposée impactée. Ce critère a été respecté, mais s'agissant des PFAS qui ne doivent pas être retrouvés naturellement dans les sols, ce critère reste secondaire dans ce cas particulier,
- une activité anthropique minimale : le site témoin est en particulier exempt d'activités telles que celles qui se sont déroulées sur la zone d'étude, mais aussi d'autres activités qui auraient pu impliquer l'utilisation ou la génération de PFAS.

La caractérisation physico-chimique de l'échantillon témoin correspondant à l'échantillon C2 (noté TEM-C2) est également présentée Tableau 1. Les analyses sont en cours pour l'échantillon témoin correspondant au sol B2.

Les sols C2 et TEM-C2 sont majoritairement sableux (78 et 65 % en masse pour ces deux échantillons respectivement). La teneur en calcaire du sol TEM-C2 est faible (21 g/kg). Elle est 8 fois plus élevée pour le sol C2 (171 g/kg). Les teneurs en carbone organique des deux sols sont faibles et restent du même ordre de grandeur (3 % et 1,8 % pour C2 et TEM-C2 respectivement). Par ailleurs, la similarité des rapports C/N pour les deux sols (13), indique un degré similaire de décomposition de la matière organique et donc une composition similaire (Tan 2014). Les concentrations en Al, Fe, As, Cd, Co, Cr, Hg, Mo, Ni, Tl et Zn mesurées dans l'échantillon C2 sont inférieures ou égales à celles mesurées dans l'échantillon correspondant en considérant une incertitude analytique de 10 %, ce qui indique qu'aucun impact n'est observé au regard de ces éléments traces sur la qualité du sol C2. En revanche, les concentrations en Cu et en Pb mesurées dans l'échantillon C2 sont supérieures à celles mesurées dans l'échantillon témoin, ce qui indique un impact au regard de ces deux métaux sur la qualité du sol C2.

Tableau 1 : Caractérisation physico-chimique des deux sols étudiés

	Sol C2	Sol TEM-C2
Granulométrie		
<i>5 fractions sans décarbonatation</i>		
<i>(g kg⁻¹)</i>		
Argiles (< 2 µm)	75	127
Limons fins (2/20 µm)	70	76
Limons grossiers (20/50 µm)	78	152
Sables fins (50/200 µm)	473	458
Sables grossiers (200/2000 µm)	304	187
Carbone organique et azote		
total (g kg⁻¹)		
Carbone organique total	30,4	17,5
Azote total	0,759	1,16
Matière organique (g kg ⁻¹)	17,1	25,9
Rapport C/N	13	13
pH eau	8,44	8,04
Calcaire total (g kg ⁻¹)	171	21
CEC (cmol+ kg ⁻¹)	7,35	13,1
Éléments traces totaux (mg kg⁻¹)		
Al (g/kg)	11,1	17,2
Fe (g/kg)	9,14	12,5
As	5,76	7,76
Cd	0,4	0,4
Co	4,03	5,09
Cr	26,3	34,8
Cu	99,7	8,89
Hg	0,0547	0,0472
Mo	0,784	0,675
Ni	9,69	11,7
Pb	40,9	20,1
Tl	0,157	0,238
Zn	176	153

2.2 Mise en évidence de la proportion relative des différentes familles de PFAS dans un sol pollué

2.2.1 Contexte et objectif

Les PFAS sont une famille de plus de 10 000 substances. Comme le montre la réglementation présentée au paragraphe 1, certains choix ont été faits pour disposer d'une liste restreinte de 20 composés à suivre lors de la caractérisation de la qualité des milieux (notamment les eaux souterraines), comprenant 10 PFCA (acides carboxyliques perfluorés) et 10 PFSA (acides sulfoniques perfluorés) dont la longueur de la chaîne carbonée est comprise entre C4 et C13. Cette liste sert souvent de base à leur analyse dans d'autres milieux également, comme les sols. Cependant, les PFCA et les PFSA ne sont pas les seules familles de PFAS qui pourraient être présentes dans l'environnement. D'autres familles de PFAS peuvent y être détectées et donc contribuer à l'exposition de l'Homme et à l'impact sur l'Environnement, notamment les FTS (sulfonates de fluorotélomère), dont le plus commun est le 6:2 FTS, composé de 6 atomes de carbone fluorés et de 2 atomes de carbone non fluorés. En effet, l'utilisation de ce composé en tant que substituant de composés perfluorés à longue chaîne comme le PFOS est en augmentation (Hamid *et al.*, 2020). Les FTS ont également été retrouvés sur des sites où des mousses d'extinction d'incendie ont été utilisées (Dauchy *et al.*, 2017). Les FTS sont des précurseurs des PFAA (acides perfluoroalkylés), tout comme les FTOH (alcools de fluorotélomère), ce qui signifie qu'ils peuvent être transformés ou dégradés en PFAA. Par exemple, la transformation biologique du 6:2 FTS peut mener à la formation d'acides carboxyliques perfluorés (PFCA) à chaînes courtes (C4-C6) en conditions aérobies (Field et Seow 2017). Le 6:2 FTS peut ainsi se dégrader en PFBA (acide perfluorobutanoïque), PFPeA (acide perfluoropentanoïque) et PFHxA (acide perfluorohexanoïque) (Shaw *et al.*, 2019 ; Zhang *et al.*, 2016 ; Wang *et al.*, 2011). Du PFHpA (acide perfluoroheptanoïque) peut également être généré par certaines bactéries (Méndez *et al.*, 2022). Des PFCA, en particulier le PFBA, le PFPeA et le PFHxA, peuvent aussi provenir de la dégradation du 6:2 FTOH (Wang *et al.*, 2011).

L'objectif des travaux présentés dans cette partie est de mettre en évidence la contribution de différentes familles de PFAS à la pollution du sol et d'évaluer la pertinence de l'analyse d'une liste de 20 PFAS dans les sols, en particulier au droit de zones sur lesquelles des mousses d'extinction d'incendie ont été utilisées. En effet, l'analyse d'une liste restreinte de 20 PFAS pourrait ne pas être suffisante afin d'expliquer la pollution du sol et de prédire l'exposition des populations à ces composés. Ces travaux participeront à répondre à cette question.

2.2.2 Programme analytique

Dans les deux échantillons de sol B2 et C2 (fraction inférieure à 2 mm, correspondant à la fraction utilisée lors des expériences de laboratoire), une liste de 58 PFAS a été analysée (voir Tableau 2). Les 20 PFAS de la directive EDCH sont soulignés dans ce tableau. Les 2 échantillons témoins ont fait l'objet de l'analyse de 42 PFAS. La différence sur le nombre de PFAS analysés entre les fractions inférieures à 2 mm des échantillons B2 et C2 (58 PFAS) et les témoins (42 PFAS) s'explique par l'enchaînement chronologique des analyses et l'évolution dans le temps des listes de PFAS pouvant être analysés par les laboratoires. En effet, la fraction inférieure à 2 mm des échantillons B2 et C2 a été analysée ultérieurement à l'analyse des échantillons témoins, ce qui explique un nombre plus élevé de PFAS analysés suite à l'évolution des capacités analytiques. Cependant, l'analyse de ces 42 PFAS dans les témoins permettait de rechercher au moins un représentant de chaque famille de PFAS couverte par la liste des 58 PFAS, excepté les 2 PFESA (acide sulfonique d'éther per et polyfluoroalkylé) et les 2 FOSE (alcool de sulfonamide d'alkyl perfluoré). Ceci est néanmoins sans impact sur l'interprétation des résultats en termes de présence de famille de PFAS puisque ces 4 PFAS n'ont pas été quantifiés dans les échantillons B2 et C2, selon les résultats présentés dans la suite de ce rapport. Les 42 PFAS analysés dans les échantillons témoins sont suivis d'un astérisque dans le Tableau 2.

