

Praktijkblad periodieke meting PFAS

De praktijkbladen Meten Luchtemissies dienen ter ondersteuning van het bevoegd gezag bij de beoordeling van de kwaliteit van luchtemissiemetingen. De praktijkbladen geven aan wat de kwaliteitsbepalende aspecten van de betreffende meting zijn. Dit praktijkblad is gericht op periodieke PFAS-emissiemetingen die worden uitgevoerd door een meetinstantie.

Achtergrond

Op het moment van het publiceren van dit praktijkblad bestaat er nog geen gestandaardiseerde Europese of Nederlandse meetmethode. Dit praktijkblad is gebaseerd op de Vlaamse LUC meetmethode [“Bepaling van de concentratie aan per- en polyfluoroalkylverbindingen \(PFAS\) in een geleide gasstroom”](#), opgenomen in het Vlaamse Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht. Ervaringen met meten van PFAS bij industrie in bredere zin zijn terug te lezen in het rapport 2024/14 van de European Topic Centre on Human health and the environment: [“Experiences with control of PFAS in industries of the world: threshold settings, emission monitoring methods and campaigns”](#).

Het meten van PFAS is in volle ontwikkeling; het praktijkblad biedt een houvast door de huidige praktijkkennis weer te geven. De intentie is om het praktijkblad bij te werken op het moment dat er nieuwe inzichten ontstaan, zoals het uitkomen van de Europese meetmethode over een aantal jaar.

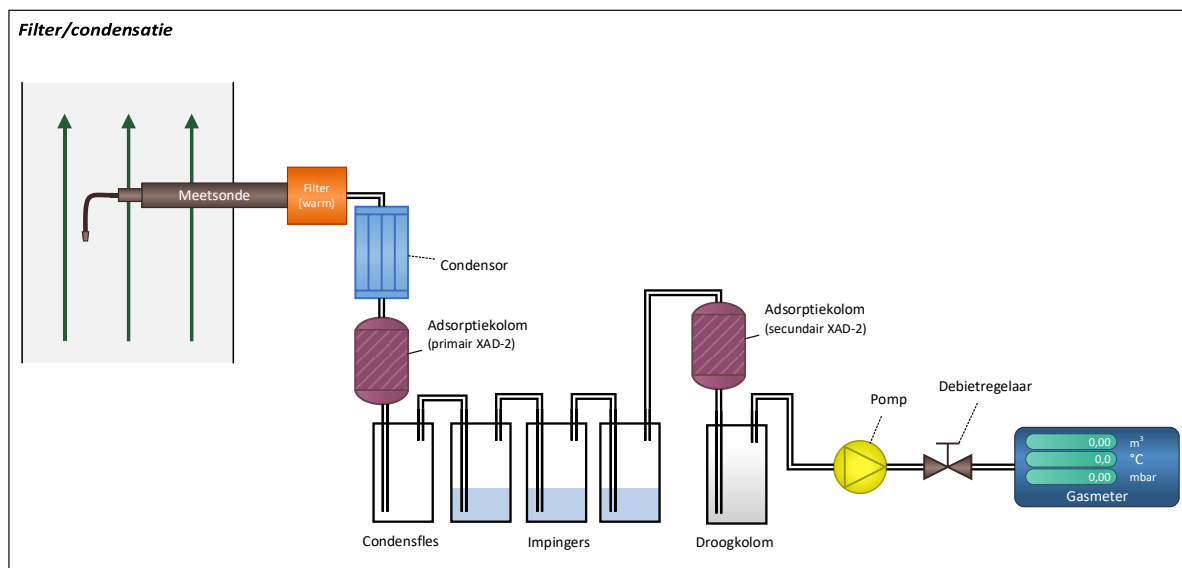
Monsterneming

De LUC methode (LUC/VI/003) beschrijft een discontinue extractieve methode. Bij een extractieve methode wordt met een monsternamesonde uit het rookgaskanaal een representatief monster genomen, dat via een monstertransport- en monsterconditioneringssysteem buiten het rookgaskanaal wordt gevoerd en daar wordt geanalyseerd. Bij deze discontinue extractieve methode worden de PFAS afgevangen op verschillende media, afhankelijk van de toegepaste bemonsteringsmethode. Omdat PFAS gebonden kunnen zijn aan stofdeeltjes moet de bemonstering isokinetisch worden uitgevoerd (zie Praktijkblad Stof Periodiek). De monsters worden vervolgens in een laboratorium opgewerkt en geanalyseerd.

