

# Handelingskader Poly- en PerFluor Alkyl Stoffen (PFAS)

Onderzoekslijn 1 - Kennisdocument  
onderdeel 6 'Veldwerk en Analyse'



# Colofon

Opdrachtgevers:	Gemeente Dordrecht en Ministerie van Infrastructuur & Milieu
Opgesteld door:	Expertisecentrum PFAS
Auteurs:	Tessa Pancras, Elisabeth van Bentum, Hans Slenders
Kenmerk:	20DDT219-1-17-02102017
Versie:	1.2
Datum:	02 oktober 2017

Het Expertisecentrum PFAS ([www.expertisecentrumPFAS.nl](http://www.expertisecentrumPFAS.nl)) is een initiatief van Witteveen+Bos, TTE en Arcadis. Het Expertisecentrum PFAS is opgericht om te zorgen voor kennisdeling van de nieuwe verontreiniging PFAS, waaronder stoffen als PFOS en PFOA. In opdracht van de gemeente Dordrecht en met steun van diverse gemeenten, provincies, omgevingsdiensten, waterschappen, het rijksvastgoedbedrijf en het ministerie van I&M, voert het Expertisecentrum PFAS onderzoek uit en stelt zij een handelingskader op voor het omgaan met PFAS-stoffen in het bodem- en watersysteem.



## Bemonstering en analyse van PFAS-verbindingen in grond- en grondwater

### *Introductie*

Het voorliggende hoofdstuk is onderdeel van het kennisdocument over Poly- en PerFluor Alkyl Stoffen (PFAS). Dit kennisdocument wordt opgesteld als onderdeel van de uitwerking van een handelingskader voor deze stofgroep (het Handelingskader PFAS). Vooruitlopend op de publicatie van dit kennisdocument bestaat thans grote behoefte aan een handreiking voor de bemonstering en analyse van PFAS verbindingen. Derhalve is besloten om het betreffende hoofdstuk "Veldwerk en Analyse" uit het kennisdocument, als voorliggend document alvast te publiceren.

Het gehele kennisdocument bevat meer informatie en beschrijft zaken als stofeigenschappen, gebruik, toxicologie, onderzoek en sanering van PFAS in grond en grondwater. Naar verwachting wordt het kennisdocument begin 2018 gepubliceerd.

De verschillende PFAS stofgroepen en verbindingen worden in het kennisdocument nader toegelicht. Tijdens de productie van PFAS ontstaat niet één zuivere stof, maar ontstaan meerdere poly- of perfluorverbindingen, die in het geproduceerde product als nevenproduct aanwezig (kunnen) zijn. Daarom wordt in het geval van PFAS zo veel mogelijk de hele stofgroep beschouwd. Deze stofgroep is zeer groot (duizenden verbindingen). Ten behoeve van de interpretatie van het voorliggende hoofdstuk over veldwerk en analyses, is in het onderstaande een selectie weergegeven van de belangrijkste stofgroepen van PFAS:

- Perfluorcarbonsuren (PFCA's). Dit zijn de verbindingen zoals PFOA (perfluorocetaanzuur), met een volledig gefluoreerde koolstofketen (staart), met een carboxylgroep als kop. De lengte van deze verbindingen varieert tussen 2 en 16 koolstofatomen. Perfluorcarbonsuren zijn in het milieu niet afbreekbaar.
- Perfluorsulfonsuren (PFSA's). Dit zijn verbindingen zoals PFOS (perfluorocetaan-sulfonzuur). Deze zijn vergelijkbaar aan de perfluorcarbonsuren, maar hebben een sulfonzuurgroep als kop. Perfluorsulfonsuren zijn in het milieu niet afbreekbaar.
- PFAS precursors. Dit zijn verbindingen die meestal niet volledig gefluoreerd zijn. In het milieu kunnen deze tot perfluorcarbonsuren of perfluorsulfonsuren afbreken/vormen. Deze laatste twee stofgroepen breken vervolgens niet af en zijn stabiele eindproducten.

NB. De kennis op het gebied van PFAS is sterk in ontwikkeling. Dit document bevat de meest recente ervaringen en kennis voor wat betreft de bemonstering en analyse. Dit neemt niet weg dat de komende tijd andere inzichten kunnen ontstaan.



