

건조 대두에서 30종 과불화화합물 (PFAS)의 측정

Agilent Captiva EMR PFAS Food II 패스스루 클린업 및 LC/MS/MS 사용

저자

Limian Zhao,
Matthew Giardina, Emily Parry
Agilent Technologies, Inc.

소개

Agilent Captiva EMR PFAS Food 카트리지는 식품 내 과불화화합물(PFAS) 분석을 위해 특별히 개발되고 최적화되었습니다. 이 연구의 목적은 건조 대두에서 30종 PFAS 측정을 위한 완전한 워크플로를 개발하고 검증하는 것입니다. 이 분석법에서는 QuEChERS 추출 후 Captiva EMR PFAS Food II 카트리지를 사용한 Enhanced Matrix Removal(EMR) 혼합 모드 패스스루 클린업과 Agilent 6495D TQ LC/MS(LC/TQ)를 통한 검출을 사용합니다. 이 분석법은 분석법 적합성, 감도, 정확도 및 정밀도를 포함하여 AOAC 표준 분석법 성능 요건(SMPR) 2023.003¹을 충족하는 것으로 검증되었습니다.

실험

화학물질 및 시약

Native PFAS 및 동위원소 표지 내부 표준물질(ISTD) 용액은 Wellington Laboratories (Guelph, Ontario, Canada) 에서 구입했습니다.

용액 및 표준물질

표준물질 용액 및 기타 시약의 준비는 이전 응용 자료에 나와 있습니다.²

장비 및 재료

이 연구는 Agilent 1290 Infinity II LC 시스템과 Agilent Jet Stream iFunnel 전자분무(ESI) 이온화원이 장착된 6495D LC/TQ를 사용하여 수행되었습니다. 데이터 수집 및 분석에는 Agilent MassHunter 워크스테이션 소프트웨어를 사용했습니다.

본 연구에서 시료 전처리에 사용된 기타 장비는 이전 연구에서 사용된 것과 동일합니다.²

1290 Infinity II LC 시스템은 Agilent InfinityLab PFC 지연 컬럼, 4.6 × 30mm (제품 번호 5062-8100)를 포함한 Agilent InfinityLab PFC-free HPLC 변환 키트 (제품 번호 5004-0006)를 사용하여 변형되었습니다. 크로마토그래피 분리는 Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 95Å, 2.1 × 100mm, 1.8µm(제품 번호 959758-902) 및 ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 2.1 mm, 1.8µm, 최대 압력: 1,200bar, UHPLC 가드(제품 번호 821725-901)를 사용하여 크로마토그래피 분리를 수행했습니다.

사용된 기타 애질런트 소모품은 다음과 같습니다.

- Bond Elut QuEChERS EN 추출 키트, EN 15662 분석법, 완충 염, 세라믹 균질기(제품 번호 5982-5650CH)
- Captiva EMR PFAS Food II 카트리지, 6mL, 750mg(제품 번호 5610-2232)

- 폴리프로필렌(PP) 스냅 캡 및 바이알, 1mL(제품 번호 5182-0567 및 5182-0542)
- PP 스크류 캡 스타일 바이알 및 캡, 2mL (제품 번호 5191-8150 및 5191-8151)
- 튜브 및 캡, 50mL, 50/pk(제품 번호 5610-2049)
- 튜브 및 캡, 15mL, 100/pk(제품 번호 5610-2039)

연구에 사용된 모든 소모품은 PFAS 함유량이 기준치 미만인지 테스트 및 검증되었습니다.

LC/MS/MS 기기 조건

LC/MS/MS 분석법 조건은 이전 응용 자료에 설명되어 있습니다.²

시료 전처리

건조 대두는 지역 식료품점에서 구입하여 기계식 블렌더를 사용하여 미세한 분말로 분쇄했습니다. 그런 다음 대두 분말을 시료 추출에 사용했습니다. 추출을 위해 5g 시료의 무게를 측정하여 깨끗한 PP 50mL 튜브에 넣었습니다. Native PFAS 스파이킹 및 ISTD 스파이킹 용액을 품질 관리(QC) 시료에 적절하게 첨가하고, 매트릭스 바탕시료에는 ISTD만 첨가했습니다. 그런 다음 시료는 그림 1에 설명된 시료 전처리 절차를 위해 준비되었습니다.

