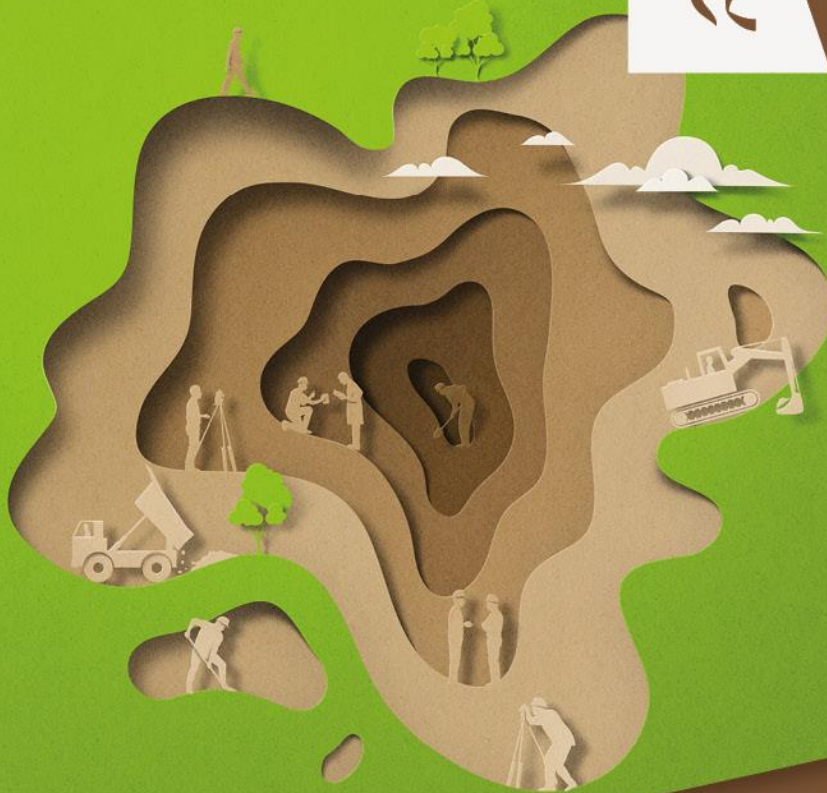




Vlaanderen
is materiaalbewust



BEPALING VAN DE UITLOOGBAARHEID VAN PFAS UIT BODEM EN BODEMMATERIALEN

CODE VAN GOEDE PRAKTIJK

SAMEN MAKEN WE
MORGEN MOOIER

OVAM

OVAM.VLAANDEREN.BE



BEPALING VAN DE
UITLOOGBAARHEID VAN PFAS
UIT BODEM EN
BODEMMATERIALEN

Code van goede praktijk
21.02.2024



DOCUMENTBESCHRIJVING

- | | |
|---|---|
| 1 <i>Titel van publicatie:</i>
Bepaling van de uitloogbaarheid van PFAS uit bodem en bodemmateriële | 2 <i>Verantwoordelijke Uitgever:</i>
OVAM |
| 3 <i>Wettelijk Depot nummer:</i> | 4 <i>Trefwoorden:</i>
Grondverzet, uitloogproef, PFAS, Bodem, Bodemmateriële |
| 5 <i>Samenvatting:</i>
Deze code van goede praktijk omvat richtlijnen voor de bepaling van de uitloogbaarheid van PFAS uit bodem en bodemmateriële. | |
| 6 <i>Aantal bladzijden:</i> 10 | 7 <i>Aantal tabellen en figuren:</i> 0 tabellen, 0 figuren |
| 8 <i>Datum publicatie:</i>
21 februari 2024 | 9 <i>Prijs*:</i> / |
| 10 <i>Begeleidingsgroep en/of auteur:</i> Liesa Brosens, Ingeborg Joris, Ilse Van Keer (VITO), Johan Ceenaeme, Luc Debaene, Dirk Dedecker Griet Van Gestel, Katrien Monsieus (OVAM) | 11 <i>Contactpersonen:</i>
Johan Ceenaeme, Dirk Dedecker, Griet Van Gestel |
| 12 <i>Andere titels over dit onderwerp:</i> / | |

U hebt het recht deze brochure te downloaden, te printen en digitaal te verspreiden. U hebt niet het recht deze aan te passen of voor commerciële doeleinden te gebruiken.

