



CONFINDUSTRIA
VENETO EST

Area Metropolitana
Venezia Padova Rovigo Treviso

PFAS Testing: le sfide della complessità analitica

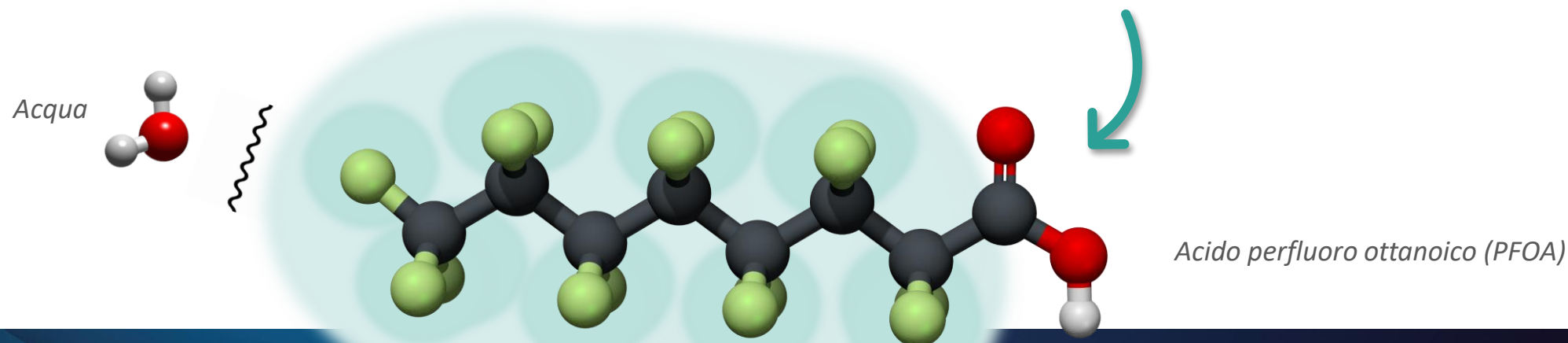
Come scegliere la tecnica analitica migliore per la
valutazione dei PFAS

Cosa sono i PFAS?

Proprietà chimico fisiche

La presenza dei molti atomi di fluoro all'esterno della molecola le conferisce delle proprietà particolari:

Esempio fluorurazione elettrochimica (ECF):

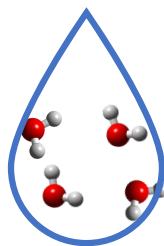


Cosa sono i PFAS?

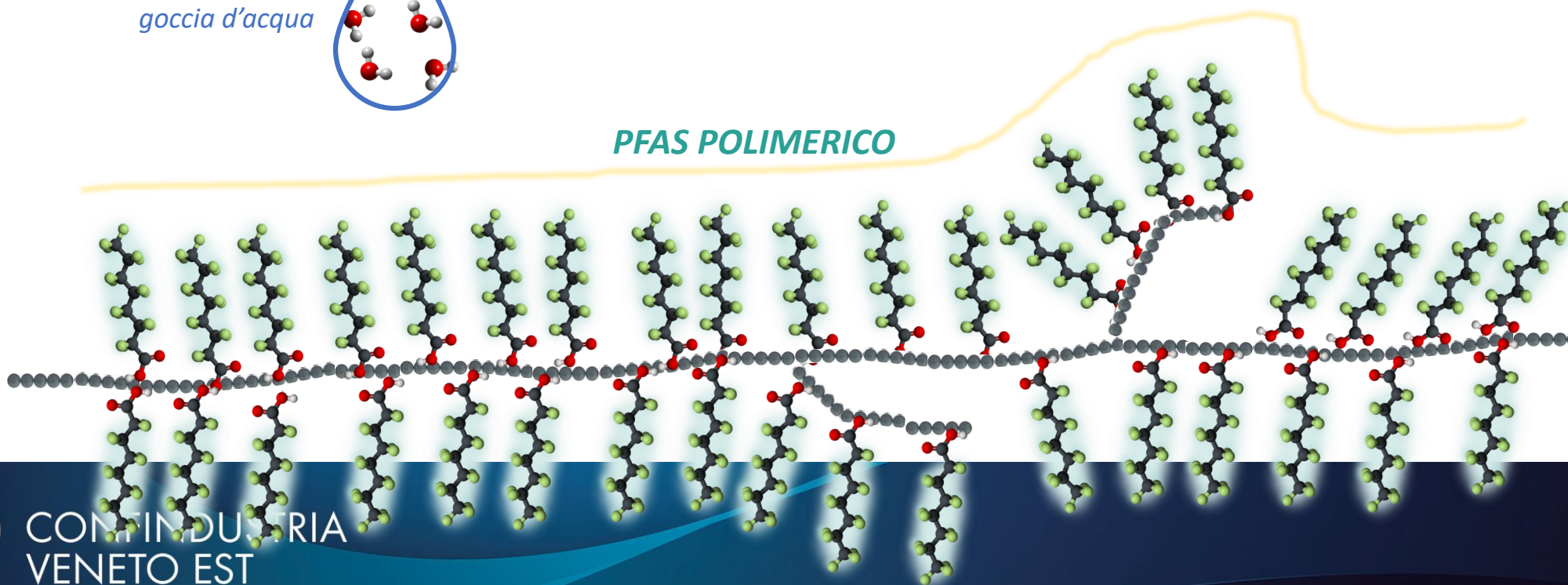
Proprietà chimico fisiche

La presenza dei molti atomi di fluoro all'esterno della molecola le conferisce delle proprietà particolari:

goccia d'acqua



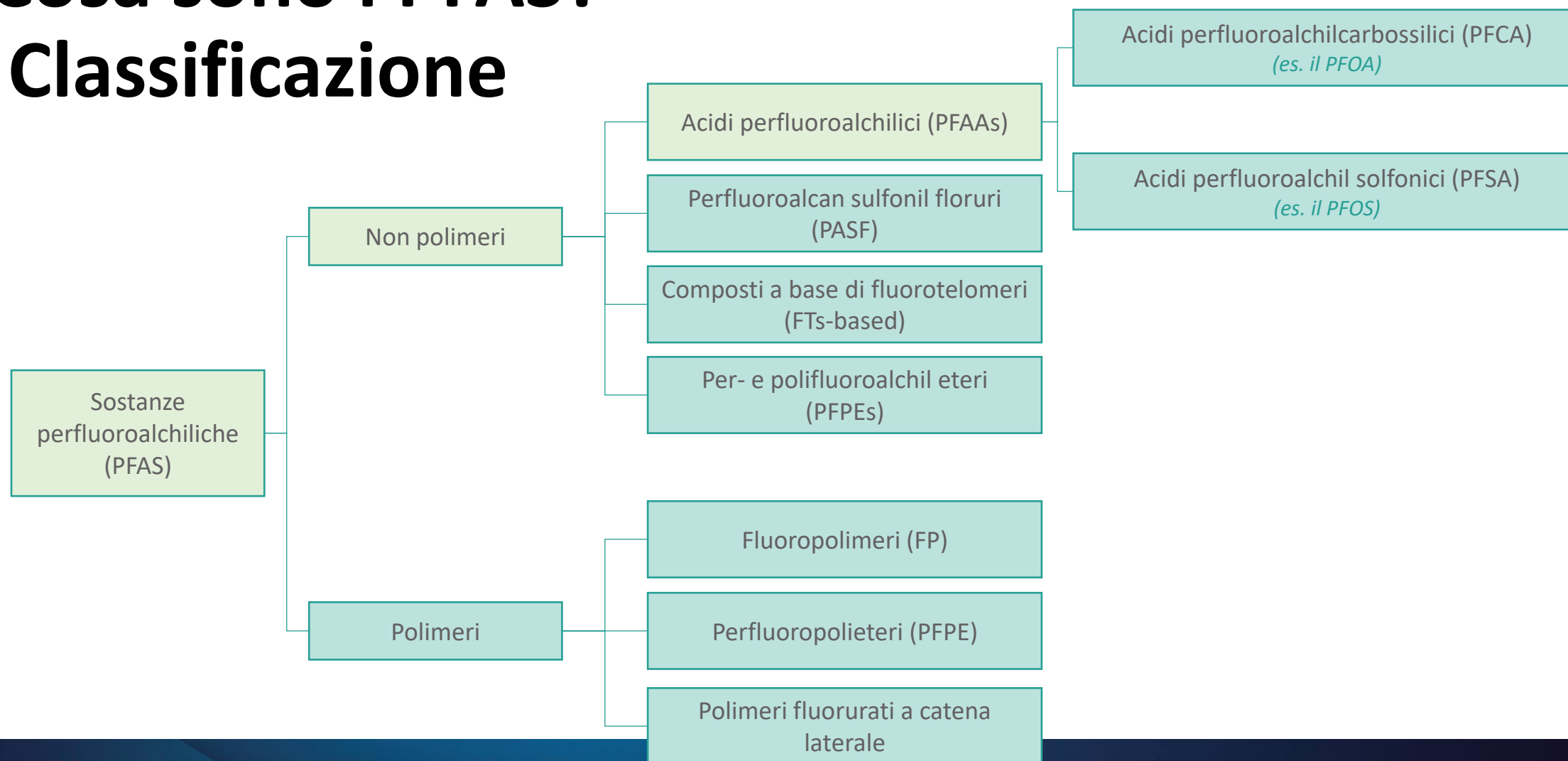
PFAS POLIMERICO



CONFINDUSTRIA
VENETO EST

Cosa sono i PFAS?

Classificazione



Cosa è necessario fare?

Analisi chimiche

L'analisi può seguire tre approcci diversi:

Analisi target

E' necessario conoscere precisamente i PFAS aggiunti nel materiale

Analisi semi-target

Non servono informazioni sul materiale ma si hanno risultati non specifici e non completi

Analisi non-target

Non servono informazioni sul materiale ma si hanno risultati completamente non specifici e che possono sovrastimare il parametro

Method

¹⁹F NMR

- non-destructive
- perfluoroalkyl group-specific
- typical LOQs: 10^2 µg/kg range

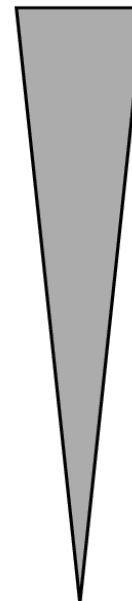
TOP-Assay

- **semi-destructive, chemical digestion in aqueous alkaline $K_2S_2O_8$ solution**
- **perfluoroalkyl group-specific**
- **typical LOQs: 10^{-1} – 10^1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ range**

