

SPW-ARNE
Direction de la Protection des Sols

**Etat des lieux des PFAS dans les matières autres que les
boues résiduaires urbaines valorisées en agriculture**

Phase I

Rapport 00172/2026

Ce rapport contient 22 pages, 5 plans et 5 annexes

M. Crosset

Attachée,

Pôle Sols, Déchets et Sédiments

C. Collart

Responsable,

Pôle Sols, Déchets et Sédiments



Wallonie

Ce document est un rapport des investigations menées lors de la première phase de la mission de monitoring des PFAS dans les matières autres que les boues résiduelles urbaines valorisées en agriculture.

Les avis, opinions et recommandations délivrés dans le cadre de ce rapport sont établis sur base des données scientifiques et techniques et d'informations disponibles à ce jour. Dans la mesure du possible, leur source est clairement mentionnée. Certaines données sont également reprises intégralement en annexe. Les plans et annexes étant confidentiels, ils sont mis à disposition de l'administration uniquement. Bien que l'ISSEP procède à une vérification minutieuse de leur fiabilité, il ne pourra être tenu responsable des erreurs susceptibles de les affecter.

Les avis, opinions et recommandations délivrés par l'ISSEP dans le cadre de ce rapport ne constituent qu'une aide à la décision fournie aux pouvoirs publics, et ne préjugent en rien de l'utilisation finale qui en sera faite.

Ce rapport ne peut être reproduit, sinon en entier, sauf accord de l'Institut.

Contacts

Pour toute information complémentaire, prière de prendre contact avec l'ISSEP avec les moyens et adresses mentionnées ci-dessous :

ISSEP (Institut Scientifique de Service Public)

Rue du Chéra 200

B4000 LIEGE

Tél. : + 32 4 229 83 11

Adresses e-mail :

c.collart@issep.be – Responsable de cellule

m.crosset@issep.be – Attachée

Etat des lieux des PFAS dans les matières autres que les boues résiduaires urbaines valorisées en agriculture

Phase I

Date	02/04/2026
Maître d'ouvrage	SPW-ARNE Direction de la Protection des Sols
Référence	00172/2026
Type	Rapport
Auteurs	M. Crosset, C. Collart

Table des matières

1	INTRODUCTION	5
1.1	Contexte	5
1.2	Demande	5
1.3	Objectifs	5
2	METHODES	6
2.1	Sélection des matières et des sites à investiguer	6
2.1.1	Matières analysées	6
2.1.2	Sites investigués	6
2.2	Prélèvements	8
2.3	Paramètres et méthodes analytiques	8
3	RÉSULTATS	9
3.1	Généralités	9
3.2	Taux de détection	9
3.3	Valeurs de comparaison et intégrateurs	11
3.3.1	Valeurs de comparaison	11
3.3.2	Intégrateurs	11
3.4	Comparaison aux valeurs cibles et de référence	12
3.5	Boues industrielles	14
3.6	Composts	15
3.7	Digestats	16
4	DISCUSSION ET RECOMMANDATIONS	17
5	ANALYSES COMPLÉMENTAIRES	18
5.1	Indice EOF – Essai TOP	18
5.2	PFAS à chaînes ultra-courtes	19
6	PROGRAMME DE TRAVAIL DE LA PHASE II	20
7	CONCLUSIONS	21

Table des Figures

Figure 1 - Nombre de prélèvements réalisés par type de matières et par secteur/code matière.....	7
Figure 2 - Nombre de détections des PFAS selon les types de matières	9
Figure 3 - Taux de détection des différents PFAS par types de matières	10
Figure 4 - Concentrations totales en PFAS ($\Sigma 44$, $\mu\text{g/kg.MS}$) par échantillon et type de matière	12
Figure 5 - Concentrations totales en PFAS ($\Sigma 6$, $\mu\text{g/kg.MS}$) par échantillon et type de matière	12
Figure 6 - Concentrations en PFAS ($\Sigma 16$, $\mu\text{g/kg.MS}$) par échantillon et type de matière.....	13
Figure 7 - Concentrations en PFAS ($\Sigma 44$, $\mu\text{g/kg.MS}$) dans les boues par échantillon, secteur et composés	14
Figure 8 - Concentrations en PFAS ($\Sigma 44$, $\mu\text{g/kg.MS}$) dans les composts par échantillon et composés.....	15

Figure 9 - Concentrations en PFAS ($\Sigma 44$, $\mu\text{g/kg.MS}$) dans les digestats par échantillon, code matière, composés 16

Les plans et annexes étant confidentiels, ils sont mis à disposition de l'administration uniquement.

LISTE DES PLANS

- Plan 1: Localisation des sites de prélèvements et types de matières fertilisantes
- Plan 2: Résultats des analyses en PFAS ($\mu\text{g/kg.MS}$) pour les autres déchets
- Plan 3: Résultats des analyses en PFAS ($\mu\text{g/kg.MS}$) pour les boues
- Plan 4: Résultats des analyses en PFAS ($\mu\text{g/kg.MS}$) pour les composts
- Plan 5: Résultats des analyses en PFAS ($\mu\text{g/kg.MS}$) pour les digestats

LISTE DES ANNEXES

- Annexe 1: Liste des sites investigués et non-investigués
- Annexe 2: Fiches de prélèvements
- Annexe 3: Résultats d'analyses
- Annexe 4: Certificats d'analyses
- Annexe 5: Liste des sites à investiguer en phase II

1 INTRODUCTION

1.1 Contexte

Les composés alkyls per- et polyfluorés (PFAS) sont des molécules très persistantes dans l'environnement. Elles sont rencontrées dans les déchets générés en fin de vie des produits de consommation, et donc potentiellement dans certaines filières de traitement de déchets et d'eaux usées.

Parmi les matières susceptibles de contenir des PFAS figurent les matières fertilisantes. Ces déchets de natures variées proviennent de diverses activités industrielles et peuvent être valorisés en agriculture conformément à leur certificat d'utilisation (CU) délivré par l'administration.

Compte tenu de leur utilisation susceptible d'introduire certains composés dans la chaîne alimentaire, l'administration voudrait lever l'incertitude concernant les teneurs réelles en PFAS en vue de prendre les dispositions adéquates le cas échéant.

Au moment de la rédaction de ce rapport, aucune norme de qualité pour les PFAS dans les matières valorisables sur ou dans les sols n'est définie et ce, tant au niveau européen que belge (fédéral), ni de consensus sur les paramètres PFAS à suivre dans ces matières. En Flandre, par contre, des valeurs de référence ont été proposées et en Wallonie, des valeurs cibles pour les boues d'épuration urbaines uniquement ont été établies par circulaire ministérielle et sont d'application depuis le 01 janvier 2025.

1.2 Demande

La convention « Mission de monitoring des PFAS dans les matières autres que les boues résiduaire urbaines valorisées en agriculture » a été passée entre la Région Wallonne et l'Institut Scientifique du Service Public (ISSeP) fin décembre 2024 pour une durée de 2 ans. Cette subvention vise à fournir un appui technique à la Direction de la Protection des Sols (DPS) du Service Public de Wallonie Agriculture, Ressources Naturelles et Environnement (SPW-ARNE) dans le cadre du « Suivi PFAS ».

Cette étude est réalisée en vue de lever l'incertitude concernant les teneurs en PFAS dans les matières fertilisantes valorisées en agriculture et de renforcer, si nécessaire, le cadre réglementaire actuellement en place.

1.3 Objectifs

Cette étude vise à :

- Réaliser des investigations sur les PFAS couvrant la totalité des matières concernées par un CU en agriculture afin de dresser un état des lieux des concentrations dans les matières susceptibles d'être valorisées sur les sols agricoles wallons (Phase I) ;
- Identifier le(s) éventuel(s) paramètre(s) indicateur(s) d'une contamination par ces polluants dans les matières visées ainsi que les méthodes analytiques à mettre en œuvre.
- Identifier les sites devant faire l'objet d'une phase de mesure plus complète (Phase II).

Le présent document constitue le livrable 3 prévu par la convention n°03.07.05-24-4360 présentant les résultats finaux de la phase I d'investigation et le programme de travail de la phase II.

