Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

LUC/VI/003

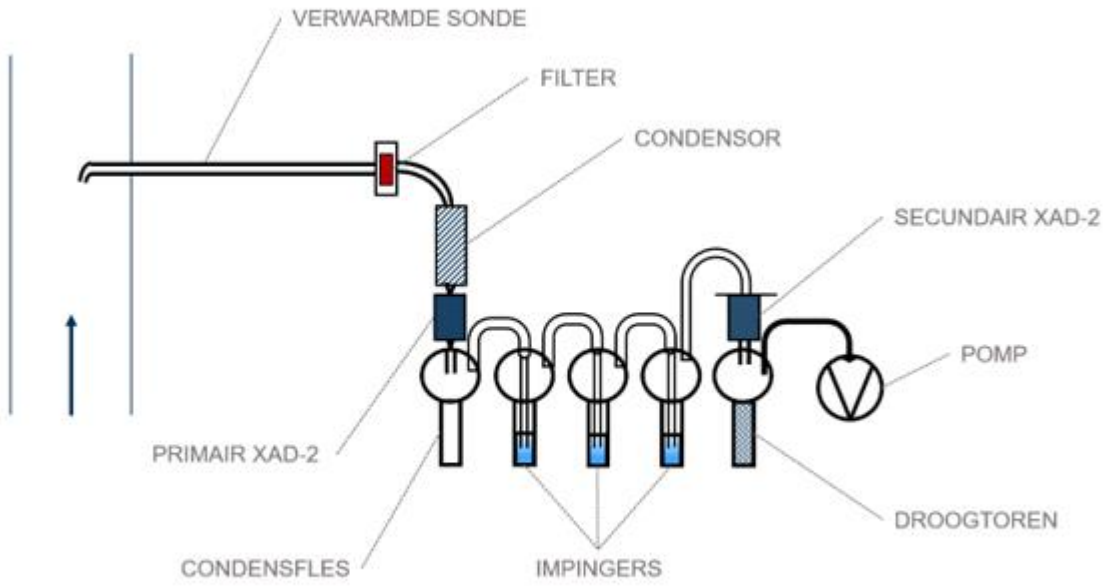
Griet Jacobs

vito

vito.be

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

Stalen



Figuur 1 Schematische weergave van OTM-45 bemonsteringstrein

FRACTIE	OTM-45
F1	Filter (1) + spoelsel sonde + Filterhouder (2)
F2	Spoelsel condensor (3) + condensfles (6)
F3	Primair XAD-2 (7)
F4	Condensaat (4) + water impingers (5) + spoelsel impingers (6)
F5	Secundair XAD-2 (7)

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

Additie van standaard recovery spike aan XAD2-1

- Toevoeging van recovery standaard aan XAD2-1
  - 13C3-PFBA (30 pg, 30 ng/mL -> 60 µL van 500 pg/µL oplossing in 1000 µL extract)
  - 13C8-PFOA (30 pg)
  - 13C8-PFOS (30 pg)

- -> in de toekomst verlaging naar 10 pg (owv praktische redenen -> gelijkstemming interne extractieprocedures, geen probleem naar LOQ)

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

Behandeling van analytische fracties

- Waterfractie
  - XAD2-1 -> Indien water aanwezig -> uitblazen onder stikstofstroom -> toevoegen aan het condensaat
  - Deelstaal van condensaat wordt toegevoegd met deelstaal (Vtot=50 mL) van het water impingers (v/v 50/50)
  - SPE extractie
- XAD2-1 en XAD2-2 -> extractie met alkalische methanol
- Spoelvloestof condenser en spoelvloeistof condensfles worden samengevoegd
- Spoelvloeistof van de filter en sonde -> gebruikt voor extractie van de filter
- Spoelsel van de impinger wordt samengevoegd met het eluaat na SPE extractie

Extractie en analyse

Extractie van F1 – filter + spoelsel sonde + filterhouder

- Breng de filter en een PP buis (50 mL)
- Addeer IS (5 pg, 5 ng/mL -> 10 µL van 500 pg/µL oplossing in 1000 µL extract)
- Gebruik het spoelsel (sonde + filterhouder) als extractiesolvent (indien teveel -> rest opzij houden en rest toevoegen na extractie)
- Vortexen
- 1u soniceren (4x opschudden)
- Volledig extract wordt ingenomen
  - -> indampen tot 500 µL + 500 µL Methanol (Vextract = 1 mL)-> analyse