Tableau 2 : PFAS analysés dans les échantillons de sol

Nom	Abréviation	Famille ²
<u>Acide perfluorobutanoïque*</u>	PFBA	PFCA
<u>Acide perfluoropentanoïque*</u>	PFPeA	
<u>Acide perfluorohexanoïque*</u>	PFHxA	
<u>Acide perfluoroheptanoïque*</u>	PFHpA	
<u>Acide perfluorooctanoïque*</u>	PFOA	
<u>Acide perfluorononanoïque*</u>	PFNA	
<u>Acide perfluorodécanoïque*</u>	PFDA	
<u>Acide perfluoroundécanoïque*</u>	PFUnA	
<u>Acide perfluorododécanoïque*</u>	PFDoDA	
<u>Acide perfluorotridécanoïque*</u>	PFTTrDA	
Acide perfluorotétradécanoïque*	PFTeDA	
Acide perfluoropentadécanoïque	PFPeDA	
Acide perfluorohexadécanoïque*	PFHxDA	
Acide perfluorooctadécanoïque*	PFODA	
Acide 3,7-diméthylperfluorooctanoïque*	3,7-DMPFOA	
Acide 7H-perfluoroheptanoïque*	HPFHpA	
<u>Acide perfluorobutanesulfonique*</u>	PFBS	PFSA
<u>Acide perfluoropentanesulfonique*</u>	PFPeS	
<u>Acide perfluorohexanesulfonique*</u>	PFHxS	
<u>Acide perfluoroheptanesulfonique*</u>	PFHpS	
<u>Acide perfluorooctanesulfonique*</u>	PFOS	
<u>Acide perfluorononanesulfonique*</u>	PFNS	
<u>Acide perfluorodécanesulfonique*</u>	PFDS	
<u>Acide perfluoroundécanesulfonique*</u>	PFUnDS	
<u>Acide perfluorododécanesulfonique*</u>	PFDoDS	
<u>Acide perfluorotridécanesulfonique*</u>	PFTTrDS	
Acide 4,8-dioxa-3H-perfluorononanoïque*	ADONA	PFECA
Acide 2,2-difluoro-2-[[2,2,4,5-tétrafluoro-5-(trifluorométhoxy)-1,3-dioxolan-4-yl]oxy]acétique	C6O4/F-DIOX	
Acide perfluoro-2-méthoxy-propanoïque	PMPA	
Acide perfluoro-4-oxapentanoïque	PFMPA	
Acide 2,3,3,3-tétrafluor-2-(heptafluoropropoxy)propanoïque*	HFPO-DA / Gen-X	

² Source : PubChem (<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>) / Liste des PFAS du projet PARC (European Partnership for the Assessment of Risks from Chemicals)

Nom	Abréviation	Famille ²
Acide perfluoro-éthylcyclohexanesulfonique	PFECHS	PFESA
Acide 7H-perfluoro-4-méthyl-3,6-dioxaoctanesulfonique	NAFION_BP2	
Acide 9-chloro-hexadécafluoro-3-oxanone-1-sulfonique*	9Cl-PF3ONS	Cl-PFESA
Acide 2-((8-chloro-1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-hexadécafluorooctyl)oxy)-1,1,2,2-tétrafluoroéthanesulfonique	11Cl-PF3OUdS	
Perfluorobutanesulfonamide*	PBSA	FASA
Perfluorohexanesulfonamide	PFHxSA	
Perfluorooctanesulfonamide*	PFOSA	
N-éthyl perfluorooctanesulfonamide*	N-EtFOSA	
N-méthylperfluorobutanesulfonamide*	MePFBSA	
N-méthylperfluorooctanesulfonamide*	N-MeFOSA	
Acide N-méthylperfluorobutane sulfonamide acétique	MePFBSAA	FASAA
Acide N-méthylperfluorooctane sulfonamide acétique*	N-MeFOSAA	
Acide N-éthylperfluorooctanesulfonamide acétique*	N-EtFOSAA	
Acide 2H,2H,3H,3H-perfluorooctanoïque	5:3 FTCA	FTCA
Acide 3-perfluoroheptylpropanoïque	7:3 FTCA	
Acide 2H,2H-perfluorodécanoïque*	8:2 FTCA	
Acide 2H,2H,3H,3H-perfluorundécanoïque*	8 :3 FTCA	
Acide 2H-perfluoro-2-octénoïque	6:2 FTUCA	FTUCA
Acide 2H-perfluoro-2-décénoïque*	8:2 FTUCA	
Ethylperfluorooctanesulfonamidoéthanol	EtFOSE	FOSE
Méthylperfluorooctanesulfonamidoéthanol	MePFOSE	
Acide 1H,1H,2H,2H-perfluorohexanesulfonique*	4:2 FTS	FTS
6:2 sulfonate de fluorotélomère*	6:2 FTS	
8:2 sulfonate de fluorotélomère*	8:2 FTS	
10:2 sulfonate de fluorotélomère*	10:2 FTS	
6:2 polyfluoroalkylphosphate diester	6:2 diPAP	PAP
8:2 polyfluoroalkylphosphate diester*	8:2 diPAP	

2.2.3 Résultats

Echantillon B2

La Figure 1 présente la proportion des différentes familles de PFAS dans l'échantillon B2 tamisé à 2 mm. Sur cette figure, les 20 PFAS de la directive EDCH sont identifiés par « PFCA EDCH » (10 acides carboxyliques perfluorés) et « PFSA EDCH » (10 acides sulfoniques perfluorés). Les concentrations des PFAS quantifiés parmi les 20 PFAS de la directive EDCH sont également présentées.

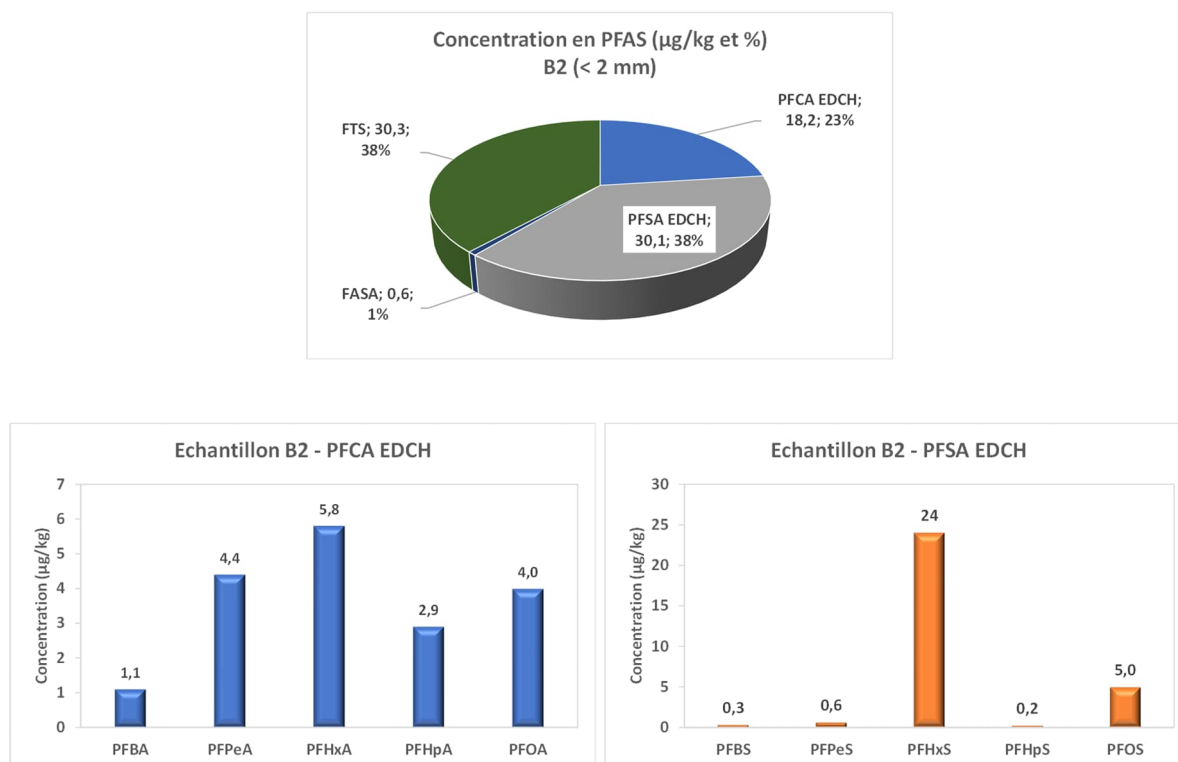


Figure 1 : Proportion des différentes familles de PFAS dans l'échantillon B2 et concentrations des PFAS de la directive EDCH

Dans l'échantillon B2, la concentration totale des 20 PFAS de la directive EDCH est de $48,3 \mu\text{g}/\text{kg}$. Dans cet échantillon, parmi les acides perfluoroalkylés (PFCA et PFSA), les PFSA sont majoritaires, avec une concentration totale de $30,1 \mu\text{g}/\text{kg}$, représentant 62 % des PFAS de la directive EDCH.

Parmi les PFSA, seules 5 molécules ont été quantifiées. Il s'agit des PFSA dont la longueur de la chaîne carbonée est comprise entre 4 et 8 carbones. Parmi les PFSA, le PFHxS est majoritaire ($24 \mu\text{g}/\text{kg}$). Les 4 autres PFSA qui ont été quantifiés sont le PFBS, le PFPeS, le PFHpS et le PFOS, à des concentrations de $0,3$; $0,6$; $0,2$ et $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ respectivement. Le PFOS et le PFHxS sont deux PFSA quantifiés fréquemment dans les sols de sites sur lesquels des mousses d'extinction d'incendie ont été utilisées (Mesfin Tefera *et al.*, 2022).