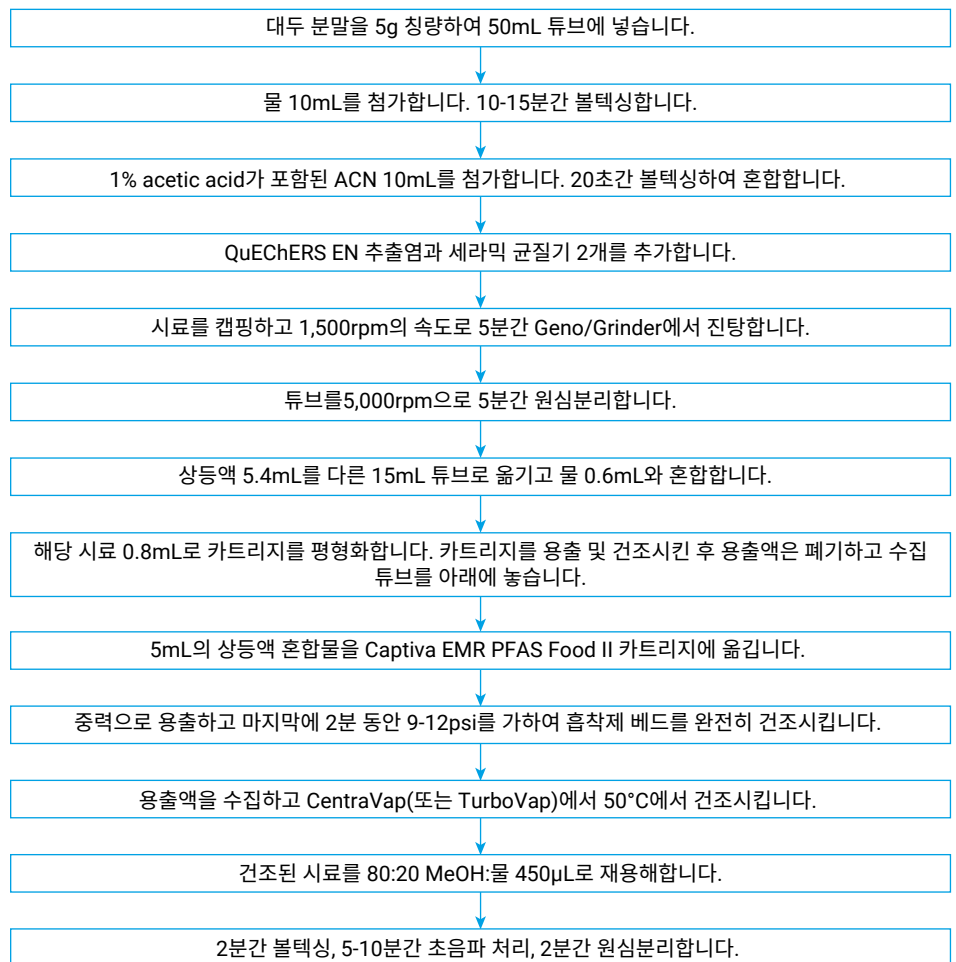


그림 1. 건조 대두에서 PFAS 분석을 위한 시료 전처리 절차.

분석법 성능 평가

이 분석법은 분석법 정량 한계(LOQ), 측정, 회수율 정확도 및 정밀도에 대해 검증되었습니다. 5개의 사전 스파이크된 QC 농도 시료를 대두 분말 내 0.05, 0.1, 0.5, 1.0 및 2.0µg/kg에 대해 각 농도에서 4 또는 5회 반복하여 준비했습니다. ISTD 사전 스파이킹 농도는 대두 분말에서 1.0µg/kg이었습니다. 또한, 정확화를 위해 사전 스파이크된 1.0µg/kg ISTD를 사용하여 매트릭스 바탕시료를 5-7회 반복하여 준비했습니다.

결과 및 토의

EMR 혼합 모드 패스스루 클린업

EMR 혼합 모드 패스스루 클린업은 PFAS 표적물질 회수율 및 대두 매트릭스 제거에 대해 기존 분산형 고체상 추출(dSPE) 클린업과 비교되었으며, 이는 LC/Q-TOF 총이온 크로마토그램(TIC) 스캔을 사용하여 평가되었습니다. 그림 2는 (A) PFAS 표적물질 회수율 비교와 (B) LC/Q-TOF의 TIC 스캔 매트릭스 시료 백그라운드를 보여줍니다.

