

Composés per ou polyfluoroalkylés (PFAS) Méthode d'analyse multimatrice

Avril 2025

Les normes ou méthodes de référence relatives à l'analyse des composés per ou polyfluoroalkylés (PFAS) dans les différentes matrices environnementales (eau, air, sols) concernent des listes plus ou moins larges de PFAS selon les matrices (avec des noms et des abréviations parfois variables pour des composés identiques) et décrivent des conditions chromatographiques, spectrométriques et de quantification différentes (choix des colonnes chromatographiques, des phases éluantes, des conditions d'ionisation, des étalons internes marqués, des masses de transition pour chaque PFAS, etc.).

Contexte et objectifs

L'objectif de ce trail était de définir une méthode d'analyse unique pour une famille élargie de PFAS qui soit applicable à différentes matrices environnementales, afin d'éviter au laboratoire des changements permanents et non indispensables de conditions analytiques selon les échantillons environnementaux à analyser.

Nom de la famille de substances

Cette méthode s'applique à une liste de 49 (PFAS, dont les noms et abréviations ont été harmonisés en commission de normalisation Afnor lors de la rédaction de la norme XP X 43-126 relative à l'analyse des PFAS dans les émissions de sources fixes. Les résultats d'analyse sont exprimés sous la forme acide du composé.

Noms et identifiants des substances individuelles concernées

Nom	Abréviation	N° CAS	Code SANDRE
PFCA			
Acide perfluorobutanoïque	PFBA	375-22-4	5980
Acide perfluoropentanoïque	PFPeA	2706-90-3	5979
Acide perfluorohexanoïque	PFHxA	307-24-4	5978
Acide perfluoroheptanoïque	PFHpA	375-85-9	5977
Acide perfluorooctanoïque	PFOA	335-67-1	5347
Acide perfluorononanoïque	PFNA	375-95-1	6508
Acide perfluorodécanoïque	PFDA	335-76-2	6509
Acide perfluoroundécanoïque	PFUnDA	2058-94-8	6510
Acide perfluorododécanoïque	PFDoDA	307-55-1	6507
Acide perfluorotridécanoïque	PFTriDA	72629-94-8	6549
Acide perfluorotétradécanoïque	PFTeDA	376-06-7	6547
Acide perfluorohexadécanoïque	PFHxDA	67905-19-5	8984
Acide perfluorooctadécanoïque	PFODA	16517-11-6	8985
PFSA			
Acide perfluorobutanesulfonique	PFBS	375-73-5	6025
Acide perfluoropentanesulfonique	PFPeS	2706-91-4	8738
Acide perfluorohexane sulfonique	PFHxS	355-46-4	6830
Acide perfluoroheptane sulfonique	PFHpS	375-92-8	6542
Acide perfluorooctane sulfonique	PFOS	1763-23-1	6561
Acide perfluorononane sulfonique	PFNS	68259-12-1	8739
Acide perfluorodécane sulfonique	PFDS	335-77-3	6550
Acide perfluoroundécane sulfonique	PFUnDS	749786-16-1	8740
Acide perfluorododécane sulfonique	PFDoDS	79780-39-5	8741
Acide perfluorotridécane sulfonique	PFTriDS	791563-89-8	8742
Acide Decafluoro-4-(pentafluoréthyl) cyclohexanesulfonique	PFecHS	646-83-3	9180
FASA et dérivés			
Perfluoro-1-octanesulfonamide	FOSA	754-91-6	6548
N-méthyle perfluorooctane sulfonamide	N-MeFOSA	31506-32-8	7089
N-éthyle perfluorooctane sulfonamide	N-EtFOSA	4151-50-2	6662
2-(N-méthylperfluoro-1-octane sulfonamido)-éthanol	N-MeFOSE	24448-09-7	N.A

