

VEE KVALITEET

**Valitud per- ja polüfluoroalküülühendite määramine
joogivees**

**Vedelikkromatograafia-tandem-massispektromeetria
(LC-MS/MS) meetodil**

Water quality

**Determination of selected per- and polyfluoroalkyl
substances in drinking water**

**Method using liquid chromatography/tandem-mass
spectrometry (LC-MS/MS)**

EESTI STANDARDI EESSÕNA

See Eesti standard on

- Euroopa standardi EN 17892:2024 ingliskeelse teksti sisu poolest identne tõlge eesti keelde ja sellel on sama staatus mis jõustumisteate meetodil vastu võetud originaalversioonil. Tõlgenduserimeelsuste korral tuleb lähtuda ametlikes keeltes avaldatud tekstidest;
- jõustunud Eesti standardina inglise keeles juulis 2024;
- eesti keeles avaldatud sellekohase teate ilmumisega EVS Teataja 2024. aasta juulikuu numbris.

Standardi tõlke koostamise ettepaneku on esitanud tehniline komitee EVS/TK 47 „Vee kvaliteet“, standardi tõlkimist on korraldanud Eesti Standardimis- ja Akrediteerimiskeskus ning rahastanud Majandus- ja Kommunikatsiooniministeerium.

Standardi on tõlkinud Riin Rebane, standardi on heaks kiitnud EVS/TK 47.

Euroopa standardimisorganisatsioon on teinud Euroopa standardi EN 17892:2024 rahvuslikele liikmetele kättesaadavaks 19.06.2024.	Date of Availability of the European Standard EN 17892:2024 is 19.06.2024.
--	---

See standard on Euroopa standardi EN 17892:2024 eestikeelne [et] versioon. Teksti tõlke on avaldanud Eesti Standardimis- ja Akrediteerimiskeskus ning sellel on sama staatus ametlike keelte versioonidega.	This standard is the Estonian [et] version of the European Standard EN 17892:2024. It was translated by the Estonian Centre for Standardisation and Accreditation. It has the same status as the official versions.
--	--

Tagasisidet standardi sisu kohta on võimalik edastada, kasutades EVS-i veebilehel asuvat tagasiside vormi või saates e-kirja meiliaadressile standardiosakond@evs.ee.

ICS 13.060.50

Standardite reprodutseerimise ja levitamise õigus kuulub Eesti Standardimis- ja Akrediteerimiskeskusele

Andmete paljundamine, taastekitamine, kopeerimine, salvestamine elektroonsesse süsteemi või edastamine ükskõik millises vormis või millisel teel ilma Eesti Standardimis- ja Akrediteerimiskeskuse kirjaliku loata on keelatud.

Kui Teil on küsimusi standardite autoriõiguse kaitse kohta, võtke palun ühendust Eesti Standardimis- ja Akrediteerimiskeskusega: Koduleht www.evs.ee; telefon 605 5050; e-post info@evs.ee

English Version

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

Qualité de l'eau - Détermination de substances per- et
polyfluoroalkylées sélectionnées dans l'eau potable -
Méthode par chromatographie en phase liquide
couplée à la spectrométrie de masse en tandem (LC-
MS/MS)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählter
Per- und Polyfluoralkylsubstanzen in Trinkwasser -
Verfahren mittels
Flüssigkeitschromatographie/Tandem-
Massenspektrometrie (LC-MS/MS)

This European Standard was approved by CEN on 19 May 2024.

CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration. Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the CEN-CENELEC Management Centre or to any CEN member.

This European Standard exists in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the CEN-CENELEC Management Centre has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, Bulgaria, Croatia, Cyprus, Czech Republic, Denmark, Estonia, Finland, France, Germany, Greece, Hungary, Iceland, Ireland, Italy, Latvia, Lithuania, Luxembourg, Malta, Netherlands, Norway, Poland, Portugal, Republic of North Macedonia, Romania, Serbia, Slovakia, Slovenia, Spain, Sweden, Switzerland, Türkiye and United Kingdom.



EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

CEN-CENELEC Management Centre: Rue de la Science 23, B-1040 Brussels

SISUKORD

EUROOPA EESSÕNA.....	4
SISSEJUHATUS.....	5
1 KÄSITLUSALA.....	6
2 NORMIVIITED.....	8
3 TERMINID JA MÄÄRATLUSED.....	8
4 PÕHIMÕTE.....	9
5 SEGAVAD MÕJUD.....	9
5.1 Proovivõtt.....	9
5.2 Taustreostus.....	9
5.3 Segavad mõjud vedelikkromatograafia-massispektromeetrias.....	10
6 REAKTIIVID.....	10
7 APARATUUR.....	12
8 PROOVIVÕTT.....	14
9 PROTSEDUUR.....	14
9.1 Osa A: otsesüsti meetod.....	14
9.1.1 Üldist.....	14
9.1.2 Proovivõtt.....	14
9.1.3 Prooviettevalmistus.....	14
9.2 Osa B: SPE meetod.....	15
9.2.1 Üldist.....	15
9.2.2 Proovivõtt.....	15
9.2.3 Prooviettevalmistus.....	15
9.2.4 Ekstraksioon.....	16
9.3 LC MS/MS-i kasutustingimused.....	17
9.4 Tühiproovi määramine.....	19
9.4.1 Üldist.....	19
9.4.2 Otsesüsti meetod.....	20
9.4.3 SPE meetod.....	20
9.5 Tuvastamine.....	20
9.6 Kalibreerimine.....	21
9.6.1 Üldised nõuded.....	21
9.6.2 Kalibreerimine välise standardiga.....	22
9.6.3 Kalibreerimine sisestandardiga.....	22
9.6.4 Kalibreerimise kontroll.....	23
10 ARVUTUS.....	24
10.1 Kontsentratsiooni määramine kalibreerimiskõveraga.....	24
10.2 Kontsentratsiooni arvutamine, kasutades väliste standarditega kalibreerimist.....	24
10.3 Kontsentratsiooni arvutamine, kasutades sisestandarditega kalibreerimist.....	24
10.4 Väljaspool kalibreerimisulatust olevate tulemuste käsitlemine.....	25
10.5 Hargnenud ahelaga isomeeride kvantiseerimine.....	25
11 ANALÜÜDI SAAGISE MÄÄRAMINE.....	26
11.1 Saagis.....	26
11.2 Sisestandardite saagis.....	26
12 TULEMUSTE ESITAMINE.....	27
13 KATSEPROTOKOLL.....	27

Lisa A (teatmelisa) Suutlikkuse andmed	28
Lisa B (teatmelisa) Seadme tingimused ja kromatogrammid	35
Kirjandus.....	41

See dokument on EVS-i poolt loodud eelvaade

EUROOPA EESSÕNA

Dokumendi (EN 17892:2024) on koostanud tehniline komitee CEN/TC 230 „Water analysis“, mille sekretariaati haldab DIN.

Euroopa standardile tuleb anda rahvusliku standardi staatus kas identse tõlke avaldamisega või jõustumisteatega hiljemalt 2024. a detsembriks ja sellega vastuolus olevad rahvuslikud standardid peavad olema kehtetuks tunnistatud hiljemalt 2024. a detsembriks.

Tuleb pöörata tähelepanu võimalusele, et dokumendi mõni osa võib olla patendiõiguse objekt. CEN ei vastuta sellis(t)e patendiõigus(t)e väljaselgitamise ega selgumise eest.

Igasugune tagasiside ja küsimused selle dokumendi kohta tuleks suunata dokumendi kasutaja rahvuslikule standardimisorganisatsioonile. Täielik loetelu nende organisatsioonide kohta on leitav CEN-i veebilehelt.

CEN-i/CENELEC-i sisereeglite järgi peavad Euroopa standardi kasutusele võtma järgmiste riikide rahvuslikud standardimisorganisatsioonid: Austria, Belgia, Bulgaaria, Eesti, Hispaania, Holland, Horvaatia, Iirimaa, Island, Itaalia, Kreeka, Küpros, Leedu, Luksemburg, Läti, Malta, Norra, Poola, Portugal, Prantsusmaa, Põhja-Makedoonia Vabariik, Rootsi, Rumeenia, Saksamaa, Serbia, Slovakkia, Sloveenia, Soome, Šveits, Taani, Tšehhi Vabariik, Türgi, Ungari ja Ühendkuningriik.