Het is van belang om het rookgasvolume waarop het verzamelde monster betrekking heeft nauwkeurig te meten, zodat naderhand uit de analyseresultaten de concentratie in het rookgas kan worden berekend. In de LUC methode worden verschillende bemonsteringsmethoden omschreven (bijvoorbeeld de gekoelde sondemethode of de filter/condensatiemethode).

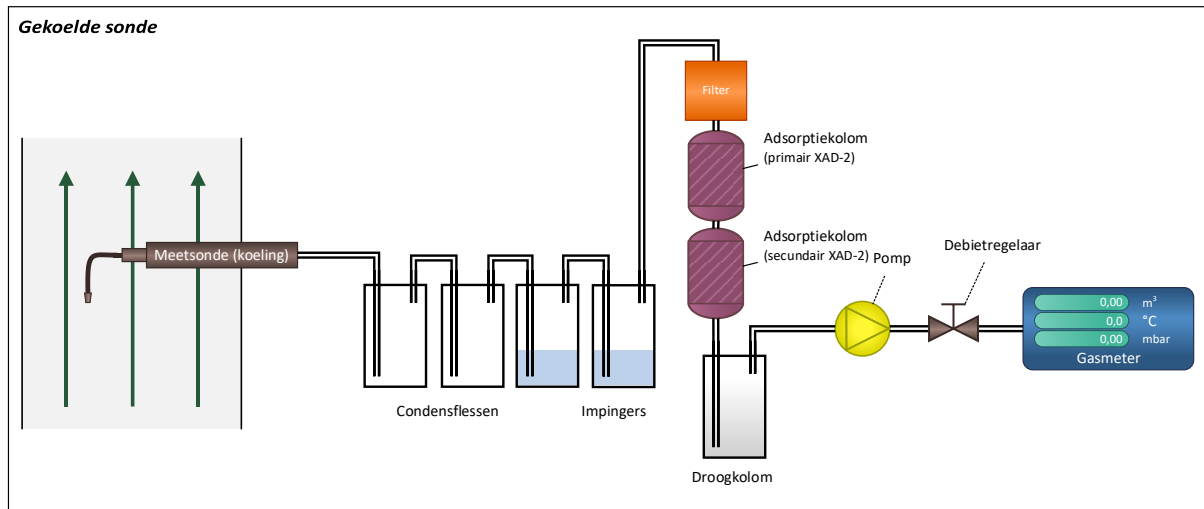
*Schematische weergave van de filter/condensatiemethode. *S-pitotbuis kan ook geïntegreerd zijn in de meetsonde.*

Bij de filter/condensatiemethode wordt het rookgas via een verwarmde sonde en filter, een condensor en impingers gevuld met een adsorbens en/of een vast adsorbens geleid. Op het filter worden de aan vaste deeltjes gehechte PFAS afgevangen, in de impingers en/of op een adsorbens de gasvormige PFAS.



Schematische weergave van de gekoelde-sondemethode. *S-pitotbuis kan ook geïntegreerd zijn in de meetsonde. Verder in het monsternamesysteem kan de filter geïntegreerd zijn in de adsorptiekolom.

Bij de gekoelde-sondemethode wordt het rookgas gekoeld tot minder dan 20°C. Het condensaat wordt opgevangen. Vervolgens wordt het rookgas door impingers en/of een adsorbens geleid om de gasvormige PFAS af te vangen. Voor de laatste impinger of voor het adsorbens dient een filter te zijn geplaatst voor de opvang van fijne stofdeeltjes en aerosolen.



Meetprincipe

PFAS zijn een groep van duizenden chemische stoffen die worden gebruikt vanwege hun water-, vet- en vuilafstotende eigenschappen. Ze komen voor in onder andere textiel, blusschuim, coatings, en industriële processen. PFAS zijn persistent (ze breken nauwelijks af in het milieu), wat leidt tot bioaccumulatie en risico's voor mens en milieu. Op dit moment kan er een zeer beperkt aantal PFAS-stoffen geanalyseerd worden.

Met behulp van een monsternamesonde wordt op een aantal representatieve plaatsen in de dwarsdoorsnede van het rookgaskanaal rookgas isokinetisch onttrokken. Zoals beschreven onder "Monsterneming" is de uitvoering afhankelijk van de toegepaste methode. Bij elke methode zijn verschillende varianten mogelijk.