2-(N-éthylperfluoro-1-octane sulfonamido)-éthanol	N-EtFOSE	1691-99-2	N.A
Acide N-méthyle perfluorooctane sulfonamido acétique	N-MeFOSAA	2355-31-9	7987
Acide N-éthyle perfluorooctane sulfonamido acétique	N-EtFOSAA	2991-50-6	7988
FTSA			
Acide 1H,1H,2H,2H-perfluorohexane sulfonique	4:2 FTSA	757124-72-4	7945
Acide 1H,1H,2H,2H-perfluorooctane sulfonique	6:2 FTSA	27619-97-2	7893
Acide 1H,1H,2H,2H-perfluorodécane sulfonique	8:2 FTSA	39108-34-4	7946
Acide 1H,1H,2H,2H-perfluorododécane sulfonique	10:2 FTSA	120226-60-0	9109
Substitution			
Acide 4,8-Dioxo-3H-perfluorononanoïque	ADONA	919005-14-4	8983
Acide dimère d'oxyde d'hexafluoropropylène	HFPO-DA (GenX)	13252-13-6	8982
Acide 9-chlorohexadécafluoro-3-oxanonane-1-sulfonique	9Cl-PF3ONS (F-538 majeur)	756426-58-1	9111
Acide 11-chloroheptafluoro-3-oxaundécane-1-sulfonique	11Cl-PF3OudS (F-538 mineur)	763051-92-9	9110
Acide nonafluoro-3,6-dioxaheptanoïque	NFDHA	151722-58-6	9117
Acide perfluoro(2-éthoxyéthane) sulfonique	PFEESA	113507-82-7	9181
Acide perfluoro-4-méthoxybutanoïque	PFMBA	863090-89-5	9182
Acide perfluoro-3-méthoxypropanoïque	PFMPA	377-73-1	9183
FTCA			
Acide 2H-perfluoro-2-décenoïque	8:2 FTUCA (FOUEA)	70887-84-2	7970
Acide 2H,2H-perfluorododécanoïque (Acide 2-perfluorodécyl éthanoïque)	10:2 FTCA (10:2 FDEA)	53826-13-4	7947
Acide 2H,2H-perfluorodécanoïque (Acide 2-perfluorooctyl éthanoïque)	8:2 FTCA (8:2 FOEA)	27854-31-5	7969
Acide 2H-perfluoro-2-octenoïque	6:2 FTUCA (6:2 FHUEA)	70887-88-6	7968
Acide 2H,2H perfluorooctanoïque (Acide 2-perfluorohexyl éthanoïque)	6:2FTCA (6:2 FHEA)	53826-12-3	7967
Acide 2H,2H,3H,3H-perfluorohexanoïque (Acide 3-perfluoropropyl propanoïque)	3:3 FTCA (FPrPA)	356-02-5	9170
Acide 2H,2H,3H,3H-perfluorooctanoïque (Acide 3-perfluoropentyl propanoïque)	5:3 FTCA (FPePA)	914637-49-3	7951
Acide 2H,2H,3H,3H-perfluorodécanoïque (Acide 3-perfluoroheptyl propanoïque)	7:3 FTCA (FHpPA)	812-70-4	9171

Matrices analysées [code Sandre]

- / Eau [3] : - Eau douce de surface - Eau souterraine - Eau résiduaire
- / Sol [6], Sédiment [25]
- / Air [2]

Protocole analytique

Principe de la méthode

L'analyse est effectuée en chromatographie liquide ultra-haute performance couplée à un spectromètre de masse en tandem (UHPLC-MS/MS) avec ionisation par électrospray en mode négatif (ESI-).

Avant analyse et injection de l'extrait en UPLC-MS/MS, l'échantillon est préalablement prétraité selon un protocole spécifique à la matrice environnementale analysée.

Précautions à prendre

Les PFAS étant omniprésents dans l'environnement du laboratoire, des précautions doivent être prises à toutes les étapes du prélèvement, comme de l'analyse au laboratoire, afin d'éviter des contaminations de l'échantillon. Les préconisations à prendre sont :

- / le port de gants neufs en nitrile,
- / de ne pas porter des vêtements contenant du Gore-Tex® ou du Tyvek®,
- / de ne pas utiliser de produits cosmétiques susceptibles de contenir des PFAS (crèmes hydratantes, vernis à ongles, mascara...),
- / d'utiliser des flacons en polypropylène ou PEHD,
- / de proscrire tous les matériaux à base de polymères fluorés dont les septums (utiliser des bouchons pré-perçés en forme d'étoile pour les flacons de passeur) et les tubulures ou matériaux en téflon dans les matériels d'extraction, d'évaporation, de concentration et dans les chaînes analytiques (remplacer par de l'inox, du PEHD, du Peek...),
- / de veiller à conserver l'espace de travail propre et sans poussière,
- / de n'utiliser que des réactifs et consommables (solvants, résines, cartouches SPE, cônes pour pipettes...) préalablement vérifiés pour l'absence de contamination en PFAS.

