

Agréments et accréditations

Comparaison interlaboratoire Aquaref et perspectives

Bénédicte Lepot, Jean-Pierre Blanquet, Hervé Adrien, Nina Huynh, Ahmad El-Masri (Aquaref – Ineris)

- Première comparaison interlaboratoires organisée dans le cadre d'Aquaref sur l'analyse des PFAS dans les eaux de rejet
- CIL organisée en novembre 2023 notamment pour répondre à l'arrêté ministériel du 20 juin 2023 relatif à l'analyse de cette famille dans les rejets aqueux des installations classées
- 20 PFAS de la liste obligatoire de l'AM, 7 des 8 PFAS de la liste optionnelle et 3 substances supplémentaires jugées pertinentes
- 17 inscrits, 16 participants (15 laboratoires d'analyse français et 1 laboratoire étranger), dont 47% privés

Liste obligatoire AM Perfluorés du 20 juin 2023

Substances	Abréviation
Perfluorobutanoic acid	PFBA
Perfluorooctanesulfonic acid	PFOS
Perfluoroundecanoic acid	PFUnDA
Perfluoropentanoic acid	PFPeA
Perfluoropentanesulfonic acid	PFPeS
Perfluorohexanoic acid	PFHxA
Perfluorododecanoic acid	PFDODA
Perfluorooctanoic acid	PFOA
Perfluorodecanoic acid	PFDA
Perfluorodecanesulfonic acid	PFDS
Perfluorohexanesulfonic acid	PFHxS
Perfluorobutanesulfonic acid	PFBS
Perfluoroheptanoic acid	PFHpA
Perfluoroheptanesulfonic acid	PFHpS
Perfluorononanoic acid	PFNA
Perfluorononanesulfonic acid	PFNS
Perfluorotridecanoic acid	PFTriDA
Perfluoroundecane sulfonic acid	PFUnDS
Perfluorotridecane sulfonic acid	PFTriDS
Perfluorododecane sulfonic acid	PFDODS

Liste optionnelle AM Perfluorés du 20 juin

Substances	Abréviation
Hexafluoropropylene oxide dimer acid	HFPO-DA (Gen X)
Perfluorooctadécanoic acid	PFODA
Perfluorotetradecanoic acid	PFTeA; PFTeDA
2-perfluorohexyl ethanol (6:2)	6:2 FTOH; FHET
2-perfluorooctyl ethanol (8:2)	8:2 FTOH FOET
Perfluorohexadecanoic acid	PFHxDA
Perfluorooctanesulfonamide	FOSA
4,8-Dioxa-3H-perfluorononanoic acid	DONA ; ADONA
perfluoro (5-methoxy-1,3-dioxolan-4-yl)oxy) acetic acid	C6O4

Composés complémentaires pour la CIL

Substances	Abréviation
Perfluorooctanate sulfonamide	FOSA
6,2 Fluorotélomère sulfonic acid	6:2 FTS
8,2 Fluorotélomère sulfonic acid	8:2 FTS