- QA/QC –> procedure blanco filter -> LOQ

Extractie en analyse

Extractie van F2 – spoelsel condenser en condensfles

- Spoelsels worden apart gehouden owv potentieel hoge gehaltes en om de PFAS te localiseren
  - Samenvoegen van de 2 fracties (alkalische methanol)
  - Addeer IS (5 pg, 5 ng/mL -> 10 µL van 500 pg/µL oplossing in 1000 µL extract)
  - volledig extract wordt ingenomen
    - -> indampen tot 500 µL + 500 µL Methanol (Vextract = 1 mL)-> analyse

- QA/QC –> procedure blanco solvent -> LOQ

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

Extractie van F3 en F5 – primair XAD2-1 en secundair XAD2-2

- XAD2-1
- Water verwijderen -> uitblazen onder stikstof (nvt voor XAD2-2)
- Additie van IS (5 pg, 5 ng/mL -> 10 µL van 500 pg/µL)
- Toevoeging van +/- 75 mL MeOH (4% NH3)
- 1u soniceren (4x opschudden)
- Volledig extract wordt ingenomen
  - -> indampen tot 500 µL + 500 µL Methanol (Vextract = 1 mL)-> analyse

- QA/QC –> procedure blanco XAD2-1-> LOQ
- QA/QC -> additie XAD2-1 (natieve cpds) -> terugvinding

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

Extractie van F4 - condensaat (+water XAD2-1) + water impingers + spoelsel impingers

- 2x 25 mL (condensaat en impigner water)
- Addeer met IS (5 pg, 5 ng/mL -> 10 µL van 500 pg/µL oplossing in 1000 µL extract)
- SPE (WAX 150 mg/6 cc Waters)
  - conditionering
    - Met 4 mL 0.1% NH4OH/MeOH
    - Met 4 mL MeOH
    - Met 4 mL water
  - Staallading (50 mL)
  - Elutie
    - 5 mL MeOH
    - 5 mL 0.1% NH4OH/MeOH
  - Combineer het eluaat met het spoelsel van de impingers
  - Finaal volume = 1 mL (factor 50)
  - Opwerking conform: https://reflabos.vito.be/2022/WAC_IV_A_025.pdf

- QA/QC –> procedure blanco ultrapuur water ->LOQ

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

LC-MS/MS Analyse

- Conform WAC/IV/A/025
  - https://reflabos.vito.be/2022/WAC_IV_A_025.pdf
  - Met toevoeging van sample recovery standaarden in kalibratiereeks -> kwantificatie
    - 13C3-PFBA
    - 13C8-PFOA
    - 13C8-PFOS

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

QA/QC

- QA/QC volgens WAC/IV/A/003 en WAC/IV/A/025
  - lineariteit, meetbereik, retentietijd, ionenratio, procedure blanco, drift, onafhankelijke controlestd
  - https://reflabos.vito.be/2021/WAC_VI_A_003.pdf
- Bijkomende checks:
  - Recovery IS (30% - 100%) -> correctie LOQ
  - Spike recovery van natieve componenten XAD2-1 -> controlekaart
  - Procedureblanco/fractie (#5) –> bepaling van LOQ
    - 2*waarde proc blanco (indien hoger dan LOQ van de methode)
  - Recoveries (relatief) van de sample recovery standaarden
    - 70% - 130 % = ok
    - 50% - 70% = niet ok maar nog steeds aanvaardbaar
    - <50% = niet ok -> nagaan waarom en resultaten worden niet gerapporteerd (herbemonstering en analyse)

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

QA/QC – recoveries IS en spike XAD2

- Bijkomende checks:
  - Recovery IS (30% - 100%) -> correctie LOQ
  - Recovery spike XAD2-1 -> controlekaart (70%-130%=OK) -> indien niet ok -> indicatief resultaat of geen rapportage (afh. van de oorzaak)

	PFPrA	PFBA	PFPeA	PFHxA	PFHpA	L-PFOA	T-PFOA	PFNA	PFDA	PFUnDA	PFDoDA	PFTrDA	PFTeDA	PFHxDA	PFODA	PFPrS	PFBS	PFPeS	L-PFHxS	T-PFHxS	PFHpS	L-PFOS	T-PFOS	PFNS	PFDS	PFUnDS	PFDoDS	PFTrDS
	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sampl
R9642	-3938%	91%	92%	111%	86%	112%	117%	96%	108%	117%	109%	97%	97%	96%	41%	60%	99%	92%	100%	100%	103%	91%	89%	89%	86%	83%	52%	41%
R9698	-2079%	-771%	65%	148%	81%	90%	90%	84%	127%	114%	101%	114%	83%	83%	10%	102%	115%	80%	103%	104%	92%	91%	86%	85%	75%	63%	59%	48%
R9784	-36233%	-398%	87%	114%	118%	92%	92%	112%	108%	110%	115%	180%	107%	106%	107%	78%	124%	104%	132%	135%	131%	123%	125%	116%	99%	95%	94%	99%