2 METHODES

2.1 Sélection des matières et des sites à investiguer

2.1.1 Matières analysées

Les matières caractérisées dans le cadre de la présente étude sont produites à partir de déchets et autorisées en tant que matières fertilisantes sur base d'un CU. Ces matières sont regroupées en 4 catégories, correspondant à des types de matières distinctes :

- Boues d'épuration industrielles : uniquement boues résiduaires industrielles ;
- Composts ;
- Digestats ;
- Autres déchets : mélanges organiques divers, résidus organiques issus de la transformation de matières premières animales ou végétales, matières minérales, déchets liquides issus d'un processus de production agro-alimentaire.

Les investigations portent uniquement sur les matières valorisées et pas sur les intrants. Les effluents d'élevage, qui constituent le plus large flux de matières organiques valorisé sur les terres agricoles en Wallonie, ainsi que les boues d'épuration urbaine, ne font pas partie du champ d'application de cette étude. Les stations d'épuration urbaine ont déjà fait l'objet d'un suivi spécifique. Deux audits ont été réalisés par la SPGE entre avril et mai 2024 et novembre et décembre 2024 afin d'évaluer la présence des substances PFAS dans les eaux épurées et les boues résiduaires.

2.1.2 Sites investigués

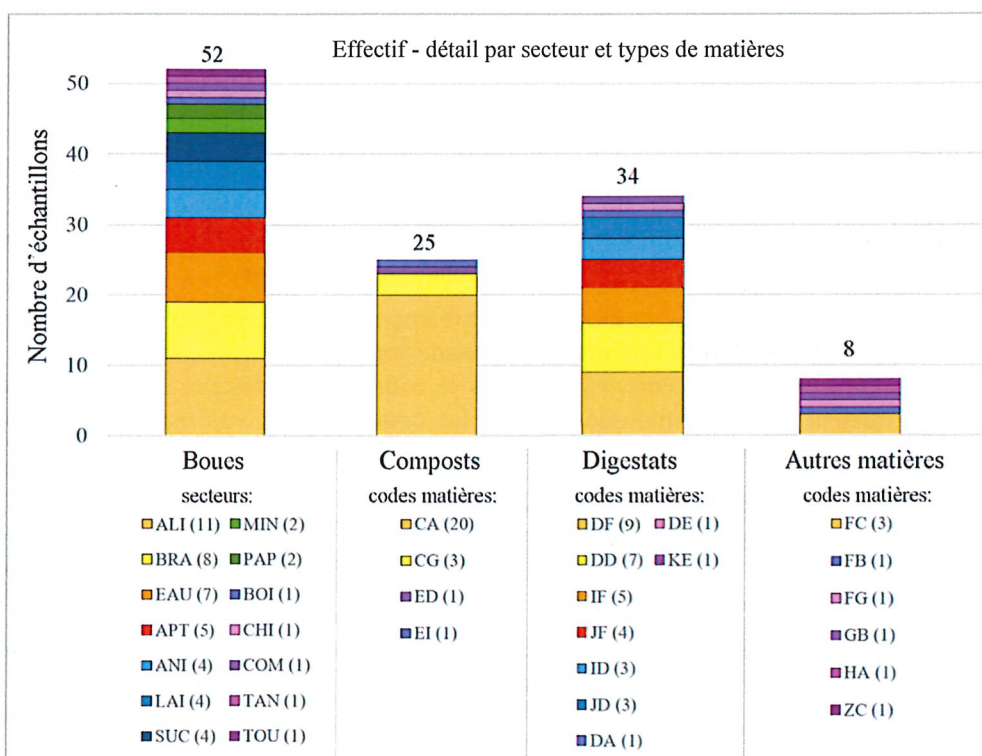
La DPS a fourni à l'ISSEP la liste de tous les sites producteurs enregistrés en tant que valorisateurs de « boues industrielles » ou de « déchets » et disposant d'un ou plusieurs CU ainsi que leurs références. Elle couvre 126 matières réparties en 114 sites.

Au départ de cette liste, seules les entreprises localisées sur le territoire wallon ont été investiguées. Les établissements situés en Flandre, à Bruxelles et en dehors de la Belgique n'ont pas été étudiés.

Après avoir pris contact avec les entreprises localisées en Wallonie, plusieurs d'entre-elles ont indiqué ne plus produire de déchets valorisés en agriculture. Elles ont dès lors été écartées de l'étude. Quelques entreprises disposant de plusieurs CU ont indiqué que certaines matières n'étaient plus produites (changement de process, installations en panne, ...), elles n'ont donc pas été échantillonnées. Enfin, les entreprises disposant de CU pour des matières qui n'étaient pas/plus valorisées aux champs mais toujours produites et traitées en biométhanisation, par incinération ou valorisées selon une autre voie, ont été investiguées. La liste des sites investigués et non-investigués est disponible en Annexe 1. Une carte localisant les sites investigués est présentée au Plan 1.

Au final, ce sont 119 matières qui ont été analysées, réparties en 97 sites, comme illustré à la Figure 1. Les effectifs sont groupés par types de matières (boues, composts, digestats, autres déchets) et triés par secteurs d'activités pour les boues et codes matières pour les composts, digestats et autres déchets. La signification des abréviations est donnée juste après.

Les boues représentent la plus grande diversité de matières avec 52 échantillons et concernent des boues résiduaires issues du traitement d'eaux usées de processus industriels de divers secteurs agro-alimentaires (IAA) ; de secteurs non agro-alimentaires (IND) ; ainsi que des boues de potabilisation, de décarbonation et de préparation d'eau industrielle (EAU).



Boues - Secteurs (effectif)

Code secteur	Détail
IAA : Industries agro-alimentaires	
ALI (11)	Produits végétaux
ANI (4)	Produits d'origine animale
APT (5)	Pomme de terre
BOI (1)	Boissons non alcoolisées
BRA (8)	Boissons alcoolisées
LAI (4)	Produits laitiers
SUC (4)	Industrie sucrière
IND : Industries non agro-alimentaires	
CHI (1)	Industrie de la chimie
COM (1)	Compostage
MIN (2)	Sciage de pierres naturelles
PAP (2)	Papier
TAN (1)	Cuir
TOU (1)	Tourisme
EAU (7)	Eau potable et industrielle

Autres - code matière (effectif)

Code matière	Détail
FB (1)	Moûts de distillerie
FC (3)	Ecumes de sucrerie
FG (1)	Résidu de filtration - gâteau de filtration
GB (1)	Déchets de laine
HA (1)	Adjuvants de filtration (perlite, kieselgur, terre de diatomée...)
ZC (1)	Déchet liquide issu d'un processus de production agro-alimentaire

Composts - code matière (effectif)

Code matière	Détail
C : Composts - Mélanges compostés	
CA (20)	Compost de matières organiques végétales – compost de déchets verts
CG (3)	Compost de déchets ménagers collectés sélectivement
E : Mélanges organiques divers	
ED (1)	Lombricompost
EI (1)	Amendement organique mélangé

Digestats - code matière (effectif)

Code matière	Détail
D : Digestats de biométhanisation - BRUTS	
DA (1)	Matières organiques végétales
DD (8)	Sous-produits animaux selon CE 1069/2009
DE (1)	Boues d'épuration
DF (9)	Boues d'épuration et des sous-produits animaux selon CE 1069/2009
I : Digestats de biométhanisation – fraction liquide	
ID (3)	Digestat contenant des sous-produits animaux selon CE 1069/2009
IF (5)	Boues d'épuration et des sous-produits animaux selon CE 1069/2010
J : Digestats de biométhanisation – fraction solide	
JD (3)	Sous-produits animaux selon CE 1069/2009
JF (4)	Boues d'épuration et des sous-produits animaux selon CE 1069/2009
K : Digestats de biométhanisation – granulés/concentrat	
KE (1)	Boues d'épuration

Figure 1 - Nombre de prélèvements réalisés par type de matières et par secteur/code matière

2.2 Prélèvements

Les prélèvements ont été réalisés par l'ISSeP entre le 11 juin et le 13 janvier 2026. Chaque matière disponible couverte par un CU a fait l'objet d'un prélèvement représentatif. Six matières supplémentaires pour lesquelles une demande de certification était en cours, non encore couvertes par un CU au moment du prélèvement, ont également été analysées.