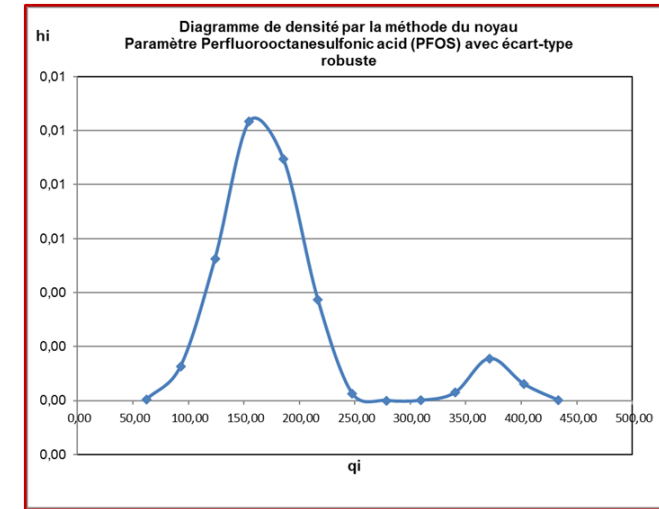
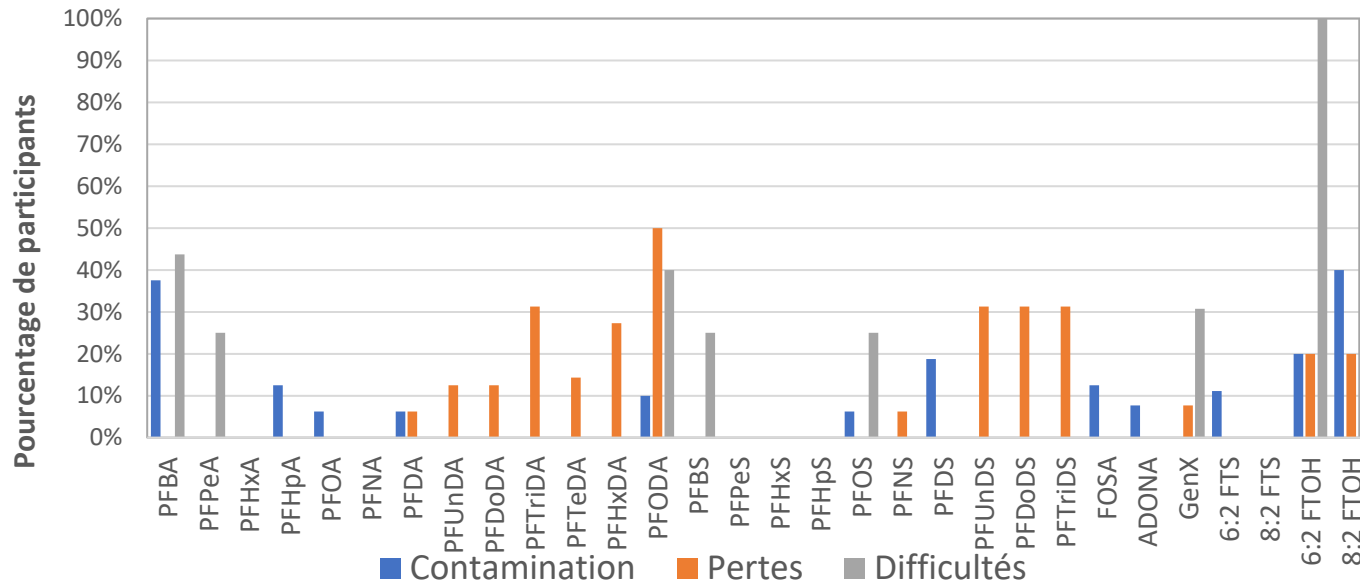


Enquête portant sur les pratiques analytiques et les risques identifiés

Matrice	Quantité/Conditionnement	Description
Eau naturelle	2 flacons en plastique (PE) de 500 ml	Matériau d'essai préparé à partir d'une eau de rivière
Eau résiduaire	2 flacons en plastique (PE) de 500 ml	Matériau d'essai préparé à partir d'une eau de sortie de station d'épuration mixte
Solution étalon	1 vial en plastique de 1 ml	Matériau d'essai préparé dans le solvant méthanol . Les niveaux de concentration (entre 100 et 500 ng/L) ont été indiqués aux participants dans le formulaire de consignes
Eau exempte de composés perfluorés	1 bouteille en verre de 1000 ml	Eau Evian



- Au moment de la CIL (nov 2023), au mieux, 1/3 des participants étaient accrédités sur ces paramètres dans les eaux naturelles et résiduaires
- 50% ont mis en œuvre une méthode interne, 33% ont opté pour la NF EN 17892
 - | 5 laboratoires ont procédé par injection directe
 - | 4 laboratoires ont déclaré passer par une extraction SPE
- Risques de contaminations / pertes et difficultés identifiés



Origines des contaminations:

- Consommables (frittés, tuyaux, solvants, joints...)
- Récipients

Origines des pertes :

- Récipients

Substances	Abréviation	LQ min - LQ médiane- LQmax (ng/L)
Perfluorobutanoic acid	PFBA	1-15-125
Perfluorooctanesulfonic acid	PFOS	1-3-100
Perfluoroundecanoic acid	PFUnDA	1-5-100
Perfluoropentanoic acid	PFPeA	1-7,5-100
Perfluoropentanesulfonic acid	PFPeS	1-4-100
Perfluorohexanoic acid	PFHxA	1-4,5-100
Perfluorododecanoic acid	PFDoDA	1-5-100
Perfluorooctanoic acid	PFOA	1-2-100
Perfluorodecanoic acid	PFDA	1-2-100
Perfluorodecanesulfonic acid	PFDS	1-3,5-100
Perfluorohexanesulfonic acid	PFHxS	1-2-100
Perfluorobutanesulfonic acid	PFBS	1-3-100
Perfluoroheptanoic acid	PFHpA	1-2-100
Perfluoroheptanesulfonic acid	PFHpS	1-4-100
Perfluorononanoic acid	PFNA	1-3-100
Perfluorononanesulfonic acid	PFNS	1-3-100
Perfluorotridecanoic acid	PFTriDA	1-7,5-100
Perfluoroundecane sulfonic acid	PFUnDS	1-3,5-100
Perfluorotridecane sulfonic acid	PFTRiDS	1-5-100
Perfluorododecane sulfonic acid	PFDoDS	1-3,5-100