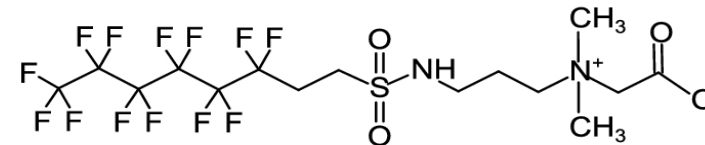
EOF

- **totally destructive, mineralisation by combustion (CIC) at ca. 1000°C**
- **fluorine-specific**
- **typical LOQs: 10^1 µg/kg range**

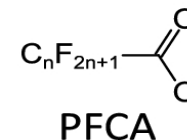
Selectivity



Detected Endpoint



original molecule



PFCA

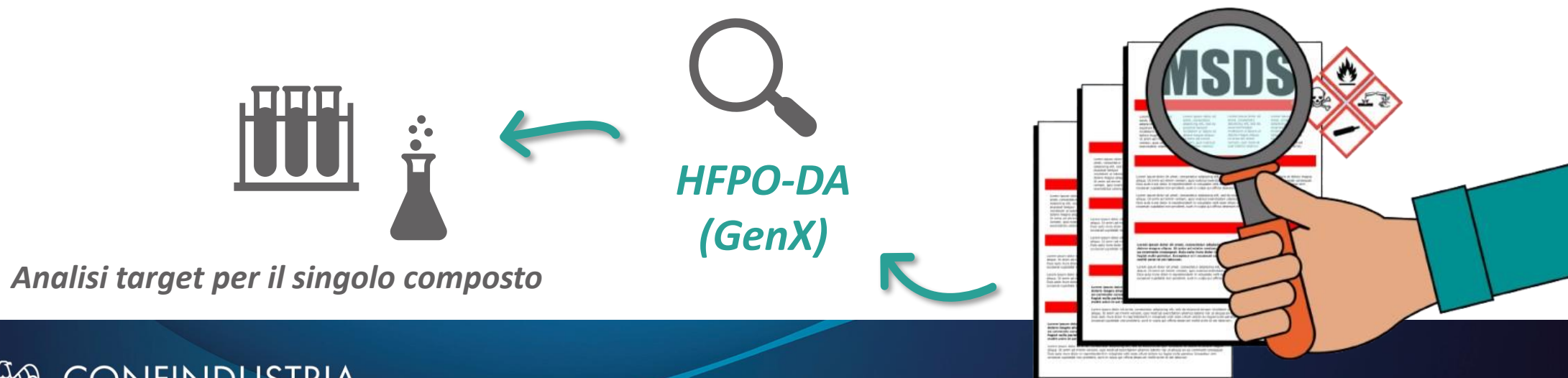


fluoride

Analisi chimiche target

*Con analisi target è possibile ricercare pressoché tutte **le sostanze PFAS** ma è **necessario conoscere quali sostanze sono contenute**. Inoltre tali metodi risultano difficili da applicare nella ricerca di derivati polimerici con telomeri PFAS.*

Per attuare analisi di questo tipo è necessario raccogliere informazioni (schede di sicurezza, schede tecniche, informazioni in riferimento al processo di produzione del materiale, ecc.)