De meeste OVAM-publicaties kunt u raadplegen en/of downloaden op de OVAM-website: ovam.vlaanderen.be

* Prijswijzigingen voorbehouden.

INHOUD

1	Inleiding.....	5
2	Toepassingsgebied Uitloogproef PFAS.....	5
3	Richtlijnen voor de bepaling van de uitloogbaarheid van PFAS uit bodem en bodemmaterialen	6
3.1	Eén-traps schudtest	6
3.2	Kolomproef	7
3.3	Berekening uitloogconcentraties	8
3.4	Aantal stalen waarop uitloogbaarheid bepaald dient te worden	9
4	Rapportage.....	9
5	Lijst met afkortingen	9
6	Bibliografie	10

1 INLEIDING

Noch in het CMA noch in de literatuur zijn er protocollen beschikbaar voor de bepaling van de uitloogbaarheid van PFAS uit bodem en bodemmateriële. De toegepaste methodieken vertrekken in het algemeen van bestaande richtlijnen opgemaakt voor anorganische componenten.

Omdat het wetenschappelijk onderzoek naar PFAS volop lopende is en het voortschrijdend inzicht rond de uitloogbaarheid van PFAS sterk evolueert is voorliggend document een ‘levend document’. Deze code van goede praktijk kan dan ook regelmatig aangepast worden.

Bij verwijzingen naar “de op dat moment geldende CMA- of WAC-procedures” voor de geldende rapportagegrenzen of de indeling van de kwantitatieve en indicatieve PFAS-componenten geldt het moment van het analysecertificaat, waarbij het aan de erkend bodemsaneringsdeskundige is om te beoordelen of deze analyseresultaten nog representatief zijn in het kader van eventuele wijzigingen aan deze procedures bij de opmaak van het technisch verslag. Toetsingswaarden en de wijze van sommatie dienen uitgevoerd te worden volgens de regels die van kracht zijn op het moment van ondertekening van het technisch verslag.

2 TOEPASSINGSGEBIED UITLOOGPROEF PFAS

Zoals opgenomen in het Besluit van de Vlaamse Regering tot “vaststelling van een tijdelijk handelingskader voor het gebruik van PFAS-houdende bodemmateriële en voor de invulling van het saneringscriterium, vermeld in artikel 19, §1, van het Bodemdecreet van 27 oktober 2006, voor PFAS-houdende bodem” mogen bodems en bodemmateriële met hogere concentraties dan de toetsingswaarden voor vrij gebruik (i.e. PFOS: 3 µg/kg ds; PFOA: 2 µg/kg ds en som van de gemeten PFAS¹: 8 µg/kg ds) gebruikt worden voor specifieke bouwkundige toepassingen of binnen de kadastrale werkzone mits zij voldoen aan het uitloogcriterium zoals opgenomen in het besluit (Artikel 4 §2, Artikel 7 en Artikel 8).

Voor het gebruik van bodemmateriële die voldoen aan de toetsingswaarden voor vrij gebruik maar die men wenst toe te passen in waterwingebieden of onderwatertoepassingen wordt de kwaliteitstoets uitgevoerd, waarbij onder bepaalde voorwaarden de uitloogbaarheid van het bodemmateriële bepaald dient te worden zoals opgenomen in de Code van Goede Praktijk – Opmaak kwaliteitstoets bij vrij gebruik van PFAS-houdend bodemmateriële in een waterwingebied en bij onderwatertoepassingen (OVAM, 2024).

¹ De som gemeten PFAS omvat de som van de kwantitatieve en indicatieve parameters uit het op dat moment geldende WAC/IV/A/025 of CMA/3/D. De som wordt berekend volgens het lower-bound principe waarbij de concentraties kleiner dan de maximale rapportagegrens niet meegenomen worden in de sommatie. De vereiste maximale rapportagegrenzen voor PFAS in vaste stoffen zijn vermeld in CMA/3/D, de maximale bepalingsgrenzen voor grondwater in WAC/VI/A/001 fungeren als vereiste maximale rapportagegrenzen voor PFAS in water (grondwater en eluaat schudproef).