	4:2FTS	6:2FTS	8:2FTS	10:2FTS	PFBSA	MePFBSA	MePFBSA/	L-PFHxSA	T-PFHxSA	L-PFOSA	T-PFOSA	L-MePFOS	T-MePFOS	L-EtPFOSA	T-EtPFOSA	PFOSAA	L-MePFOS	T-MePFOS	L-EtPFOSA	T-EtPFOSA	PFDSA	6:2PAP	8:2PAP	6:2diPAP	6:2/8:2diP	8:2diPAP	HFPO-DA	ADONA	PFECHS	9Cl-PF3ON	11Cl-PF3O
	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sampl
R9642	95%	87%	91%	-	69%	-	94%	96%	96%	95%	95%	-	-	-	-	NA	106%	106%	100%	100%	90%	NA	NA	97%	97%	88%	73%	90%	81%	90%	93%
R9698	88%	99%	78%	91%	104%	42%	79%	96%	96%	92%	92%	72%	74%	83%	85%	NA	99%	99%	88%	88%	72%	NA	NA	89%	90%	79%	65%	77%	84%	88%	73%
R9784	115%	110%	111%	115%	86%	128%	80%	121%	121%	116%	116%	108%	108%	113%	113%	NA	120%	120%	111%	116%	98%	NA	NA	110%	185%	102%	64%	101%	86%	115%	98%

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

QA/QC – LOQ/fractie

- Procedureblanco/fractie –> bepaling van LOQ
  - Per fractie bekijken (spoelsel, water, XAD2-1, XAD2-2 en filter)
  - 2*waarde proc blanco (indien hoger dan LOQ van de methode)
  - Gehalte in het monster moet min. 2x hoger liggen dan de procedure blanco -> kwantitatief resultaat
  - Voornamelijk van toepassing op XAD2

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

QA/QC – LOQ/fractie

Customer-ID	PFPrA	PFBA	PFPeA	PFHxA	PFHpA	L-PFOA	T-PFOA	PFNA	PFDA	PFUnDA	PFDoDA	PFTrDA	PFTeDA
	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample
R9784_PBL_impinger	0.81	<0.06	<0.06	<0.06	<0.05	<0.05	<0.05	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
R9784_PBL_filter	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	0.075	0.079	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
R9784_PBL_spoelsel	0.41	0.13	<0.05	<0.06	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.06
R9784_PBL_XAD2	**2300**	**18**	1.2	1.1	<0.08	3.8	3.7	0.48	0.83	**0.25**	0.39	0.35	0.37

PFHxDA	PFODA	PFPrS	PFBS	PFPeS	L-PFHxS	T-PFHxS	PFHpS	L-PFOS	T-PFOS	PFNS	PFDS	PFUnDS	PFDoDS	PFTrDS
ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample
<0.1	<0.1	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
<0.1	<0.1	<0.06	<0.06	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
0.26	0.13	<0.2	0.27	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	1	1.6	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1

4:2FTS	6:2FTS	8:2FTS	10:2FTS	PFBSA	MePFBSA	MePFBSAA	L-PFHxSA	T-PFHxSA	L-PFOSA	T-PFOSA	L-MePFOSA	T-MePFOSA	L-EtPFOSA	T-EtPFOSA	PFOSAA
ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample
<0.06	<0.05	<0.06	<0.06	<0.08	-	<0.06	<0.08	<0.08	<0.08	<0.08	-	-	-	-	NA
<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.09	<0.1	<0.05	<0.09	<0.09	<0.09	<0.09	<0.1	<0.1	0.11	0.19	NA
<0.06	<0.05	<0.05	<0.05	-	-	<0.05	-	-	-	-	-	-	-	-	NA
<0.04	**<0.02**	<0.03	<0.06	<0.1	**<0.2**	<0.05	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	**<0.2**	**<0.2**	**<0.2**	**<0.2**	NA