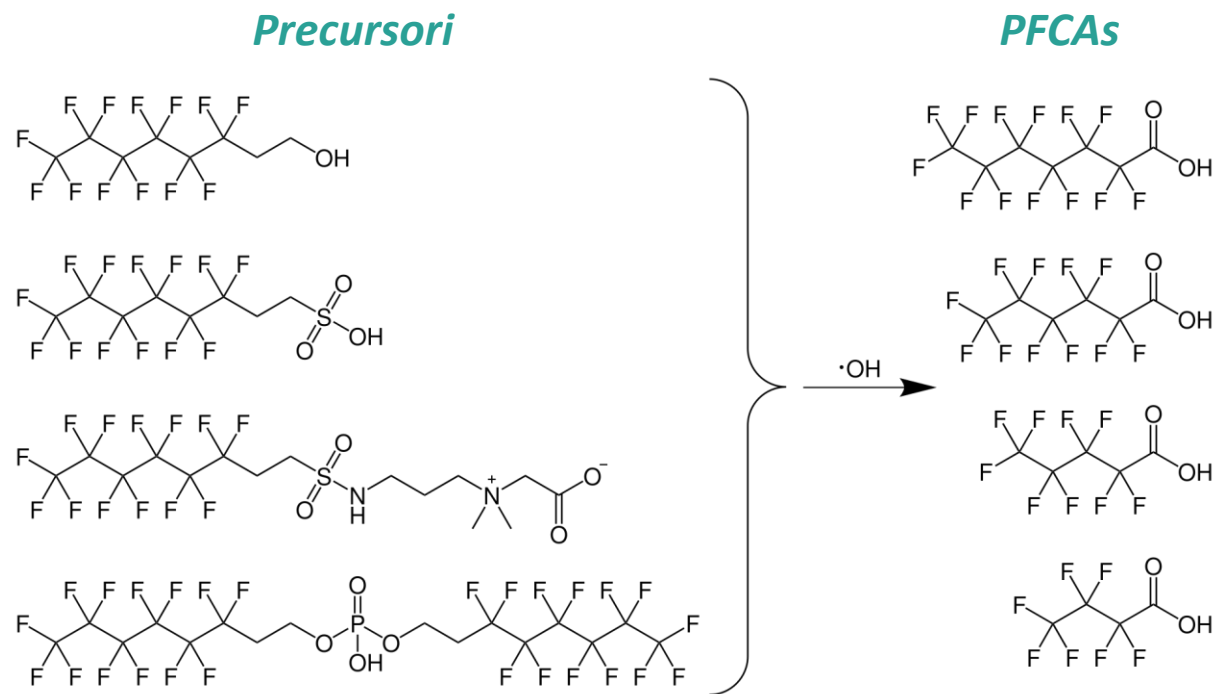


Analisi chimiche semi-target – TOP Assay

I metodi che impiegano il saggio TOP (**Total Oxidation Precursors Assay**) comportano l'**ossidazione con persolfato in soluzione alcalina** e la successiva misurazione con spettrometria di massa dei PFCAs formati.

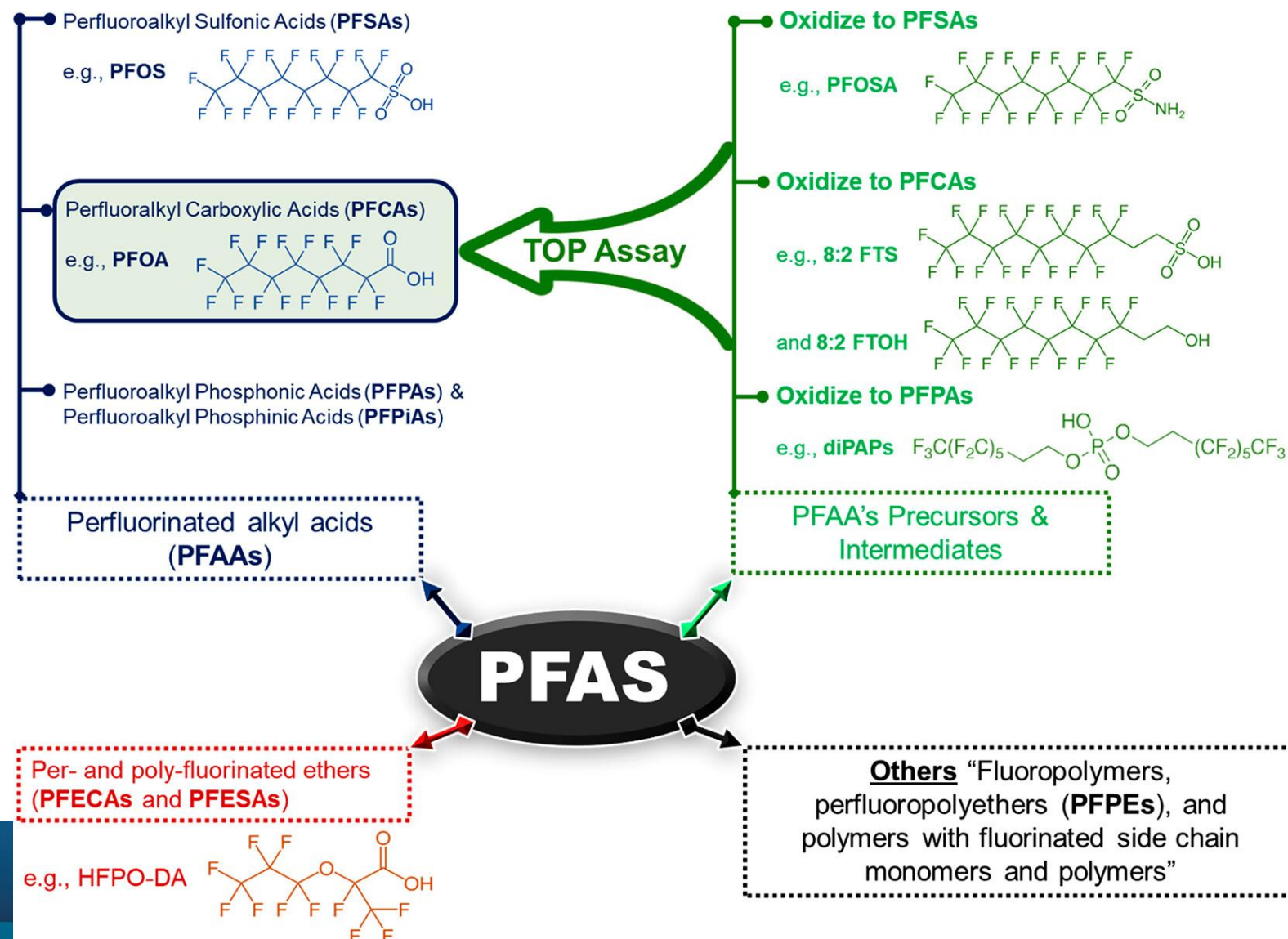
Sono **destinati specificamente alle PFAS che si ossidano in acidi carbossilici perfluorurati**, e presentano un rischio molto basso di sovrastimare il carico di PFAS che desta preoccupazione.