Captiva EMR PFAS Food II 카트리지를 사용한 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업이 기존 dSPE 클린업에 비해 PFAS 표적물질 회수율 및 대두 매트릭스 제거가 상당히 개선된 결과를 보여주었습니다.

분석법 검증

새로 개발된 분석법은 AOAC SMPR 지침에 따라 대두에서 30종 PFAS 표적물질을 측정하기 위해 검증되었습니다. 건조 대두를 "사료" 매트릭스 범주로 고려할 때, 요구되는 LOQ는 4종 주요 PFAS 표적물질 (PFOS, PFOA, PFNA 및 PFHxS)에 대해 0.5µg/kg 이하, 나머지 PFAS 표적물질에 대해 5.0µg/kg 이하입니다.²

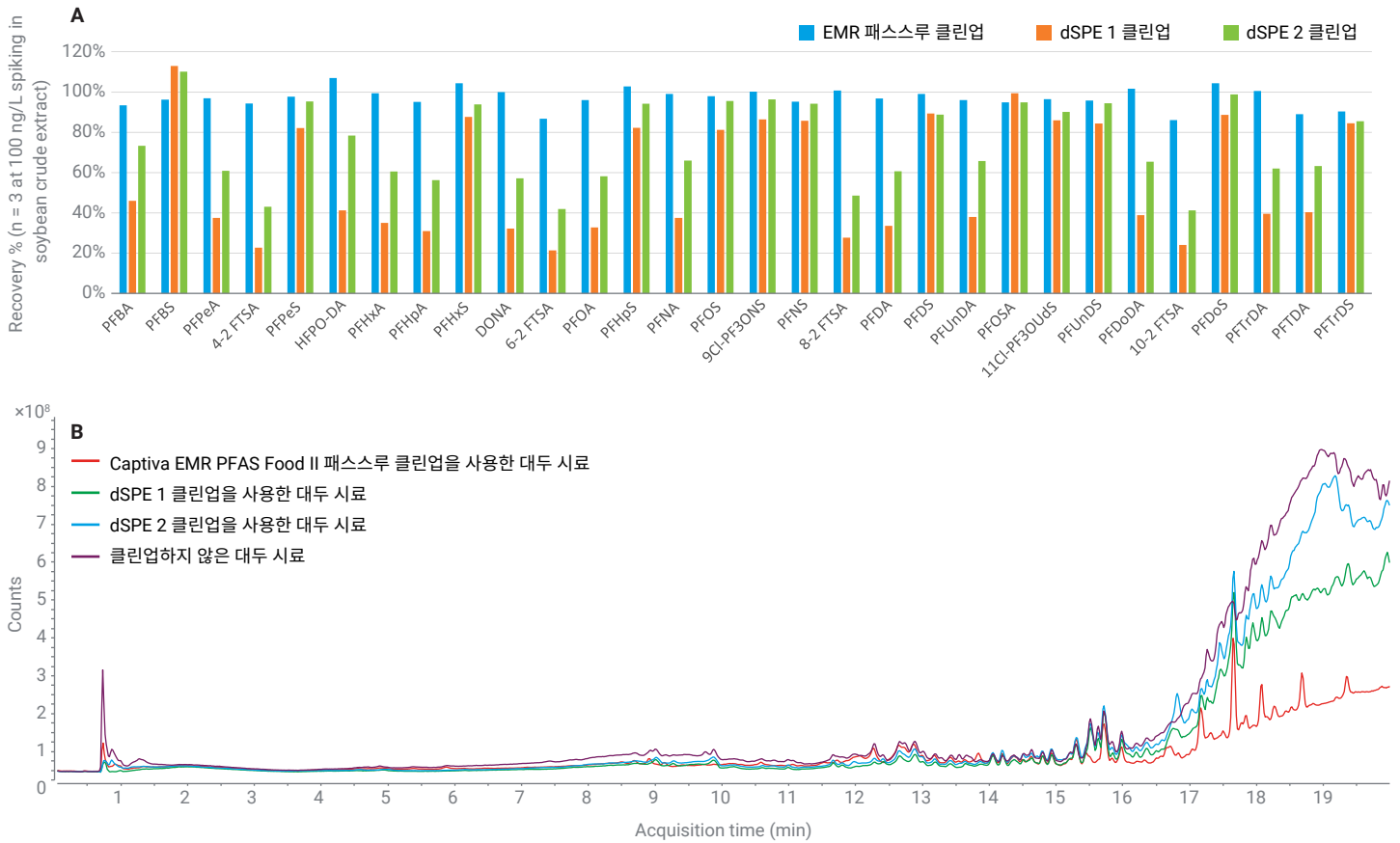


그림 2. Agilent Captiva EMR PFAS Food II 카트리지를 사용한 EMR 패스스루 클린업과 기존 dSPE 클린업을 LC/Q-TOF ESI TIC 스캔으로 비교 (A) PFAS 회수율 비교 (B) 매트릭스 청결도 비교.

분석법 LOQ

분석법 LOQ는 이전 응용 자료에 설명된 방법론을 기반으로 측정되었습니다.² 표 1은 대두에서 각 표적물질에 대해 보고 가능한 가장 낮은(LOQ_{cal}) 및 검증된 분석법(LOQ_{val})을 보여줍니다. 검증된 분석법 LOQ는 모두 사료 매트릭스에서 요구되는 LOQ보다 낮거나 같았습니다. 그림 3은 4종 주요 PFAS 표적물질에 대한 대두 매트릭스 바탕시료 및 검증된 LOQ(0.05µg/kg) 시료(하단) 크로마토그램을 보여줍니다.