L-MePFOSAA	T-MePFOSAA	L-EtPFOSAA	T-EtPFOSAA	PFDSA	6:2PAP	8:2PAP	6:2diPAP	6:2/8:2diPAP	8:2diPAP	HFPO-DA	ADONA	PFECHS	9Cl-PF3ONS	11Cl-PF3OUnDS	BPAF
ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample	ng/sample
<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.08	NA	NA	<0.07	<0.07	<0.06	<0.4	<0.05	<0.05	<0.06	<0.06	<0.06
<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.09	NA	NA	<0.06	<0.06	**<0.02**	<0.5	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	-	NA	NA	<0.07	<0.07	**<0.2**	<0.4	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.06
<0.05	<0.05	<0.06	<0.06	<0.1	NA	NA	<0.06	<0.06	<0.03	<0.3	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1

Waarde*2 = LOQ -> 2300*2=4600

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

QA/QC - recoverystandaarden

- Recoveries (relatief) van de sample recovery standaarden
  - 70% - 130 % = ok
  - 50% - 70% = niet ok maar nog steeds aanvaardbaar
  - <50% = niet ok -> nagaan waarom en resultaten worden niet gerapporteerd (herbemonstering en analyse)

ABSOLUTE RECOVERIES OF SAMPLING STANDARDS			
Fieldblanl	13C3 PFBA	13C8 PFOA	13C8 PFOS
R8357	72%	84%	64%
R9117	40%	80%	63%
R9178	88%	68%	72%
R9292	50%	129%	98%
R9402	42%	91%	77%
average	58%	90%	75%
stdev	21%	23%	14%
RSD	36%	25%	19%

CORRECTED ABSOLUTE RECOVERIES OF SAMPLING STANDARDS			
Fieldblanl	13C3 PFBA	13C8 PFOA	13C8 PFOS
R8357	92%	96%	74%
R9117	90%	101%	65%
R9178	88%	68%	72%
R9292	90%	113%	91%
R9402	86%	87%	72%
average	89%	93%	75%
stdev	2%	17%	10%
RSD	3%	18%	13%

ABSOLUTE RECOVERIES OF SAMPLING STANDARDS			
Sample	13C3 PFBA	13C8 PFOA	13C8 PFOS
R8357	56%	49%	92%
R8357	15%	55%	112%
R8357	27%	47%	91%
R8357	20%	46%	94%
R9178	22%	44%	121%
R9292	10%	144%	131%
R9292	31%	125%	137%
R9402	0%	2%	29%
R9402	4%	21%	87%
average	20%	59%	99%
stdev	17%	47%	34%
RSD	81%	79%	34%

CORRECTED ABSOLUTE RECOVERIES OF SAMPLING STANDA			
Sample	13C3 PFBA	13C8 PFOA	13C8 PFOS
R8357	89%	85%	93%
R8357	46%	63%	100%
R9117	95%	104%	104%
R9117	79%	97%	99%
R9178	88%	73%	97%
R9292	98%	128%	114%
R9292	73%	104%	118%
R9402	16%	85%	90%
R9402	93%	87%	76%
average	73%	92%	102%
stdev	28%	20%	10%
RSD	39%	22%	10%

100 million times dilution -> very heavy matrix!

