

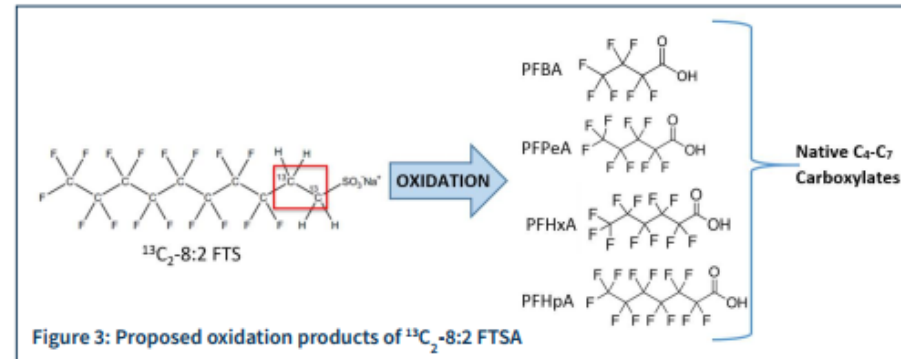
TOPA - stand van zaken

Griet Jacobs 18/10/2022

TOP assay (totaal oxideerbare precursor assay)

Principe

- De methode transformeert precursoren van perfluoralkaanzuren (bv. N-ethyl perfluorooctaansulfonamidoethanol (EtFOSE) of fluorotelomeer gebaseerde verbindingen zoals 6:2 FTS) tot persistente perfluoralkaanzuren (PFAAs) door oxidatie met hydroxyl radicalen



- De concentraties van de gebruikelijke target PFAS worden bepaald **voor en na oxidatie** en indien PFAA precursoren aanwezig zijn in het staal zullen de gemeten PFAA concentraties toenemen na oxidatie

TOP assay (totaal oxideerbare precursor assay)

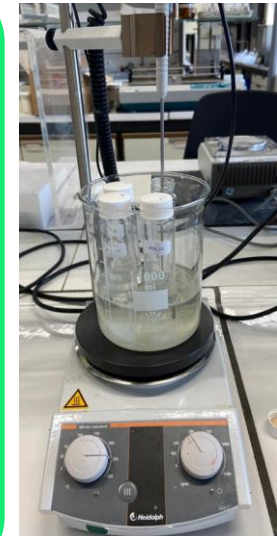
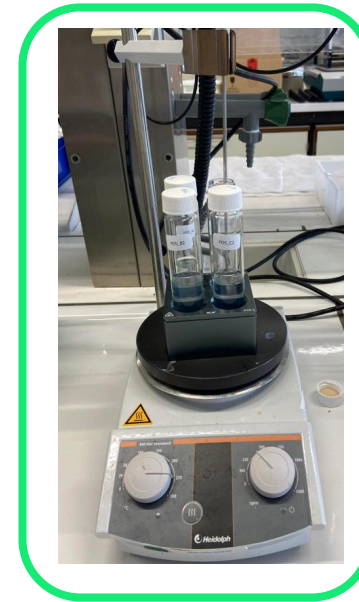
AANPAK

- Opstart van TOPA met positieve en negatieve controle
- Doel: methode onder controle krijgen!
 - Kritische punten
 - Geen reproduceerbare resultaten, verschil tussen batchen!
- Verschillende experimenten opgestart
- Evaluatie van de resultaten aan de hand van een positieve controle en negatieve controle

TOP assay (totaal oxideerbare precursor assay)

Methode - optimalisatie

- 2 types roerstaven worden getest -> goede menging te verzekeren
- Heating block wordt vergeleken met ww
- glazen Tube met Teflon inlage en zonder Teflon inlage



TOP assay (totaal oxideerbare precursor assay)

Methode - optimalisatie

- Breng 25 ml waterstaal in een recipiënt
- Voeg 2 g kaliumpersulfaat en 1.9 ml NaOH 10 N toe
- Controleer de pH, deze moet >12
- Sluit af, breng op 85°C en laat gedurende 6u reageren
- Neutraliseer met HCl tot pH 5-8
- Voeg 25 ml methanol toe, soniceer
- Neem een deelmonster van 1 ml, addeer met interne standaarden
- Analyseer met LC-MS/MS

TOP assay (totaal oxideerbare precursor assay)

Methode - optimalisatie

- Optimalisatie van de temperatuur
 - Standaardprocedure = 85°C
 - 87°C
 - 90°C (hoger is in praktijk niet mogelijk)
- Positieve controle (triplica)

	87°C	90°C	
%afname precursors	55%	35%	
%toename PFCA en PFOS	102%	205%	
%afname precursors in molariteit	50%	9%	
%toename PFCA en PFOS in molariteit	87%	218%	90°C is ok

Geen volledige afname van precursoren

TOP assay (totaal oxideerbare precursor assay)

Methode - optimalisatie

- Breng 25 ml waterstaal in een recipiënt
- Voeg 2 g kaliumpersulfaat en 1.9 ml NaOH 10 N toe
- Controleer de pH, deze moet >12
- Sluit af, breng op **90°C (+/-1°C KRITISCH)** en laat gedurende 6u reageren
- Neutraliseer met HCl tot pH 5-8
- Voeg 25 ml methanol toe, soniceer
- Neem een deelmonster van 1 ml, addeer met interne standaarden
- Analyseer met LC-MS/MS

Nog steeds geen volledige omzetting

TOP assay (totaal oxideerbare precursor assay)

Methode - optimalisatie

- 2 gram kaliumpersulfaat en 1.9 ml NaOH 10 N toe = originele protocol
- 2 gram kaliumpersulfaat en
 - 4 mL NaOH 10N (verduunning)
 - 2.8 mL NaOH 15N
- 5 gram kaliumpersulfaat en
 - 10 mL NaOH 10N
 - 2.8 mL NaOH 15N
 - 6.8 mL NaOH 15N
- 10 gram kaliumpersulfaat -> problemen met oplosbaarheid

Volledige omzetting!!!

TOP assay (totaal oxideerbare precursor assay)

Methode - finaal

- Breng 12.5 ml waterstaal in een recipiënt
- Voeg 2.5 g kaliumpersulfaat en 3.35 ml NaOH 15N toe
- Controleer de pH, deze moet >12
- Sluit af, breng op 90°C (+/-1°C) en laat gedurende 6u reageren
- Neutraliseer met HCl tot pH 5-8
- Voeg 12.5 ml methanol toe, soniceer
- Neem een deelmonster van 1 ml, addeer met interne standaarden
- Analyseer met LC-MS/MS



TOP assay (totaal oxideerbare precursor assay)

Vervolg

- Analyse van afvalwaters
- Validatie adhv replicate analyse (n=5) op een selectie AW
- Referentie monster TOPA (AQA)
- Voorstel WAC
- Proefronde 2023