Prétraitement

Eau

Les échantillons d'eau sont préparés selon la norme EN 17892 qui propose soit :

- / Une injection directe de l'échantillon, après dilution (1 :1, v :v) dans du méthanol, agitation par vortex, centrifugation et prélèvement du surnageant pour analyse ;
- / Une extraction sur phase solide en utilisant une cartouche échangeuse d'anions faibles et du méthanol alcalin en solvant d'élution.

Sol

Les échantillons de sol sont préparés selon le projet de norme européenne porté par le CEN/TC 444 qui consiste en :

- / Une extraction solide/liquide par du méthanol alcalin par agitation, puis centrifugation ;
- / Une purification du surnageant obtenu par extraction sur phase solide avec une cartouche en carbone graphite non poreux et un mélange d'acétonitrile/méthanol (1 :1, v :v) acidifié en solvant d'élution.

Air à l'émission

Les échantillons d'air sont préparés selon la norme XP X43-126 et consiste, après prélèvement sur filtre, résines et barboteurs suivant la même norme, à :

- / Une extraction accélérée par solvant avec un mélange acétonitrile/méthanol (1 :4, v :v) du filtre et des résines ;
- / Une extraction par phase solide des barboteurs en utilisant une cartouche échangeuse d'anions faibles et du méthanol alcalin en solvant d'élution.

Retombées atmosphériques

Les échantillons de retombées atmosphériques sont préparés de la manière suivante :

- / Évaporation douce à sec sur banc de sable de la phase aqueuse ;
- / Extraction du support de prélèvement par du méthanol sous agitation.

Analyse

Volume final avant analyse

Quelle que soit la méthode de préparation employée en fonction de la matrice environnementale, l'extrait résultant est ramené à 1 mL d'un mélange eau/méthanol (20 :80, v :v). Juste avant analyse, 1 µL d'une solution d'acide formique est ajouté à cet extrait.

Les flacons utilisés sont en polypropylène et équipés de bouchons vissés sans septum et également en polypropylène.

Méthode analytique

Configuration matérielle :

- / Colonne de décalage : Atlantis Premier BEH C18 AX (2,1 x 50 mm) placée en sortie de mélangeur
- / Mélangeur placé en sortie de vanne d'injection
- / Installation de lignes de solvant en PEEK

Chromatographie :

- / Volume injecté : 50 µL
- / Colonne chromatographique :
 - Colonne Waters Acquity UPLC BEH Shield C18 (2,1 x 100 mm ; 1,7 µm)
 - Température : 40°C
- / Gradient de solvant :
 - A = Eau LC/MS Biosolve + 2 mM acétate d'ammonium
 - B = Méthanol LC/MS Biosolve + 2 mM acétate d'ammonium

Spectromètre de Masse :

- / Ionisation : Electrospray en mode négatif ESI-
- / Tension de Capillaire : 1,0 kV
- / Température Source : 120°C
- / Température désolvatation : 400°C
- / Gaz de désolvatation : Azote
- / Débit gaz de cône : 150 L/h
- / Débit gaz de désolvatation : 1000 L/h
- / Débit gaz de collision : 0,15 mL/min
- / Exemple de paramètres MRM : voir tableau ci-dessous

Équipement

Système de chromatographie liquide ultra haute performance couplé à un spectromètre de masse en tandem : par exemple Acquity UHPLC/ Xevo TQ- Absolute (Waters®).

Type d'étalonnage

Interne, selon le tableau des transitions pour la liste des étalons.

Domaine de concentration

Gamme d'étalonnage préparée de 1 à 500 ng/L de chaque composé individuel (variable selon la sensibilité de la chaîne analytique utilisée).