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

Meetonzekerheden en Indicatieve cpds

Component/Compound	Afkorting/Abbreviation	CAS nummer/number	13C-IS ja/nee yes/no	U (*k=2*)	schouw (varia)
perfluor-n-propaanzuur perfluoro-n-propanoic acid	PFPrA	422-64-0	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-butaanzuur perfluoro-n-butanoic acid	PFBA	375-22-4	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-pentaanzuur perfluoro-n-pentanoic acid	PFPeA	2706-90-3	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-hexaanzuur perfluoro-n-hexanoic acid	PFHxA	307-24-4	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-heptaanzuur perfluoro-n-heptanoic acid	PFHpA	375-85-9	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-octaanzuur (lineair) perfluoro-n-octanoic acid (linear)	PFOA	335-67-1	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluoroctaanzuur (totaal) perfluorooctanoic acid (total)	PFOAtotaal	-	-	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-nonaanzuur perfluoro-n-nonanoic acid	PFNA	375-95-1	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-decaanzuur perfluoro-n-decanoic acid	PFDA	335-76-2	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-undecaanzuur perfluoro-n-undecanoic acid	PFUnDA	2058-94-8	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-dodecaanzuur perfluoro-n-dodecanoic acid	PFDoDA	307-55-1	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-tridecaanzuur perfluoro-n-tridecanoic acid	PFTrDA	72629-94-8	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-tetradecaanzuur perfluoro-n-tetradecanoic acid	PFTeDA	376-06-7	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-hexadecaanzuur perfluoro-n-hexadecanoic acid	PFHxDA	67905-19-5	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-octadecaanzuur perfluoro-n-octadecanoic acid	PFODA	16517-11-6	nee no	<50%	Niet geanalyseerd/Not Analyzed
perfluor-n-propaansulfonzuur perfluoro-n-propanesulfonic acid	PFPrS	423-41-6	nee no	<50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-butaansulfonzuur perfluoro-n-butanesulfonic acid	PFBS	375-73-5	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-pentaansulfonzuur perfluoro-n-pentanesulfonic acid	PFPeS	2706-91-4	nee no	>50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-hexaansulfonzuur (lineair) perfluoro-n-hexanesulfonic acid (linear)	PFHxS	355-46-4	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluorhexaansulfonzuur (totaal) perfluorohexanesulfonic acid (total)	PFHxStotaal	-	-	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-heptaansulfonzuur perfluoro-n-heptanesulfonic acid	PFHpS	375-92-8	nee no	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-octaansulfonzuur (lineair) perfluoro-n-octanesulfonic acid (linear)	PFOS	1763-23-1	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluoroctaansulfonzuur (totaal) perfluorooctanesulfonic acid (total)	PFOStotaal	-	-	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-nonaansulfonzuur perfluoro-n-nonanesulfonic acid	PFNS	68259-12-1	nee no	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-decaansulfonzuur perfluoro-n-decanesulfonic acid	PFDS	335-77-3	nee no	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-undecaansulfonzuur perfluoro-n-undecanesulfonic acid	PFUnDS	749786-16-1	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-dodecaansulfonzuur perfluoro-n-dodecanesulfonic acid	PFDoDS	79780-39-5	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-tridecaansulfonzuur perfluoro-n-tridecanesulfonic acid	PFTrDS	791563-89-8	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
4:2 fluortelomeersulfonzuur 4:2 fluorotelomer sulfonic acid	4:2 FTS	757124-72-4	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