Voorafgaand aan de metingen dient een veldblanco te worden genomen en een lektest te worden uitgevoerd. De concentratie in het veldblanco mag, uitgaande van hetzelfde monstervolume als bij de meting, niet meer bedragen dan 10% van de meetwaarde. Als het meer dan 10% is, dan dient ook de medium blanco geanalyseerd te worden. Deze veldblanco wordt niet afgetrokken van de gemeten waarde. Aan tenminste één van de onderdelen van het monsternamesysteem dient een vaste hoeveelheid PFAS standaard te worden toegevoegd:

- filter/condensatie: filter en/of adsorbens
- gekoelde sonde: condensaatopvang en/of filter en/of adsorbens

Met deze 'spiking' vindt een controle plaats van het rendement van de opwerking en analyse van het monster. Minimaal 70% van de hoeveelheid toegevoegde standaard dient te worden teruggevonden bij de analyse. Er vindt echter geen correctie plaats van de meetresultaten aan de hand van dit percentage. Na de bemonstering worden de vloeistoffen, adsorbentia en/of filters verwijderd en bewaard in daarvoor geschikte verpakkingen. De gasvoerende onderdelen van het monsternamesysteem die niet naar het laboratorium gaan, dienen te worden gespoeld met een 1% ammoniak in methanol en daarna nog nagespoeld met cyclohexaan. De spoeloplossing maakt deel uit van het monster. Alle onderdelen van het monster dienen zodanig te worden gecodeerd dat correcte identificatie mogelijk is. Dit praktijkblad beperkt zich tot de monstername door de meetinstantie; de omgang met de resultaten van de veldblanco en de 'spiking' en de kwaliteitsborgende aspecten van de laboratoriumanalyse vallen buiten dit praktijkblad.

Meer informatie

Onderwerp	Praktijkblad	Norm
Bepaling PFAS		LUC methode (LUC/VI/003)
Afwijkingen emissiemeetnormen		NPR 8117
Kwaliteitsborging meetinstantie/laboratorium		NEN-EN-ISO/IEC 17025
Monstername	Praktijkblad Algemene aspecten periodieke meting; Praktijkblad Stof	NEN-EN 15259; NEN-EN 13284-1
Bepaling debiet	Praktijkblad Debiet	NEN-EN ISO 16911-1; NPR-CEN/TR 17078
Bepaling zuurstofgehalte	Praktijkblad Zuurstof	NEN-EN 14789
Bepaling vochtgehalte	Praktijkblad Vocht	NEN-EN 14790
Achtergrondinformatie	Meten van luchtemissies ETC HE Report 2024/14	

Kwaliteitsbepalende factoren met checklist

Als één van de vragen uit de checklist ontkennend wordt beantwoord en geen bevredigende motivatie wordt gegeven voor de afwijking, zijn correctieve maatregelen nodig voor het verkrijgen van een betrouwbaar meetresultaat.

