



Laboratoriets PFAS-analyser

Krav, forventninger og udvikling

Laila Schou Poulsen

ATV vintermøde 9. marts 2022



- **41 år**
- **Uddannet cand. scient. i kemi fra Aarhus Universitet**
 - ✓ Speciale i organisk elektrokemi og overfladekemi
- **Arbejdet ved Eurofins Miljø i 14 år**
 - ✓ Kemiker i afd. for forurenset jord, 7,5 år
 - ✓ Afdelingsleder i afd. for forurenset jord, 1,5 år
 - ✓ Afdelingsleder i afd. for organiske mikroforurenninger, 5 år



25 områder kan udgøre sundhedsrisiko grundet PFAS

Samfund 18. nov. Gem artikel

Drikkevand i hele landet → kræftfremkaldende stoffer

17. sep. 2021, 17:00 | f | t | e-mail

Se om du bor tæt på en PFOS-forurennet grund

PLUS. 30. aug. 2021

Efter Niras-rapport: Jord og vand vil være fyldt med fluorstoffer i mange år

Slagelse Kommune har sat en stopper for den værste udsivning af fluorstoffer til havet. Men i kolonihaver, jord, grund- og overfladevand findes det stadig i høje koncentrationer.

PFAS: The Forever Chemical

Efter Niras-rapport: Jord og vand vil være fyldt med fluorstoffer i mange år

Slagelse Kommune har sat en stopper for den værste udsivning af fluorstoffer til havet. Men i kolonihaver, jord, grund- og overfladevand findes det stadig i høje koncentrationer.

Kenneths familie spiste PFOS-forurennet kød i 15 år:
»Tankerne kværner, og folk er bange«

"PFAS-sagen" – skærpede krav



Skærpede krav til per- og polyfluoralkyl stoffer (PFAS)



Miljøministeriet
Miljøstyrelsen

Skærpede krav til PFAS-stoffer i drikkevand

Miljøstyrelsen sænker grænseværdien for PFAS-stoffer i drikkevand efter anbefaling fra Det Europæiske Fødevareagentur.

Fremover vil myndighederne stille strengere krav til PFAS-indhold i jorden.



Miljøstyrelsen anbefaler loft over PFAS i spildevandsslam

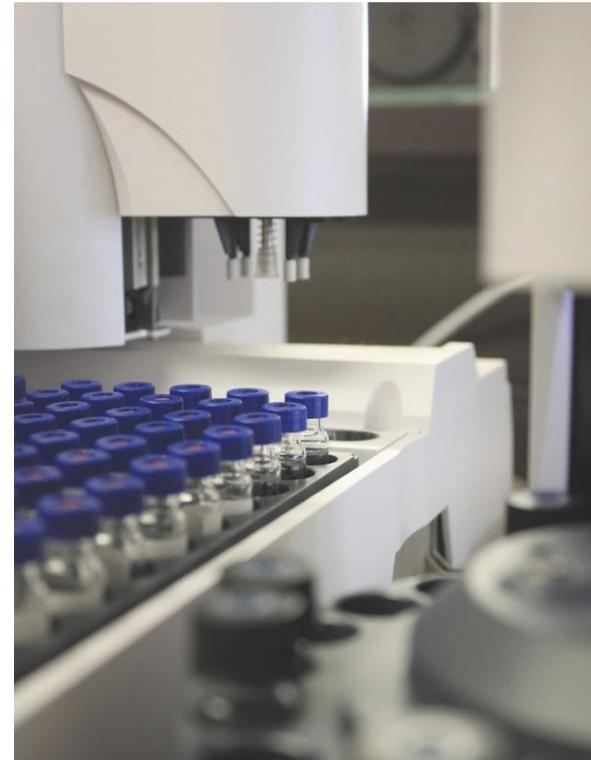


Den nye vejledende grænseværdi skal beskytte landbrugets marker mod PFAS-forurening fra spildevandsslam.