Les échantillons ont été prélevés conformément aux procédures de prélèvements définies dans le Compendium Wallon des méthodes d'Échantillonnage et d'Analyses (CWEA) P-23, P-24, P-25 et par des préleveurs déchets enregistrés. Dans le cadre de la présente étude, les matières investiguées ne constituaient pas systématiquement un lot complet pour valorisation. Dès lors, les protocoles de prélèvements ont été adaptés selon le volume disponible au moment des prélèvements.

Les protocoles de prélèvements ont également dû être adaptés dans certaines situations où les contraintes techniques ne permettaient pas le prélèvement selon la méthode CWEA (non-accessibilité de la cuve, niveau trop bas...). L'ISSeP a alors réalisé les prélèvements de la manière la plus adéquate possible (échantillonnage via robinet, ...).

Les recommandations de bonnes pratiques relatives aux prélèvements environnementaux pour les PFAS ont été strictement respectées. Les fiches de prélèvements sont disponibles en Annexe 2.

2.3 Paramètres et méthodes analytiques

Les échantillons prélevés ont été envoyés au laboratoire agréé Eurofins Analytico B.V. Les paramètres suivants ont été systématiquement analysés sur les échantillons :

- Le taux de matière sèche (%),
- Le taux de matières organiques (% MS),
- Le pH-H₂O (-),
- Les PFAS (procédure CMA/3/O pour les amendements de sol et déchets organiques applicable - µg/kg.MS.MS, noté µg/kg.MS pour plus de lisibilité dans la suite du rapport).

Lorsque le taux de matière sèche est trop faible (<2%) pour appliquer la CMA/3/O, le laboratoire a appliqué la méthode WAC/IV/A/025 pour l'eau. Les résultats sont rapportés en µg/L. Cela concerne 4 échantillons.

Ayant suspecté une contamination en PFPeA de la chaîne analytique du laboratoire sous-traitant, l'ISSeP a demandé la réanalyse de 6 échantillons prélevés le 20 juin 2025 (MF01, MF02, MF03, MF04, MF05 et MF06). Après réanalyse, les concentrations mesurées étaient bien inférieures à celles de la première analyse et la plupart d'entre-elles sont inférieures aux limites de quantification (LQ). Seuls les résultats de la contre-analyse sont rapportés.

3 RÉSULTATS

3.1 Généralités

Les tableaux de résultats d'analyses mis en forme sont présentés en Annexe 3. Les résultats sont groupés par types de matières (boues, composts, digestats, autres déchets) et triés par secteurs d'activités pour les boues et codes matières pour les composts, digestats et autres déchets en référence aux numéros de CU fournis par la DPS. Les résultats des analyses sur matrice liquide sont présentés séparément dans un tableau distinct.

Les certificats d'analyses sont disponibles en Annexe 4.

Dans la suite du rapport, les résultats sont d'abord présentés globalement pour tous les types de matières (taux de détection, comparaison aux valeurs cibles et de référence) puis détaillés par matière (boues, composts, digestats). Les concentrations rapportées pour le PFOA, PFOS, PFOSA, PFHxS sont les concentrations totales mesurées.

3.2 Taux de détection

Les PFAS ont été détectés dans 35 échantillons sur 119, toutes matières confondues (Figure 2), c'est-à-dire que la concentration mesurée est, pour au moins un des composés analysés, supérieure à la LQ pour **moins d'un tiers de l'effectif total (29%, à savoir 29% des boues, 40% des composts, 29% des digestats et 0% des autres déchets)**. Selon le type de matière analysée et le composé dosé, les LQ sont rapportées comme variant entre 1 et 7,5 µg/kg.MS pour les matrices solides et entre 0,1 et 0,5 µg/L pour les liquides.

Aucun échantillon repris dans la catégorie « Autres déchets » ne présente de dépassement des LQ. Ils ne seront dès lors plus abordés dans la suite de ce rapport. Le plan présentant la localisation des points de prélèvement des autres déchets est disponible au Plan 2. Par ailleurs, aucun échantillon analysé comme matrice liquide ne présente de dépassement des LQ. Dans la suite du rapport, ils sont intégrés aux résultats inférieurs aux LQ.

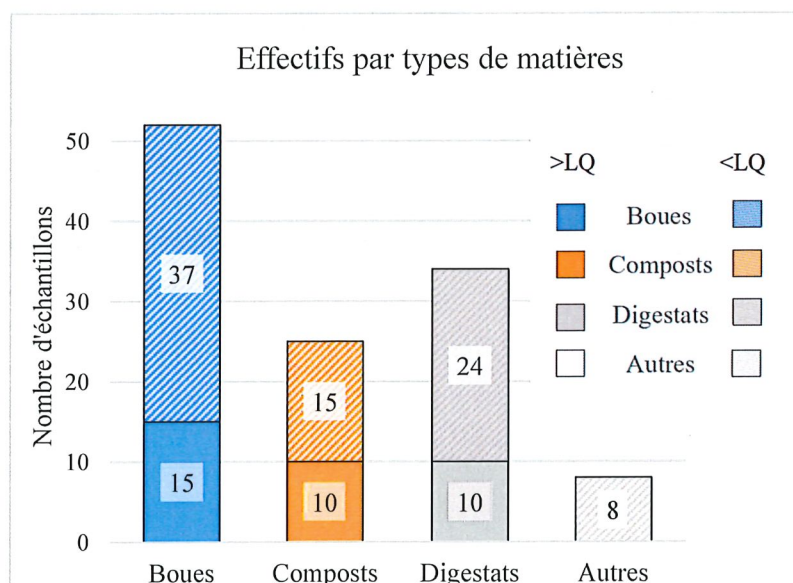


Figure 2 - Nombre de détections des PFAS selon les types de matières

En ce qui concerne les composés détectés, **14 PFAS ont été détectés sur 44 analysés**. Les concentrations mesurées pour les 30 autres sont rapportées systématiquement sous les LQ (Figure 3).

Le PFPeA est le composé le plus fréquemment détecté (28% des composts, 15,2% des digestats et 13,5 % des boues). L'ISSEP estime cependant que ce taux de détection est fictivement élevé étant donné la contamination de la chaîne analytique au laboratoire sous-traitant mise en évidence par l'ISSEP et confirmée par la réanalyse de certains échantillons.

Les autres paramètres les plus fréquemment détectés (>10 %) sont le PFOS, PFHxA et PFBS.

Les boues sont les matières où la plus grande diversité de composés a été observée, à savoir 14 PFAS détectés dont 6 sont spécifiques à ces matières.

Au total, 6 PFAS ont été détectés, sans toutefois être présents de manière systématique dans les échantillons de digestats. Le PFBA n'a quant à lui été détecté que dans les digestats.

Au total, 4 PFAS différents ont été détectés dans les composts, sans toutefois être présents de manière systématique dans tous les échantillons. Le PFBS n'a quant à lui été détecté que dans les composts.