I composti di etere perfluorurato, ed eventualmente altre classi, non si ossidano però in acidi carbossilici perfluorurati quindi **vi è il rischio di sottostimare i «composti ad esso correlati»**.



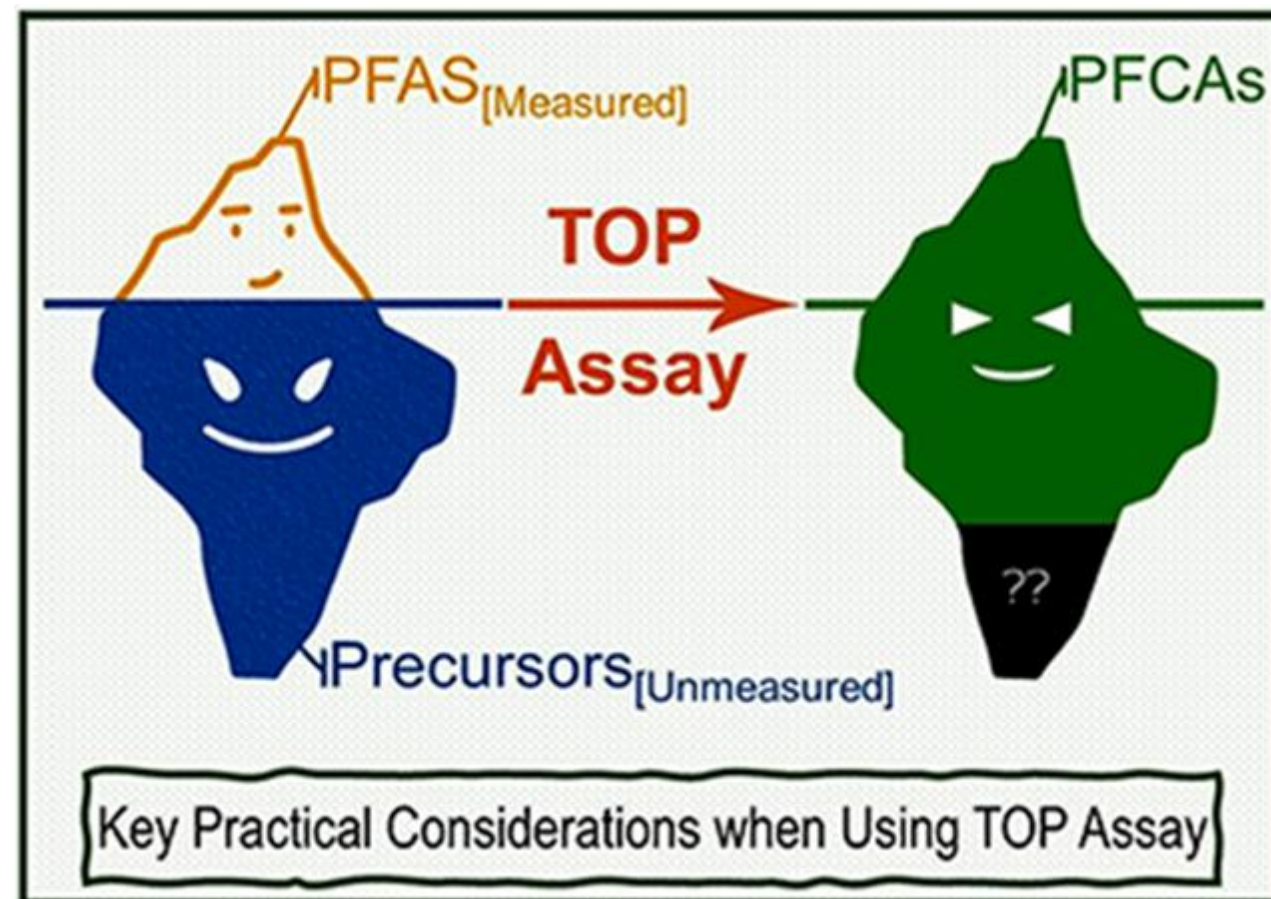
Analisi chimiche semi-target – TOP Assay

*Il test dei precursori ossidabili totali (test TOP o TOPAssay) è un pretrattamento standardizzato di campioni: d'acqua, estratti di suolo, sedimenti o prodotti; progettato per evidenziare i PFAS presenti **che non si prestano alle analisi standard.***



Analisi chimiche target e semi-target – Strumentazione

Tecnologie: LC\MS\MS e LC-HRMS ; GC\MS\MS

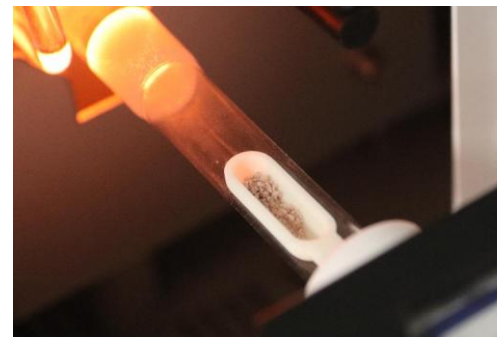
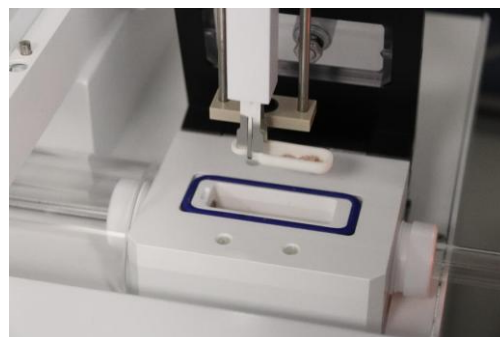


CONFINDUSTRIA
VENETO EST

Analisi chimiche di screening la strumentazione

Il **TF Total Fluorine** si ottiene dalla misura di tutto il fluoro come fluoruri.