표 1. 대두 매트릭스의 30종 표적물질에 대해 보고 가능한 분석법의 계산된(LOQ_{cal}) 및 검증된 (LOQ_{val}).

표적물질	대두 LOQ(µg/kg)		표적물질	대두 LOQ(µg/kg)	
	LOQ _{cal}	LOQ _{val}		LOQ _{cal}	LOQ _{val}
PFBA	2.191	5	8:2 FTS	0.002	0.05
PFPeA	0.011	0.1	PFNS	NA	0.05
PFBS	0.008	0.05	PFDA	0.007	0.05
4:2 FTS	NA	0.05	PFDS	NA	0.05
PFPeS	NA	0.05	PFUnDA	NA	0.05
PFHxA	0.03	0.05	PFOSA	0.003	0.05
HFPO-DA	NA	0.05	11Cl-PF3OUdS	0.001	0.05
PFHpA	0.029	0.05	PFUnDS	0.001	0.05
PFHxS*	0.007	0.05	PFDODA	0.004	0.05
DONA	0.002	0.5	10:2 FTS	NA	0.05
6:2 FTS	0.072	0.1	PFDoS	NA	0.05
PFOA*	0.031	0.05	PFTTrDA	NA	0.05
PFHpS	NA	0.05	PFTTrDS	NA	0.05
PFNA*	0.007	0.05	PFTTeDA	0.015	0.05
PFOS*	0.003	0.05			
9Cl-PF3ONS	0.001	0.05			