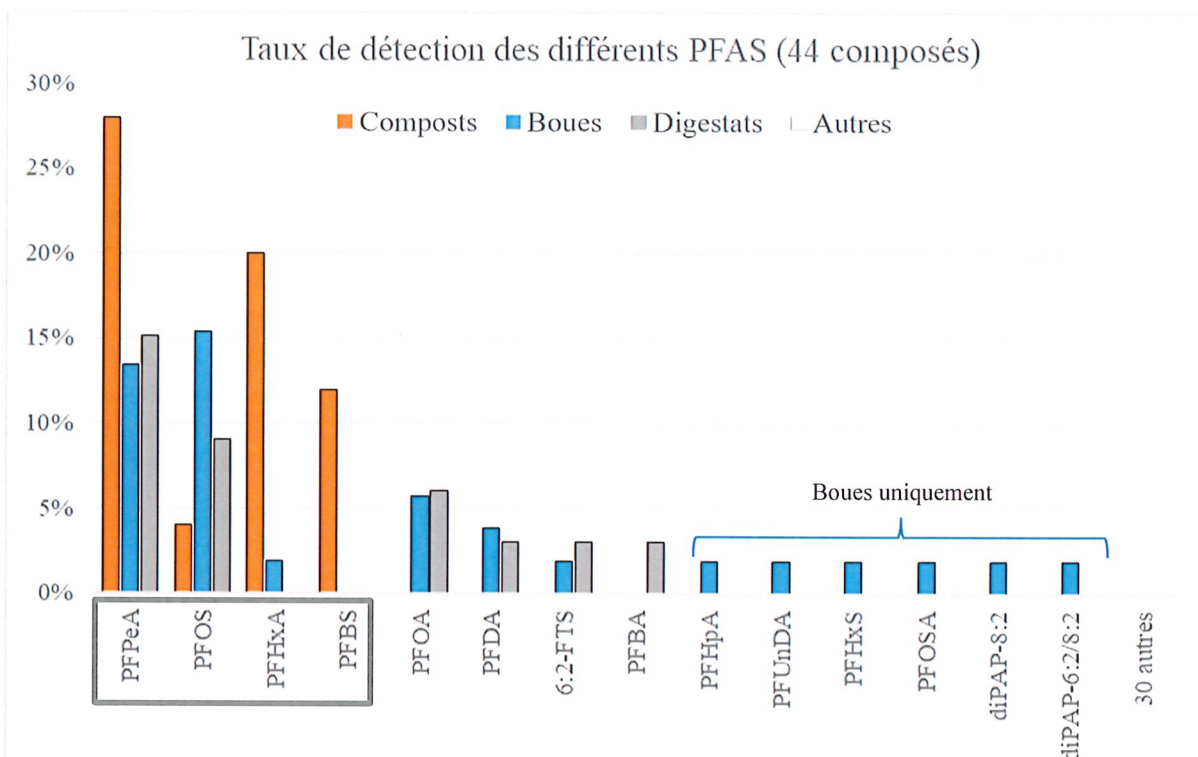


Figure 3 - Taux de détection des différents PFAS par types de matières

3.3 Valeurs de comparaison et intégrateurs

3.3.1 Valeurs de comparaison

Au moment de la rédaction de ce rapport, aucune norme de qualité pour les PFAS dans les matières valorisables sur ou dans les sols n'est définie et ce, tant au niveau européen que belge (fédéral), ni de consensus sur les paramètres PFAS à suivre dans ces matières.

Trois valeurs de comparaison sont proposées à titre indicatif pour base de comparaison des concentrations mesurées en PFAS.

En Wallonie, deux valeurs cibles ont été établies dans le cadre de la circulaire du 10/10/2024 fixant des mesures temporaires PFAS pour les boues d'épuration urbaines applicables à partir du 01/01/2025 :

- a) Valeur cible de **400 µg/kg.MS** établie pour la somme de 22 PFAS (PFBS, PFPeS, PFHxS, PFHpS, PFOS, PFNS, PFDS, PFUnS, PFDoS, PFTrS, PFOSA, 6:2 FTS, PFBA, PFPeA, PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUnDA, PFDoDA, PFTrDA).

Parmi ces composés, 19 sont repris dans les 44 composés analysés dans la présente étude. Les composés PFUnS, PFDoS, PFTrS n'étant pas repris dans la CMA/3/O ni dans les valeurs limites pour le sol, n'ont pas été analysés.

- b) Valeur cible de **40 µg/kg.MS** établie pour la somme de 6 PFAS (PFOS, PFOA, PFNA, PFHxS, PFDA, PFHxA). Ils ont tous été analysés dans la présente étude.

En Flandre, une valeur de référence a été établie le 15/06/2022 pour les déchets destinés à être utilisés dans ou comme amendements ou engrais. Cette valeur de référence est fixée à **15 µg/kg.MS** pour la somme des 20 PFAS de la Directive Européenne 2020/2184 relative à la qualité de l'eau potable (PFBA, PFPA, PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUnDA, PFDoDA, PFTrDA, PFBS, PFPS, PFHxS, PFHpS, PFOS, PFNS, PFDS, PFUnDS, PFDoS, PFTrDS).

Parmi ces composés, 16 sont repris dans les 44 composés analysés dans la présente étude. Les composés PFPA, PFPS, PFDoS, PFTrS n'étant pas repris dans la CMA/3/O ni dans les valeurs limites pour le sol, n'ont pas été analysés.

3.3.2 Intégrateurs

Pour chaque échantillon, trois intégrateurs ont été calculés afin d'être comparés à titre indicatif aux valeurs cibles et de référence proposées :

- a) La somme des **44 PFAS** repris dans la procédure CMA/3/O ($\Sigma 44$) est comparée à la valeur cible de **400 µg/kg.MS** établie pour les boues d'épuration urbaines.
- b) La somme de **6 PFAS** ($\Sigma 6$, PFOS, PFOA, PFNA, PFHxS, PFDA, PFHxA) est comparée à la valeur cible de **40 µg/kg.MS** établie pour les boues d'épuration urbaines.
- c) La somme de **16 PFAS** ($\Sigma 16$, PFBA, PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUnDA, PFDoDA, PFTrDA, PFBS, PFHxS, PFHpS, PFOS, PFNS, PFDS, PFDoS) est comparée à la valeur de référence flamande de **15 µg/kg.MS** pour les déchets destinés à être utilisés dans ou comme amendements ou engrais.

Les résultats inférieurs à la LQ ont été rapportés comme étant égaux à 0 pour le calcul des sommes. La comparaison aux valeurs cibles et de référence est donnée à titre indicatif car tous les paramètres considérés dans l'établissement de ces valeurs n'ont pas été analysés dans la présente étude.

3.4 Comparaison aux valeurs cibles et de référence

Pour l'ensemble des échantillons analysés, la $\Sigma 44$ est inférieure à la valeur cible de 400 $\mu\text{g/kg.MS}$ fixée pour les boues d'épuration urbaines. La $\Sigma 44$ est inférieure à 5 $\mu\text{g/kg.MS}$ dans la très grande majorité des échantillons toutes matières confondues (~92%, Figure 4). Les concentrations maximales avoisinent 40 $\mu\text{g/kg.MS}$ pour un échantillon de boues non agro-alimentaire et 30 $\mu\text{g/kg.MS}$ pour deux échantillons de boues prélevées dans des entreprises de secteurs agro-alimentaires. Les concentrations maximales pour les composts et digestats sont respectivement inférieures à 10 $\mu\text{g/kg.MS}$ et 15 $\mu\text{g/kg.MS}$.

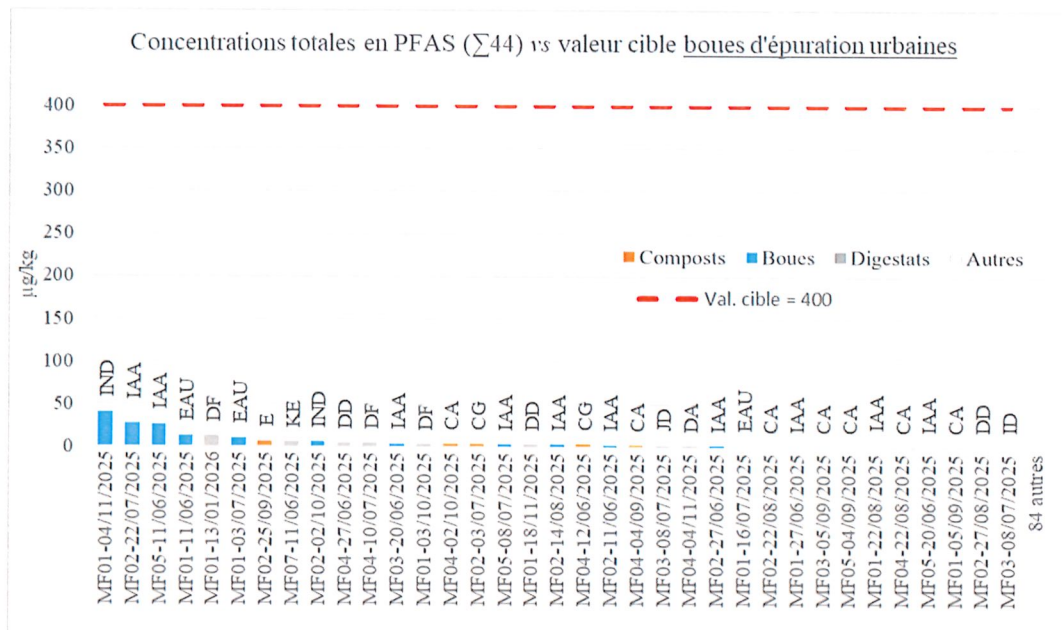


Figure 4 - Concentrations totales en PFAS ($\Sigma 44$, $\mu\text{g/kg.MS}$) par échantillon et type de matière

Aucun échantillon ne présente des concentrations supérieures à la valeur cible de 40 µg/kg.MS pour la Σ6 pour les boues d'épuration urbaines. La Σ6 est inférieure à 5 µg/kg.MS dans la très grande majorité des échantillons toutes matières confondues (~97%, Figure 5). Seuls deux échantillons présentent des Σ6 supérieures à 10 µg/kg.MS pour des boues prélevées dans des entreprises du secteur agro-alimentaire. Les Σ6 pour les composts et les digestats sont inférieures à 5 µg/kg.MS.