La tecnica di analisi spesso viene identificata con l'acronimo **CIC (cromatografia ionica a combustione)**: un'aliquota di un campione omogeneizzato viene introdotta in un combustore e bruciata. Dalla combustione i composti fluorurati vengono convertiti in HF (acido volatile) che viene assorbito in una soluzione acquosa e analizzato in cromatografia ionica.

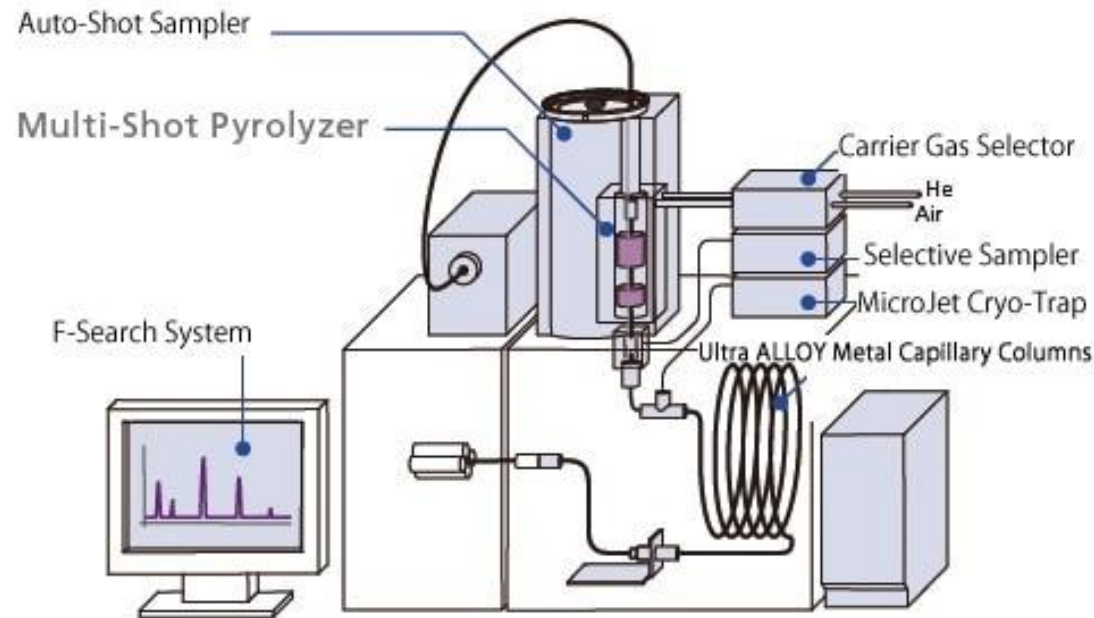


CONFINDUSTRIA
VENETO EST

Analisi chimiche di screening la strumentazione

Il TOP Total Organic Fluorine è il fluoro organico totale.

Py-GC/MS è una tecnica analitica che rompe termicamente un campione solido o liquido insolubile in atmosfera inerte. I frammenti volatili prodotti vengono separati dal gascromatografo e identificati dallo spettrometro di massa, permettendo l'analisi di polimeri, plastiche e materiali complessi senza trattamenti chimici.



Py-GC/MS System (Multi-Shot Pyrolyzer and peripherals)



Alcuni esempi: acque, terreni, rifiuti.



EN 17892:2024-08

Water quality - Determination of selected per- and polyfluoroalkyl substances in drinking water - Method using liquid chromatography/tandem-mass spectrometry (LC-MS/MS);

ASTM Method D7979 is a worldwide, consensus-standard liquid chromatography/tandem mass spectrometry (LC/MS/MS) test method for the analysis of 21 **PFAS in non-potable waters, including surface water, groundwater, and wastewater.**

ASTM D7968-23 is an international standard test method used to detect and quantify 21 per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS) in **soil**



CONFINDUSTRIA
VENETO EST

Alcuni esempi: alimenti.