Composé	1ère transition		2ième transition		Marqueur associé
	Q1 mass	Q3 mass	Q1 mass	Q3 mass	
NATIFS					
Acides perfluorocarboxyliques (PFCAs)					
Acide perfluorobutanoïque	213	169	213	19	¹³ C ₄ -PFBA
PFBA (CAS: 375-22-4)					
Acide perfluoropentanoïque	263	219	263	69	¹³ C ₅ -PFPeA
PFPeA (CAS: 2706-90-3)					
Acide perfluorohexanoïque	313	269	313	119	¹³ C ₆ -PFHxA
PFHxA (CAS: 307-24-4)					
Acide perfluoroheptanoïque	363	319	363	169	¹³ C ₇ -PFHpA
PFHpA (CAS: 375-85-9)					
Acide perfluorooctanoïque	413	369	413	169	¹³ C ₈ -PFOA
PFOA (CAS: 335-67-1)					
Acide perfluorononanoïque	463	419	463	169	¹³ C ₉ -PFNA
PFNA (CAS: 375-95-1)					
Acide perfluorodécanoïque	513	469	513	169	¹³ C ₁₀ -PFDA
PFDA (CAS: 335-76-2)					
Acide perfluoroundécanoïque	563	519	563	169	¹³ C ₁₁ -PFUnA
PFUnA (CAS: 2058-94-8)					
Acide perfluorododécanoïque	613	569	613	139	¹³ C ₁₂ -PFDoA
PFDoA (CAS: 307-55-1)					
Acide perfluorotridécanoïque	663	619	663	169	¹³ C ₁₃ -PFDoA
PFTtA (CAS: 72629-94-8)					
Acide perfluorotetradécanoïque	713	169	713	219	¹³ C ₁₄ -PFTeDA
PFTDA (CAS: 376-06-7)					
Acide perfluorohexadécanoïque	813	769	813	169	¹³ C ₁₆ -PFHxDA
PFHxDA (CAS: 67905-19-5)					
Acide perfluorooctadécanoïque	913	869	913	169	¹³ C ₁₈ -PFDoA
PFODA (CAS: 16517-11-6)					

Acides perfluorosulfoniques (PFSAs)					
Acide perfluorobutanesulfonique	299	80	299	99	¹³ C ₄ -PFBS
PFBS (CAS: 375-73-5)					
Acide perfluoropentanesulfonique	349	80	349	99	¹³ C ₅ -PFBS ou ¹⁸ O ₂ -PFHxS
PFPeS (CAS: 2706-91-4)					
Acide perfluorohexane sulfonique	399	80	399	99	¹³ C ₆ -PFBS ou ¹⁸ O ₂ -PFHxS
PFHxS (CAS: 355-46-4)					
Acide perfluoroheptane sulfonique	449	80	449	99	¹³ C ₇ -PFHpA
PFHpS (CAS: 375-92-8)					
Acide perfluorooctane sulfonique	499	80	499	99	¹³ C ₈ -PFOS
PFOS (CAS: 1763-23-1)					
Acide perfluorononane sulfonique	549	80	549	99	¹³ C ₉ -PFOS
PFNS (CAS: 68259-12-1)					
Acide perfluorodécane sulfonique	599	80	599	99	¹³ C ₁₀ -PFOS
PFDS (CAS: 335-77-3)					
Acide perfluorododécane sulfonique	699	80	699	99	¹³ C ₁₂ -PFOS
PFDoDS (CAS: 79780-39-5)					
Sulfonamides perfluorés perfluorés (FOSAs)					
Perfluoro-1-octanesulfonamide	498	78	498	64	¹³ C ₈ -FOSA
FOSA (CAS: 754-91-6)					
N-méthyle perfluorooctane sulfonamide	512	169	511.95	219	d ₃ -NMeFOSA
N-MeFOSA (CAS: 31506-32-8)					
N-éthyle perfluorooctane sulfonamide	526	169	526	219	d ₅ -NEtFOSA
N-EtFOSA (CAS: 4151-50-2)					
2-(N-méthylperfluoro-1-octane sulfonamido)-éthanol	616	59	-	-	d ₇ -NMeFOSE
N-MeFOSE (CAS: 24448-09-7)					
2-(N-éthylperfluoro-1-octane sulfonamido)-éthanol	630	59	-	-	d ₉ -NEtFOSE
N-EtFOSE (CAS: 1691-99-2)					
Acide N-méthyle perfluorooctane sulfonamido acétique	570	419	570	412	d ₃ -NMeFOSAA
N-MeFOSAA (CAS: 2355-31-9)					
Acide N-éthyle perfluorooctane sulfonamido acétique	584	419	584	526	d ₅ -NEtFOSAA
N-EtFOSAA (CAS: 2991-50-6)					