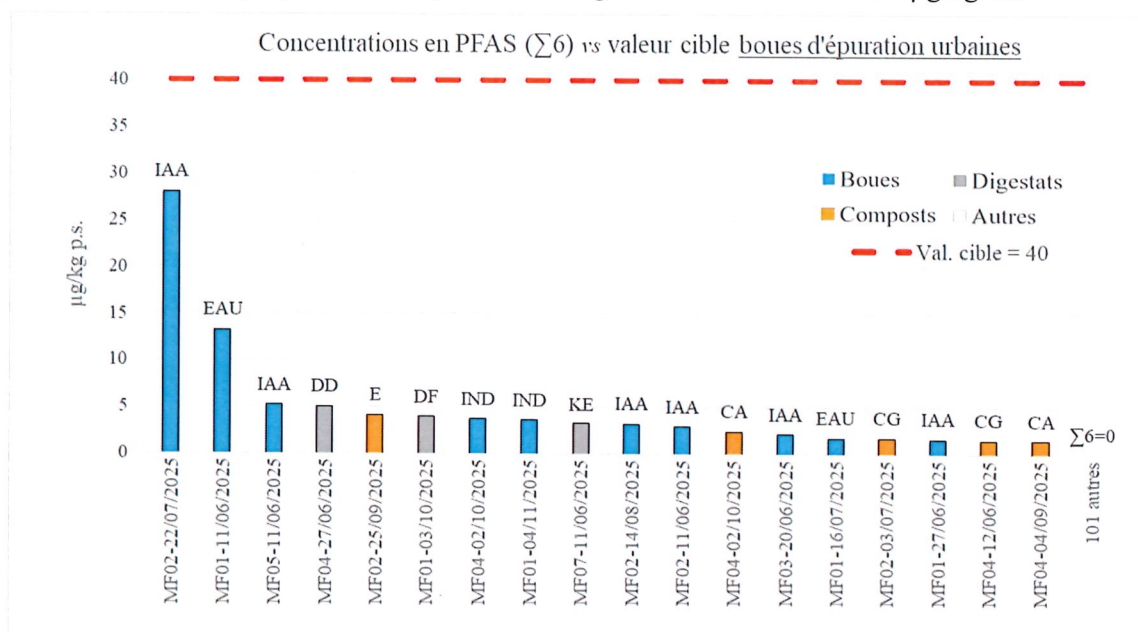


Figure 5 - Concentrations totales en PFAS ($\Sigma 6$, $\mu\text{g/kg.MS}$) par échantillon et type de matière

La $\Sigma 16$ est supérieure à la valeur de référence de 15 $\mu\text{g/kg.MS}$ établie en Flandre pour les déchets destinés à être utilisés dans ou comme amendements ou engrais pour un seul échantillon de boues (28 $\mu\text{g/kg.MS}$). Dans la très grande majorité des échantillons toutes matières confondues, la $\Sigma 16$ est inférieure à 5 $\mu\text{g/kg.MS}$ (~93%, Figure 6). Trois autres échantillons de boues avoisinent 10-15 $\mu\text{g/kg.MS}$. La $\Sigma 16$ pour les composts et digestats sont inférieures à 10 $\mu\text{g/kg.MS}$.

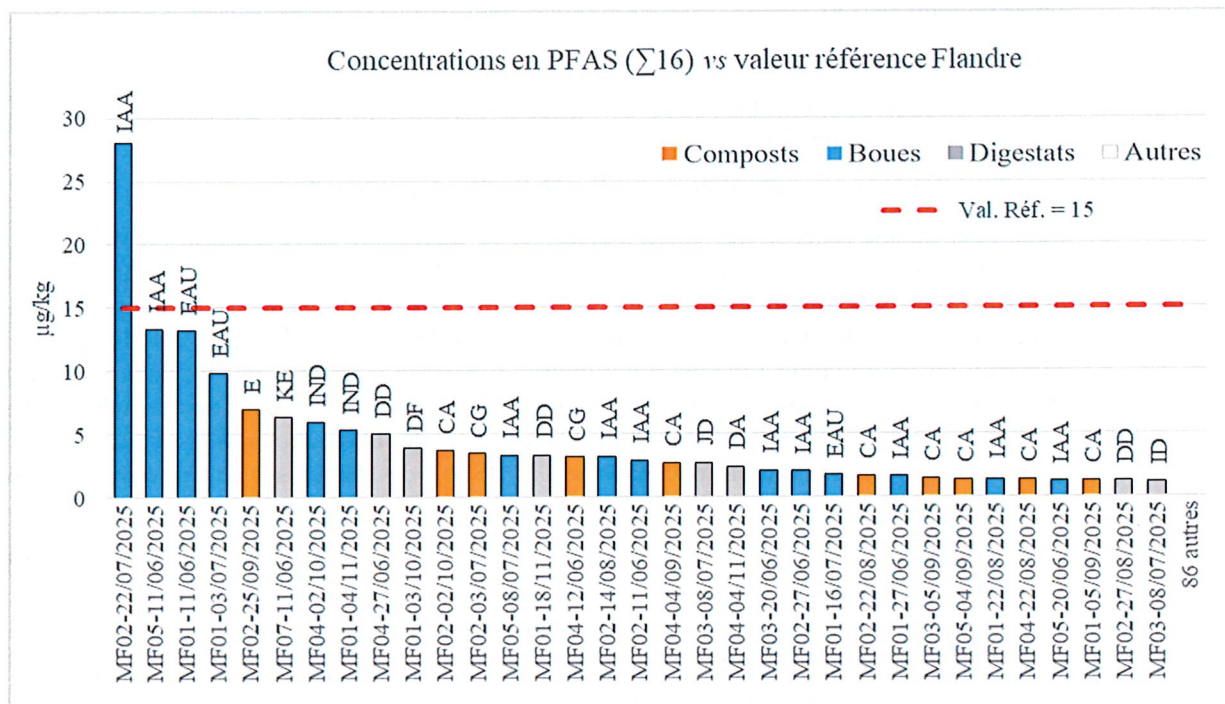


Figure 6 - Concentrations en PFAS ($\Sigma 16$, $\mu\text{g/kg.MS}$) par échantillon et type de matière

3.5 Boues industrielles

Pour les boues, les résultats indiquent que 15 échantillons sur 52 présentent des concentrations supérieures aux LQ (Figure 2 et Figure 7). Les résultats sont également présentés au Plan 3, aucune influence géographique ne peut être déterminée. Les trois secteurs d'activités sont concernés par des dépassements de LQ :

- Industries agro-alimentaires (IAA : 10 échantillons/37) ;
- Préparation d'eau pour la consommation humaine ou l'usage industriel (EAU : 3 échantillons/7) ;
- Secteurs non agro-alimentaires (IND : 2 échantillons/8).

Sans pour autant dépasser les valeurs cibles et de référence, un échantillon de boues d'une entreprise non agro-alimentaire présente les concentrations en PFAS les plus importantes mesurées dans le cadre de cette première phase d'étude (41 $\mu\text{g/kg.MS}$), toutes matières confondues. C'est aussi le seul échantillon dans lequel les 6:2/8:2-diPAP, 8:2-diPAP et PFUnDA ont été détectés. L'absence de produits de dégradation (chaînes plus courtes) pourrait indiquer une production récente. Selon les informations fournies par l'exploitant, ces boues sont produites en continu et stockées dans une lagune dont la vidange se fait annuellement en période estivale. L'absence d'autre échantillon pour le même secteur d'activité ne permet cependant pas à l'ISSEP de statuer sur le caractère représentatif de ces résultats.