# 1 Veldwerk en analyses

In veel producten is PFAS gebruikt. Gelet op de zeer lage detectielimieten, is het belangrijk om te voorkomen dat contaminatie optreedt tijdens het uitvoeren van het veldwerk en analyses. In de navolgende paragrafen wordt nader ingegaan op de wijze van bemonsteren en zijn aandachtspunten gegeven voor het analyseren van PFAS verbindingen.

## 1.1 Veldwerk

Tijdens de bemonsteringen van grond- en grondwater ten behoeve van PFAS-analyses worden specifieke voorschriften gehanteerd om contaminatie tegen te gaan. De toetsingswaarden zijn ordegrößen lager dan gebruikelijk (ng/l ipv µg/l) en PFAS zijn aanwezig in zeer veel materialen, waaronder materialen die normaliter tijdens de bemonstering van grond en grondwater gebruikt worden. Om verontreiniging van buitenaf te voorkomen, moet worden gewerkt met PFAS-vrij materieel, materiaal en kleding (bevat vaak PFAS houdende Scotch guard of Gore-tex). Ook moet er worden gelet op het gebruik van wasverzachter, cosmetica (o.a. zonnebrandcrème en handcrème). Om de veldwerker te instrueren is er een bemonsteringsprotocol PFAS ontwikkeld, waarin staat aangegeven welke spullen wel en niet gebruikt kunnen worden en waar voorzichtig mee om gegaan moet worden (Bijlage A).

Daarnaast hechten veel PFAS aan glas en watermonsters dienen niet te worden gefilterd in het veld (aangezien de glasvezel op het filter mogelijk PFAS kan absorberen) en niet worden opgeslagen in glazen flessen.

Een overzicht van de materialen en artikelen die PFAS kunnen bevatten en daarom niet tijdens het veldwerk gebruikt moet worden is hieronder gegeven (zie ook Figuur 1). Eventuele aanvaardbare vervangers zijn tussen haakjes aangegeven.

- Bemonsteringsapparatuur:
  - o Pompen en slangen: Teflon™ en andere fluoropolymeer bevattende materialen (gebruik in plaats daarvan high density polyethyleen [HDPE] of siliconen slangen)
  - o LDPE passive diffusieve bags (gebruik in plaats daarvan HDPE)
- Monsteropslag:
  - o LDPE of glazen flessen, Teflon™-inlages, chemische ijsverpakkingen (d.w.z. Blue ice®) (gebruik in plaats daarvan HDPE of polypropyleencontainers met HDPE of polypropyleen deksels/doppen, ijsblokjes in Zip-loc zakken)
  - o Aluminiumfolie (kan gecoat zijn met PFAS)
- Velddocumentatie:
  - o Waterdicht papier of behandeld papier, zoals veldboeken, plastic klemborden, markers, Post-its en andere plakpapierproducten (gebruik in plaats daarvan los papier, metalen klembord, balpen)
- Kleding:
  - o Kleding of laarzen met Gore-Tex® of andere synthetische waterbestendige en/of vlekbestendige materialen, Tyvek-materiaal, wasverzachter (kleding bij voorkeur gemaakt van katoen)
- Persoonlijke verzorgingsproducten:
  - o Cosmetica, vochtinbrengende crème, handcrème, zonnebrandcrème, etc
- Voedsel en drank
  - o Voorverpakt voedsel of verpakking van fastfood.



**Figuur 1: Mogelijke oorzaken van contaminatie van het monstermateriaal tijdens bemonstering**

Overige zaken die bij bemonstering van belang zijn:

- Ter controle worden bij grondwaterbemonstering blanco's van het bemonsteringsmateriaal genomen (kraanwater én kraanwater bemonsterd via de bemonsteringsslangen).
- Voor de bemonstering van PFAS in het grondwater heeft het de voorkeur om te kiezen voor peilbuizen snijdend met de grondwaterstand, aangezien PFAS door de oppervlakte-actieve eigenschappen vooral rond het grensvlak tussen bodemlucht en grondwater worden verwacht.

## 1.2 Analyses

Hoewel er duizenden soorten geperfluoreerde en polyfluoreerde stoffen bestaan, wordt er bij de component specifieke analyse methode voor PFAS (HPLC-MS-MS; liquid chromatography, mass spectrometry) maar een klein deel van deze stoffen gemeten. Niet alle laboratoria hanteren hetzelfde analysepakket, maar over het algemeen worden tussen de 16 en 39 individuele PFAS verbindingen geanalyseerd, met een ketenlengte van 4 tot 14 koolstofatomen.