Acides sulfoniques de fluorotélomer fluorotélomer (FTS)					
Acide 1H,1H,2H,2H-perfluorohexane sulfonique 4:2 FTS (CAS: 757124-72-4)	327	307	327	80	¹³ C ₂ -4:2 FTS
Acide 1H,1H,2H,2H-perfluorooctane sulfonique 6:2 FTS (CAS: 27619-97-2)	427	407	427	80	¹³ C ₂ -6:2 FTS
Acide 1H,1H,2H,2H-perfluorodécane sulfonique 8:2 FTS (CAS: 39108-34-4)	527	507	527	80	¹³ C ₂ -8:2 FTS
Acide 1H,1H,2H,2H-perfluorododécane sulfonique 10:2 FTS (CAS: 120226-60-0)	627	607	627	80	¹³ C ₂ -10:2 FTS
Fluorinated Replacement Chemicals / Composés chimiques fluorés fluorés de remplacement					
Acide 4,8-Dioxia-3H-perfluorononanoïque ADONA (CAS: 919005-14-4)	377	251	377	85	¹³ C ₄ -PFOS
Acide dimère d'oxyde d'hexafluoropropylène HFPO-DA (CAS: 13252-13-6)	285	169	-	-	¹³ C ₃ -HFPO-DA
Acide 9-chlorohexadécafluoro-3-oxanonane-1-sulfonique 9Cl-PF3ONS (F-53B Major) (CAS: 756426-58-1)	531	351	531	35	¹³ C ₄ -PFOS
Acide 11-chloroeicosafluoro-3-oxaundécane-1 sulfonique 11Cl-PF3OUdS (F-53B Minor) (CAS: 763051-92-9)	631	451	631	35	¹³ C ₄ -PFOS
Autres composés					
Acide nonafluoro-3,6-dioxaheptanoïque NFDHA (CAS: 151772-58-6)	295	201	-	-	¹³ C ₂ -PFHxA
Acide perfluoro(2-éthoxyéthane) sulfonique PFEEA (CAS: 113507-82-7)	315	135	315	83	¹³ C ₃ -PFBS
Acide perfluoro-4-méthoxybutanoïque PFMBA (CAS: 863090-89-5)	279	85	-	-	¹³ C ₅ -PFPeA

Acide perfluoro-3-méthoxypropanoïque PFMPA (CAS: 377-73-1)	229	85	-	-	¹³ C ₄ -PFBA
Acide Decafluoro-4-(pentafluoroéthyl)cyclohexanesulfonique PFecHS (CAS: 646-83-3)	461	381	461	99	¹⁸ O ₂ -PFHxS
Acide 2H-perfluoro-2-octénoïque 6:2 FTUCA (6:2 FHUEA) (CAS: 70887-88-6)	357	293	357	243	¹³ C ₂ -6:2FTUCA
Acide 2H-perfluoro-2-décénoïque 8:2 FTUCA (FOUEA) (CAS: 70887-84-2)	457	393	457	343	¹³ C ₂ -8:2FTUCA
Acide 2H,2H,3H,3H-perfluoropropanoïque (Acide 3-perfluoropropyl propanoïque) 3:3 FTCA (FPrPA) (CAS: 356-02-5)	241	177	241	117	¹³ C ₃ -6:2FTCA
Acide 2H,2H,3H,3H-perfluorooctanoïque (Acide 3-perfluoropentyl propanoïque) 5:3 FTCA (FPePA) (CAS: 914637-49-3)	341	237	341	217	¹³ C ₂ -6:2FTCA
Acide 2H,2H,3H,3H-perfluorodécanoïque (Acide 3-perfluoroheptyl propanoïque) 7:3 FTCA (FHpPA) (CAS: 812-70-4)	441	337	441	317	¹³ C ₂ -8:2FTCA
Acide 2H,2H perfluorooctanoïque (Acide 2-perfluorohexyl éthanoïque) 6:2 FTCA (6:2 FHEA) (CAS: 53826-12-3)	377	243	-	-	¹³ C ₂ -6:2FTCA
Acide 2H,2H-perfluorodécanoïque (Acide 2-perfluorooctyl éthanoïque) 8:2 FTCA (8:2 FOEA)(CAS: 27854-31-5)	477	392	477	413	¹³ C ₂ -8:2FTCA
Acide 2H,2H-perfluorododécanoïque (Acide 2-perfluorodécyl éthanoïque) 10:2 FTCA (10:2 FDEA) (CAS: 53826-13-4)	577	493	577	63	¹³ C ₂ -10:2FTCA