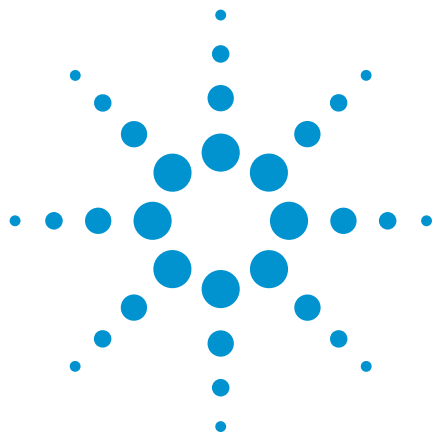




# Agilent 1260/1290 Infinity (II) LC 시스템으로 Per/Polyfluoroalkyl Substance 백그라운드를 낮추기 위한 권장 라인 구성

## 응용 자료

환경

### 저자

Tarun Anumol  
Agilent Technologies Inc.  
2850 Centerville Rd,  
Wilmington, DE, USA

Sheher Bano Mohsin, and  
Michael Woodman  
Agilent Technologies Inc.  
Wooddale, IL, USA

Peter Abrahamsson  
Agilent Technologies Ltd.  
Sweden

### 소개

과불화 화합물(PFC)로도 알려진 per/polyfluoroalkyl substances(PFAS)는 알킬 사슬을 구성하는 수소 일부 또는 전체가 불소로 대체된 물질을 말합니다. 분자 내 C-F 결합은 산업 및 상용 제품이 요구하는 고유한 특성을 부여합니다. 그러나 PFAS의 지속성과 생체농축성으로 환경과 야생 생태계 오염에 대한 우려가 높아지고 있습니다. PFAS는 다양한 분야에서 사용되며 환경으로 배출됩니다. Perfluorooctanoic acid(PFOA)와 perfluorooctane sulfanoic acid(PFOS)와 같은 PFAS는 광범위하게 사용되며, 물, 토양, 폐기물, 생물군에서 ppb 또는 ppt 농도로 검출됩니다. 이에 따라, 최근 USEPA는 먹는물 내 PFOA 및 PFOS 함량 기준을 70ng/L로 발표하였습니다. 미국 몇몇 주정부는 일부 PFAS의 먹는물 내 함량 한도를 20–400ng/L로 설정하였습니다.

PFAS는 제조 공정에서 일상적으로 사용 되므로, 액체 크로마토그래프의 제조 및 일상적인 작동에 사용되는 용매, 튜빙, 피팅, 필터 및 기타 파트로부터 시스템이 오염될 수 있습니다. Polytetrafluoroethylene(PTFE)는 모든 주요 (U)HPLC 시스템에 사용되는 불소중합체로 분석 중에 발생하는 PFAS 오염의 잠재적 원인이 될 수 있습니다. 이 응용 자료에서는 Agilent 1260 Infinity II와 Agilent 1290 Infinity II 시스템에서 발생하는 다양한 PFAS 오염원을 설명하고, 애질런트 LC/MS 시스템을 이용한 분석에서 PFAS 백그라운드 간섭을 크게 낮춰 분석물질을 높은 감도로 분석하고 정량할 수 있는 솔루션을 소개합니다. 이 응용 자료는 전용 LC 시스템으로 백그라운드 간섭을 최소화하여 PFAS 극미량 분석을 수행하려는 사용자를 위해 작성되었습니다. 동일한 LC에서 여러 분석을 수행하는 경우, 지연 컬럼을 사용하여 PFAS 백그라운드를 낮출 수 있습니다.



**Agilent Technologies**

## 실험

### 기기

- Agilent 1260 Infinity II multisampler(G7167A), Agilent 1290 Infinity II multisampler(G7167B), 또는 Agilent 1290 Infinity autosampler(G4226A)
- Agilent 1260 Infinity II multisampler(G7112B), Agilent 1290 Infinity II multisampler(G7120A), 또는 Agilent 1290 Infinity autosampler(G4220A)