De HPLC-MS-MS wordt hieronder toegelicht. Daarnaast bestaan verschillende andere methoden om de som aan PFAS te analyseren, deze worden kort besproken. In onderstaande tabel is een kort overzicht gegeven van de verschillende analysemethoden en de mogelijkheid van de



analysemethoden om ook het totaal aan precursors te kunnen meten. In de volgende paragrafen worden de methoden nader toegelicht.

**Tabel 1. Overzicht analysemethoden**

Analyse methode	Individuele componenten	Som parameter	Detectiegrenzen water	Detectie precursors	Ervaring in gebruik	Kosten
HPLC-MS-MS	Ja	Nee	0,65 - 1 ng/l	Enkele	Hoog	€€
AOF	Nee	Ja	1.000 ng/l	Ja (som)	Laag	€€€
PIGE/TOF	Nee	Ja	2.000-5.000 ng/l	Ja (som)	Laag	€
TOP	Ja	Ja	2 ng/l	Ja (verdeling in ketenlengte)	Opkomend	€€€€

#### Uitloogproef

Omdat de detectiegrens van PFAS in grond bij normale PFAS analyses relatief hoog is (1-5 µg/kg, vergeleken met 1-10 ng/l in het water, 3 ordegroottes verschil), en het risico hoog op matrixstoringen bij analyses in grond met een zeer lage detectiegrens, is gezocht naar alternatieve manieren om PFAS te kunnen detecteren in lage concentraties.

Bij een aantal projecten in Duitsland bleken PFAS wel aangetroffen te worden in planten, maar werden ze niet boven detectieniveau aangetroffen in de grond. Hier zijn vervolgens uitloogproeven in de vorm van schudproeven (L/S = 10) uitgevoerd met water waarna het eluaat op dezelfde manier als (grond)water met HPLC-MSn is geanalyseerd op PFAS met een laag detectieniveau. Een dergelijke schudproef extraheert niet alle PFAS van de grond (water is niet het meest optimale extractiemiddel), maar doordat er een lagere detectiegrens mogelijk is in het water (eluaat), was wel goed aan te tonen waar zich verhoogde concentraties PFAS in de grond bevonden. Ook in Dordrecht bij een onderzoek van luchtdepositie van PFOA zijn schudproeven gebruikt. PFOA bindt matig aan de bodem, hierdoor kan het met water als extractiemiddel grotendeels vrijkomen. Bij het onderzoek naar het voorkomen van PFOA in Dordrecht zijn goede resultaten behaald met schudproeven.

De grondmengmonsters uit Dordrecht zijn eerst machinaal gehomogeniseerd. Van de gehomogeniseerde monsters zijn deelmonsters genomen die zijn gebruikt voor de schudproef. Tijdens de schudproef is 1 deel grond geschud met 10 delen water (L/S = 10). Het eluaat is gecentrifugeerd en gefiltreerd over een Mixed Cellulose Ester (MCE) Membrane Filter, waarna het eluaat op dezelfde wijze als het grondwater is geanalyseerd op 24 PFAS met een detectiegrens van 1 ng/l volgens de DIN 38407-F42 methode. De resultaten van de analyse van het schudwater kunnen omgerekend worden naar grond door met de L/S factor te vermenigvuldigen. Een aantal van de monsters zijn ook geanalyseerd bij de Vrije Universiteit met een lage detectiegrens, de resultaten van de verschillende wijzen van analyseren waren goed vergelijkbaar. Tijdens de schudproef is het merendeel van PFOA overgegaan van de bodem naar de waterfase. Voor de analyse op PFOA lijkt een schudproef daarom een geschikte methode. Bij (de lagere concentraties) PFOS was de relatie minder eenduidig. Dit is overigens in lijn met de resultaten uit voornoemde projecten in Duitsland waar eveneens is gebleken dat PFOS sterker bindt aan bodem. Of schudproeven daarom ook voor andere PFAS een goede methode zijn is niet zeker.



### 1.2.1 Voorbehandeling milieumonsters

Evenals voor het veldwerk geldt hier dat de monsters niet gefiltreerd mogen worden door middel van glasvezelfilters omdat veel PFAS de neiging hebben om aan glas te adsorberen. Voor filtratie (indien nodig) worden Mixed Cellulose Ester (MCE) membraan filters gebruikt.