- Afklaring af behov for analyser
- Afklaring af nuværende formåen i fht. nye krav
- Dialogen med svenske eksperter
- Metodeudvikling/-optimering og efterfølgende akkreditering



- Høj følsomhed
- God selektivitet, præcision og nøjagtighed
- Sikker identifikation (isomerer undtaget)
- Mulighed for meget lave detektionsgrænser
- Mulighed for kombination med SPE for endnu bedre følsomhed og endnu lavere detektionsgrænser
- Man finder kun det, man leder efter (targetanalyse)



- **Kontaminering/blindværdier**
 - ✓ Prøvetagningsudstyr og emballage
 - ✓ Analyseinstrumentet
- **Følsomhed**
 - ✓ Matrix-effekter – genfinding af intern standard
 - ✓ Stiller store krav til analysemетодer og instrumenter
- **Mængden af potentielle analytter**
 - ✓ Der forefindes kun referencestoffer på op mod et par hundrede forskellige PFAS
 - ✓ Endnu færre interne standarder

- **Stabile analytter**

- ✓ Ingen analysefrist
- ✓ Ingen konservering af prøver

- **Nemme at genfinde**

- ✓ Ekstraheres let
- ✓ Opkoncentreres let

Rapportering af resultater

eurofins

Eurofins Miljø A/S
Ladeklevvej 85
6600 Vejen
Dansk
Telefon: 7022 4266
CVR-NAT: DK-2884 8196

Rapportnr.: [REDACTED]
Batchnr.: [REDACTED]
Kundenr.: [REDACTED]
Modt. dato: 01.12.2021

Analyserapport

Sagsnr.: [REDACTED] Lokalitetsnr.: [REDACTED]

Sagsnavn: [REDACTED]

Prætype: Grundvand

Prætager: [REDACTED]

Præudtagning: 01.12.2021

Analyseperiode: 01.12.2021 - 10.12.2021

Præmerke:

Lab prævn: [REDACTED] Enhed DL Metode

* Urel (%)

PFAS-forbindelser

PFBA (Perfluorbutansyre)	1.2	ng/l	0.6	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFBS (Perfluorbutansulfonsyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFPeA (Perfluorpentansyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFPeS (Perfluorpentansulfonsyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFHxA (Perfluorhexansyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFHxS (Perfluorheptansulfonsyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFHpA (Perfluoroktansyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFHpS (Perfluorooctansulfonsyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFCoA (Perfluoroktansyre)	0.31	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFCoS (Perfluoroktansulfonsyre)	<0.20	ng/l	0.2	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
6.2 FTs (Fluorotelomersulfonat)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFOSA (Perfluoroktaunsulfonat)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFNA (Perfluoronansyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFNS (Perfluoromansulfonsyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFDA (Perfluordekanatsyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFDS (Perfluordekanatsulfonsyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFUnDS (Perfluorundekansulfonsyre)	<1.0	ng/l	1	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFUnDA (Perfluorundekansyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFDsDA (Perfluordodekanatsyre)	<0.30	ng/l	0.3	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PFDsDS (Perfluordodekanatsulfonsyre)	<1.0	ng/l	1	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PTfIDS (Perfluortridekanatsulfonsyre)	<1.0	ng/l	1	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
PTfIDA (Perfluortridekanatsyre)	<1.0	ng/l	1	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A 29
Sum af PFAS 4 excl. LOQ	0.31	ng/l	0.2	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A
Sum af PFAS	1.5	ng/l	0.2	DIN38407-42 mod. LC-MS/MS	A

Underleverandør:
A: Eurofins Food & Feed Testing Sweden (Ljköping) (ISO/IEC 17025:2017 SWEDAC 1977)

DL: Detektionsgrænse

Urel (%): Ekspanderede relative måleusikkerhed med dækningsfaktor 2. For resultater på detektionsgrænseniveau kan usikkerheden være større end oplyst på rapporten.

Urel (%): Ekspanderede relative måleusikkerhed med dækningsfaktor 2. For resultater på detektionsgrænseniveau kan usikkerheden være større end oplyst på rapporten.

Præudtagning:
<: mindre end
>=: større end
#: parametre er påvist

*: ikke omfattet af akkrediteringen
U: ikke udvist
I: ikke i præsent

Urel (%): Ekspanderede relative måleusikkerhed med dækningsfaktor 2. For resultater på detektionsgrænseniveau kan usikkerheden være større end oplyst på rapporten.