### 교체 파트

#### 펌프

- Agilent Polyethylene pump seals – Agilent 1260 Infinity II 모듈만 해당(p/n 0905-1420) (×1)
- PEEK 튜빙: 10 feet × 1/8" od × 0.062" id (Sigma # 54995) (×1)
- Agilent Stainless steel inlet filter, 12-14 µm: (p/n 01018-60025) (×2)
- LC 용매 튜브용 Agilent PPS 너트: 1/8", 1/4-28 Thread (p/n 5063-6599, 10/pk) (×1)
- 애질런트 페룰(ferrule) 어셈블리: 18" × 3 mm od (p/n 0100-1700) (×4)
- Polypropylene GL45 solvent bottle caps (VWR, # 89059-796, 10/pk) (×1)
- 지연 컬럼: Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 4.6 × 50 mm, 3.5 µm (p/n 959943-902) (×1)

### 자동 시료 주입기(Autosampler)

- 주입 밸브용 rotor seal, PEEK, 600bar, 1260 Infinity II LC 및 1290 Infinity LC용(p/n 5068-0209). 주입 밸브용 rotor seal, PEEK, 1,300bar(1290 Infinity LC (p/n 5068-0198))
- Crimp-top polypropylene vials 1.0 mL (p/n 5182-0567, 100/pk).
- Clear snap caps with polypropylene septa (p/n 5182-0542, 100/pk).

## 결과 및 토의

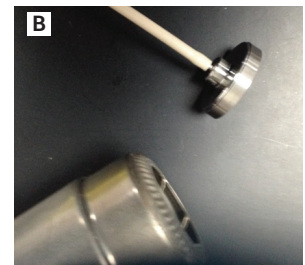
### 용매 라인 변경

1. 용매 용기 캡을 polypropylene(PP) GL45 캡(VWR, p/n 89059-796)으로 교체하십시오.
2. 용매병에서 펌프 헤드까지 PTFE 용매 주입 라인을 PEEK 튜빙(Sigma # 54995)으로 교체하십시오. 교체 방법은 그림 1을 참조하십시오.
  - a. 10ft 1/8" 튜빙을 약 5ft 길이 2개로 자릅니다.
  - b. 드릴 비트(#43)로 각 PEEK 튜빙의 한쪽 말단에 구멍을 뚫고(약10mm 깊이) 부스러기를 제거한 후, 스테인리스강 필터 싱커(sinker)를 삽입합니다. 또는, 단단한 표면 위에서 히트 건으로 PEEK 튜빙과 스테인리스강 필터 싱커를 가열하면서 튜빙을 싱커에 밀어 넣습니다(단단한 표면으로부터 오염물이 싱커에 달라붙지 않도록 싱커 아래 킴와이프스를 놓고 작업을 수행하십시오).
  - c. PP GL45 캡 2개에 1/8" 직경의 구멍을 뚫습니다.
  - d. Thread 쪽이 저장용기(reservoir)를 향하도록 캡을 PEEK 튜빙으로 밀어 넣습니다.
  - e. 펌프로 연결되는 말단 쪽에서 PTFE 피팅을 PEEK thread 피팅, 고정 링, 페룰(p/n 5063-6599, p/n 0100-1700)로 교체합니다. **참고:** PEEK 페룰은 PTFE 페룰보다 매우 단단하므로 설치할 때 더 큰 힘이 필요합니다.
  - f. 페룰 고정 링은 단단히 고정되어야 합니다.

스테인리스강 싱커에 PEEK 튜브 삽입



옵션 1: 튜브에 구멍 뚫기



옵션 2: 히트 건

PTFE 피팅을 PEEK 페룰(ferrule)과 잠금 링(locking ring)으로 교체



그림 1. 용매 용기에서 펌프로 이어지는 PEEK 튜빙 설치

3. 양쪽 용매 라인에서 유리 저장 용기 주입구 필터 (p/n 01018-60025)를 스테인레스강 저장용기 주입구 필터로 교체합니다.
4. 기존 용매 라인에서 잔류 용매를 배출하고 라인을 제거한 후, 앞서 준비한 PEEK 라인을 설치합니다.

## 펌프 변경

PFAS 백그라운드 간섭을 줄이기 위한 펌프 변경 사항을 그림 2에 나타내었습니다.

1. PEEK 용매 라인으로 탈기장치(degasser)를 우회하여 펌프 헤드로 직접 연결합니다.
2. 1290 Infinity II 펌프의 헤드와 1260 Infinity II 펌프 퍼지 밸브에서 PTFE 필터 프리트(frit)를 제거합니다.
3. 펌프와 주입기 사이에 지연 컬럼(p/n 959943-902)을 연결합니다. 지연 컬럼은 분석 실행 중 존재하는 PFAS 오염물로 인한 잔류 백그라운드를 없앱니다.