SISSEJUHATUS

Per- ja polüfluoroalküülained (PFAS) on tööstuslikult toodetud kemikaalid, mis sisaldavad vähemalt ühte täielikult fluoritud metüül- või metüleensüsinikuaatomit (ilma H/Cl/Br/I aatomita) [1]. See määratlus on valitud ka dokumenti (vt 3.1). Ameerika Ühendriikide Keskkonnakaitseagentuuri (US EPA) andmetel on PFAS keemiline perekond, mis koosneb enam kui 8000 üksikust aineist [2]. See on laialdaselt kasutatavate inimtekkeliste kemikaalide rühm. Perfluoroalküülained on püsivad ja võivad aja jooksul koguneda inimestesse ja keskkonda. Oma eriliste omaduste ja stabiilsuse tõttu kasutati osasid neist ühenditest laialdaselt tööstuses, tulekustutusvahetude komponentidena või tarbekaupades ning nüüd võib neid leida keskkonnas taustsaastena kõikjal [3].

PFAS-id – eriti lühema ahelaga – võivad tootmise, kasutamise ja utiliseerimise tulemusena sattuda veeringesse. PFAS-id sisalduvad EL-i joogivee direktiivis EL 2020/2184 [4] parameetrina, mida tuleb jälgida, maksimaalse parameetri piirväärtusega 0,10 µg/l 20 valitud PFAS-i summa puhul, st nii perfluoritud süsihapped kui ka perfluoritud sulfoonhapped, mille ahela pikkus on neli kuni kolmteist süsinikuaatomit.

Pikema ahelaga ühendid nagu PFOA, PFNA, PFHxS ja PFOS akumuleeruvad verre ja maksa ning nende poolestusaeg inimkehas ulatub mitme aastani. 2020. aastal on Euroopa Toiduohutusamet (EFSA) tuletanud epidemioloogiliste uuringute ja kõige tundlikumate mõjude põhjal inimese immuunsüsteemile [5] nelja aine PFOA, PFNA, PFHxS ja PFOS summa talutavaks nädalaseks koguseks (TWI) 4,4 ng/kg kehamassi kohta.

Madala TWI tõttu soovitab EFSA nelja aine PFOA, PFNA, PFHxS ja PFOS puhul, et vähemalt nende nelja EFSA-PFAS-i analüüs peaks olema võimalik avastamispiiriga, mis on palju alla parameetri maksimaalse piirväärtuse 0,10 µg/l.

HOIATUS! Selle dokumendi kasutajad peaksid olema teadlikud tavalistest laboritöö praktilistest aspektidest. See dokument ei käsitle kõiki ohutuse aspekte (kui neid esineb), mis on seotud selle kasutamisega. Kasutaja vastutab sobilike ohutus- ja töötervishoiumeetmete rakendamise eest.

TÄHTIS! On väga oluline, et selle dokumendi järgi tehtud katseid viiks läbi sobiva väljaõppega personal.

1 KÄSITLUSALA

See dokument määrab kindlaks meetodi valitud per- ja polüfluoroalküülainete (PFAS) lahustunud fraktsiooni määramiseks filtreerimata joogivees, kasutades vedelikkromatograafia-tandem-massispektromeetrit (LC-MS/MS). Meetodi rakendatavust teist tüüpi vee puhul, nagu magevesi (nt põhjavesi, pinnavesi) või puhastatud reovesi, saab iga üksikjuhtumi puhul eraldi valideerida.

Iga sihtühendi puhul kvantiseeritakse koos nii hargnenud ahelaga isomeerid kui ka vastavad hargnemata ahelaga isomeerid. Selle meetodiga määratud valitud ainete kogum esindab mitmesuguseid PFAS-e. See meetod on valideeritud tabelis 1 nimetatud analüütide jaoks. Selles tabelis toodud loendit saab muuta olenevalt meetodi eesmärgist ja fookusest. Selle meetodi madalam rakendusvahemik võib varieeruda olenevalt kasutatava aparatuuri tundlikkusest ja proovide maatriksist. Paljude ainete puhul, mille suhtes see dokument kehtib, on võimalik saavutada määramispiir (LOQ) 1 ng/l. Suureruumalalise otsesüsti kasutamine, nagu kirjeldatud meetodi osas A, või SPE, nagu kirjeldatud meetodi osas B, võimaldab madalamaid LOQ-sid. Analüütilised piirangud võivad esineda lühikese ahelaga PFAS-ide või PFAS-ide puhul, mille süsinikuaheles on rohkem kui kümme süsinikuaatomit. Tegelikud LOQ-d võivad sõltuda ka üksikute laborite saavutatud tühinäidu väärtustest.

