

TOPA - STAND VAN ZAKEN

Griet Jacobs en Hendrik Van De Weghe

VERVOLG TOPA

- 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

NEGATIEVE CONTROLE

- Negatieve controle:
 - addeer 25 ml ultrapuur water met gebruikelijke PFAS (spike) voor rechtstreekse meting
 - sluit af, breng op 85°C en laat gedurende 6u reageren, met WWB roeren
 - voeg 25 ml methanol toe, soniceer
 - neem deelmonster van 1 ml, addeer met IS en analyseer

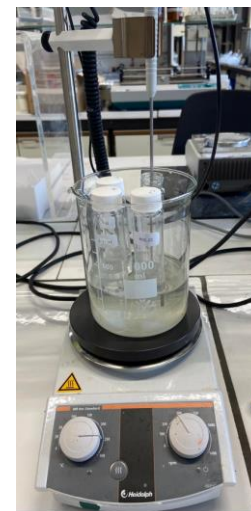
- No oxidation!

POSITIEVE CONTROLE

- Positieve controle:
 - addeer 25 ml ultrapuur water met gebruikelijke PFAS (spike) voor rechtstreekse meting
 - voeg 2 g kaliumpersulfaat en 4 ml NaOH 10 N toe
 - sluit af, breng op 85°C en laat gedurende 6u reageren, met **WWB schudden**; controleer de pH (pH \geq 12)
 - neutraliseer met HCl tot pH 5-8
 - voeg 25 ml methanol toe, soniceer
 - neem deelmonster van 1 ml, addeer met IS en analyseer
 - bepaal de terugvindingen van de precursoren (FOSAs, FOSAAs, FTS, PAPs, ADONA) tov. de negatieve controle en de spikewaarden; controleer ook deze van HFPO-DA en de F-53B verbindingen
 - bepaal de toenames van de PFCA gehalten (C4-C12)

EXPERIMENTEN

- Experiment 1: ww, schudden, glazen tube, zonder Teflon inlage
 - % afname precursor = 56%
 - % toename PFCA en PFOS = -10%
 - Omzetting is niet voldoende!
 - Schudden niet voldoende?
 - Afsluiting cap niet voldoende zonder Teflon inlage?
- Experiment 2: ww, roeren, glazen tube, zonder Teflon inlage
 - % afname precursor = 74%
 - % toename PFCA en PFOS = 73%
 - Omzetting niet voldoende, vb geen volledige omzetting van de FTS
 - Roeren is niet optimaal, water verdampt snel uit de beker

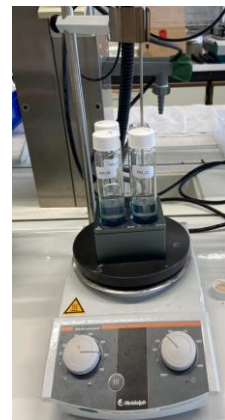


EXPERIMENTEN

- Experiment 3: wwb, roeren, glazen tube, zonder Teflon inlage
 - 2 types roerstaven worden getest -> goede menging te verzekeren



- Heating block wordt vergeleken met wwb
- glazen Tube met Teflon inlage en zonder Teflon inlage



PLANNING NA METHODE OPTIMALISATIE

- Analyse van afvalwaters
 - Met clean-up
 - SPE WAX (60 μ ipv 30 μ -> geen verstopping?)
 - Quechers (ref. BVM)
 - Verdunningen
 - Validatie adhv replicate analyse (n=5) op een selectie AW
 - Referentie monster TOPA (AQA)
 - Voorstel WAC
 - Proefronde 2023