ISO 25101:2009

Water quality — Determination of perfluorooctanesulfonate (PFOS) and perfluorooctanoate (PFOA) — Method for unfiltered samples using solid phase extraction and liquid chromatography/mass spectrometry



CONFINDUSTRIA
VENETO EST

Alcuni esempi: tessuti

UNI EN 17681-1:2022 - **SOSTITUITA**

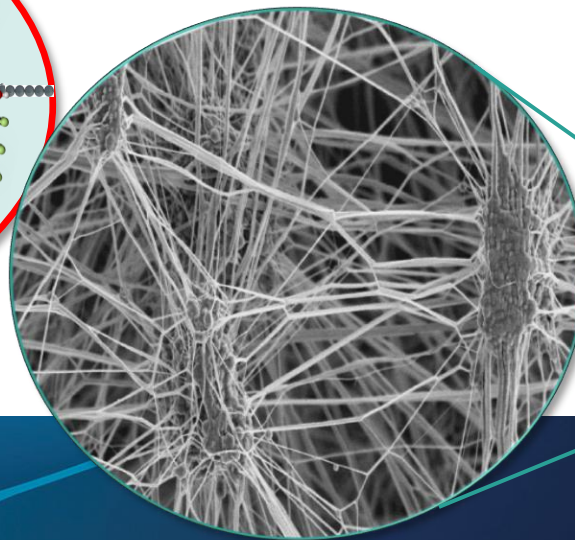
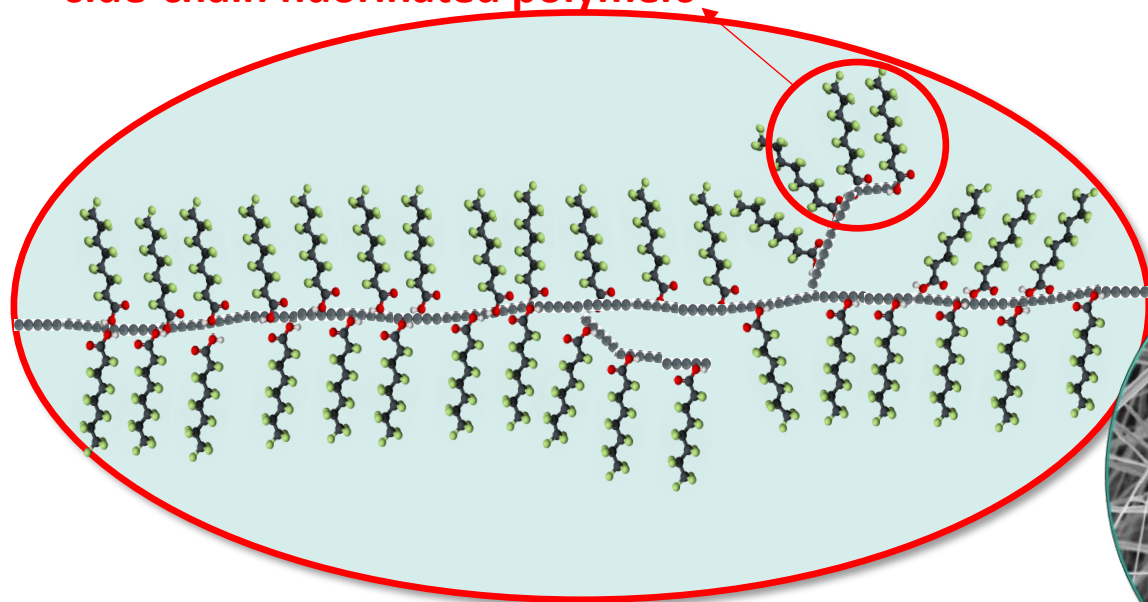
Tessili e prodotti tessili - Fluoro organico - Parte 1:
Determinazione di composti non volatili mediante
metodo di estrazione con cromatografia liquida

UNI EN 17681-1:2025

Tessili e prodotti tessili - Sostanze per- e polifluoroalchiliche
(PFAS) - Parte 1: Analisi di un estratto alcalino mediante
cromatografia liquida e spettrometria di massa tandem

side-chain fluorinated polymers

PFAS POLIMERICO



GIACCA IDROREPLLENTE



CONFINDUSTRIA
VENETO EST

Alcuni esempi: cuoio

UNI EN ISO 23702-1:2024

Cuoio - Sostanze per- e polifluoroalchiliche - Parte 1:
Determinazione dei composti non volatili mediante
metodo di estrazione che utilizza cromatografia liquida

UNI CEN/TS 15968:2010

Determinazione del perfluoro ottano sulfonato (PFOS)
estraibile in articoli solidi, rivestiti e impregnati, nei
liquidi e nelle schiume antincendio - Metodo per il
campionamento, l'estrazione e l'analisi per mezzo di LC-
qMS o LC-MS



CONFINDUSTRIA
VENETO EST

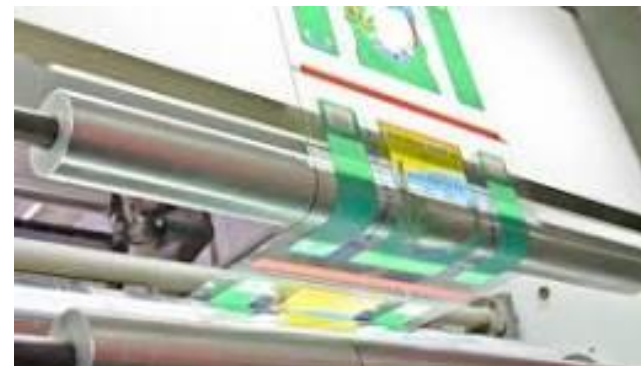
Alcuni esempi: imballaggi Reg.2025/40 PPWR

1. TF Fluoro totale 50mg/kg
2. TOF Fluoro Organico 50mg/kg
3. 25ug/kg target e 250ug/kg Σ

CIC UNI EN 17813:2024 Matrici solide ambientali - Determinazione di alogeni e zolfo mediante combustione piroidrolitica ossidativa seguita da cromatografia ionica

Py-GCMS IEC 62321-3-3:2021 is an international test standard that specifies screening methods using Py/TD-GC-MS to detect specific restricted substances.