MÄRKUS See dokument võimaldab analüüsida neid 20 PFAS-i, mis on loetletud EL-i joogivee direktiivi EL 2020/2184 [4] lisa III osa B punktis 3, et jälgida PFAS-i summa parameetrilist piirväärtust 0,10 µg/l.

Lisaks saab selle dokumendi abil analüüsida ka nende PFAS-ainete alternatiive ja asendajaid.

Tabel 1 — Analüüdid, mille määramine selle meetodi jaoks on valideeritud

Analüüt	IUPAC nimetus ^{a)}	Valem	Lühend	CAS-RN ^{b)}
Perfluorobutaanhape	2,2,3,3,4,4,4-Heptafluorobutaanhape	C ₄ HF ₇ O ₂	PFBA	375-22-4
Perfluoropentaanhape	2,2,3,3,4,4,5,5,5-Nonafluoropentaanhape	C ₅ HF ₉ O ₂	PFPeA	2706-90-3
Perfluoroheksaanhape	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,6-Undekafluoroheksaanhape	C ₆ HF ₁₁ O ₂	PFHxA	307-24-4
Perfluoroheptaanhape	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,7-Tridekafluoroheptaanhape	C ₇ HF ₁₃ O ₂	PFHpA	375-85-9
Perfluorooktaanhape	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-Pentadekafluorooktaanhape	C ₈ HF ₁₅ O ₂	PFOA	335-67-1
Perfluorononaanhape	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,9-Heptadekafluorononaanhape	C ₉ HF ₁₇ O ₂	PFNA	375-95-1
Perfluorodekaanhape	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-Nonadekafluorodekaanhape	C ₁₀ HF ₁₉ O ₂	PFDA	335-76-2
Perfluoroundekaanhape	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,11-Heneikosafluoroundekaanhape	C ₁₁ HF ₂₁ O ₂	PFUnDA	2058-94-8
Perfluorododekaanhape	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,12-Trikosafluorododekaanhape	C ₁₂ HF ₂₃ O ₂	PFDoDA	307-55-1
Perfluorotridekaanhape	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10,11,11,12,12,13,13,13-Pentakosa-fluorotridekaanhape	C ₁₃ HF ₂₅ O ₂	PFTTrDA	72629-94-8

Analüüt	IUPAC nimetus ^{a)}	Valem	Lühend	CAS-RN ^{b)}
Perfluorobutaan-sulfoonhape	1,1,2,2,3,3,4,4,4-Nonafluorobutaan-1-sulfoonhape	C ₄ HF ₉ O ₃ S	PFBS	375-73-5
Perfluoropentaan-sulfoonhape	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,5-Undekafluoropentaan-1-sulfoonhape	C ₅ HF ₁₁ O ₃ S	PFPeS	2706-91-4
Perfluoroheksaan-sulfoonhape	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,6-Tridekafluoroheksaan-1-sulfoonhape	C ₆ HF ₁₃ O ₃ S	PFHxS	355-46-4
Perfluoroheptaan-sulfoonhape	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,7-Pentadekafluoroheptaan-1-sulfoonhape	C ₇ HF ₁₅ O ₃ S	PFHpS	375-92-8
Perfluorooktaan-sulfoonhape	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-Heptadekafluorooktaan-1-sulfoonhape	C ₈ HF ₁₇ O ₃ S	PFOS	1763-23-1
Perfluorononaan-sulfoonhape	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,9-Nonadekafluorononaan-1-sulfoonhape	C ₉ HF ₁₉ O ₃ S	PFNS	68259-12-1
Perfluorodekaan-sulfoonhape	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-Heneikosafluorodekaan-1-sulfoonhape	C ₁₀ HF ₂₁ O ₃ S	PFDS	335-77-3
Perfluoroundekaan-sulfoonhape	1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,11-Trikosafluoroundekaan-1-sulfoonhape	C ₁₁ HF ₂₃ O ₃ S	PFUnDS	749786-16-1
Perfluorododekaan-sulfoonhape	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,12-Pentakosafluorododekaan-1-sulfoonhape	C ₁₂ HF ₂₅ O ₃ S	PFD _o DS	79780-39-5
Perfluorotridekaan-sulfoonhape	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13,13-Heptakosafluorodekaan-1-sulfoonhape	C ₁₃ HF ₂₇ O ₃ S	PFT _r DS	791563-89-8
4:2 Fluorotelomer sulfoonhape	3,3,4,4,5,5,6,6,6-Nonafluorohexaan-1-sulfoonhape	C ₆ H ₅ F ₉ O ₃ S	4:2 FTSA	757124-72-4
6:2 Fluorotelomer sulfoonhape	3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-Tridekafluorooktaan-1-sulfoonhape	C ₈ H ₅ F ₁₃ O ₃ S	6:2 FTSA	27619-97-2
8:2 Fluorotelomer sulfoonhape	3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-Heptadekafluorodekaan-1-sulfoonhape	C ₁₀ H ₅ F ₁₇ O ₃ S	8:2 FTSA	39108-34-4
Perfluorooktaan-sulfoonamiid	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-Heptadekafluoro-1-oktaansulfoonamiid	C ₈ H ₂ F ₁₇ NO ₂ S	FOSA	754-91-6
N-etüül perfluorooktaan-sulfoonamiid äädikhape	2-[Etüül(1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-heptadekafluorooktüülsulfonüül) amino]äädikhape	C ₁₂ H ₈ F ₁₇ NO ₄ S	EtFOSAA	2991-50-6