## 자동 시료 주입기 변경

PFAS 백그라운드 간섭을 줄이기 위한 자동 시료 주입기 변경 사항은 그림 3에 나타냅니다.

- 주입 밸브의 VESPEL rotor seal을 PEEK seal로 교체합니다. G7167A 1260 또는 G4226A 1290에 대해 PEEK rotor seal(p/n 5068-0209)을 사용합니다. 1290 Infinity II multisampler에는 p/n 5068-0198을 사용하십시오. 이는 작동 압력 1,300bar에서 사용 가능한 유일한 옵션입니다. 이 부품은 EPA 537에 기술된 14가지 PFAS에 대한 오염을 일으키지 않는 것으로 테스트되었습니다. **참고:** VESPEL은 PEEK 대비 소수성 분석물질이 흡착되기 쉽습니다.
- 변경 전에 LC를 이미 사용하였다면, 고정자(stator) 헤드도 교체하십시오.
- 배기 라인을 PTFE에서 PEEK로 교체하고, 자유 말단을 원래 위치에 다시 삽입합니다.
- 분석에는 PTFE가 함유되지 않은 바이알과, 캡, 셉타 (예를 들어 p/n 5182-0567 및 p/n 5182-0542)를 사용합니다. **참고:** 대부분의 2mL 스크루 캡은 시료와 반응하지 않는 비활성 특성 때문에 PTFE 셉타와 함께 제공되지만, PTFE에 함유된 불소중합체로 인해 PFAS 오염이 발생할 수 있습니다.

- **참고:** 고농도 시료를 주입하는 경우 PFAS가 니들이나 needle seat에 점착될 수 있습니다. 분석법에 최소 세척 주기 15-20초로 니들과 needle seat를 반복 세척하도록 프로그램하십시오. 니들이나 needle seat가 PFAS로 오염되었는지 확인하려면, 우회 모드로 시료를 주입하고 오염이 사라진다면 니들과 needle seat를 교체하십시오.

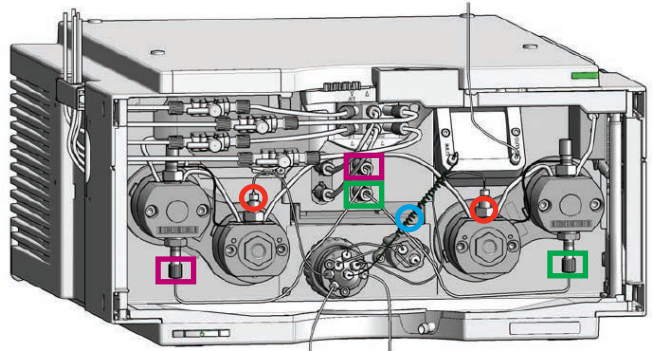


그림 2. 펌프 변경: (적색 원) PTFE 필터 프리트 제거, (사각형) 탈기장치와 펌프 분리, (파란색 원) 지연 컬럼 삽입



그림 3. PFAS 분석을 위한 Agilent 1260 Infinity II 또는 Agilent 1290 Infinity II multisampler 개조. A) 바이알과 캡, B) rotor seal. PFAS 분석 전에 LC를 이미 사용하였다면, 고정자(stator) 헤드도 교체하십시오. **참고:** 그림에서는 이중 니들 어셈블리를 나타내었으나, 단일 니들 구성으로도 분석 수행 가능

## 변경된 시스템 성능

LC 스택에서 PTFE 및 불소중합체 파트를 교체한 후 PFAS 백그라운드 간섭이 크게 감소하였습니다. 그림 4와 같이 백그라운드 베이스라인이 LC 변경 전보다 낮아졌습니다. 그림 5에 변경된 LC를 quadrupole time-of-flight (Q-TOF) 기기에 연결하여 분석한 결과를 나타냈으며, 불소중합체 피크가 사라진 것을 확인할 수 있습니다. 변경된 시스템으로 EPA 방법 537에서 기술한 모든 분석물질을 테스트하였으며, LC에서 어떤 백그라운드 오염도 관찰되지 않았습니다.