Præningsresultaterne gælder udelukkende for deje undersøgelse præneden. Rapporten må ikke gengives, undtagen i sin helhed, uden præningslaboratoriets skriftlige godkendelse.

Side 4 af 5

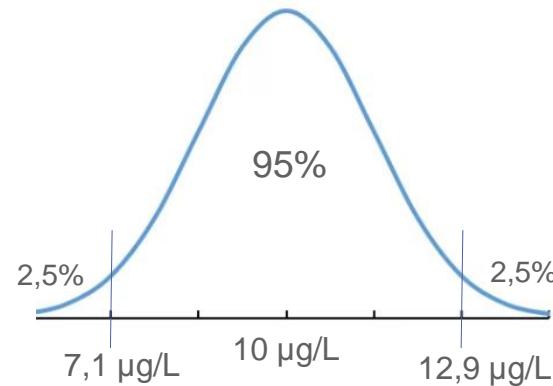
prohibited.

Urel (%) er den relative ekspanderede usikkerhed på 95% konfidensniveau

Eksempel:

Resultat: 10 µg/L

Urel(%): 29%



Det betyder at hvis man måler prøven 100 gange, så vil 95 af resultaterne ligge indenfor intervallet 7,1 – 12,9 µg/L, og de sidste 5 vil ligge udenfor.

$$U_{\text{rel}} = 2 \times \sqrt{(u_{\text{bias}})^2 + (CV_t)^2}$$

Systematisk bidrag

Tilfældigt bidrag

Eksempler på kilder til måleusikkerhed:

Prøvetagning, transport, opbevaring og håndtering, prøveforberedelse – usikkerhed på afvejninger og pipetteringer, miljøforhold og forhold ved målingen, personale, variation ved gentagelse af målingen, måleinstrument, kalibreringsstandarer og referencematerialer, software mv.

Den tilfældige usikkerhed kan mindskes ved at måle mange replikater af prøven, men den systematiske usikkerhed bliver *ikke* mindre ved at måle mange replikater.

OBS! Usikkerheden på detektionsgrænseniveau
kan være 100% eller mere!

- **LOD – limit of detection**

- ✓ Signalet kan adskilles fra støjen
- ✓ Identifikationen er sikker

- **LOQ – limit of quantification**

- ✓ Det identificerede stof kan kvantificeres
- ✓ Usikkerhed, præcision og nøjagtighed kan bestemmes på et acceptabelt niveau.



A large iceberg is shown above and below the water surface. The visible part above the water is labeled "12+ PFAS". The submerged part is labeled ">4500 PFAS".

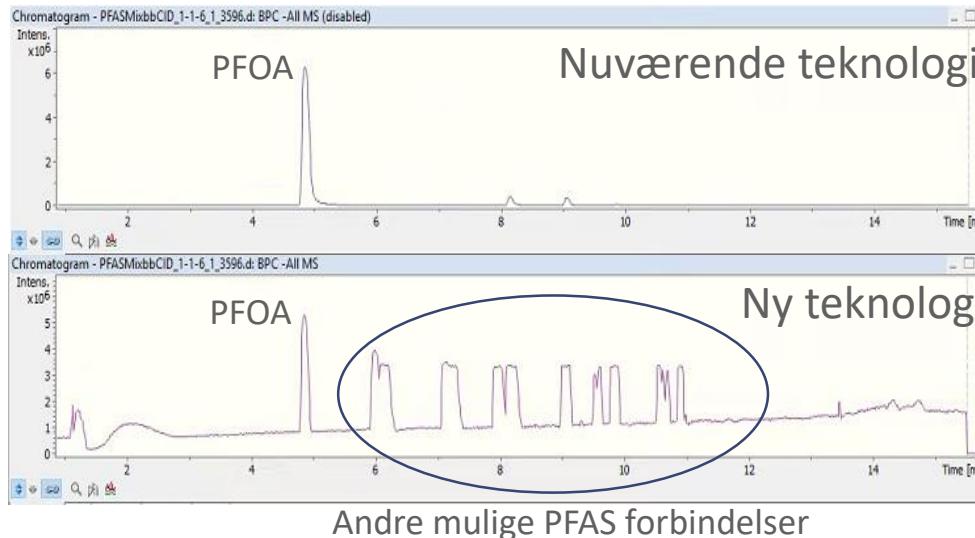
12+ PFAS

>4500 PFAS

- Anvendelse af MS-QTOF
- Suspekt screening, non-target analyser efter problematiske stoffamilier
- Target analyser for stoffamilier
- Større fokus på kilderne til de problematiske stoffer i miljøet.