TopAssay DIN 3608:2024-08 Solids - Determination of perfluoroalkanoic acids by LC-MS/MS after oxidative digestion of soil leachates (TOP-Assay)

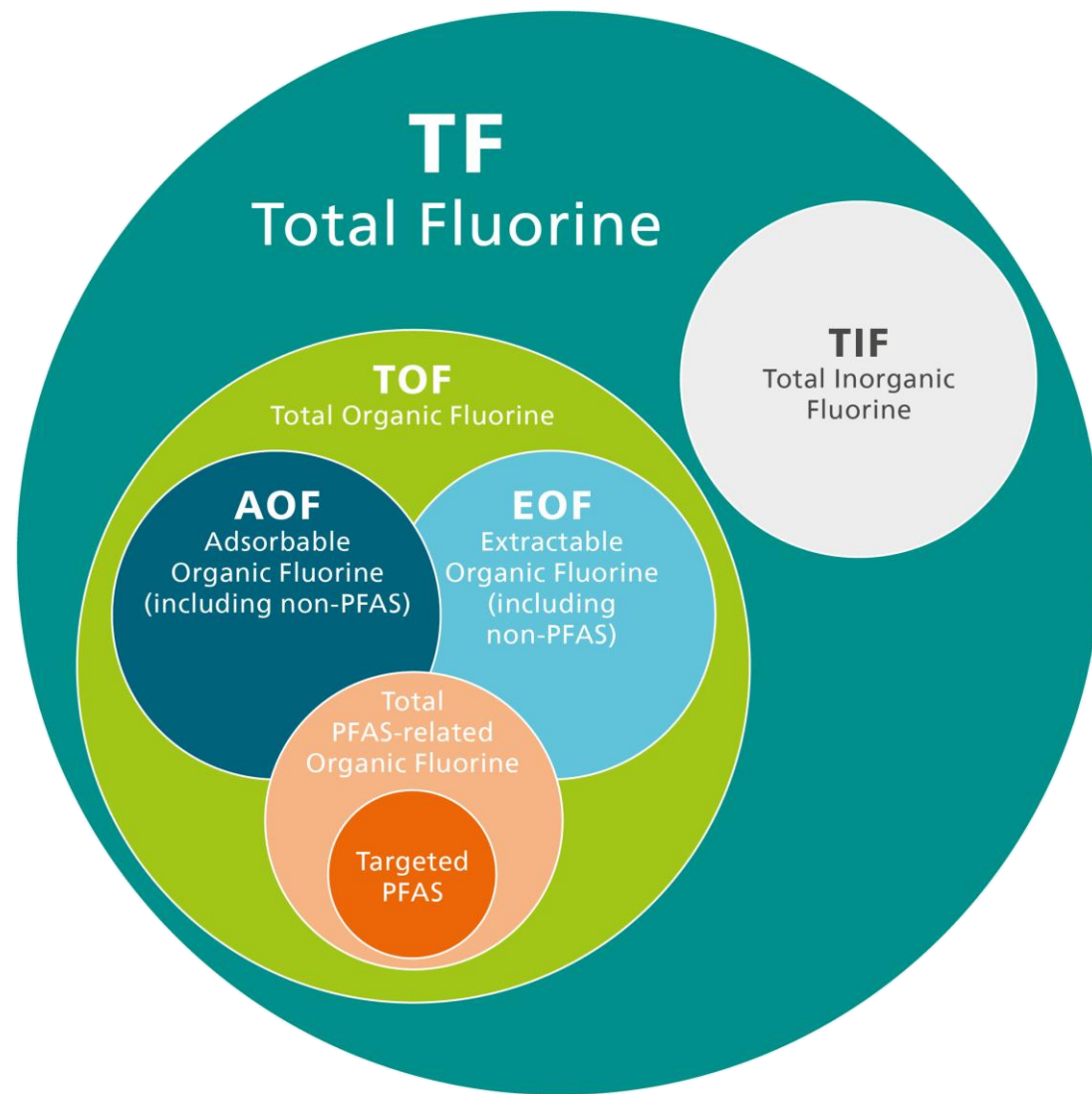


Per concludere

*I metodi non target misurano la **quantità totale di fluoro** nel campione, oppure la quantità totale del fluoro organico.*

*Questi metodi non danno **nessuna informazione sulla sostanza di partenza** che conteneva il fluoro, il quale potrebbe potenzialmente derivare da fonti inorganiche oppure da molecole con fluorurate non classificabili come PFAS (es. molecole con gruppi $-CFH_2$, PF_6^- , Bf_4^- ed eventualmente altre specie F^-)*

I risultati quantitativi forniscono concentrazioni estraibili di fluoro (ng/L F) che devono essere convertite in una concentrazione di massa di PFAS scelta arbitrariamente (ad esempio massa equivalente di PFOA) da confrontare con il valore di parametro.



Grazie dell'attenzione