### 1.2.2 Standaard analysemethode HPLC-MS-MS

De HPLC-MS-MS (ook wel LC-MS-MS of HPLC-MSn) methode is de meest gekozen en voor de hand liggende analyse, omdat deze de meest relevante, individuele PFAS verbindingen met een voldoende detectielimiet kan bepalen. De methode bestaat uit 3 stappen. Eerst worden de stoffen geëxtraheerd uit het water met vaste fase-extractie (SPE, solid phase extraction); vervolgens worden de verbindingen van de SPE geëluëerd en gescheiden met behulp van een HPLC (high pressure liquid chromatography) en als laatste gekwantificeerd met een MS-MS.

Tijdens SPE worden de polaire PFAS verbindingen geconcentreerd en zoveel mogelijk gescheiden van de verontreinigde en storende matrix. PFAS zonder polaire groep kunnen met deze methode dus niet geanalyseerd worden.

De scheiding van de verbindingen vindt plaats met een hoge druk vloeistof chromatograaf (HPLC). Over het algemeen komen kortere verbindingen eerder van de scheidingskolom dan langere verbindingen en vertakte isomeren eerder dan rechte isomeren. Het type functionele groep heeft ook invloed op de retentietijd. Vertakte PFOS elueert bijvoorbeeld dus eerder dan lineaire PFOS.

De monsters kunnen andere verbindingen bevatten die tijdens de meting interfereren. Door een meervoudige massaspectrometer (MSn) te gebruiken worden deze interferenties verminderd. Er kunnen echter ook bij MSn analyses interferenties voorkomen door soortgelijke stoffen die co-elueren met de te analyseren stoffen. Dit kan resulteren in verhoogde detectiegrenzen.

In combinatie met de vaste fase-extractie kan deze methode in principe gebruikt worden voor PFAS met een polaire functionele groep in het molecuul, bijvoorbeeld de verbindingen PFUnA, PFDoA, PFHpS, PFDS en 6:2 FTS. Op dit moment worden door de meeste commerciële laboratoria standaard 16-39 verbindingen geanalyseerd (zie tabel 2). Het aantal te analyseren PFAS wordt beperkt door de hoeveelheid beschikbare standaarden. Daarnaast kunnen verschillende andere polaire verbindingen met deze werkwijze worden geanalyseerd. Een voorbeeld hiervan zijn de telomeerzuren (afbraakmetabolieten van telomeeralcoholen) (Bayerisches Landesamt für Umwelt, 2012). Deze methode is echter nog niet in gebruik bij commerciële laboratoria.

De HPLC-MSn methode is geschikt om de polaire PFAS te analyseren in drinkwater, grondwater en oppervlaktewater met een detectieniveau van tot 0,65-1 ng/l per verbinding. In behandeld afvalwater ligt de detectiegrens voor PFAS iets hoger.

In grondmonsters worden door de meeste commerciële laboratoria door toepassing van de standaard methode detectiegrenzen van 1-5 µg/kg ds gehaald. Deze waarde is hoger dan de ondergrenswaarde van 0,1 µg/kg ds die voor PFOS en PFOA is voorgesteld door de provincie



Noord-Holland. Een aantal (universitaire) niet commerciële laboratoria en enkele commerciële laboratoria in het buitenland halen door toepassing van specifieke methoden lagere detectiegrenzen.

### 1.2.3 Analyse van andere PFAS

Een beperkt aantal precursors kan geanalyseerd worden met de HPLC-MSn methode. Telomeeralcoholen en andere niet-polaire PFAS kunnen niet worden geanalyseerd met de HPLC-MSn-methode, omdat deze verbindingen niet kunnen worden geconcentreerd met behulp van vaste fase-extractie. Voor deze verbindingen is gaschromatografie (GC-MS) geschikt omdat telomeeralcoholen vluchtiger zijn.

De GC-MS methode (gas chromatografie massaspectrometrie) is al met succes gebruikt voor de analyse van PFAS in afvalwater. De extractie en concentratie van de verbindingen kan worden uitgevoerd met vloeistof/vloeistof-extractie met MTBE. De werking van de massaspectrometer van de GC-MS is vergelijkbaar met die van de HPLC-MS-MS methode. Alleen wordt voor de chromatografie een gas gebruikt in plaats van een vloeistof. De detectiegrenzen tijdens de GC-MS waren 0,06 µg/l (6: 2 FTOH), 0,3 µg/l (8: 2 FTOH) en 0,6 µg/l (10: 2 FTOH). Met een gevoelige massaspectrometer kunnen deze detectie grenzen nog verlaagd worden.