Vi ser alt det der når frem til detektoren

Samme prøve:



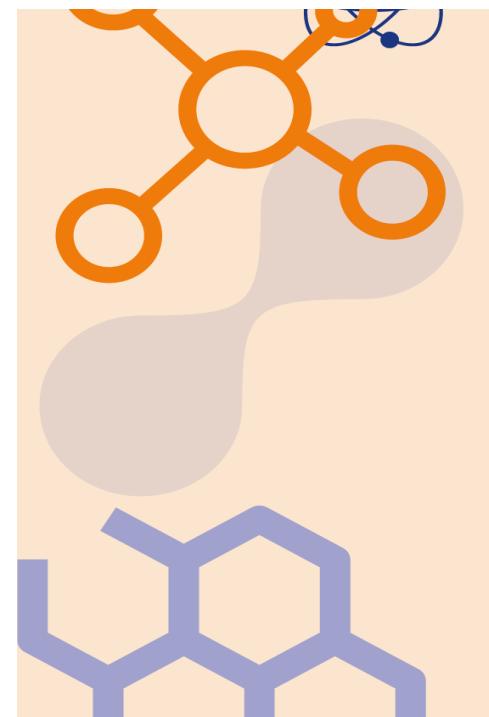
Vi kan forsøge at identificere ukendte med det samme, eller vi kan gemme data og kigge på dem igen senere i takt med at vi bliver klogere.

- **Suspekt Screening**

- ✓ Begrundet mistanke om indhold i prøven
- ✓ Identifikation dels på baggrund af referencestoffer dels på baggrund af databaser
- ✓ Mulighed for (delvis) kvantificering

- **Non Target analyser**

- ✓ Ukendt indhold i prøven
- ✓ Identifikation på baggrund af databaser
- ✓ Som udgangspunkt ingen kvantificering



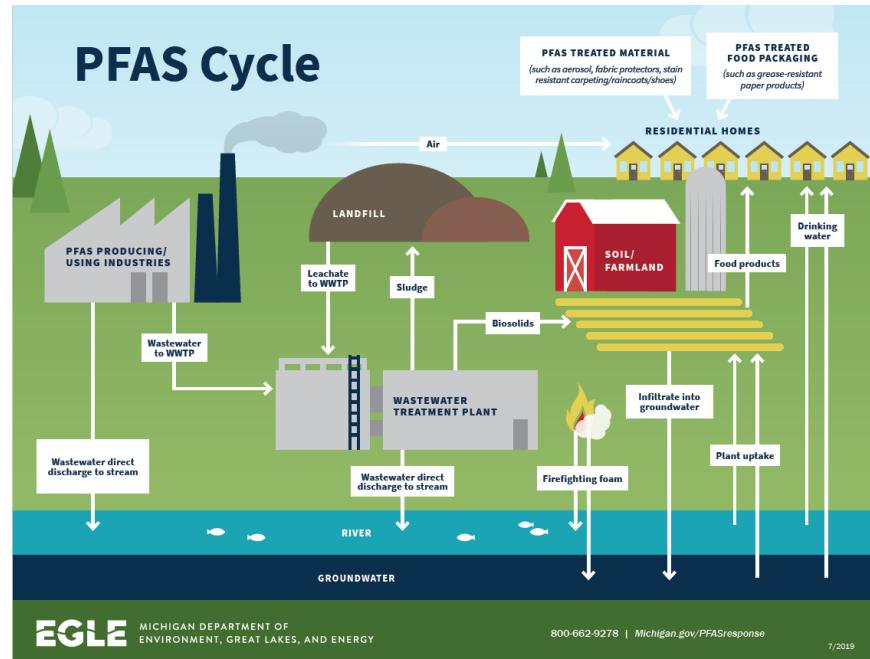
Target analyser

- **Udvidede analysepakker**

- ✓ Vores udenlandske søsterlaboratorier har analysepakker med hhv.: 38 (Holland), 46 (Sverige), 70 (USA), 153 (Australien) PFAS forbindelser
- ✓ Vi mangler grundlag for udvælgelsen af hvilke PFAS forbindelser pakkerne kan udvides med i Danmark