Deux autres échantillons prélevés dans le secteur de l'agro-alimentaire se démarquent car ils présentent des concentrations en PFAS avoisinant les 30 $\mu\text{g/kg.MS}$:

- L'analyse de l'échantillon MF02-22/07/2025 indique la présence uniquement du PFOS en concentration égale à 28 $\mu\text{g/kg.MS}$. C'est le seul échantillon qui dépasse la valeur de référence établie en Flandre ;
- L'analyse de l'échantillon MF05-11/06/2025 indique la présence de 6:2-FTS (13 $\mu\text{g/kg.MS}$) et PFHpA (3,1 $\mu\text{g/kg.MS}$). C'est le seul échantillon de boues industrielles où ces composés ont été mesurés.

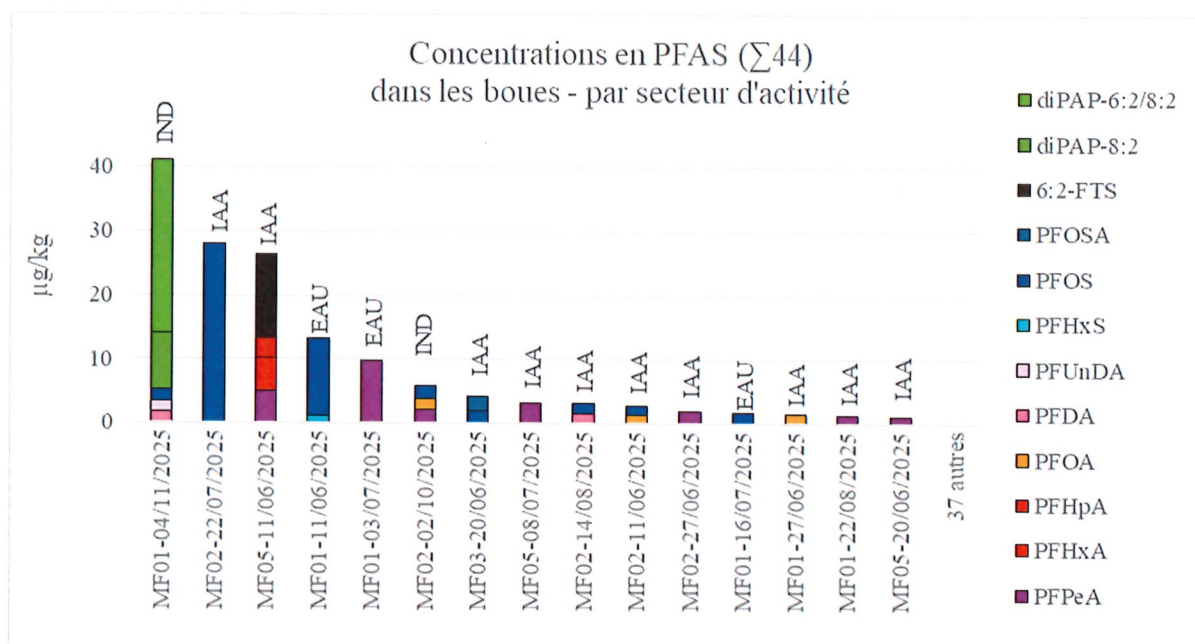


Figure 7 - Concentrations en PFAS ($\Sigma 44$, $\mu\text{g/kg.MS}$) dans les boues par échantillon, secteur et composés

3.6 Composts

Pour les composts, les résultats indiquent que 10 échantillons sur 25 présentent des concentrations supérieures aux LQ (Figure 2 et Figure 8). Les résultats sont également présentés au Plan 4, aucune influence géographique ne peut être déterminée.

Des PFAS ont été détectés dans toutes les catégories de composts analysés.

La concentration maximale, égale à 7 $\mu\text{g/kg.MS}$, a été mesurée dans un mélange organique et est attribuée aux PFPeA, PFHxA et PFOS.

Les autres échantillons de composts concernés par des dépassements de LQ présentent des concentrations inférieures à 4 $\mu\text{g/kg.MS}$, principalement attribuables au PFBS et au PFHxA, avec une moindre contribution du PFPeA.

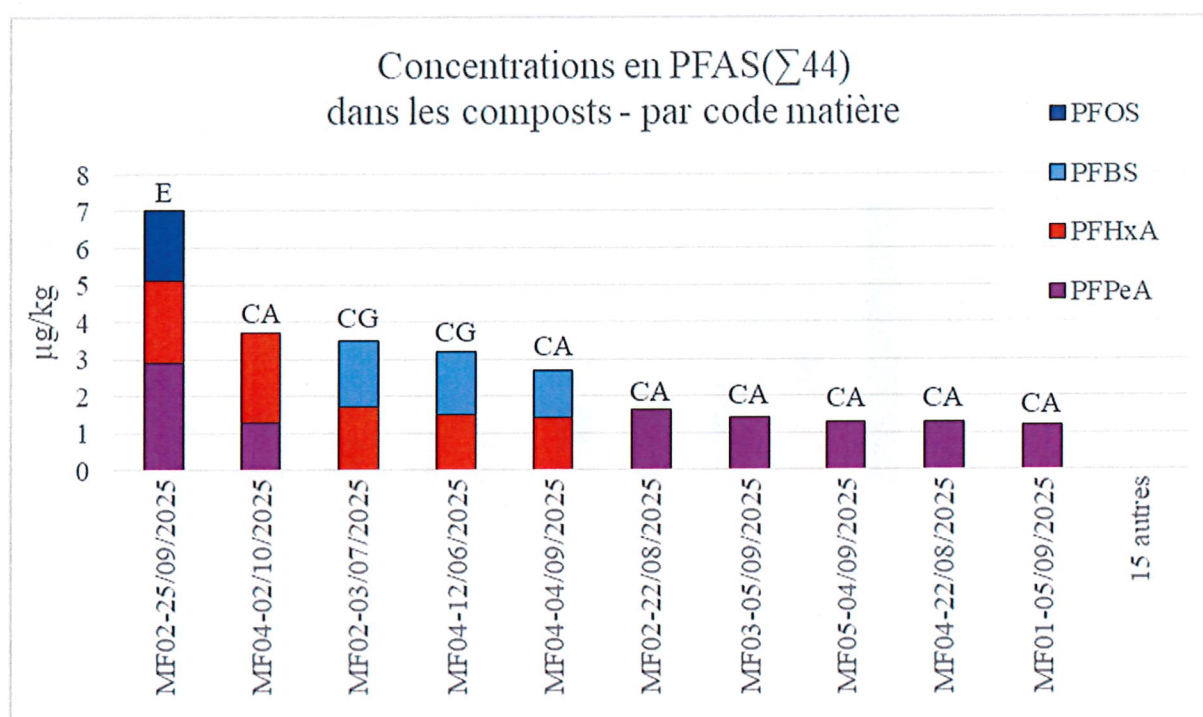


Figure 8 - Concentrations en PFAS ($\Sigma 44$, $\mu\text{g/kg.MS}$) dans les composts par échantillon et composés

3.7 Digestats

Pour les digestats, 10 échantillons sur 34 présentent des concentrations supérieures aux LQ (Figure 2 et Figure 9). Les résultats sont également présentés au Plan 5, aucune influence géographique ne peut être déterminée.

Des PFAS ont été détectés dans toutes les catégories de digestats analysés (bruts, liquides, solides, concentrats).

La concentration maximale, égale à 13 $\mu\text{g/kg.MS}$, a été mesurée dans les digestats bruts et est attribuée au 6:2-FTS.

Cinq échantillons présentent un dépassement de LQ uniquement pour le PFPeA. La présence du PFDA et du PFBA est limitée à un seul échantillon chacun.