### 1.2.4 Analyse van precursors buiten standaard pakket

Een precursor is een verbinding die het potentieel heeft om PFCA's of PFSA's te vormen. Vooral in brandblusschuim kunnen precursors voorkomen die niet met de reguliere standaard pakketten kunnen worden bepaald. In de reguliere PFAS analyse wordt maar een deel van de precursors geanalyseerd (bijvoorbeeld H4PFOS (=6:2 FTS), 8:2 FTS, PFOSA). Het merendeel van de precursors lijkt daarmee buiten het bereik van de chemische analyses te blijven en blijft daarmee onbekend of verborgen. Er zijn ruwweg twee manieren waarop de precursors toch min of meer zichtbaar kunnen worden gemaakt:

1. Totaal bepalingen organisch gebonden fluor (AOF, PIGE of TOF);
2. TOP analyse, waarbij vrijwel alle precursors worden afgebroken tot wel analyseerbare PFAA's

Daarnaast wordt in de academische wereld ook LC-QTOF-MS-MS gebruikt (Liquid Chromatography Quadrupole Time Of Flight mass spectrometry) waarmee individuele PFAS kunnen worden bepaald (bepaling massa en vergelijking spectra met spectra uit database). Deze methode wordt in de praktijk voor milieumonsters echter weinig toegepast.

#### Ad. 1. Totaal bepalingen organisch geboden fluor

Bij totaal bepalingen van fluor in het milieumonster is het belangrijk om de organisch gebonden fluor te bepalen en niet het vrije fluoride (F-) wat reeds aanwezig kan zijn in het milieumonster. Vrij fluoride is namelijk van nature reeds aanwezig in milieumonster in gehalten in die op kunnen lopen tot enkele honderden microgrammen per liter. PFAS bevatten organisch gebonden fluoride, wat aanwezig is in gehalten in de orde grootte van nanogrammen tot microgrammen per liter.





Bij een totaal bepaling van organisch fluor wordt geen onderscheid gemaakt in welk type verbinding aanwezig is. Het is een somparameter, waarbij de geanalyseerde hoeveelheid vrije fluoride vertaald dient te worden naar een totale hoeveelheid PFAS.

Er worden verschillende analysemethoden toegepast voor de bepaling van de totale hoeveelheid organisch gebonden fluor:

- Adsorbable organofluorine (AOF): Bij deze methode worden de organisch gebonden fluor bestanddelen uit het monster geëxtraheerd met behulp van actief kool waarna de totale hoeveelheid F wordt bepaald met combustion ion chromatography. De detectielimiet gaat tot circa 1 µg/L fluoride.
- Particle-induced gamma emission (PIGE) Spectroscopy, dit is een totaal organisch fluor methode. Bij deze methode worden eerst de organisch gebonden fluor bestanddelen uit het monster geëxtraheerd door solid phase extraction, waarna de totale hoeveelheid fluor gemeten wordt. Totaal fluor wordt gemeten met een detectie limiet van 2-5 µg/L fluoride. Het is relatief snelle en goedkope methode om te bepalen of er fluorverbindingen aanwezig zijn, maar de detectielimiet is vrij hoog.

## Ad. 2. TOP analyse

Door middel van de TOP analyse (total oxidizable precursors, ook wel TOPA genoemd) wordt een totale hoeveelheid PFAS bepaald die door natuurlijke processen in het milieu (onder andere biologische afbraak) omgezet kunnen worden in de standaard PFAS verbindingen die in het milieu niet verder afbreken. Het grote voordeel van de TOP analyse is dat ook de "verborgen" PFAS verbindingen worden gekwantificeerd, en dat inzicht wordt verkregen in de ketenlengte van de precursors.