Parmi les PFCA, seules 5 molécules ont été quantifiées, à des concentrations comprises entre $1,1$ et $5,8 \mu\text{g}/\text{kg}$. Il s'agit des PFCA dont la longueur de la chaîne carbonée est comprise entre 4 et 8 carbones (PFBA, PFPeA, PFHxA, PFHpA et PFOA). Le PFCA majoritaire est le PFHxA à une concentration de $5,8 \mu\text{g}/\text{kg}$. Ceci a également été observé par d'autres auteurs sur de tels sites (Hubert *et al.*, 2023). La présence de PFOA est par ailleurs cohérente avec l'utilisation de mousses d'extinction d'incendie (Mesfin Tefera *et al.*, 2022).

La concentration totale en PFAS dans l'échantillon de sol B2 est de $79,1 \mu\text{g}/\text{kg}$. Ainsi, la prise en compte des seuls 20 PFAS de la directive EDCH (10 PFCA et 10 PFSA) ne permet d'expliquer que 61% de la

pollution en PFAS présente dans ce sol. Deux autres familles de PFAS ont été quantifiées dans cet échantillon de sol. Des FTS ont été mesurés à une concentration de 30,3 µg/kg, représentant 38% de la concentration totale en PFAS. Cette concentration est similaire à la concentration en PFSA. Parmi les FTS, le 6:2 FTS est majoritaire. Il a été mesuré à une concentration de 29,3 µg/kg. Du 8:2 FTS et du 10:2 FTS ont également été quantifiés dans cet échantillon, à des concentrations de 0,8 et 0,2 µg/kg.

D'autres auteurs ont également mis en évidence la présence de fluorotélomères, dans des échantillons de sols impactés par des mousses d'extinction d'incendie, comme le 6:2 FTS ou le 8:2 FTS dans des proportions similaires par rapport aux PFCA et PFSA (Houtz *et al.*, 2013). Les précurseurs des PFAA peuvent représenter jusqu'à 99% des composés organofluorés détectés (Glover *et al.*, 2024). Les FTS ont ainsi été retrouvés dans les sols et les eaux souterraines de sites où des mousses d'extinction d'incendie ont été utilisées (Mesfin Tefera *et al.*, 2022 ; Dauchy *et al.*, 2017 ; Backe *et al.*, 2013). Ceci est cohérent avec la composition des mousses d'extinction d'incendie qui contiennent du 6:2 FTS (Battye *et al.*, 2024 ; Backe *et al.*, 2013 ; Herzke *et al.*, 2012). De plus, le 6:2 FTS est un produit de dégradation d'autres PFAS contenus dans les mousses d'extinction d'incendie, en particulier le 6:2 FTAB (6:2 sulfonamidoalkyl bêtaïne fluorotélomère) qui est l'un des composés principaux des mousses d'extinction d'incendies (Yan *et al.*, 2024 ; Shaw *et al.*, 2019). L'utilisation de 6:2 FTS en tant que substituant de composés perfluorés dont la chaîne carbonée comporte au moins 7 atomes de carbone comme le PFOS, le PFOA et le PFHxS dans les mousses d'extinction d'incendie est par ailleurs en augmentation (Méndez *et al.*, 2022 ; Hamid *et al.*, 2020). De ce fait, une augmentation des concentrations en 6:2 FTS sur les sites impactés par des mousses d'extinction d'incendie pourrait être observée (Yan *et al.*, 2024).

Deux FASA ont également été quantifiés dans l'échantillon B2. Il s'agit du PBSA et du PFHxSA, à des concentrations de 0,16 et 0,41 µg/kg. Ceci est cohérent avec les données de la littérature, montrant que cette famille de PFAS est généralement minoritaire dans les échantillons de sols provenant de sites sur lesquels des mousses d'extinction d'incendie ont été utilisées (Hubert *et al.*, 2023).

D'une manière générale, les PFAS quantifiés dans cet échantillon de sol sont cohérents avec ceux rapportés dans la littérature dans les sols sur lesquels des mousses d'extinction d'incendie de différentes formulations ont été utilisées (Hubert *et al.*, 2023 ; Maizel *et al.*, 2021 ; Nickerson *et al.*, 2020).

Dans l'échantillon témoin correspondant, la concentration totale des 42 PFAS analysés est de 1,9 µg/kg. Seuls 6 PFAS ont été quantifiés dans cet échantillon. Il s'agit d'un PFSA (le PFOS), mesuré à une concentration de 0,8 µg/kg et de 5 PFCA (le PFBA, le PFPeA, le PFOA, le PFNA et le PFDA), mesurés à des concentrations de 0,3 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,1 et 0,1 µg/kg respectivement. Cette concentration est à comparer avec la somme des concentrations de ces 42 PFAS dans l'échantillon B2, à savoir 78,7 µg/kg. Ce résultat montre un impact de l'utilisation des mousses d'extinction d'incendie sur la qualité du sol prélevé au regard de ces PFAS et donc une dégradation de la qualité de ce milieu.

Echantillon C2

La Figure 2 présente la proportion des différentes familles de PFAS dans l'échantillon C2 tamisé à 2 mm. Les concentrations des PFAS quantifiés parmi les 20 PFAS de la directive EDCH sont également présentées.

Dans l'échantillon C2, la concentration totale des 20 PFAS de la directive EDCH est de 127,8 µg/kg. Dans cet échantillon, parmi les acides perfluoroalkylés (PFCA et PFSA), les PFSA sont majoritaires, avec une concentration totale de 98,3 µg/kg, représentant 77% des 20 PFAS EDCH.

Parmi les PFSA, seules 6 molécules ont été quantifiées. Il s'agit des PFSA dont la longueur de la chaîne carbonée est comprise entre 8 et 12 carbones et du PFHxS (6 carbones). Parmi les PFSA, le PFOS est majoritaire, avec une concentration de 95,6 µg/kg. La concentration des autres PFSA est comprise entre 0,2 et 0,9 µg/kg. Comme indiqué pour l'échantillon B2, la présence de PFOS et de PFHxS dans les sols est cohérente avec l'utilisation de mousses d'extinction d'incendie (Mesfin Tefera *et al.*, 2022).

Les 10 PFCA de la directive EDCH (C4-C13) ont été quantifiés dans cet échantillon, à des concentrations comprises entre 0,9 et 5,7 µg/kg. Le PFCA majoritaire est le PFDA, mesuré à une concentration de 5,7 µg/kg.

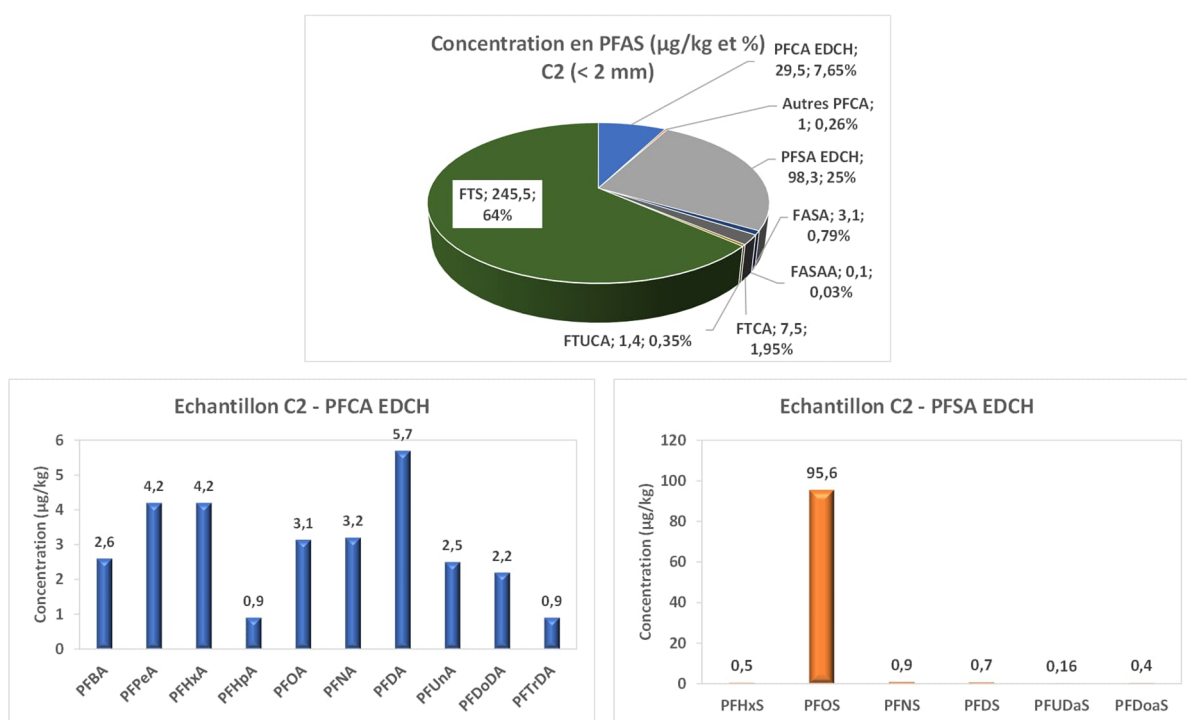


Figure 2 : Proportion des différentes familles de PFAS dans l'échantillon C2 et concentrations des PFAS de la directive EDCH