Substances	Abréviation	LQ min-LQmédiane-LQ max (ng/L)
Hexafluoropropylene oxide dimer acid	HFPO-DA (Gen X)	1-10-101
Perfluorooctadécanoic acid	PFODA	1-10-100
Perfluorotetradecanoic acid	PFTeA; PFTeDA	1-10-100
2-perfluorohexyl ethanol (6:2)	6:2 FTOH; FHET	50-100-50000*
2-perfluorooctyl ethanol (8:2)	8:2 FTOH FOET	50-100-20000*
Perfluorohexadecanoic acid	PFHxDA	1-10-100
Perfluorooctanesulfonamide	FOSA	1-7,5-50,5
4,8-Dioxa-3H-perfluorononanoic acid	DONA ; ADONA	1-5-100
6:2 Fluorotelomer sulfonic acid	6:2 FTS	1-10-20,2
8:2 Fluorotelomer sulfonic acid	8:2 FTS	1-10-50

- Respect de la LQ imposée par l'AM (100 ng/L)
- LQ médianes < LQ AM et se rapprochent plus de la LQ agrément eau douce (10 ng/L voire 2 ng/L de la révision du 31/12/2021)

Résultats

Substances (ng/l)	Solution Etalon			Eau Résiduaire			Eau Naturelle		
	Valeur assignée X_{gt}	Moy. robuste x^*	IC _R (%)	Valeur ciblée dopage	Moy. robuste x^*	IC _R (%)	Valeur ciblée dopage	Moy. robuste x^*	IC _R (%)
Perfluorobutanoic acid (PFBA) ①	400	397	48,74%	400	439,73	42,01%	200	183,44	42,59%
Perfluoropentanoic acid (PFPeA)	400	324,36	66,29%	400	384,94	51,97%	200	180,61	30,92%
Perfluorohexanoic acid (PFHxA)	400	343,16	51,02%	400	362,81	53,99%	200	167,81	42,44%
Perfluoroheptanoic acid (PFHpA)	400	352,39	53,28%	400	383,73	45,55%	200	177,56	43,60%
Perfluorooctanoic acid (PFOA)	400	342,18	66,94%	400	386,04	48,23%	200	171,37	48,35%
Perfluorononanoic acid (PFNA)	400	357,74	82,58%	400	400,72	94,46%	200	174,26	61,90%
Perfluorodecanoic acid (PFDA)	400	364,15	61,78%	400	381,8	73,67%	200	166,96	58,09%
Perfluoroundecanoic acid (PFUnDA)	400	370,53	69,75%	400	384,84	125,45%	200	150,95	43,31%
Perfluorododecanoic acid (PFDoDA)	400	365,6	70,09%	400	352,71	76,45%	200	132,78	49,01%
Perfluorotridecanoic acid (PFTrIDA)	400	404,86	67,47%	400	281,38	66,82%	200	109,58	47,25%
Perfluorotetradecanoic acid (PFTeDA)	400	402,19	81,18%	400	304,06	79,08%	200	107,06	73,31%
Perfluorohexadecanoic acid (PFHxDA)	400	419,37	90,72%	400	356,22	100,12%	200	109,72	64,63%
Perfluorooctadécanoic acid (PFODA)	400	721,55	174,37%	400	538,84	192,62%	200	210,65	220,19%
Perfluorobutanesulfonic acid (PFBS)	355,2	322,08	71,23%	355,2	328,41	58,05%	177,6	156,5	45,46%
Perfluoropentanesulfonic acid (PFPeS)	376	336,77	58,88%	376	338,17	33,18%	188	166,76	43,85%
Perfluorohexanesulfonic acid (PFHxS)	379,2	333,5	59,21%	379,2	372,57	42,46%	189,6	164,98	43,25%
Perfluoroheptanesulfonic acid (PFHpS)	381,6	341,16	41,61%	381,6	377,45	53,66%	190,8	169,04	42,69%
Perfluorooctanesulfonic acid (PFOS)	383,2	347,81	58,70%	383,2	364,33	31,63%	191,6	169,05	46,21%
Perfluorononanesulfonic acid (PFNS)	384,4	347,8	43,20%	384,8	313,73	56,66%	192,4	148,73	49,06%
Perfluorodecanesulfonic acid (PFDS)	385,6	396	61,59%	385,6	321,45	64,14%	192,8	158,29	69,27%
Perfluoroundecane sulfonic acid (PFUnDS)	387,2	350,31	67,45%	387,2	219,83	76,74%	193,6	104,93	71,17%
Perfluorododecane sulfonic acid (PFDoDS)	388	378,93	66,33%	388	265,94	68,99%	194	104,25	38,00%
Perfluorotridecane sulfonic acid (PFTrIDS)	388,8	371,61	92,23%	388,8	271,05	82,73%	194,4	107,66	52,89%
Perfluorooctanesulfonamide (FOSA)	400	328,77	82,34%	400	343,97	140,94%	200	182,48	79,40%
Hexafluoropropylene oxide dimer (HFPO-DA Gen X)	400	319,07	62,10%	400	378,41	35,56%	200	173,54	41,77%
4,8-Dioxa-3H-perfluorononanoic (ADONA/DONA)	378,4	414,89	98,15%	378,4	412,49	39,74%	189,2	188,8	38,00%
6,2 Fluorotelomer sulfonic acid (6:2 FTS)	380,8	344,43	86,88%	380,8	349,33	80,52%	190,4	151,95	45,03%
8,2 Fluorotelomer sulfonic acid (8:2 FTS)	384	272,49	168,54%	384	245,57	115,34%	192	131,72	211,89%