Nr.	Kwaliteitsbepalende factor	Checklistvraag	Antwoord J/N/Nvt	Toelichting
1a	Accreditatie meetinstantie	Voldoet de meetinstantie aan de eisen voor accreditatie volgens de vergunning of betreffende regelgeving?		In een aantal gevallen wordt in wet- en regelgeving gesteld dat een meetinstantie moet zijn geaccrediteerd op basis van NEN-EN-ISO/IEC 17025 óf deze norm aantoonbaar moet toepassen. Deze norm bevat de eisen waaraan een meetinstantie moet voldoen als zij wil aantonen dat ze volgens een kwaliteitssysteem werkt, technisch competent is en in staat is technisch valide resultaten te leveren. Accreditatie vindt in Nederland plaats door de Raad voor Accreditatie (RvA). Accreditatie door vergelijkbare buitenlandse instellingen wordt ook erkend. Overigens hoort bij accreditatie een zogenaamde scope waarin staat voor welk type metingen de accreditatie geldig is. Certificatie is niet hetzelfde als accreditatie; gecertificeerde meetinstanties zullen zelf nog moeten aantonen dat zij NEN-EN-ISO/IEC 17025 naar behoren toepassen. Voor een meetinstantie is voorlopig een accreditatie voor dioxines voldoende; dit omdat deze methode grotendeels overeenkomt met de bemonstering van PFAS. Voor de laboratoria is een accreditatie voor PFAS al beschikbaar; echter niet voor de lucht maar andere media.
1b	Accreditatie laboratorium	Voldoet het laboratorium waar de monsters worden geanalyseerd aan de eisen voor accreditatie volgens de vergunning of betreffende regelgeving?		
2a	Veldblanco	Is voorafgaand aan de meting een veldblanco verzameld?		Voorafgaand aan de meetcampagne dient een veldblanco te worden genomen. Verder moeten voor de monsternamen, afhankelijk van de gebruikte methode, bepaalde onderdelen van het monsternamensysteem worden 'gespiked' met een vaste hoeveelheid PFAS-standaard. De reiniging van het XAD-2 wordt maximaal 1 week voor de monsternamen uitgevoerd. Deze termijn kan verlengd worden mits dit door het meetbureau kan worden beargumenteerd.
2b	Spiken monsternamensysteem	Zijn de benodigde onderdelen van het monsternamensysteem gespiked met een vaste hoeveelheid PFAS-standaard?		
3	Bedrijfsomstandigheden	Wordt de meting uitgevoerd onder representatieve bedrijfsomstandigheden?		Het is van belang dat de metingen worden uitgevoerd bij representatieve bedrijfsomstandigheden en dat zij worden afgestemd op het karakter van het proces waaraan wordt gemeten. Bij cyclische (batch) processen moet de bemonsteringstijd bijvoorbeeld worden afgestemd op de cyclus. Als het een continu proces betreft, moet een constante bedrijfsvoering (vaste belasting) over de duur van de metingen worden gewaarborgd.
4	Monsternamen	Worden traversemetingen uitgevoerd met isokinetische bemonstering?		Bij extractieve bemonstering moet de concentratie in het monstergas representatief zijn voor de concentratie in het rookgas. Omdat kennis van eventuele concentratieverschillen in het rookgaskanaal voor PFAS moeilijk vooraf te verwerven is, worden altijd traversemetingen uitgevoerd conform NEN-EN 13284-1. De bemonstering moet hierbij isokinetisch worden uitgevoerd (zie praktijkblad Periodiek stof). Gezien de complexiteit van de meetopstelling kan het meten op één as over het algemeen toegestaan worden. Deze afwijking moet wel in het rapport worden beargumenteerd.
5	Lekdichtheid toegangsopening	Is de ruimte tussen de monsternamensonde en de toegangsopening tot het rookgaskanaal afgedicht?		Bij een te grote ruimte tussen de monsternamensonde en de toegangsopening in het rookgaskanaal kan bij onderdruk buitenlucht binnenstromen, wat kan leiden tot een beïnvloeding van het meetresultaat. Omgekeerd moet worden voorkomen dat de personen die de metingen uitvoeren, worden blootgesteld aan giftige gassen. De ruimte tussen sonde en toegangsopening moet daarom met een geschikt materiaal worden afgedicht.
6	Lekdichtheid monsternamensysteem	Zijn voor en na de monsternamen aantoonbaar lektesten uitgevoerd en zijn eventuele lekkages voorafgaand aan de monsternamen verholpen (bijv. logboek of bemonsteringsformulier)?		Inleken van buitenlucht in het monsternametransport- en monsterconditioneringssysteem, kan leiden tot onbedoelde rookgasverdunding en daaruit voortvloeiend foute meetwaarden. De opstelling moet daarom worden getest op lektheid en eventuele lekkages moeten worden verholpen. Na afloop van de metingen dient wederom een lektest te worden uitgevoerd. Als alternatief kan bij verbrandingsprocessen zuurstof na de bemonsteringstrein worden gemeten. Deze moet gelijk zijn aan zuurstofconcentratie in afgas.
7	Monsternamensysteem - uitvoering	Zijn de gasvoerende delen inert?		Door chemische reactie of absorptie kan verlies optreden in de monsternamensonde, de filterhouder of andere delen die in contact komen met het monstergas. De sonde, filterhouder en alle onderdelen die in contact komen met het monster moeten daarom zijn uitgevoerd in een inert materiaal, zoals titanium, borosilicaatglas of kwartsglas. Teflon (PTFE) moet zoveel mogelijk vermeden worden.