La concentration totale en PFAS dans l'échantillon de sol C2 est de 386,4 µg/kg. Ainsi, la prise en compte des seuls 20 PFAS de la directive EDCH (10 PFCA et 10 PFSA) ne permet d'expliquer que 33% de la pollution en PFAS présente dans ce sol. Ce pourcentage est inférieur à celui identifié dans l'échantillon B2 (61%). D'autres familles de PFAS ont été quantifiées dans cet échantillon de sol :

- des PFCA autres que ceux présents dans la directive EDCH, à savoir le PFTeDA, le PFPeDA et le PFHxDA. Il s'agit de 3 PFCA dont la longueur de la chaîne carbonée est comprise entre 14 et 16 atomes de carbone,
- des FTS, à une concentration de 245,5 µg/kg, représentant 64% de la concentration totale en PFAS. Cette famille de PFAS est majoritaire. Parmi les FTS, le 6:2 FTS et le 8:2 FTS sont majoritaires. Ils ont été mesurés à des concentrations similaires au regard de l'incertitude analytique, à savoir 114 et 123 µg/kg pour le 6:2 FTS et le 8:2 FTS respectivement. Le 10:2 FTS a également été quantifié, à une concentration de 8,5 µg/kg. Comme précisé pour l'échantillon B2, dans les sols pollués par l'utilisation de mousses d'extinction d'incendie, les précurseurs des PFAA, comme les fluorotélomères, peuvent représenter jusqu'à 99 % de la pollution (Glover *et al.*, 2024),
- des FTCA. Tous les FTCA recherchés ont été quantifiés à l'exception du 8:2 FTCA, à des concentrations comprises entre 1,2 et 4,2 µg/kg.
- des FASA. Au sein de cette famille, seuls le PFHxSA et le PFOSA ont été quantifiés à des concentrations de 0,65 et 2,4 µg/kg respectivement,
- un FASAA, le N-EtFOSAA, à une concentration de 0,1 µg/kg,
- des FTUCA, le 6:2 FTUCA et le 8:2 FTUCA, à des concentrations de 0,75 et 0,6 µg/kg.

La présence de FASA et de FASAA dans ce sol est cohérente avec la source de pollution (Hubert *et al.*, 2023). Par ailleurs, les FTCA et FTUCA sont des produits de dégradation intermédiaires des précurseurs de PFAA (Shaw *et al.*, 2019 ; Dauchy *et al.*, 2017).

Dans l'échantillon témoin correspondant, la concentration totale des 42 PFAS analysés est de 4,3 µg/kg. Seuls 9 PFAS ont été quantifiés dans cet échantillon. Il s'agit d'un PFSA (le PFOS), mesuré à une concentration de 0,8 µg/kg et 8 PFCA (le PFBA, le PFPeA, le PFHxA, le PFHpA, le PFOA, le PFNA, le PFDA et le PFDODA), mesurés à des concentrations de 0,4 ; 0,4 ; 0,3 ; 0,3 ; 0,7 ; 0,7 ; 0,6 et 0,1 µg/kg respectivement. Cette concentration est à comparer avec la somme des concentrations de ces 42 PFAS dans l'échantillon C2, à savoir 381,3 µg/kg. Ce résultat montre un impact de l'utilisation des mousses d'extinction d'incendie sur la qualité du sol prélevé au regard de ces PFAS et donc une dégradation de la qualité de ce milieu.

2.2.4 Conclusion

Ces résultats mettent en évidence le fait que la composition d'un sol impacté par des mousses d'extinction d'incendie peut varier d'un site à un autre, en termes de familles de PFAS représentées et de composés présents au sein de ces familles. En effet, après la suppression de l'utilisation du PFOS en 2011 en Europe, plusieurs modifications de formulations de mousses d'extinction d'incendie ont eu lieu, avec l'utilisation de fluorotélomères et de molécules contenant moins de carbones perfluorés (Liu *et al.*, 2024).

Cependant, l'analyse de ces échantillons de sol montre que la liste des 20 PFAS issus de la directive EDCH n'est pas suffisante pour prendre en compte la totalité de la pollution aux PFAS de sols impactés par des mousses d'extinction d'incendie. Ceux-ci représentaient entre 33 et 61 % de la pollution dans les échantillons analysés. L'ajout de l'analyse des FTS permet en revanche d'expliquer plus de 95 % de la pollution. L'analyse du 6:2 FTAB permettrait d'augmenter ce pourcentage (Yan *et al.*, 2024 ; Shaw *et al.*, 2019). Ceci sera évalué dans la suite de ces travaux sur les PFAS, puisque les laboratoires sont à présent en mesure de proposer cette analyse en routine dans les sols, ce qui n'était pas le cas lors de l'analyse des échantillons B2 et C2.

2.3 Répartition des PFAS dans les sols selon la granulométrie

2.3.1 Contexte et objectif

Une synthèse bibliographique menée précédemment (rapport « Comportement des substances per et polyfluoroalkylées (PFAS) dans les sols et les eaux souterraines - Rapport d'avancement : synthèse bibliographique menée par l'Ineris en 2023 et perspectives », référence Ineris - 213870 - 2789035 - v1.0) a identifié certains verrous scientifiques dans la caractérisation du devenir des PFAS dans les sols et les eaux souterraines (voir paragraphe 1). La levée de ces verrous passe par la réalisation d'expérimentations à l'échelle du laboratoire, permettant de comprendre les paramètres principaux qui gouvernent le relargage et le transport des PFAS à partir de sols contaminés. Généralement, ces expériences, menées sur des systèmes de taille réduite, impliquent le tamisage des échantillons de sols à 2 mm. L'objectif de ces travaux est donc de mettre en évidence la répartition des PFAS dans le sol entre les fractions totale et tamisée à 2 mm.

2.3.2 Programme analytique

Afin de caractériser la concentration en PFAS dans l'échantillon B2, seuls les 20 PFAS de la directive EDCH ont été analysés sur la fraction totale en première approche. En effet, l'objectif de cette première caractérisation suite au prélèvement de ce sol était de mettre en évidence la présence ou l'absence de PFAS dans cet échantillon et donc la possibilité de l'utiliser au laboratoire pour des expériences de relargage des PFAS. Comme précisé au paragraphe 0, 58 PFAS ont ensuite été analysés dans la fraction inférieure à 2 mm, puisqu'il s'agit de la fraction utilisée pour les expériences de laboratoire. De ce fait, pour l'échantillon B2, la comparaison des concentrations en PFAS entre les différentes fractions a été réalisée uniquement sur les 20 PFAS de la directive EDCH.

En revanche, le sol C2 étant un composite de sols contenant des PFAS de manière certaine (voir caractérisation des échantillons unitaires dans le rapport Ineris - 213870 - 2790452 - v1.0) et au regard des résultats présentés au paragraphe 2.2.3, une analyse plus complète des PFAS a été menée à la fois sur la fraction totale et sur la fraction inférieure à 2 mm, destinée aux expériences de relargage à l'échelle du laboratoire. Pour des raisons d'évolution des capacités analytiques des laboratoires au cours du temps en termes de nombre de PFAS analysés comme indiqué au paragraphe 0, une liste de 42 PFAS (PFAS suivis d'un astérisque au Tableau 2) a été analysée dans la fraction totale de

l'échantillon C2, alors qu'une liste de 58 PFAS a été analysée dans la fraction inférieure à 2 mm, envoyée en analyses ultérieurement à la fraction totale. La comparaison des concentrations en PFAS entre les différentes fractions a donc été réalisée sur les 42 PFAS communs analysés dans les deux fractions pour l'échantillon B2.

2.3.3 Résultats

Soil B2

La Figure 3 présente les concentrations des 20 PFAS de la directive EDCH dans les fractions totale et inférieure à 2 mm de l'échantillon B2.

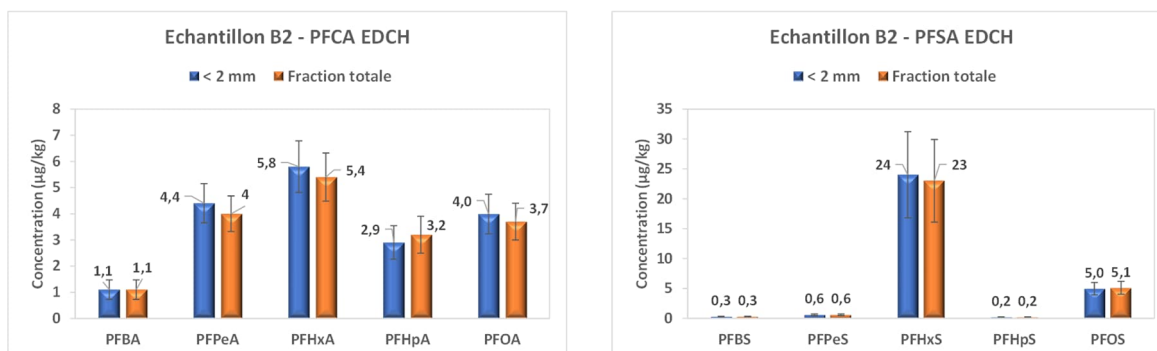


Figure 3 : Concentrations des 20 PFAS de la directive EDCH dans les fractions totale et inférieure à 2 mm de l'échantillon B2

Dans les deux fractions de l'échantillon B2, les mêmes PFAS ont été quantifiés, à savoir 5 PFCA et 5 PFSA dont la longueur de la chaîne carbonée est comprise entre C4 et C8. Au regard des incertitudes analytiques, les concentrations sont similaires dans les deux fractions.