Meetonzekerheden en

Indicatieve cpds

6:2 fluortelomeersulfonzuur 6:2 fluorotelomer sulfonic acid	6:2 FTS	27619-97-2	ja yes	<50%	Indicatief resultaat/indicative result
8:2 fluortelomeersulfonzuur 8:2 fluorotelomer sulfonic acid	8:2 FTS	39108-34-4	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
10:2 fluortelomeersulfonzuur 10:2 fluorotelomer sulfonic acid	10:2 FTS	120226-60-0	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-butaansulfonamide perfluoro-n-butanesulfonamide	PFBSA	30334-69-1	nee no	<50%	UPLC-MS/MS
N-methylperfluor-n-butaansulfonamide N-methylperfluoro-n-butanesulfonamide	MePFBSA	68298-12-4	nee no	<50%	Indicatief resultaat/indicative result
2-N-methylperfluor-n-butaansulfonamide azijnzuur 2-(N-methylperfluoro-n-butanesulfonamido)acetic acid	MePFBSAA	159381-10-9	nee no	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-hexaansulfonamide perfluoro-n-hexanesulfonamide	PFHxSA	41997-13-1	nee no	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-n-octaansulfonamide (lineair) perfluoro-n-octanesulfonamide (linear)	PFOSA	754-91-6	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
perfluoroctaansulfonamide (totaal) perfluorooctanesulfonamide (total)	PFOSAtotaal	-	-	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
N-methylperfluor-n-octaansulfonamide (lineair) N-methylperfluor-n-ooctanesulfonamide (linear)	MePFOSA	31506-32-8	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
N-methylperfluoroctaansulfonamide (totaal) N-methylperfluorooctanesulfonamide (total)	MePFOSAtotaal	-	-	>50%	UPLC-MS/MS
N-ethylperfluor-n-octaansulfonamide (lineair) N-ethylperfluoro-n-octanesulfonamide (linear)	EtPFOSA	4151-50-2	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
N-ethylperfluoroctaansulfonamide (total) N-ethylperfluorooctanesulfonamide (total)	EtPFOSAtotaal	-	-	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-octaansulfonamido azijnzuur perfluoro-n-octanesulfonamido acetic acid	PFOSAA	2806-24-8	nee no	NA	Niet geanalyseerd/Not Analyzed
2-(N-methylperfluor-n-octaansulfonamido)azijnzuur (lineair) 2-(N-methylperfluoro-n-octanesulfonamido)acetic acid (linear)	MePFOSAA	2355-31-9	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
2-(N-methylperfluoroctaansulfonamido)azijnzuur (totaal) 2-(N-methylperfluorooctanesulfonamido)acetic acid (total)	MePFOSAAtotaal	-	-	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
2-(N-ethylperfluor-n-octaansulfonamido)azijnzuur (lineair) 2-(N-ethylperfluoro-n-octanesulfonamido)acetic acid (linear)	EtPFOSAA	2991-50-6	ja yes	<50%	UPLC-MS/MS
2-(N-ethylperfluor-n-octaansulfonamido)azijnzuur (totaal) 2-(N-ethylperfluoro-n-octanesulfonamido)acetic acid (total)	EtPFOSAAtotaal	-	-	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
perfluor-n-decaansulfonamide perfluoro-n-decanesulfonamide	PFDSA	Not available	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
6:2 fluortelomeerfosfaat monoester 6:2 fluorotelomerphosphate monoester	6:2 PAP	57678-01-0	ja yes	NA	Niet geanalyseerd/Not Analyzed
8:2 fluortelomeerfosfaat monoester 8:2 fluorotelomerphosphate monoester	8:2 PAP	57678-03-2	ja yes	NA	Niet geanalyseerd/Not Analyzed
6:2 fluortelomeerfosfaat diester 6:2 fluorotelomerphosphate diester	6:2 diPAP	57677-95-9	ja yes	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
6:2/8:2 fluortelomeerfosfaat diester 6:2/8:2 fluorotelomerphosphate diester	6:2/8:2 diPAP	943913-15-3	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
8:2 fluortelomeerfosfaat diester 8:2 fluorotelomerphosphate diester	8:2 diPAP	678-41-1	ja yes	>50%	UPLC-MS/MS
perfluor-2-propoxypropaanzuur perfluoro-2-propoxypropanoic acid	HFPO-DA	13252-13-6	nee no	<50%	UPLC-MS/MS
4,8-dioxa-3H-perfluornonaanzuur 4,8-dioxa-3H-perfluorononanoic acid	DONA	919005-14-4	nee no	<50%	UPLC-MS/MS
perfluor-4-ethylcyclohexaansulfonzuur perfluoro-4-ethylcyclohexane sulfonic acid	PFECHS	646-83-3	nee no	<50%	UPLC-MS/MS
9-chloorhexadecafluor-3-oxanonaan-1-sulfonzuur (F-53B Major) 9-chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonic acid (F-53B Major)	9Cl-PF3ONS	756426-58-1	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result
11-chlooreicosafluor-3-oxaundecaan-1-sulfonzuur (F-53B Minor) 11-chloroeicosafluoro-3-oxaundecane-1-sulfonic acid (F-53B Minor)	11Cl-PF3OUnDS	763051-92-9	nee no	>50%	Indicatief resultaat/indicative result

vito

vito.be

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

Enkele opmerkingen/bedenkingen

- Recovery IS voor PFDoDA, PFTeDA en PFHxDA (lange ketens blijven kleven) <30%
- IS recovery voor PFOSA, MePFOSA en EtPFOSA <30%
- IS recovery voor 8:2diPAP en 6:2diPAP <30%
- 10:2 FTS heeft eigen IS nodig (toegevoegd aan de methode)

- 2 effecten hebben invloed
  - Kleven aan de wand (monstername recipient, andere recipiënten, manier van spoelen)
  - Indampen (niet tot droog -> verlies van PFOSA, MePFOSA en EtPFOSA?)
    - -> experimenten zijn lopende -> werkgroep water

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

Enkele opmerkingen/bedenkingen

Matrix supressie (low recovery van de IS) is vaak aanwezig in XAD2 -> extra clean-up nodig

- Experimenten zijn lopende
  - SPE WAX
  - Aktieve kool clean-up
  - Combinatie AK en WAX
  - Quechers

Analytische validatie, scope & meetonzekerheid

vervolg

- Validatie-experimenten zijn ingepland -> VITO
- Afbakening van de scope -> indicatieve/kwantitatieve componenten indelen op basis van de validatie-experimenten (conformatie van de QC/QA meetonzekerheid)
- Matrix supressie (low recovery van de IS) is vaak aanwezig in XAD2 -> extra clean-up nodig
  - Experimenten zijn lopende
    - SPE WAX
    - Aktieve kool clean-up
    - Combinatie AK en WAX
    - Quechers

Extractie en analyse

Vragen?