3 RICHTLIJNEN VOOR DE BEPALING VAN DE UITLOOGBAARHEID VAN PFAS UIT BODEM EN BODEMMATERIALEN

Voor de bepaling van de uitloogbaarheid van PFAS uit bodem en bodemmateriaal wordt het gebruik van de één-traps schudtest vooropgesteld. Bijkomend wordt de mogelijkheid gegeven om de uitloogbaarheid te berekenen, of deze te bepalen aan de hand van een kolomtest. Voor deze laatste werd echter geen kader uitgewerkt.

3.1 EÉN-TRAPS SCHUDTEST

Uitloogproeven op PFAS-houdende bodems worden bij voorkeur uitgevoerd volgens de CMA-procedure CMA/2/II/A.19 die van toepassing is om de uitloging van anorganische componenten uit bodem en bodemmateriaal te bepalen. Daar anorganische componenten zich anders gedragen dan de organische PFAS-componenten, kan de voorliggende methode niet zonder meer worden toegepast voor uitloogtesten i.k.v. PFAS-onderzoek. Met betrekking tot de bepaling van de uitloogbaarheid van PFAS-houdende bodems en bodemmateriaal dient men er rekening mee te houden dat tijdens het volledige proces van de schudtest (incl. staalvoorbereiding en analyse) er een verhoogd risico bestaat op enerzijds vrijgave van PFAS door PFAS-houdende materialen en anderzijds adsorptie van voornamelijk lange ketens PFAS aan materialen en recipiënten.

Bijkomende richtlijnen zijn bijgevolg van toepassing:

- Elk rechtstreeks contact met het staal (ook bij dragen van handschoenen) moet vermeden worden.
- In de mate van het mogelijke moet nagegaan worden (bij de leverancier a.d.h.v. certificaat/aan de hand van analyses) of het materiaal gebruikt bij de schudtest PFAS kan bevatten.
- Binnencoatings van filters met beschadigde PTFE zijn niet toegelaten.
- Schudrecipiënten en recipiënten eluaat: Glas, Polypropyleen of HDPE. Doppen met PP of HDPE inlage.
- Als uitloogvloeistof moet gebruik worden gemaakt van CaCl_2 (0,01 M)².
- De schudproef moet bij voorkeur uitgevoerd worden met veldvochtig materiaal.

Opmerkingen:

- Adsorptie van PFAS aan materialen: verkennende testen geven aan dat adsorptie van PFAS aan materialen (o.a. schudpotten, recipiënten voor centrifugatie, filtratiesysteem en analysevials) zich voornamelijk voordoet bij de lange ketens PFAS (>C9-C10 i.f.v. het type PFAS).

² Doordat ultrapuur water geen mineralen of organische stoffen bevat die met PFAS kunnen interageren fungeert ultrapuur water als een agressieve uitlogingsvloeistof met geforceerde uitloging tot gevolg. Omdat voor vele bodems CaCl_2 één van de dominerende kationen in de bodemoplossing is wordt het gebruik van 0,01 M CaCl_2 -oplossing als uitloogvloeistof vooropgesteld voor het benaderen van de poriewaterconcentratie (Quaghebeur et al., 2005). CaCl_2 0,01 M wordt eveneens toegepast in schudproeven voor de bepaling van de K_d waarden van zware metalen (OVAM, 2018).