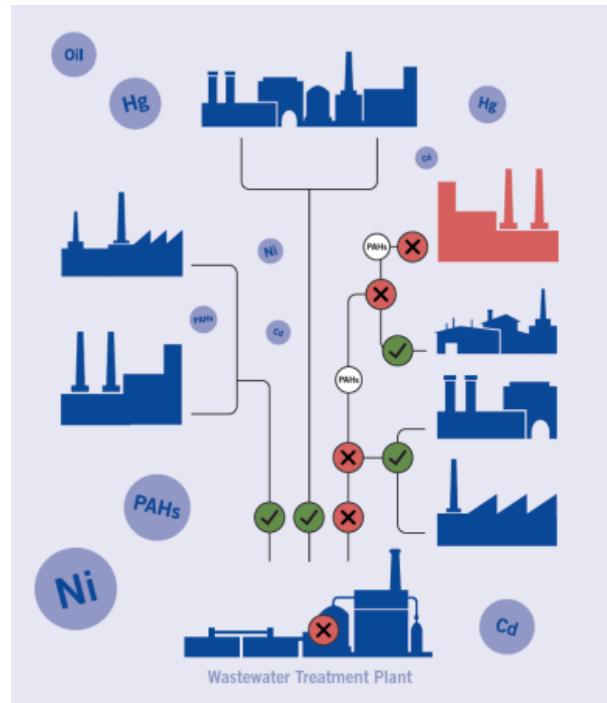
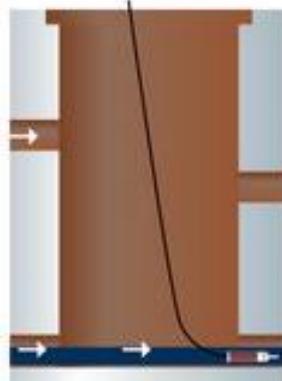
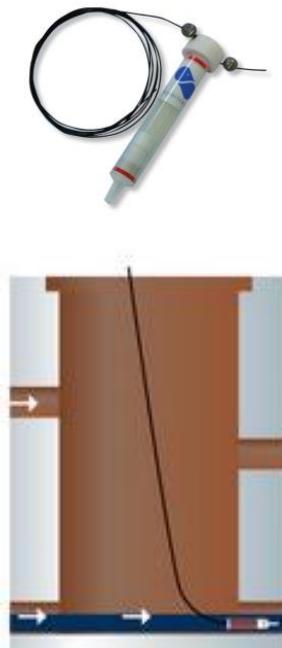
- **Flere prøvematericer**

- ✓ Ex. luft, røggas, sediment mv.



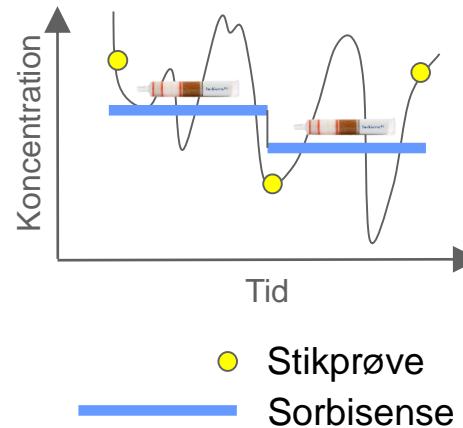
• Kildesporing

- ✓ Strategi 1: Start med at afgrænse hovedstrenge. Efterfølgende systematisk afsøgning opstrøms
- ✓ Strategi 2: Direkte overvågning ved mulige kilder



- **Måling over tid**

- ✓ Prøveresultat repræsenterer gennemsnitskoncentration – typisk opsamlingsperiode 2 uger
- ✓ Effektiv prøvetagning ved periodiske udledninger



Spørgsmål?