Soil C2

La Figure 4 présente les concentrations des 20 PFAS de la directive EDCH dans les fractions totale et inférieure à 2 mm de l'échantillon C2.

Dans les deux fractions de l'échantillon B2, les mêmes PFAS ont été quantifiés parmi les 42 PFAS recherchés, à savoir :

- les 10 PFCA de la directive EDCH (longueur de la chaîne carbonée comprise entre C4 et C13),
- deux autres PFCA : le PFTeDA et le PFHxDA,
- 6 PFSA parmi les 10 PFSA de la directive EDCH (longueur de la chaîne carbonée C6 et comprise entre C8 et C12),
- 3 FTS : le 6:2 FTS, le 8:2 FTS et le 10:2 FTS,
- 4 autres PFAS : 1 FASA (le PFOSA), 1 FASAA (le N-EtFOSAA), 1 FTCA (le 8:3 FTCA) et 1 FTUCA (le 8:2 FTUCA).

Au regard des incertitudes analytiques, les concentrations de ces PFAS sont similaires dans les deux fractions, excepté pour le PFHxA, le PFHpA et le 8:3 FTCA. Pour ces trois molécules, les concentrations mesurées dans la fraction inférieure à 2 mm sont supérieures à celles mesurées dans la fraction totale. Cependant, dans le cas d'une différence de concentration entre ces deux fractions, il serait plutôt attendu la tendance inverse, à savoir des concentrations supérieures dans la fraction totale. Néanmoins, les concentrations dans les deux fractions restent du même ordre de grandeur pour ces trois composés (4,2 ; 0,9 et 4,2 µg/kg dans la fraction inférieure à 2 mm et 2,5 ; 0,5 et 1,5 µg/kg dans la fraction totale, pour le PFHxA, le PFHpA et le 8:3 FTCA respectivement).

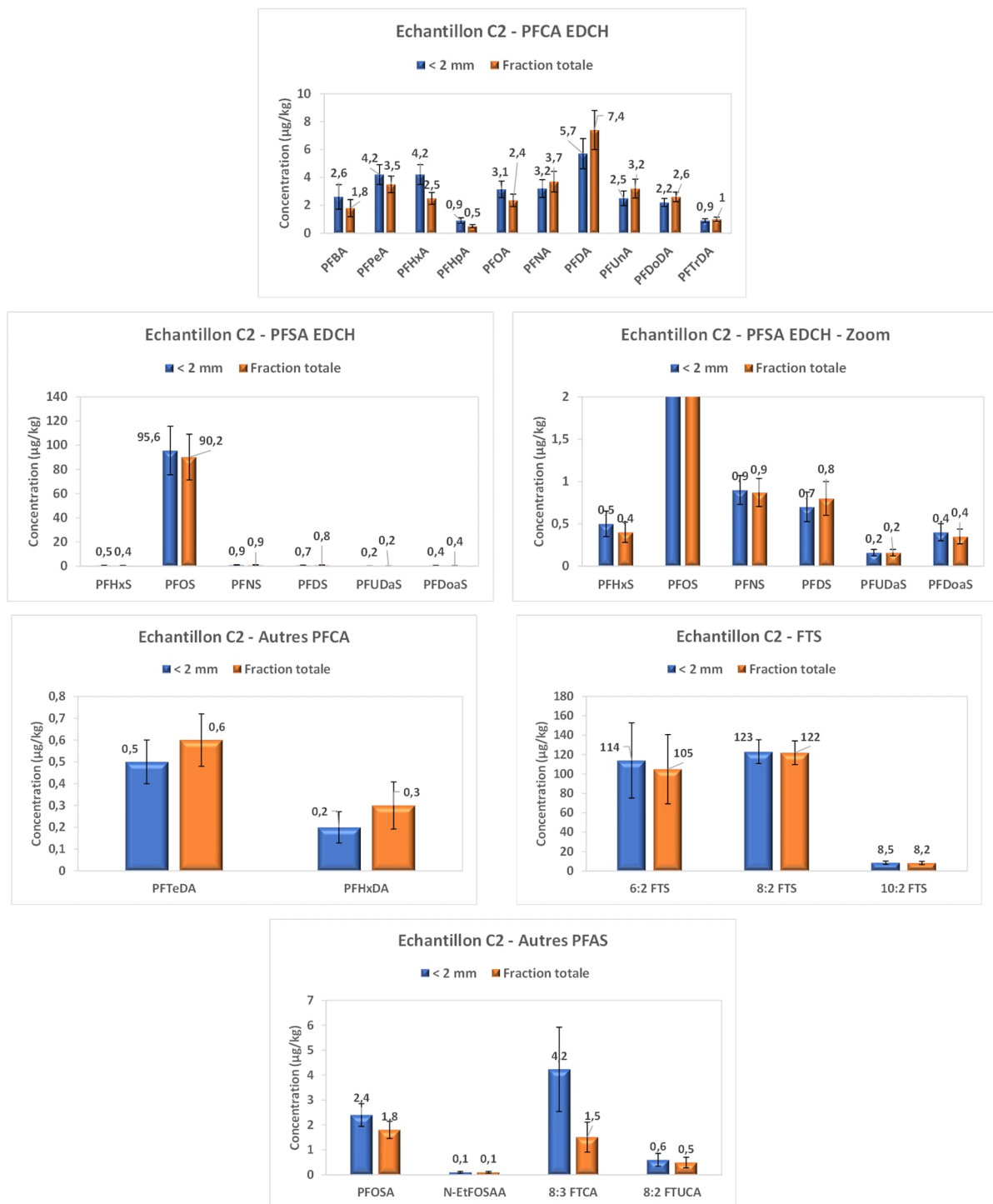


Figure 4 : Concentrations des 20 PFAS de la directive EDCH dans les fractions totale et inférieure à 2 mm de l'échantillon C2

Ainsi, dans les deux échantillons de sol analysés, la totalité de la pollution est présente dans la fraction inférieure à 2 mm.

D'autres auteurs se sont intéressés à la taille des particules sur lesquelles les PFAS sont fixés dans les sols et ont observé des tendances similaires. Ainsi, sur un sol tamisé à différentes tailles (<0,063 mm, de 0,063 mm à 0,5 mm, de 0,5 à 2 mm, de 2 à 4 mm et de 4 à 8 mm), il a été montré que plus la taille des particules augmente, plus la concentration en PFAS diminue (Hubert *et al.*, 2023). Ceci suggère donc une rétention des PFAS par les fractions les plus fines du sol. Au total, 98,4% des PFAS étaient contenus dans la fraction inférieure à 2 mm. Les PFAS mesurés dans la fraction comprise entre 0,063

et 0,5 mm représentaient 62,3 % des PFAS présents dans l'échantillon de sol brut non tamisé. Ils étaient majoritaires dans cette fraction. Dans cette étude, 40 PFAS ont été analysés dans chaque fraction de sol et 19 PFAS étaient présents dans le sol : les PFCA (C5 à C11 et C13), les PFSA (C4 à C10), le 6:2 FTS, le 8:2 FTS, le 10:2 FTS et le PFOSA.

2.3.4 Conclusion

Les analyses de PFAS conduites sur deux fractions (totale et inférieure à 2 mm) de deux échantillons de sol ont mis en évidence d'une part, une quantification des mêmes PFAS dans les deux fractions et d'autre part, des concentrations similaires ou du même ordre de grandeur dans les deux fractions. Ces résultats montrent que les expériences de laboratoire conduites sur des fractions inférieures à 2 mm sont cohérentes avec la prise en compte de l'ensemble de la pollution en PFAS des sols.