펌프 혼합기 뒤에 연결한 지연 컬럼은 펌프에서 발생할 수 있는 백그라운드 간섭을 제거하는 데 유용합니다. 일반적으로 지연 컬럼은 여러 분석법에 LC/MS 시스템을 사용하고, PFAS 백그라운드 간섭을 제거하기 위한 LC 변경이 허용되지 않는 경우 사용되도록 권장합니다. 그림 6에는 LC의 다른 파트를 교체하지 않고 지연 컬럼만을 사용하여 시료에 함유된 실제 PFOS와 백그라운드 PFOS를 베이스라인에서 분리하는 예를 나타내었습니다. 지연 컬럼을 추가한 경우 흐름 경로에 지연량(delay volume)이 증가하므로, 지연 컬럼을 사용하지 않았을 때보다 피크가 늦게 용리된다는 점에 유의하여야 합니다.

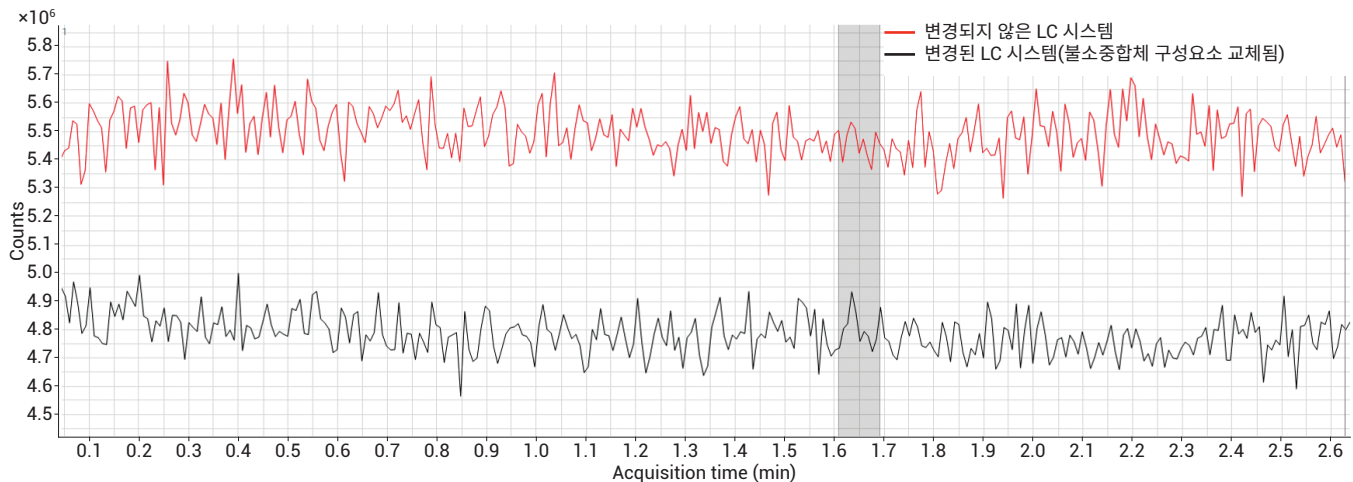


그림 4. LC 변경 후 백그라운드 간섭 감소

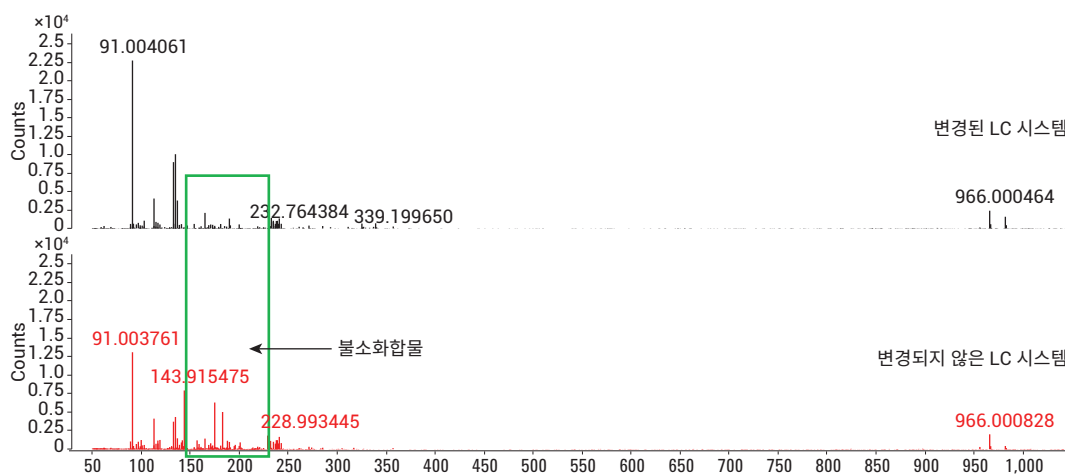


그림 5. LC 시스템 변경 후 불소화합물 피크 감소 또는 제거. 데이터는 Agilent 6550 Q-TOF MS와 Agilent 1290 Infinity II LC의 결합 시스템으로 수집됨

## 결론

이 응용 자료에서는 PFAS 오염에 의한 백그라운드 간섭을 방지하기 위해 Agilent 1260 Infinity II 또는 Agilent 1290 Infinity II LC 시스템을 불소중합체가 완전히 제거된 시스템으로 변경하는 방법을 소개하였습니다. 변경 후 LC/MS 시스템의 베이스라인도 감소하였으며, PFAS 분석에서 감도가 향상되었습니다. LC를 다양한 분석법에 사용하여 변경할 수 없는 경우, 지연 컬럼을 유용하게 활용할 수 있습니다. 지연 컬럼으로 LC 자체에서 유래한 PFAS 백그라운드를 시료내 분석물질과 효과적으로 분리할 수 있습니다. 