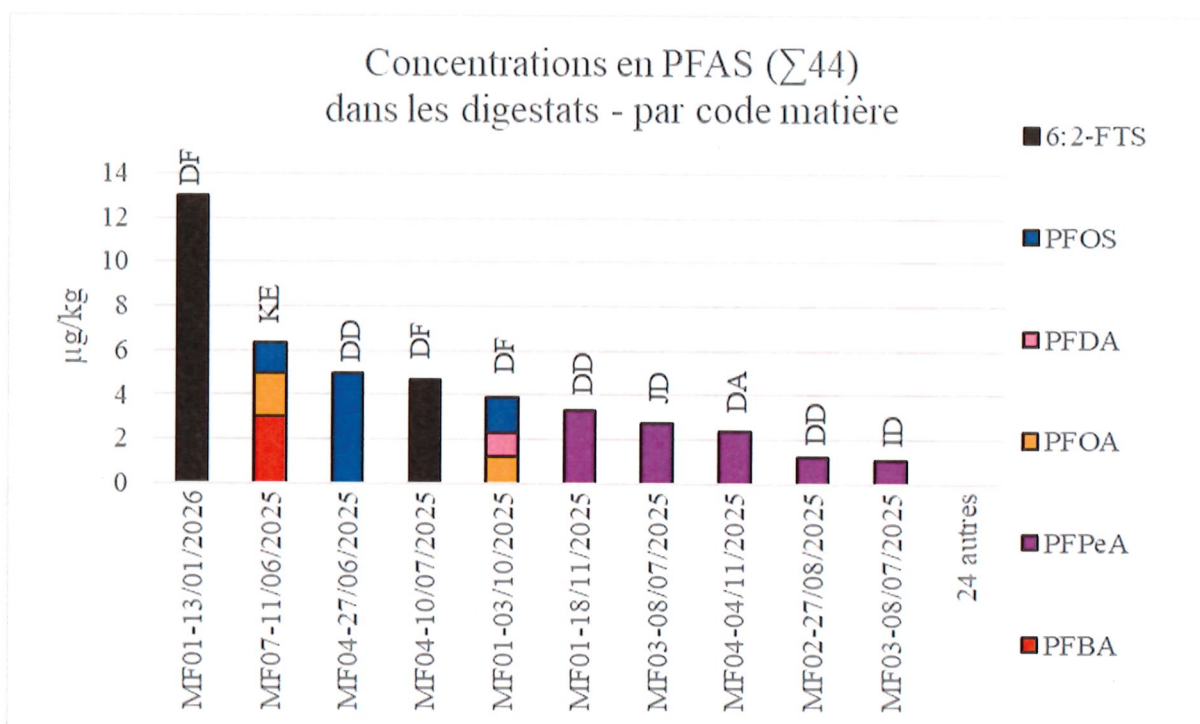


Figure 9 - Concentrations en PFAS ($\Sigma 44$, $\mu\text{g/kg.MS}$) dans les digestats par échantillon, code matière, composés

4 DISCUSSION ET RECOMMANDATIONS

Au vu des résultats issus de cette première phase d'étude et de la diversité des intrants associés aux filières analysées, l'ISSEP estime qu'il n'est pas possible d'identifier l'origine des PFAS présents dans les matières fertilisantes sur base des résultats de la présente étude.

Par ailleurs, aucun paramètre indicateur ne peut être identifié à partir des résultats disponibles et aucune signature caractéristique n'est mise en évidence à ce stade.

Cette interprétation est d'autant plus étayée que les concentrations mesurées sont faibles (<Valeurs cibles boues urbaines).

L'ISSEP précise également que le niveau de bruit de fond demeure inconnu au niveau des parcelles agricoles réceptrices des matières fertilisantes caractérisées.

Compte tenu des mécanismes d'accumulation qui demeurent incertains, il n'est pas exclu qu'un épandage répété avec certaines des matières investiguées amène à terme des dépassements de valeurs de référence dans les sols récepteurs.

L'ISSEP tient donc à avertir l'administration des risques de dépassement des valeurs limites pour les sols agricoles récepteurs sur le long terme au vu de l'apport récurrent de matières fertilisantes même si celles-ci sont faiblement concentrées en PFAS.

5 ANALYSES COMPLÉMENTAIRES

5.1 Indice EOF – Essai TOP

La pertinence de réaliser des analyses non-spécifiques comme l'indice EOF ou l'essai TOP sur une partie des échantillons est également examinée par l'ISSeP, en regard des objectifs de l'étude et du budget disponible restant pour la phase II.

L'indice EOF est une méthode de dosage du fluor organique extractible par extraction avec un solvant. Elle permet de détecter globalement tous les composés fluorés extractibles sans distinction. La comparaison avec les résultats de dosage spécifique permet de mettre en évidence la présence d'autres composés fluorés. Cette méthode permet de doser de façon semi-quantitative la présence de composés organiques fluorés, poly-fluorés ou perfluorés. La quantité de fluor déterminée est rapportée à la quantité de fluor d'une molécule sélectionnée arbitrairement, souvent à la réponse du PFOA.

La LQ atteinte par cette méthode est généralement supérieure de deux ou trois ordres de grandeur aux LQ des méthodes quantitatives ciblées sur des paramètres spécifiques. Cet indice ne semble dès lors pas coïncider aux niveaux de concentration observés au cours de la première phase de la présente étude. En conséquence, un résultat d'indice EOF couplé à des analyses spécifiques donnerait une indication sur la présence éventuelle en grande quantité de composés fluorés « autres » que les PFAS dosés de manière ciblée. La réponse en fluor de l'indice EOF pourrait résulter de nombreux paramètres : PFAS non ciblés ou non quantifiés, composé mono-fluoré spécifique en grande quantité, ou encore composés fluorés différents présents à l'état de traces et dont les contributions individuelles, bien que faibles, s'additionneraient pour générer une réponse cumulée significative en fluor.

Selon l'ISSeP, ce genre de résultats est indicatif et l'information obtenue n'est pas directement exploitable pour la problématique des PFAS. En effet, le nombre de paramètres fluorés intégrés dans cet indice est trop important pour obtenir une information pertinente relative aux PFAS dans les matières fertilisantes. La stratégie de l'utilisation de l'EOF vise plutôt à évaluer le risque de non-détection de composés fluorés non ciblés. Lorsque l'historique et la composition du flux sont bien caractérisés, ce risque peut être apprécié de manière ponctuelle.

L'essai TOP (Précurseurs Oxydables Totaux) est une méthode de dosage qui vise quant à elle l'identification de précurseurs non dosés spécifiquement, par comparaison des résultats pré- et post essai TOP.

Dans ce cas, c'est la résistance des molécules PFAS à l'oxydation qui est appréhendée. Il ne s'agit donc pas d'une détermination spécifique des molécules (mono)fluorées ou autres, mais d'une analyse ciblée, réalisée à l'issue d'une préparation d'échantillon spécifique. Les précurseurs de PFAS sont des molécules qui alternent des segments perfluorés avec des segments non fluorés. Elles sont globalement résistantes à l'oxydation mais les zones non fluorées sont plus accessibles bien que les conditions d'oxydation soient rudes. Le protocole d'attaque oxydative est dès lors très important car la réponse en dépend, à savoir la taille et le nombre des fragments obtenus.

L'identification et le dosage des fragments indique que des molécules polyfluorées plus longues ont été fragmentées par le processus oxydatif. La longueur initiale de la chaîne ne peut pas être déduite et la détermination quantitative du composé ciblé n'est pas transposable à la concentration initiale de composé(s) polyfluoré(s). L'analyse révèle donc la présence de composés polyfluorés à longue chaîne dans l'échantillon. Dans la mesure où ce résultat dépend du protocole mis en œuvre, **une variabilité importante sera observée entre laboratoires. Selon l'ISSeP, ce genre de résultats est indicatif et l'information obtenue n'est pas directement exploitable dans le cadre de présente étude.**

Sur base de ces éléments et en regard des objectifs de l'étude et du budget restant pour la phase II, l'ISSEP estime que les analyses non-spécifiques, bien que susceptibles d'apporter des informations complémentaires intéressantes, ne permettront pas d'obtenir des résultats exploitables à la même échelle que les concentrations mesurées dans le cadre de la phase I. Les résultats obtenus à l'aide de ces méthodes sont comparés aux résultats quantitatifs mais ne peuvent pas s'y substituer puisque les composés individuels ne sont pas identifiés. La question de la présence d'autres molécules fluorées non dosées spécifiquement par la méthode ciblée est toutefois tout à fait pertinente considérant le très grand nombre de molécule poly- ou per-fluorées mises sur le marché. L'ISSEP estime qu'une étude dédiée dimensionnée dans ce but pourrait permettre de lever en partie cette incertitude.

Pour plus d'informations sur les méthodes analytiques pour la détermination des PFAS, l'ISSEP renvoie vers le rapport n°2022-00301 rédigé par le Laboratoire de Référence.

5.2 PFAS à chaînes ultra-courtes

La possibilité de réaliser des analyses de PFAS à chaînes ultra-courtes, tels que le TFA est également examinée par l'ISSEP.