Nr.	Kwaliteitsbepalende factor	Checklistvraag	Antwoord J/N/Nvt	Toelichting
8a	Monsternamesysteem - filter/ condensatiemethode –	Wordt het filter op voldoende hoge temperatuur (met een maximum van 120°C) gehouden om condensatie te voorkomen? Wordt de rookgastemperatuur in de condensor tot minder dan 20°C teruggebracht?		Deeltjesgebonden PFAS worden opgevangen op een verwarmde kwartsvezelfilter (minimaal 10 °C boven temperatuur schoorsteen met een maximum 120 °C), waarna gasvormige PFAS worden afgevangen via een primair adsorbent (XAD-2) patroon, een condensfles, een serie impingers met absorptiereagens (ultrapuur water) en vervolgens een secundair adsorbent (XAD-2; doorbraak) patroon. De temperatuur van de ingaande gasstroom ter hoogte van de XAD-2 patronen moet lager dan 20°C gehouden worden.
8b	Monsternamesysteem - gekoelde sondemethode	Wordt het rookgas tot minder dan 20°C gekoeld?		Bij de gekoelde sondemethode dient het rookgas te worden gekoeld tot minder dan 20°C. Voorkomen moet worden dat er ijsvorming optreedt. Bij deze methode wordt de isokinetische bemonstering uitgevoerd door middel van een gekoelde meetsonde, waarna twee condensflessen het condensaat opvangen, gevolgd door 2 impingers gevuld met ongeveer 100 ml ultrapuur water. De afgassen gaan vervolgens over een glaswol filter, een primair XAD-2 patroon en een secundair XAD-2 patroon. De temperatuur van de ingaande gasstroom ter hoogte van de XAD-2 patronen moet lager dan 20°C gehouden worden.
9	Filtermateriaal en adsorbentia	Worden geschikte kwartsvezel of glasvezel vlakfilters en adsorbentia toegepast?		De kwartsvezelfilter heeft een efficiëntie van minstens 99.95 % voor 0.3 µm deeltjes.
10	Gasmeter - kalibratie	Is de gasmeter voorzien van een geldig kalibratiecertificaat?		Het monstergasvolume wordt met behulp van een gasmeter bepaald. Voor een betrouwbaar resultaat moet de gasmeter periodiek worden gekalibreerd. De onzekerheid in het monstervolume mag niet meer bedragen dan 5%. Daarnaast mag de onzekerheid van de barometrische druk en temperatuur in de gasmeter niet meer dan 2% bedragen.
11	Registratie gegevens	Worden tijdens de metingen de rookgassnelheid en -temperatuur, de O ₂ -concentratie rookgas, het debiet in monsternamesysteem en de filter- en/of adsorbenstemperatuur geregistreerd?		Tijdens de monsternamen dienen de volgende gegevens te worden geregistreerd: rookgassnelheid en –temperatuur, O ₂ -concentratie rookgas (zie praktijkblad Zuurstof), debiet in monsternamesysteem (zie praktijkblad Debiet) en, afhankelijk van de monsternamemethode, eventueel de filter- en/of adsorbenstemperatuur.
12	Spoelen monsternamesysteem	Wordt de monsternamesysteemapparatuur na afloop van iedere meting gespoeld met ammoniak in methanol en cyclohexaan en worden de opgevangen spoelvoelstoffen meegenomen bij de analyse?		Na afloop van de meting moeten de delen van het monsternamesysteem die niet naar het laboratorium gaan, worden gespoeld met ammoniak in methanol. De meetsonde en de condensflessen dienen vervolgens met cyclohexaan gespoeld te worden. Dit cyclohexaan dient apart te worden opgevangen. De spoeloplossingen maken deel uit van het monster.
13	Monsters - bewaren	Worden de monsters donker en bij minder dan 6°C bewaard?		De monsters worden bewaard in bestaande patronen (vb. XAD-2 patronen) of polyethyleen (HDPE) flessen. In het laboratorium worden de analytische fracties in het donker en gekoeld (<6°C) bewaard en geëxtraheerd binnen de 28 dagen na de bemonstering. De extracten kunnen vervolgens nog tot 1 jaar gekoeld (<4°C) en in het donker bewaard worden.
14	Analysegrens	Wordt voldoende monster (minimaal 2 m ³ rookgasvolume) verzameld?		In de praktijk blijkt een monstervolume van minimaal 2 m ³ meestal voldoende.
15	Metingen voor herleiding	Worden het actuele zuurstofgehalte en vochtgehalte gelijktijdig met de meting bepaald, en wordt de PFAS concentraties hiermee herleid?		Om de juiste isokinetische bemonsteringssnelheid in te kunnen stellen op basis van de volumemeting van het gedroogde rookgas, is het nodig om te beschikken over het vochtgehalte van het gas in het rookgaskanaal (zie praktijkblad Vocht). Wanneer de PFAS concentratie moet worden gerapporteerd bij een bepaald standaard zuurstofgehalte, moet de actuele zuurstofconcentratie tegelijk met de PFAS meting worden bepaald in de nabijheid van het meetvlak (zie praktijkblad Zuurstof). De gemeten PFAS concentraties kunnen hiermee worden herleid.