- Op basis van een test met een gespikete uitloogvloeistof kan de adsorptie van PFAS op het systeem worden nagegaan.
- Tijdens de schudproef moet het aantal recipiënten en de transfer ervan beperkt worden tot het minimum. Hoe meer recipiënten er gehanteerd worden hoe groter de kans op adsorptie en hoe lager de terugvinding van de lange ketens.
- Afgifte PFAS gebruikte materialen: Voorafgaand aan de eigenlijke uitloogproef is de uitvoering van een blanco schudtest met materiaal gebruikt voor filtratie en/of centrifugatie noodzakelijk om de vrijstelling van PFAS uit de te gebruiken materialen na te gaan.
- Filtratie van bodemstalen leidt vaak tot het dichtslibben van de filters. Zoals opgenomen in de procedure CMA/2/II/A.19 is, wanneer filtratie niet mogelijk is in een periode van 1 uur aan een eluaatsnelheid van ten minste 30 ml/cm²/uur (i.e. moeilijk te filtreren monsters) centrifugatie voorafgaand aan de 0,45µm filtratie, toegelaten. Met betrekking tot schudtesten voor de bepaling van PFAS moet hierbij een toerental gehanteerd worden van minimaal 3000 rpm gedurende minimaal 15 minuten. Afwijkend van de bepalingen in CMA/2/II/A.19 is het voor de bepaling van de uitloogbaarheid van PFAS uit bodem en bodemmaterialen ook toegestaan om enkel te centrifugeren (minimum 3000 rpm gedurende minimum 15 minuten), zonder hierna bijkomend te filtreren.
 - Indien na visuele controle de scheiding niet in orde is mag opnieuw, gedurende 15 minuten en bij 3.000 rpm, gecentrifugeerd worden.
 - Omdat er, in sommige gevallen, een drijvende laag kan ontstaan of materiaal kan opwarrelen, dient het heldere eluaat met een pipet overgebracht te worden in de recipiënten die aan het labo ter analyse worden aangeboden.
- Decantatie van de recipiënten na centrifugeren is niet toegelaten.

De gevolgde procedure (filtratie, centrifugatie, filtratie + centrifugatie) dient vermeld te worden in het verslag.

Voor het analysepakket en de analyseprocedure voor de bepaling van PFAS in het eluaat wordt verwezen naar de WAC-procedure WAC/IV/A/025 "Bepaling van perfluorverbindingen in water met LC-MS/MS".

3.2 KOLOMPROEF

Naast de uitvoering van een één-traps schudtest bestaat ook de mogelijkheid om uitloging van PFAS uit bodem en bodemmaterialen te bepalen door middel van een kolomproef. Voor de uitvoering van een kolomproef werd evenwel geen kader uitgewerkt. Kolomproeven zijn veel complexer in uitvoering dan schudproeven, hebben een langere doorlooptijd (3 à 4 weken) en verhogen het risico op adsorptie van PFAS aan materialen tijdens de verschillende stappen in de keten. De erkende bodemsaneringsdeskundige dient te motiveren waarom de kolomproef werd uitgevoerd in plaats van de schudtest.

3.3 BEREKENING UITLOOGCONCENTRATIES

Een alternatief voor de uitvoering van de één-traps schudtest is de bepaling van de uitloogconcentraties door middel van wetenschappelijke modellen (Artikel 4 en Artikel 7, Besluit van de Vlaamse Regering tot vaststelling van een tijdelijk handelingskader voor het gebruik van PFAS-houdende bodemmateriaal en voor de invulling van het saneringscriterium, vermeld in artikel 19, §1, van het Bodemdecreet van 17 oktober 2006, voor PFAS-houdende bodem). Deze modelmatige aanpak bestaat erin om op basis van de gemeten PFAS-concentraties in de bodem of het bodemmateriaal de uitloogconcentratie te berekenen door te delen door de bodem-water verdelingsconstante K_d :

$$C_{uitloog} = \frac{C_b}{K_d}$$

met $C_{uitloog}$ (ng/l) de berekende uitloogconcentratie, C_b (ng/kg ds) de gemeten concentratie in de bodem of het bodemmateriaal, en K_d (l/kg) de bodem-water verdelingsconstante voor een bepaalde PFAS-component.

De bodem-water verdelingsconstante K_d is afhankelijk van bodemeigenschappen (textuur, organische stof,..) en stofeigenschappen. De K_d kan bepaald worden op basis van literatuur: een goed overzicht van (internationale) literatuurwaarden wordt gegeven op de ITRC-website (https://pfas-1.itrcweb.org/#1_3 in Tabel 4-1). Hier worden voor de verschillende PFAS-componenten K_{oc} -waarden (organische koolstof-water verdelingsconstanten) gerapporteerd. Deze worden omgerekend naar een K_d -waarde door te vermenigvuldigen met de fractie organische koolstof in de bodem f_{oc} (kg/kg):

$$K_d = K_{oc} \times f_{oc}$$

Bij het toepassen van een literatuurwaarde voor K_{oc} dient voor elke PFAS-component met een gemeten concentratie groter dan de maximale rapportagegrens zoals opgenomen in de op dat moment geldende versie van CMA/3/D en voor het bodemtype een toepasselijke waarde geselecteerd te worden. Gezien de onzekerheid die er nog is over het effect van bepaalde bodemparameters op het uitlooggedrag van PFAS is het aangewezen om een conservatieve schatting, i.e. een lage waarde in de gerapporteerde K_{oc} -range, te selecteren.