Plusieurs méthodes d'analyses sont actuellement en cours de développement. Ces méthodes sont récentes et pas encore systématiquement utilisées en routine dans les laboratoires spécialisés. Les méthodes d'analyses ne sont pas encore finalisées et les résultats obtenus risquent de manquer de fiabilité. Le manque de recul ne permet pas de les recommander à l'heure actuelle.

Par ailleurs, il apparaît que ces composés ne disposent pas encore de valeur limite dans les sols. Le comportement et la toxicité de ces composés à chaînes ultra-courtes sont également très différents des autres PFAS analysés. Une interprétation croisée de ces 2 familles de composés ne semble pas pertinente. L'ISSEP suggère plutôt qu'ils fassent l'objet d'une étude dédiée.

6 PROGRAMME DE TRAVAIL DE LA PHASE II

Sur base des résultats de la première phase, un programme de travail de suivi plus détaillé est défini pour la phase II en collaboration avec la DPS. L'objectif est de confirmer les résultats de la première campagne sur certains sites identifiés et pour un nombre d'échantillons limité en intégrant la variabilité temporelle des teneurs en PFAS et les flux de production.

Dans le cadre de la phase II, les matières pour lesquelles au moins un PFAS a été détecté lors de la première phase seront à nouveau investiguées (35 matières).

Cette phase intégrera également toutes les matières provenant d'un même site où plusieurs matières ont été prélevées lorsqu'au moins une d'entre elles présente un dépassement de LQ. Cela concerne 9 matières supplémentaires.

Pour rappel, le taux de matière sèche était trop faible (<2%) pour appliquer la CMA/3/O pour 4 échantillons. Le laboratoire avait alors appliqué la méthode WAC/IV/A/025 pour l'eau. Ces 4 matières seront également à nouveau investiguées dans le cadre de la phase II.

Dans le but d'intégrer la dimension de flux de production et d'appréhender la variabilité saisonnière, les analyses seront si possible réalisées sur des échantillons composites constitués à partir de 3 prélèvements effectués à différents moments de l'année.

Enfin, les différents sites gérés par un même exploitant seront également intégrés à la phase II même si les PFAS n'ont été détectés que pour un d'entre eux. Trois matières supplémentaires seront également intégrées à la phase II à la demande de la DPS.

Au total, ce sont **57 matières** qui seront analysées dans le cadre de la phase II. La liste des sites est fournie en Annexe 5.

7 CONCLUSIONS

Entre le 11 juin 2025 et le 13 janvier 2026, l'ISSEP a procédé au prélèvement de 119 échantillons de matières fertilisantes (boues d'épuration industrielles, composts, digestats, autres déchets) au sein d'entreprises localisées en Wallonie.

Les objectifs de l'étude étaient de :

- 1) Dresser un état des lieux des concentrations en PFAS dans les matières susceptibles d'être valorisées sur les sols agricoles wallons ;
- 2) Identifier le(s) éventuel(s) paramètre(s) indicateur(s) d'une contamination par ces polluants dans les matières visées ainsi que les méthodes analytiques à mettre en œuvre.

L'ensemble des sites producteurs enregistrés en tant que valorisateurs et disposant d'un ou plusieurs CU ont été investigués. Au final, ce sont 119 matières qui ont été analysées, réparties en 97 sites.

Les analyses ont été effectuées pour l'ensemble des PFAS listés dans la procédure CMA/3/O. Les résultats d'analyses ont été comparés à titre indicatif aux valeurs cibles établies dans le cadre de la circulaire du 10/10/2024 fixant des mesures temporaires PFAS pour les boues d'épuration urbaines et à la valeur de référence établie en Flandre le 15/06/2022 pour les déchets destinés à être utilisés dans ou comme amendements ou engrais. Cette comparaison est donnée à titre indicatif car tous les paramètres considérés dans l'établissement de ces valeurs n'ont pas été analysés dans la présente étude.

Au terme de la comparaison des résultats avec les valeurs cibles et de référence considérées, l'ISSEP émet les conclusions suivantes :

- Au total, 29% des échantillons analysés présentent des dépassements de LQ en PFAS, à savoir 29% des boues, 40% des composts, 29% des digestats et 0% des autres déchets.
- La $\Sigma 44$ est inférieure à 5 $\mu\text{g/kg.MS}$ dans la très grande majorité des échantillons toutes matières confondues (~92%).
- Aucun échantillon ne présente des concentrations supérieures à la valeur cible de 40 $\mu\text{g/kg.MS.MS}$ fixée pour la $\Sigma 6$ pour les boues d'épuration urbaines.
- Les boues sont les matières où la plus grande diversité de composés a été observée, à savoir 14 PFAS détectés dont 6 leur sont spécifiques. La concentration maximale pour la $\Sigma 44$ atteint 41 $\mu\text{g/kg.MS.MS}$ pour un échantillon de boues du secteur non agro-alimentaire. La concentration maximale pour la $\Sigma 44$ des boues du secteur agro-alimentaire est de 28 $\mu\text{g/kg.MS.MS}$. La concentration maximale dans les boues de potabilisation, décarbonatation ou préparation d'eau est de 13 $\mu\text{g/kg.MS.MS}$.
- Dans les composts, 4 PFAS différents ont été détectés, sans toutefois être présents de manière systématique dans tous les échantillons. Les PFAS ont été détectés aussi bien dans les composts de déchets verts que de déchets ménagers. La concentration maximale pour la $\Sigma 44$ atteint 7 $\mu\text{g/kg.MS.MS}$.
- Dans les digestats, 6 PFAS ont été détectés, sans toutefois être présents de manière systématique dans tous les échantillons. Les PFAS ont été détectés dans toutes les catégories de digestats analysés. La concentration maximale pour la $\Sigma 44$ atteint 13 $\mu\text{g/kg.MS.MS}$.
- Aucune influence géographique n'est mise en évidence.

Les interprétations et recommandations suivantes ont également été formulées :

- Au regard de ces résultats, l'ISSEP estime qu'il n'est pas possible d'identifier l'origine des PFAS présents dans les matières fertilisantes. Aucun paramètre indicateur ne peut être identifié à partir des résultats disponibles et aucune signature caractéristique n'est mise en évidence à ce stade. Cette interprétation est d'autant plus étayée que les concentrations mesurées sont faibles (<Valeurs cibles boues urbaines).
- L'ISSEP précise que le niveau de bruit de fond demeure inconnu au niveau des parcelles agricoles réceptrices des matières fertilisantes caractérisées et considère que des dépassements des valeurs limites pour les sols agricoles récepteurs ne sont pas exclus sur le long terme au vu de l'apport récurrent de matières fertilisantes même si celles-ci sont faiblement concentrées en PFAS.

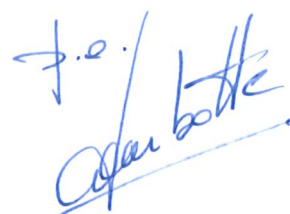
La pertinence de réaliser des analyses non-spécifiques comme l'indice EOF ou l'essai TOP a également été examinée. L'ISSEP estime que ces analyses, bien que susceptibles d'apporter des informations complémentaires intéressantes, ne permettront pas d'obtenir des résultats exploitables à la même échelle que les concentrations mesurées dans le cadre de la phase I. Une étude dédiée dimensionnée dans le but de détecter la présence d'autres molécules fluorées non dosées spécifiquement pourrait permettre de lever en partie cette incertitude.

Concernant les PFAS à chaînes ultra-courtes, le manque de recul sur les méthodes analytiques ne permet pas de les recommander à l'heure actuelle. De plus, aucune valeur limite n'est définie dans les sols pour ces composés. Les différences de comportements dans l'environnement et de toxicité par rapport aux PFAS à chaînes longues rendent également l'interprétation croisée peu pertinente. L'ISSEP suggère plutôt qu'ils fassent l'objet d'une étude dédiée.

Le programme de travail de la phase II a également été établi sur base des résultats de la phase I en collaboration avec la DPS. Afin d'intégrer la dimension de flux de production et d'appréhender la variabilité saisonnière, les analyses seront réalisées sur des échantillons composites constitués à partir de 3 prélèvements effectués à différents moments de l'année. Au total, ce sont 57 matières qui seront analysées à nouveau dans le cadre de la phase II.



M. Crosset
Attachée,
Pôle Sols, Déchets et Sédiments



C. Collart
Responsable
Pôle Sols, Déchets et Sédiments