2.4 Expérimentations à l'échelle du laboratoire : étude de la cinétique de relargage des PFAS sous différentes conditions (batch)

2.4.1 Contexte et objectif

En 2023, des expériences de désorption des PFAS à partir du sol C2 présenté dans ce rapport avaient été mises en œuvre, avec pour objectif d'obtenir une première description de leur relargage à partir d'un sol contenant des PFAS. Ces premiers résultats ont montré que, même à partir d'un sol historiquement contaminé par des PFAS, ceux-ci peuvent être relargués rapidement (l'équilibre était atteint en 1 à 8 h selon les PFAS) et en proportions élevées (entre 20 et 100 %) par rapport à ce qui est présent initialement dans le sol. Un transfert de ces composés dans les horizons plus profonds du sol et donc vers les eaux souterraines est ainsi possible. Par ailleurs, l'hypothèse d'une dégradation des composés à chaîne longue en PFAS à chaîne plus courte au cours de l'expérience a été émise, au regard d'un relargage calculé à 170 et 160 % pour le PFHxA et le PFHpA.

Ainsi, dans l'objectif général d'améliorer les connaissances sur le comportement des PFAS dans les sols et les eaux souterraines et de contribuer à lever les verrous identifiés dans le rapport Ineris - 213870 - 2789035 - v1.0, les travaux menés en 2024 ont été dimensionnés afin d'aller plus loin dans la compréhension des mécanismes et paramètres physico-chimiques qui gouvernent le relargage et le transfert des PFAS dans les sols, pour *in fine* pouvoir mieux appréhender l'exposition des populations à ces substances.

2.4.2 Matériel et méthodes

Sols étudiés

Les expériences ont été menées sur les sols B2 et C2 présentés au paragraphe 2.1 (fraction inférieure à 2 mm).

Conditions expérimentales

Les cinétiques de relargage des PFAS ont été menées sous différentes conditions expérimentales (voir Tableau 3). Le sol C2 a été soumis à toutes les conditions présentées dans le Tableau 3 et le sol B2 a été soumis uniquement à la condition de référence.

Tableau 3 : Conditions expérimentales pour l'étude de la cinétique de relargage des PFAS

Condition	Description des solutions
Condition 1 : condition de référence	Eau déminéralisée + CaCl ₂ 0,5 mM + NaN ₃ 0,2 g/L
Condition 2	Eau déminéralisée
Condition 2'	Eau déminéralisée + NaN ₃ 0,2 g/L
Condition 3	Eau déminéralisée + CaCl ₂ 0,5 mM
Condition 4	Eau déminéralisée + CaCl ₂ 5 mM + NaN ₃ 0,2 g/L
Condition 5	Eau déminéralisée + CaCl ₂ 50 mM + NaN ₃ 0,2 g/L

Mode opératoire

La cinétique de désorption a consisté à introduire 4 g de sol et 20 mL de solution (voir composition Tableau 3) dans des tubes à centrifuger en polypropylène de 50 mL, afin d'obtenir un rapport liquide (L) sur solide (S) L/S de 10. Le mélange sol/solution a été agité à 275 rpm sur un agitateur orbital pendant des durées de 1h, 6h, 16h, 24h, 72h (3j), 120h (5j) et 168h (7j). Après agitation, le mélange sol/solution a été centrifugé pendant 30 min à 3 000 G. Ensuite, 10 mL de la solution surnageante ont été prélevés et mélangés à 10 mL de méthanol. Des étalons internes ont été ajoutés à cette étape et le mélange a été agité pendant 15 min puis centrifugé à 20 000 G pendant 20 min. Les échantillons ont ensuite été conditionnés dans des vials pour analyse et placés au congélateur jusqu'à l'analyse des PFAS. Les PFAS ont également été analysés dans les solutions lixiviantes.

Toutes les expériences en batch ont été effectuées en trois réplicats. De plus, des témoins ont été préparés, également en trois réplicats, afin de vérifier l'absence d'apport extérieur de PFAS lors des différentes étapes du protocole expérimental. Pour des durées d'agitation de 24h et de 7j, des flacons ont été remplis de 20 mL de solution, sans terre, et soumis au même protocole que les flacons contenant le mélange sol/solution.

Analyse des solutions

Les PFAS dans les solutions ont été analysés à l'Ineris par chromatographie liquide haute performance couplée à un spectre de masse (LC-MS).

Les PFAS analysés dans les solutions sont présentés Tableau 4. La limite de quantification est de 20 ng/L. Les 20 PFAS de la directive EDCH sont soulignés dans ce tableau.

Tableau 4 : PFAS analysés dans les solutions

Nom	Abréviation	Famille ³
<u>Acide perfluorobutanoïque</u>	PFBA	PFCA
<u>Acide perfluoropentanoïque</u>	PFPeA	
<u>Acide perfluorohexanoïque</u>	PFHxA	
<u>Acide perfluoroheptanoïque</u>	PFHpA	
<u>Acide perfluorooctanoïque</u>	PFOA	
<u>Acide perfluoro-n-nonanoïque</u>	PFNA	
<u>Acide perfluorodécanoïque</u>	PFDA	
<u>Acide perfluoro-n-undécanoïque</u>	PFUnA	
<u>Acide perfluorododécanoïque</u>	PFDoDA	
<u>Acide perfluorotridécanoïque</u>	PFTTrDA	
<u>Acide perfluorotétradécanoïque</u>	PFTeDA	
<u>Acide perfluorooctadécanoïque</u>	PFODA	
<u>Acide perfluorobutanesulfonique</u>	PFBS	PFSA
<u>Acide perfluoropentanesulfonique</u>	PFPeS	
<u>Acide perfluorohexanesulfonique</u>	PFHxS	
<u>Acide perfluoroheptanesulfonique</u>	PFHpS	
<u>Acide perfluorooctanesulfonique</u>	PFOS	
<u>Acide perfluorononanesulfonique</u>	PFNS	
<u>Acide perfluorodécanesulfonique</u>	PFDS	
<u>Acide perfluoroundécanesulfonique</u>	PFUDaS	
<u>Acide perfluorododécanesulfonique</u>	PFDoaS	
<u>Acide perfluorotridécanesulfonique</u>	PFTDaS	
<u>Acide 4,8-dioxa-3H-perfluorononanoïque</u>	ADONA	PFECA
<u>Acide 2,3,3,3-Tétrafluor-2-(Heptafluoropropoxy)Propanoïque</u>	HFPO-DA / Gen-X	
<u>Acide 9-chloro-hexadecafluoro-3-oxanone-1-sulfonique</u>	9Cl-PF3ONS	Cl-PFESA
<u>Perfluorooctanesulfonamide</u>	PFOSA	FASA
<u>Acide 1H,1H,2H,2Hperfluorohexanesulfonique</u>	4:2 FTS	FTS
<u>6:2 Acide sulfonique fluorotélomère</u>	6:2 FTS	
<u>8:2 Acide sulfonique fluorotélomère</u>	8:2 FTS	
<u>10:2 Acide sulfonique fluorotélomère</u>	10:2 FTS	

³ Source PubChem (<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>) / Liste des PFAS du projet PARC (European Partnership for the Assessment of Risks from Chemicals)

2.4.3 Résultats

Les expériences menées en 2024 ont généré plus de 500 échantillons d'eaux qui ont été analysés par l'Ineris. Au regard du nombre d'analyses et du besoin de mettre tous les résultats en regard les uns des autres afin de pouvoir dresser des conclusions robustes, les résultats sont encore en cours d'exploitation. Dans la suite de ce paragraphe, un résumé des premières tendances observées est présenté.

Les PFAS quantifiés dans les solutions incluent les PFCA (acides carboxyliques perfluorés, chaîne carbonée de C4 à C11), les PFSA (acides sulfoniques perfluorés, C6, C8, C9), les fluorotélomères (6:2, 8:2, 10:2 FTS) et le PFOSA (perfluorooctane sulfonamide). L'analyse révèle des tendances contrastées dans les pourcentages de relargage en fonction de la longueur de la chaîne carbonée et des conditions expérimentales.

En effet, pour les PFCA à chaîne courte (en particulier PFPeA, PFHxA et PFHpA) une augmentation des taux de relargage au fil du temps est observée dans toutes les conditions étudiées. De plus, une augmentation de la longueur de la chaîne carbonée mène à une augmentation des taux de relargage.

Sans inhibiteur bactérien, les taux de relargage sont significativement plus élevés qu'en présence d'inhibiteur bactérien pour le PFPeA et le PFHxA après un temps d'agitation de 7 jours et pour le PFHpA après un temps d'agitation de 5 jours, en l'absence de CaCl₂. Sans inhibiteur bactérien, l'ajout de CaCl₂ mène à des taux de relargage plus élevés qu'en présence d'inhibiteur bactérien pour ces 3 molécules après 5 jours d'agitation. Ces valeurs plus élevées en l'absence d'inhibiteur bactérien pourraient être attribuées à la biotransformation de précurseurs tels que le 6:2 FTS en PFCA à chaîne courte.

Les PFCA à chaîne longue (C≥9) montrent une tendance inverse : leurs taux de relargage diminuent avec l'augmentation du nombre de carbones fluorés, quelles que soient les conditions expérimentales étudiées. Cette observation peut s'expliquer par leur hydrophobicité accrue, entraînant une affinité plus grande pour la matrice solide et réduisant ainsi leur mobilité. En conditions 2 et 3 (sans inhibiteur bactérien), le PFDA présente une diminution du taux de relargage au fil du temps. Cette baisse pourrait indiquer une transformation des PFCA à chaîne longue en PFCA à chaîne courte, ce qui pourrait expliquer l'augmentation des pourcentages de relargage de ces derniers en absence d'inhibiteur bactérien.