Naarmate meer metingen van K_d -waarden in Vlaamse bodem beschikbaar worden, zal het mogelijk zijn een representatieve K_d -waarde hieruit te bepalen om in berekeningen toe te passen. Momenteel zijn de selectie van een geschikte K_{oc} of K_d -waarde en de onderbouwing van deze keuze de verantwoordelijkheid van de erkend bodemsaneringsdeskundige en dient deze opgenomen te worden in het technisch verslag.

3.4 AANTAL STALEN WAAROP UITLOOGBAARHEID BEPAALD DIENT TE WORDEN

Een uitloogproef of de berekening van de uitloogconcentraties moet uitgevoerd worden op elk staal van de representatieve mengstalen waarop PFAS bepaald werd volgens de minimale staalnamestrategie (OVAM, 2022) waarvoor de concentratie van minstens één indicatieve of kwantitatieve PFAS-component hoger is dan de maximale rapportagegrens zoals opgenomen in de op dat moment geldende versie van CMA/3/D en dat bestemd is voor onderwatertoepassingen of toepassing in waterwingebied cf. de bepalingen zoals opgenomen in de CvGP kwaliteitstoets (OVAM, 2024), ofwel op elk bodemstaal met overige bestemming waarvoor de toetsingswaarden voor vrij gebruik wordt overschreden (cf. §2 Toepassingsgebied uitloogproef PFAS).

4 RAPPORTAGE

Rapportage van de gebruikte methode ter bepaling van de uitloogbaarheid en bijhorende toetsing moet worden opgenomen in het technisch verslag.

5 LIJST MET AFKORTINGEN

C_b	Concentratie van een PFAS-component in bodem of bodemmateriaal
$C_{uitloog}$	Concentratie van een PFAS-component in de uitloogoplossing
f_{oc}	Fractie organische koolstof in de bodem
K_d	Bodem-water verdelingsconstante
K_{oc}	Organisch koolstof-water verdelingsconstante

6 BIBLIOGRAFIE

VR (2023) Besluit van de Vlaamse Regering tot vaststelling van een tijdelijk handelingskader voor het gebruik van PFAS-houdende bodematerialen en voor de invulling van het saneringscriterium, vermeld in artikel 19, §1, van het Bodemdecreet van 27 oktober 2006, voor PFAS-houdende bodem.

CMA-procedure CMA/1/A.19 “Uitloging van anorganische componenten uit bodematerialen met de enkelvoudige schudproef” <https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/bodem-en-afvalstoffen-ovam/compendium-cma>

CMA-procedure CMA/3/D “Per- en polyfluoralkylverbindingen (PFAS) in bodem en sediment”. <https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/bodem-en-afvalstoffen-ovam/compendium-cma>

OVAM (2022) Richtlijn PFAS-onderzoek (herziening – April 2022).

OVAM (2024) CvGP Opmaak kwaliteitstoets bij vrij gebruik van PFAS-houdend bodemmateriaal in een waterwingebied en bij onderwatertoepassingen.

Quaghebeur M, Seuntjens P, Tirez K. (2005). Experimentele en modelmatige vergelijking van methoden voor uitloging: Vlarea versus Vlarebo. Deel II en III. 2005/MAT/R/163. VITO-studie in opdracht van OVAM.

WAC-procedure WAC/IV/A/025 “Bepaling van per- en polyfluoralkylverbindingen (PFAS) in water met LC-MS/MS” <https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

OVAM (2018) Standaardprocedure voor de opmaak van een studie van ontvangende grond. Rapport d.d. 20 december 2018, met als referentie D/2018/5024/16. https://www.grondwijzer.be/sites/default/files/43/2019/2_-standaardprocedure_-_studie_ontvangende_grond.pdf

WAC-procedure WAC/VI/A/001 “Prestatiekenmerken”. <https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>