Analüüt	IUPAC nimetus ^{a)}	Valem	Lühend	CAS-RN ^{b)}
Heksafluoropropüleen oksiid dimeer hape	2,3,3,3-Tetrafluoro-2- (1,1,2,2,3,3,3- heptafluoropropoksü)propaan- hape	C ₆ HF ₁₁ O ₃	HFPO-DA	13252-13-6
4,8-Dioksa-3H- perfluorononaanhape	2,2,3-Trifluoro-3-[1,1, 2,2,3,3- heksafluoro-3-(tri- fluorometoksü)propoksü] propaanhape	C ₇ H ₂ F ₁₂ O ₄	DONA	919005-14-4
Perfluoro-3- metoksüpropaanhape	2,2,3,3-Tetrafluoro-3- (trifluorometoksü)propaanhape	C ₄ HF ₇ O ₃	PFMPA (PF4OPeA)	377-73-1
9-Kloorheksa- dekafluoro-3- oksanonaan-1- sulfoonhape	2-(6-Kloro-1,1,2,2, 3,3,4,4,5,5,6,6- dodeka-fluoroheksoksü)-1,1,2,2- tetrafluoroetaansulfoonhape	C ₈ HF ₁₆ O ₄ S	9Cl-PF3ONS	73606-19-6
^{a)} IUPAC: Rahvusvaheline Puhta ja Rakenduskeemia Liit ^{b)} CAS-RN: <i>Chemical Abstract Services</i> registrinumber				

2 NORMIVIITED

Allpool nimetatud dokumentidele on tekstis viidatud selliselt, et nende sisu kujutab endast kas osaliselt või tervenisti selle dokumendi nõudeid. Dateeritud viidete korral kehtib üksnes viidatud väljaanne. Dateerimata viidete korral kehtib viidatud dokumendi uusim väljaanne koos võimalike muudatustega.

ISO 5667-1. Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques

ISO 5667-3. Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples

ISO 5667-5. Water quality — Sampling — Part 5: Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems

ISO 8466-1. Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods — Part 1: Linear calibration function

ISO 8466-2. Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 2: Calibration strategy for non-linear second-order calibration functions

3 TERMINID JA MÄÄRATLUSED

Dokumendi rakendamisel kasutatakse allpool esitatud termineid ja määratlusi.

ISO ja IEC hoiavad alal standardimisel kasutamiseks olevaid terminoloogiaandmebaase järgmistel aadressidel:

- ISO veebipõhine lugemisplatvorm: kättesaadav veebilehelt <https://www.iso.org/obp/>;
- IEC Electropedia: kättesaadav veebilehelt <https://www.electropedia.org/>.

3.1

per- ja polüfluoroalküülained (*per- and polyfluoroalkyl substance*)

PFAS