Les PFSA suivent une tendance similaire à celle des PFCA à chaîne longue, avec des pourcentages de relargage décroissants lorsque la longueur de la chaîne carbonée augmente dans les conditions 2 et 3, lorsque l'inhibiteur bactérien est absent.

Par ailleurs, l'augmentation de la force ionique de la solution réduit le taux de relargage des PFAA (acides perfluoroalkylés) à longue chaîne. Ceci est probablement dû à une compétition en solution entre les ions et les PFAA à longue chaîne, plus hydrophobes par nature et donc plus propices à être fixés sur la matrice solide. Aucune différence significative pour les PFAA à chaîne courte n'est observée lors de l'augmentation de la force ionique.

Par ailleurs, contrairement aux PFAA, les taux de relargage des fluorotélomères restent constants au fil du temps. Bien que l'on s'attende à une diminution des concentrations des fluorotélomères pour expliquer les pourcentages de relargage des PFCA à chaîne courte qui augmentent en l'absence d'inhibiteur bactérien, cette tendance n'est pas visible. Ceci pourrait s'expliquer par la dégradation des fluorotélomères en PFCA à chaîne courte qui pourrait être compensée par un relargage à partir de la phase solide lorsque la phase liquide s'appauvrit en ces composés afin d'atteindre à nouveau l'équilibre, masquant ainsi toute variation apparente de concentration. Cette hypothèse est cohérente avec l'atteinte d'un équilibre au bout de quelques heures comme indiqué au paragraphe 2.4.1.

Les données sont en cours d'interprétation concernant l'évaluation des mécanismes et des paramètres physico-chimiques d'influence sur le comportement des PFAS dans les sols.

3 Conclusions

Les résultats des analyses de 58 PFAS dans deux échantillons de sol ayant été prélevés d'une part sur un site industriel sur lequel des mousses d'extinction d'incendie ont été utilisées et d'autre part sur un site d'entraînement au feu de pompiers (utilisation de mousses d'extinction d'incendie également) mettent en évidence le fait que la composition d'un sol impacté par des mousses d'extinction d'incendie peut varier d'un site à un autre, en termes de familles de PFAS représentées et de composés présents au sein de ces familles. En effet, après la suppression de l'utilisation du PFOS en 2011 en Europe, plusieurs modifications de formulations de mousses d'extinction d'incendie ont eu lieu, avec l'utilisation de fluorotélomères et de molécules contenant moins de carbones perfluorés.

L'analyse de ces échantillons de sol montre par ailleurs que les 20 PFAS issus de la directive EDCH n'est pas suffisante pour prendre en compte la totalité de la pollution aux PFAS de sols impactés par des mousses d'extinction d'incendie. Ceux-ci représentaient entre 33 et 61 % de la pollution totale dans les échantillons analysés. L'ajout de l'analyse des FTS permet en revanche d'expliquer plus de 95 % de la pollution. L'analyse du 6:2 FTAB permettrait encore d'augmenter ce pourcentage au regard des données issues de la littérature.

De plus, les analyses de PFAS conduites sur deux fractions de sol (totale et inférieure à 2 mm) de deux échantillons ont mis en évidence d'une part, une quantification des mêmes PFAS dans les deux fractions et d'autre part, des concentrations similaires ou du même ordre de grandeur dans les deux fractions. Ceci implique que les PFAS sont retenus majoritairement par la fraction du sol inférieure à 2 mm. Ces résultats montrent que les expériences de laboratoire conduites généralement sur des fractions inférieures à 2 mm sont cohérentes avec la prise en compte de l'ensemble de la pollution en PFAS.

Les premiers résultats des expériences de relargage de PFAS à partir de sols pollués au laboratoire montrent que la famille de PFAS et la longueur de la chaîne carbonée sont des paramètres importants à prendre en compte pour l'évaluation de leur comportement dans les sols et donc de l'exposition de l'Homme.

4 Perspectives

Dans l'objectif général d'améliorer les connaissances sur le comportement des PFAS dans les sols et les eaux souterraines, les perspectives de travail correspondent à l'étude du relargage et du transfert de ces composés à deux échelles.

4.1 Laboratoire

A l'échelle du laboratoire, cet objectif sera poursuivi, en accord avec les besoins de recherche identifiés suite à la synthèse bibliographique sur le comportement des PFAS dans les sols menée par l'Ineris en 2023. En fonction des hypothèses faites à la suite de l'exploitation des données en cours et du besoin de confirmation de ces dernières, d'autres expérimentations seront menées. D'une part, il s'agira de se rapprocher des conditions de terrain en ajoutant la composante dynamique lors d'expériences de relargage en colonne de laboratoire. Le suivi de ces expériences en temps réel sera possible après la mise au point d'une méthode globale de dosage des PFAS dans l'eau selon une méthode spectroscopique. D'autre part, au regard de la difficulté d'avoir accès à des sols contenant des PFAS suite à une pollution historique, des expériences seront également menées sur des sols dopés, ce qui permettra de mettre en évidence l'effet de l'âge de la pollution sur leur comportement dans les sols. La part de la dégradation des PFAS à chaînes longues et des fluorotélomères dans les expériences de relargage sera également évaluée. Ces expériences permettront d'acquérir de nouvelles connaissances sur le comportement des PFAS dans les sols et les eaux souterraines, prérequis à une meilleure évaluation et prédiction des expositions.

4.2 Site atelier

Un accord de principe a été obtenu par l'Ineris pour prélever des sols pollués par des PFAS au droit d'une ancienne décharge. L'analyse de ces sols permettra de comparer les familles et types de PFAS présents par rapport à des sites sur lesquels des mousses d'extinction d'incendie ont été utilisés. Ce site est également équipé de piézomètres. Des prélèvements d'eaux souterraines seront donc menés afin d'évaluer d'une part la répartition verticale des PFAS dans ce milieu et d'autre part l'évolution de la signature en PFAS en aval des sources de pollution, due à une possible dégradation. Des analyses complémentaires sur les échantillons de sol déjà analysés, en particulier l'analyse du 6:2 FTAB, pourraient également permettre d'aller plus loin dans la compréhension de la composition en PFAS de certaines sources de pollution. En effet, les laboratoires sont à présent en mesure de proposer cette analyse en routine dans les sols.

In fine, tous ces travaux doivent permettre de mieux appréhender l'exposition de l'Homme à ces composés via les milieux environnementaux, dans un objectif d'aide à la décision concernant la réduction des expositions et la maîtrise des risques sanitaires.