특히 고농도 시료를 반복해서 주입하는 경우 PFAS 화합물이 니들과 needle seat에 점착될 수 있으므로, 니들과 needle seat를 반복 세척하도록 분석법을 설정하십시오. 이 응용 자료에서 소개한 변경 사항은 다양한 매트릭스 내 PFAS 분석에서 애질런트 LC/MS의 감도와 분석 신뢰성을 향상할 수 있습니다.

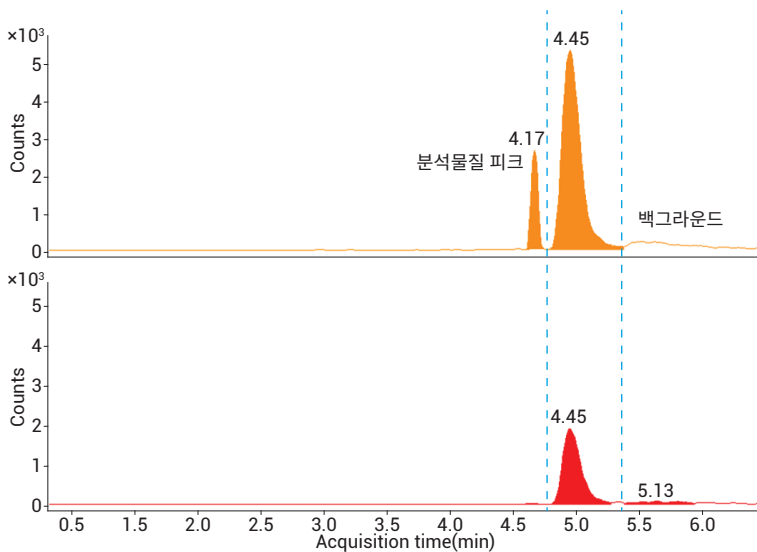


그림 6. 지연 컬럼을 이용한 시료내 PFOS와 백그라운드 PFOS의 피크 분리

## 자세한 정보

이러한 데이터는 일반적인 결과를 나타냅니다. 애질런트의 제품 및 서비스에 대한 자세한 정보는 애질런트 웹 사이트 ([www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem))를 방문하십시오.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

연구 용도로만 사용하십시오. 진단 용도로는 사용하지 않습니다.

애질런트는 이 자료의 오류 또는 장비의 설치, 성능, 이 자료의 사용 등과 관련된 사고나 결과적 손상에 대해 법적 책임을 지지 않습니다.

이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc., 2017  
2017년 5월 22일, 한국에서 인쇄  
5991-7863KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418  
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부  
고객지원센터 080-004-5090 [www.agilent.co.kr](http://www.agilent.co.kr)



**Agilent Technologies**