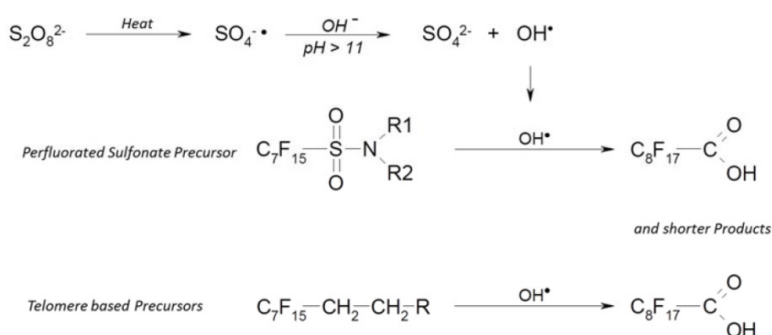
Arcadis heeft in samenwerking met ALcontrol in de UK (nu ALS) de TOP analyse ontwikkeld. Deze aanpak wordt meer en meer gebruikt om het brede spectrum van PFAS te kunnen analyseren. De TOP methode is een analyse waarbij eerst het basispakket PFAS wordt geanalyseerd met behulp van de standaard HPLC-MSn methode. Vervolgens wordt het monster geoxideerd met hydroxylradicalen en opnieuw geanalyseerd op het basispakket PFAS (Houtz en Sedlak, 2012). De oxidatiestap zet de precursors in het monster om in standaard PFAS verbindingen (voornamelijk perfluorcarboxylzuren), ofwel niet volledig gefluoreerde verbindingen worden omgezet in volledig gefluoreerde verbindingen die wel onderdeel uitmaken van de standaard analysepakketten. Bij de oxidatiestap worden door thermolyse van persulfaat hydroxyl radicalen gegenereerd. Door deze radicalen worden alle aanwezige functionele groepen omgezet in voornamelijk perfluorcarbonsuren en in mindere mate PFSA's. Deze overgebleven verbindingen kunnen gemakkelijk geanalyseerd worden met behulp van de standaardmethoden. Ter controle van de volledigheid van de oxidatiestap wordt C13-gelabeld 6:2 FTS aan het monster toegevoegd vóór oxidatie. Deze component dient na de oxidatiestap verdwenen te zijn.

Het monster wordt geanalyseerd voor en na oxidatie en de verandering in concentratie van PFAA's is indicatief voor de totale hoeveelheid en samenstelling van de precursors. Aanvullend onderzoek is nodig om te bepalen of alle precursors worden omgezet in perfluorcarbonsuren gedurende de hoge temperatuur oxidatie. Uit onderzoek blijkt al wel dat 62-100% van de precursoren in AFFF-



blusschuim worden omgezet (Houtz en Sedlak, 2012). Het is mogelijk om de effectiviteit van de voorbereidingsstap te controleren met behulp van analyse van totaal fluor.

De TOP analyse is momenteel beschikbaar in het Verenigd Koninkrijk, Australië, Duitsland en Canada, met een detectielimiet tot circa 2 ng/L (ppt). Deze methode is onder ontwikkeling bij meerdere laboratoria en is en wordt in Nederland volop toegepast bij het onderzoek op de meetlocaties in het kader van het Handelingskader PFAS. Op sommige locaties is daarbij vastgesteld dat de hoeveelheid gemeten van sommige individuele PFAS na oxidatie een veelvoud bedraagt van de hoeveelheid vóór oxidatie. Precursors kunnen onder natuurlijke omstandigheden afbreken tot volledig (per) gefluoreerde verbindingen; de gemeten milieumonsters bevatten een grotere potentie voor perfluorverbindingen dan zou worden gemeten met een standaard analyse.



**Figuur 2: Weergave van het afbraakproces van precursors tijdens de TOP analyse**

### 1.2.5 Normen en accreditatie

Wereldwijd is er een aantal normmethoden ontwikkeld om de bepaling van PFAS te standaardiseren. Alle normen gebruiken HPLC-MSn maar per methode is er verschil in het aantal stoffen dat geanalyseerd kan worden en welke matrix de methode toegepast kan worden.

#### ISO 25101:2009(E)

De internationale standaardmethode voor de bepaling van PFAS in water is de ISO norm: ISO 25101:2009(E) (Water quality – Determination of perfluorooctanesulfonate (PFOS) and perfluorooctanoate (PFOA) - Method for unfiltered samples using solid phase extraction and liquid chromatography/mass spectrometry). De methode beschrijft echter alleen de analyse van PFOS en PFOA.