5 Références

- Ahrens, L. (2011). "Polyfluoroalkyl compounds in the aquatic environment: a review of their occurrence and fate." J Environ Monit **13**(1): 20-31.
- Backe, W. J., T. C. Day et J. A. Field (2013). "Zwitterionic, Cationic, and Anionic Fluorinated Chemicals in Aqueous Film Forming Foam Formulations and Groundwater from U.S. Military Bases by Nonaqueous Large-Volume Injection HPLC-MS/MS." Environmental Science & Technology **47**(10): 5226-5234.
- Baize, D. (2000). "Teneurs totales en métaux lourds dans les sols français - Résultats généraux du programme ASPITET." Le Courrier de l'environnement **39**.
- Barry, V., A. Winquist et K. Steenland (2013). "Perfluorooctanoic acid (PFOA) exposures and incident cancers among adults living near a chemical plant." Environ Health Perspect **121**(11-12): 1313-1318.
- Battye, N., D. Patch, I. Koch, R. Monteith, D. Roberts, N. O'Connor, B. Kueper, M. Hulley et K. Weber (2024). "Mechanochemical degradation of per- and polyfluoroalkyl substances in soil using an industrial-scale horizontal ball mill with comparisons of key operational metrics." Science of The Total Environment **928**: 172274.
- Buck, R. C., J. Franklin, U. Berger, J. M. Conder, I. T. Cousins, P. de Voogt, A. A. Jensen, K. Kannan, S. A. Mabury et S. P. van Leeuwen (2011). "Perfluoroalkyl and polyfluoroalkyl substances in the environment: Terminology, classification, and origins." Integrated Environmental Assessment and Management **7**(4): 513-541.
- Campos-Pereira, H., D. B. Kleja, L. Ahrens, A. Enell, J. Kikuchi, M. Pettersson et J. P. Gustafsson (2023). "Effect of pH, surface charge and soil properties on the solid–solution partitioning of perfluoroalkyl substances (PFASs) in a wide range of temperate soils." Chemosphere **321**: 138133.
- Campos Pereira, H., M. Ullberg, D. B. Kleja, J. P. Gustafsson et L. Ahrens (2018). "Sorption of perfluoroalkyl substances (PFASs) to an organic soil horizon – Effect of cation composition and pH." Chemosphere **207**: 183-191.
- Cousins, I. T., J. C. DeWitt, J. Glüge, G. Goldenman, D. Herzke, R. Lohmann, M. Miller, C. A. Ng, M. Scheringer, L. Vierke et Z. Wang (2020). "Strategies for grouping per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS) to protect human and environmental health." Environmental Science: Processes & Impacts **22**(7): 1444-1460.
- Cui, D., X. Li et N. Quinete (2020). "Occurrence, fate, sources and toxicity of PFAS: What we know so far in Florida and major gaps." TrAC Trends in Analytical Chemistry **130**: 115976.
- Dauchy, X., V. Boiteux, C. Bach, A. Colin, J. Hemard, C. Rosin et J.-F. Munoz (2017). "Mass flows and fate of per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs) in the wastewater treatment plant of a fluorochemical manufacturing facility." Science of The Total Environment **576**: 549-558.
- Du, Z., S. Deng, Y. Bei, Q. Huang, B. Wang, J. Huang et G. Yu (2014). "Adsorption behavior and mechanism of perfluorinated compounds on various adsorbents—A review." Journal of Hazardous Materials **274**: 443-454.
- Field, J. A. et J. Seow (2017). "Properties, occurrence, and fate of fluorotelomer sulfonates." Critical Reviews in Environmental Science and Technology **47**(8): 643-691.
- Glover, C. M., F. Pazoki, G. Munoz, S. Sauvé et J. Liu (2024). "Applying the modified UV-activated TOP assay to complex matrices impacted by aqueous film-forming foams." Science of The Total Environment **924**: 171292.
- Gyllenhammar, I., U. Berger, M. Sundström, P. McCleaf, K. Eurén, S. Eriksson, S. Ahlgren, S. Lignell, M. Aune, N. Kotova et A. Glynn (2015). "Influence of contaminated drinking water on perfluoroalkyl acid levels in human serum – A case study from Uppsala, Sweden." Environmental Research **140**: 673-683.
- Hamid, H., L. Y. Li et J. R. Grace (2020). "Formation of perfluorocarboxylic acids from 6:2 fluorotelomer sulfonate (6:2 FTS) in landfill leachate: Role of microbial communities." Environmental Pollution **259**: 113835.
- Herzke, D., E. Olsson et S. Posner (2012). "Perfluoroalkyl and polyfluoroalkyl substances (PFASs) in consumer products in Norway – A pilot study." Chemosphere **88**(8): 980-987.
- Houtz, E. F., C. P. Higgins, J. A. Field et D. L. Sedlak (2013). "Persistence of Perfluoroalkyl Acid Precursors in AFFF-Impacted Groundwater and Soil." Environmental Science & Technology **47**(15): 8187-8195.
- Hubert, M., H. P. H. Arp, M. C. Hansen, G. Castro, T. Meyn, A. G. Asimakopoulos et S. E. Hale (2023). "Influence of grain size, organic carbon and organic matter residue content on the sorption of per- and polyfluoroalkyl substances in aqueous film forming foam contaminated soils - Implications for remediation using soil washing." Science of The Total Environment **875**: 162668.

Li, F., X. Fang, Z. Zhou, X. Liao, J. Zou, B. Yuan et W. Sun (2019). "Adsorption of perfluorinated acids onto soils: Kinetics, isotherms, and influences of soil properties." Science of The Total Environment **649**: 504-514.

Li, Y., D. P. Oliver et R. S. Kookana (2018). "A critical analysis of published data to discern the role of soil and sediment properties in determining sorption of per and polyfluoroalkyl substances (PFASs)." Science of The Total Environment **628-629**: 110-120.

Liu, M., C. M. Glover, G. Munoz, S. V. Duy, S. Sauvé et J. Liu (2024). "Hunting the missing fluorine in aqueous film-forming foams containing per- and polyfluoroalkyl substances." Journal of Hazardous Materials **464**: 133006.

Liu, Y., F. Qi, C. Fang, R. Naidu, L. Duan, R. Dharmarajan et P. Annamalai (2020). "The effects of soil properties and co-contaminants on sorption of perfluorooctane sulfonate (PFOS) in contrasting soils." Environmental Technology & Innovation **19**: 100965.

Maizel, A. C., S. Shea, A. Nickerson, C. Schaefer et C. P. Higgins (2021). "Release of Per- and Polyfluoroalkyl Substances from Aqueous Film-Forming Foam Impacted Soils." Environmental Science & Technology **55**(21): 14617-14627.

Méndez, V., S. Holland, S. Bhardwaj, J. McDonald, S. Khan, D. O'Carroll, R. Pickford, S. Richards, C. O'Farrell, N. Coleman, M. Lee et M. J. Manefield (2022). "Aerobic biotransformation of 6:2 fluorotelomer sulfonate by *Dietzia aurantiaca* J3 under sulfur-limiting conditions." Science of The Total Environment **829**: 154587.

Mesfin Tefera, Y., S. Gaskin, K. Mitchell, D. Springer, S. Mills et D. Pisaniello (2022). "Food grown on fire stations as a potential pathway for firefighters' exposure to per- and poly-fluoroalkyl substances (PFAS)." Environment International **168**: 107455.

Naidu, R., P. Nadebaum, C. Fang, I. Cousins, K. Pennell, J. Conder, C. J. Newell, D. Longpré, S. Warner, N. D. Crosbie, A. Surapaneni, D. Bekele, R. Spiese, T. Bradshaw, D. Slee, Y. Liu, F. Qi, M. Mallavarapu, L. Duan, L. McLeod, M. Bowman, B. Richmond, P. Srivastava, S. Chadalavada, A. Umeh, B. Biswas, A. Barclay, J. Simon et P. Nathanail (2020). "Per- and poly-fluoroalkyl substances (PFAS): Current status and research needs." Environmental Technology & Innovation **19**: 100915.

Nickerson, A., A. C. Maizel, P. R. Kulkarni, D. T. Adamson, J. J. Kornuc et C. P. Higgins (2020). "Enhanced Extraction of AFFF-Associated PFASs from Source Zone Soils." Environmental Science & Technology **54**(8): 4952-4962.

Ochoa-Herrera, V., J. A. Field, A. Luna-Velasco et R. Sierra-Alvarez (2016). "Microbial toxicity and biodegradability of perfluorooctane sulfonate (PFOS) and shorter chain perfluoroalkyl and polyfluoroalkyl substances (PFASs)." Environmental Science: Processes & Impacts **18**(9): 1236-1246.

Sharifan, H., M. Bagheri, D. Wang, J. G. Burken, C. P. Higgins, Y. Liang, J. Liu, C. E. Schaefer et J. Blotvogel (2021). "Fate and transport of per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs) in the vadose zone." Science of The Total Environment **771**: 145427.

Shaw, D. M. J., G. Munoz, E. M. Bottos, S. V. Duy, S. Sauvé, J. Liu et J. D. Van Hamme (2019). "Degradation and defluorination of 6:2 fluorotelomer sulfonamidoalkyl betaine and 6:2 fluorotelomer sulfonate by *Gordonia* sp. strain NB4-1Y under sulfur-limiting conditions." Science of The Total Environment **647**: 690-698.

Sima, M. W. et P. R. Jaffé (2021). "A critical review of modeling Poly- and Perfluoroalkyl Substances (PFAS) in the soil-water environment." Science of The Total Environment **757**: 143793.

Tan, K. H. (2014). Humic matter in soil and the environment : principles and controversies, Routledge & CRC Press.

Wang, N., J. Liu, R. C. Buck, S. H. Korzeniewski, B. W. Wolstenholme, P. W. Folsom et L. M. Sulecki (2011). "6:2 Fluorotelomer sulfonate aerobic biotransformation in activated sludge of waste water treatment plants." Chemosphere **82**(6): 853-858.

Winqvist, A. et K. Steenland (2014a). "Modeled PFOA exposure and coronary artery disease, hypertension, and high cholesterol in community and worker cohorts." Environ Health Perspect **122**(12): 1299-1305.

Winqvist, A. et K. Steenland (2014b). "Perfluorooctanoic acid exposure and thyroid disease in community and worker cohorts." Epidemiology **25**(2): 255-264.

Yan, P.-F., S. Dong, K. E. Manz, M. J. Woodcock, C. Liu, M. P. Mezzari, L. M. Abriola, K. D. Pennell et N. L. Cápiro (2024). "Aerobic biotransformation of 6:2 fluorotelomer sulfonate in soils from two aqueous film-forming foam (AFFF)-impacted sites." Water Research **249**: 120941.

Zhang, S., X. Lu, N. Wang et R. C. Buck (2016). "Biotransformation potential of 6:2 fluorotelomer sulfonate (6:2 FTSA) in aerobic and anaerobic sediment." Chemosphere **154**: 224-230.