ICR : Intervalle de confiance de reproductibilité

- Niveau de dopage jugé trop élevé pour les participants. Pour rappel : les concentrations visées étaient : 2 à 4 fois la LQ réglementaire (AM PFAS)
 - | Pour la future CIL, proposer des concentrations plus basses
 - Se caler sur la LQ agrément pour les eaux naturelles
 - Pour les eaux résiduaires, entre 50 ng/L et 150 ng/L
- Mobilisation importante des laboratoires lors de cette CIL :
 - | renseignement d'une enquête sur les pratiques
 - | saisie de métadonnées
 - | Pour la future CIL, optimiser les informations à demander
- Ajout de nouvelles substances PFAS dans l'eau ou faire varier les concentrations en fonction du PFAS
- Proposer d'autres CIL sur d'autres matrices (e.g. : air à l'émission demandé)

Paramètres	Pays	Matrice	Accréditation*
PFCA et PFSA (dont 6 obligatoires)	Pays-Bas	Sédiments Eau de mer	NON
PFAS (sans précision)	Belgique	Sédiments Eau souterraine	NON
16 PFCA + PFSA, FOSA et dérivés, FTSA	Pays-Bas	Eau	NON
PFAS (sans précision)	Espagne	EDCH	NON
20 PFAS de la liste EDCH	Royaume-Uni	EDCH, eau de surface	UKAS on the basis of ISO/IEC 17043
PFOS	Turquie	Eaux résiduaires	Türkak on the basis of ISO 17043
20 PFAS de la liste EDCH + 27 complémentaires	Australie	Eaux (mer, surface, résiduaire, potable)	NATA on the basis of ISO/IEC 17043
TOP assay	Australie	Eaux	NATA on the basis of ISO/IEC 17043
20 PFAS de la liste EDCH + FOSA, PFTeDA et PFODA	Italie		ACCREDIA on the basis of EN ISO 17043:2010

- TOP assay, dans le cadre de PARC (<https://www.eu-parc.eu/>), WP4
- TFA dans EDCH, dans le cadre de NORMAN (<https://www.norman-network.net/?q=interlab-studies>)
- NTS-PFAS dans échantillonneurs passif eaux de surface, dans le cadre de NORMAN (<https://www.norman-network.net/?q=interlab-studies>)

Liste non exhaustive, tirée d'une recherche en date du 27/03/2025 sur EPTIS.org

- La LQ (100 ng/L) fixée par l'AM du 20/06/2023 pour les rejets des installations classées est facilement atteignable par les laboratoires qui demandent des CIL avec concentrations visées plus faibles (plus proches des LQs ciblées par l'agrément eaux douces)
- Des plus grandes disparités sont observables sur les longues chaînes (i.e. $> C_{10}$) et pour les eaux résiduaires
- Des informations complémentaires sont nécessaires afin de confirmer un éventuel effet méthode (injection directe vs extraction SPE) pour certains composés (e.g., PFDoDA, PFDA, PFDS, ADONA notamment)

Pour information :

- AQUAREF prépare une nouvelle CIL PFAS (ES/ER) pour fin 2025/début 2026 : Ciblé et méthode(s) indiciaire(s)
- L'Ineris prépare la 1ère CIL air à l'émission pour le 2ème semestre 2025 : ciblé sur 49 composés

Contacts : benedicte.lepot@ineris.fr / nina.huynh@ineris.fr