#### US EPA Methode 537

In Amerika wordt voor drinkwater de US EPA Methode 537 gebruikt. (Method 537: Determination of selected perfluorinated alkyl acids in drinking water by solid phase extraction and liquid chromatography / tandem mass spectrometry (LC/MS/MS); EPA/600/R08/092). Met deze methoden kunnen 14 PFAS geanalyseerd worden.



## DIN 38407 en 38414

In Duitsland zijn er normen voor zowel de bepaling van PFAS in water als in slib, compost en grond. De DIN normen beschrijven de analyse van de meeste PFAS.

- DIN 38407-42:2011-03 (F 42) Analysis of selected perfluorinated compounds (PFC) in water – Method via high performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) after solid phase extraction (DIN, 2011a);
- Grond: DIN 38414-14 (S14) Analysis of selected perfluorinated compounds (PFC) in sludge, compost and soil – Method via high performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) (S14) (DIN, 2011b).

De (grond)watermonsters vallen in Nederland niet onder het accreditatieschema AS3000. Veel van de PFAS analyses voor de Nederlandse markt worden in Duitsland uitgevoerd conform de DIN 38407-42 norm.

### 1.2.6 Samenstelling analysepakketten en overige aandachtspunten

Vaak worden alleen PFOS en PFOA aangevraagd bij analyse, echter om een goed beeld van de aanwezigheid van PFAS te krijgen bestaan verschillende analysepakketten. Er zitten verschillen in de PFAS-pakketten van verschillende labs. In Tabel 2 is aangegeven welke stoffen onderdeel bij de meeste commerciële laboratoria in standaardpakketten geanalyseerd kunnen worden. Opgemerkt moet worden dat dit de huidige stand van zaken is (oktober 2017), en dat de gerapporteerde componenten afhankelijk zijn van het type pakket dat wordt aangevraagd. Aangeraden wordt om altijd de laatste informatie bij de laboratoria aan te vragen.

**Tabel 2: Analysepakketten verschillende laboratoria**

Stofnaam	Afkorting	Ketenlengte	In analysepakket?
<b>Perfluorcarbonzuren</b>			
Perfluorbutaanzuur	PFBA	4	Ja
Perfluorpentaanzuur	PFPeA	5	Ja
Perfluorhexaanzuur	PFHxA	6	Ja
Perfluorheptaanzuur	PFHpA	7	Ja
Perfluoroctaanzuur	PFOA	8	Ja
Perfluornonaanzuur	PFNA	9	Ja
Perfluordecaanzuur	PFDA	10	Ja
Perfluorundecaanzuur	PFUnA	11	Ja
Perfluordodecaanzuur	PFDoA	12	Meestal
Perfluortridecaanzuur	PFTDA	13	Meestal
Perfluortetradecaanzuur	PFTeDA	14	Meestal
<b>Perfluorsulfonzuren</b>			
Perfluorbutaansulfonzuur	PFBS	4	Ja
Perfluorpentaansulfonzuur	PFPeS	5	Soms



Perfluorhexaansulfonzuur	PFHxS	6	Ja
Perfluorheptaansulfonzuur	PFHpS	7	Soms
Perfluoroctaansulfonzuur	PFOS	8	Ja
Perfluordecaansulfonzuur	PFDS	10	Meestal

#### Precursors

7H-Dodecaanfluorheptaanzuur	HPFHpA	7	Soms
1H,1H,2H,2H-Perfluoroctaansulfonzuur	6:2 FTS/H4PFOS	8	Ja
Perfluoroctaansulfonamide	PFOSA	8	Meestal
3,7-Dimethylperfluoroctaanzuur	3,7-DMPFOA	8 (10)	Soms
2H,2H-Perfluordecaanzuur	H2PFDA	10	Soms
H4-Perfluordecaansulfonzuur	8:2 FTS	10	Meestal
2H,2H,3H,3H-Perfluorundecaanzuur	H4PFUnA	11	Soms
1H,1H,2H,2H-Perfluordodecaansulfonzuur	10:2 FTS	12	Soms

#### Overige

GenX (FRD 902 + FRD 903)	GenX / HFPO-DA		Op aanvraag
Total oxidizable precursors	TOP(A)		Op aanvraag

Overige zaken die bij bepaling en de evaluatie van de analyse van PFAS van belang zijn:

- Gevoeligheid voor invloeden van buitenaf: Bij de bemonstering en analyse van PFAS is het van belang om rekening te houden met de eigenschappen van de PFAS verbindingen. Sommige PFAS kunnen zich hechten aan glas, het gebruik van glas en glasvezelfilters in het lab wordt daarom afgeraden. PTFE en teflon materiaal in de monsterpotjes of de apparatuur kan zorgen voor verontreinigingen tijdens de analyse.
- Gelaagdheid in monsters: Door de oppervlakte actieve eigenschappen van PFAS kan in (grond)watermonsters gelaagdheid ontstaan, PFOA zit bijvoorbeeld graag op het grensvlak tussen lucht en water. Goed homogeniseren voor analyse is hierdoor erg belangrijk.
- Standaard bodem: De waarden uit de RIVM rapporten zijn voor PFOS gebaseerd op de Nederlandse standaard bodem met 10 % organische stof. Bij de beoordeling van de kwaliteit van een bodem moeten de gemeten waarden gecorrigeerd worden voor het organische stof gehalte.



## Bijlage A. Bemonsteringsprotocol

**NB. De kennis op het gebied van PFAS is in ontwikkeling. Het kan niet worden uitgesloten dat wijzigingen in dit protocol op zullen treden.**

<b>Bemonsteringsprotocol PFAS (versie 1.2 02-10-2017)</b>			
<b>Bemonsteringsmateriaal</b>			
<b>Niet gebruiken:</b>	<b>Waarom:</b>	<b>Wel gebruiken:</b>	<b>Bron:</b>
Teflon, Viton (bemonsteringsmateriaal, inlages in doppen, tape, spray etc.)	PFAS gebruikt bij productie	HDPE, PP (polypropyleen) voor bemonsteringspotten / flessen. Geen teflon inlage in dop!	1, 3
Teflon, Viton (bijvoorbeeld bailers)	PFAS gebruikt bij productie	Siliconenslang of LDPE slang voor bemonstering (geen LDPE of siliconen gebruiken voor bemonsteringsmateriaal, PFAS dringen er in door)	2, 3
Glas	PFAS hecht zich aan glas	HDPE, PP voor bemonsteringspotten / flessen	2, 3
Potten / flessen	Enkele PFAS kunnen omgezet worden onder invloed van licht	Donkere bemonsteringspotten / flessen van HDPE of PP	3
Reinigingsvloeistoffen gebaseerd op PFAS (bijvoorbeeld Decon 90)	Kan PFAS bevatten	Reinigen met water	1, 2
<b>Algemeen</b>			
<b>Verboden/voorzichtig zijn met:</b>	<b>Waarom:</b>	<b>Alternatief:</b>	<b>Bron:</b>
Vervluchtiging tijdens bemonstering	Enkele PFAS zijn vluchtig	Vervluchtiging voorkomen (geen steekbus nodig)	3
Nieuwe kleding	Kleding is veelal waterafstotend gemaakt met PFAS houdende middelen (Schotchgard)	Kleding minimaal 6 x wassen, liever geen wasverzachter gebruiken.	1, 2
Kleding/schoenen met Gore- Tex, Tyvek	Kan PFAS bevatten	Vermijd bemonsteren in de regen Gebruik LDPE, PVC kleding waar mogelijk	1, 2



Fastfood verpakkingspapier	Kan PFAS bevatten	Broodtrommel of plastic zakjes	1, 2
Post its	Kan PFAS bevatten	Standaard papier	1, 2
Waterproof papier of ander materiaal	Kan PFAS bevatten	Standaard papier of ander materiaal	1, 2
Chemische of gel ice packs	Kan PFAS bevatten	IJs in plastic zakken (dubbel verpakken) of icepacks verpakken in plastic zakken (dubbel verpakken)	1, 2
Zonnebrandcrème, muggenspray, handcrème, cosmetica	Kan PFAS bevatten	Cosmetica op (volledige) natuurlijke basis Contact met monstermateriaal voorkomen Handschoenen dragen	2, 3

**Bronnen:**

1. Interim Guideline on the Assessment and Management of PFAS, February 2016, Government of Western Australia, Department of Environment Regulation
2. Appendix E - Prohibited items for sampling. Final Quality Project Plan - PFC Release Determination at Multiple BRAC Bases. July 2014
3. Environmental fate and effects of poly- and perfluoroalkyl substances (PFAS). Concawe report no. 8/16, June 2016