* 주요 PFAS 표적물질
NA=해당 없음

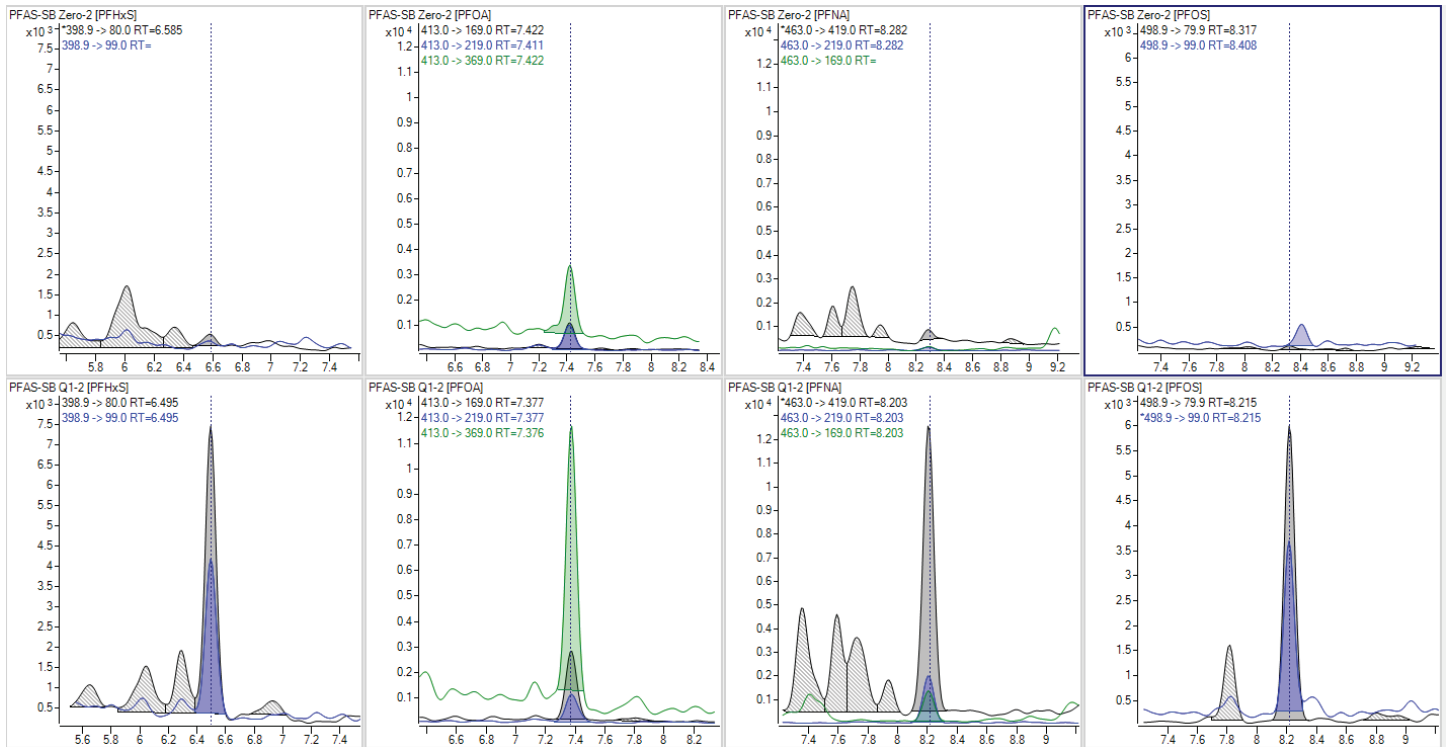


그림 3. 주요 PFAS 표적물질에 대한 대두 매트릭스 바탕시료(상단) 및 LOQ(0.05µg/kg) 시료(하단) 크로마토그램: PFHxS, PFOA, PFNA 및 PFOS(왼쪽에서 오른쪽으로).

분석법 정확도 및 정밀도

사료 내 해당 ISTD가 포함된 PFAS 표적물질에 대한 허용 기준은 분석법 회수율이 65-135%이고 분석법 재현성에 대한 RSD%는 25% 이하입니다. 해당 동위원소 ISTD가 없는 PFAS 표적물질의 경우 회수율 기준은 40-140%이고 RSD% 기준은 30% 이하입니다. 그림 4에 표시된 최종 보고 검증 결과에는 대두의 3가지 QC 농도, LOQ, 중간 및 고농도가 포함되어 있으며 건조 대두의 30종 PFAS 표적물질 모두에 대해 허용 가능한 분석법 회수율과 재현성을 보여줍니다.

결론

QuEChERS 추출과 Agilent Captiva EMR PFAS Food II 카트리지를 사용하여 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업하고 LC/MS/MS 검출하는 간단하고 신속하며 신뢰할 수 있는 분석법이 대두에서 30종 PFAS 표적물질에 대해 개발되고 검증되었습니다. 이 분석법은 허용 기준에 따라 검증되었으며, AOAC SMPR 2023.003에 명시된 요구 사항을 충족합니다.

참고 문헌

1. AOAC (2023) Standard Method Performance Requirements (SMPRs) for Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Produce, Beverages, Dairy Products, Eggs, Seafood, Meat Products, and Feed (AOAC SMPR 2023.003).
2. Zhao, L.; Giardina, M.; Parry, E. Determination of 30 Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Infant Formula, Milk, and Eggs Using Agilent Captiva EMR PFAS Food II Passthrough Cleanup and LC/MS/MS Detection, *Agilent Technologies application note*, publication number 5994-7366EN, 2024.

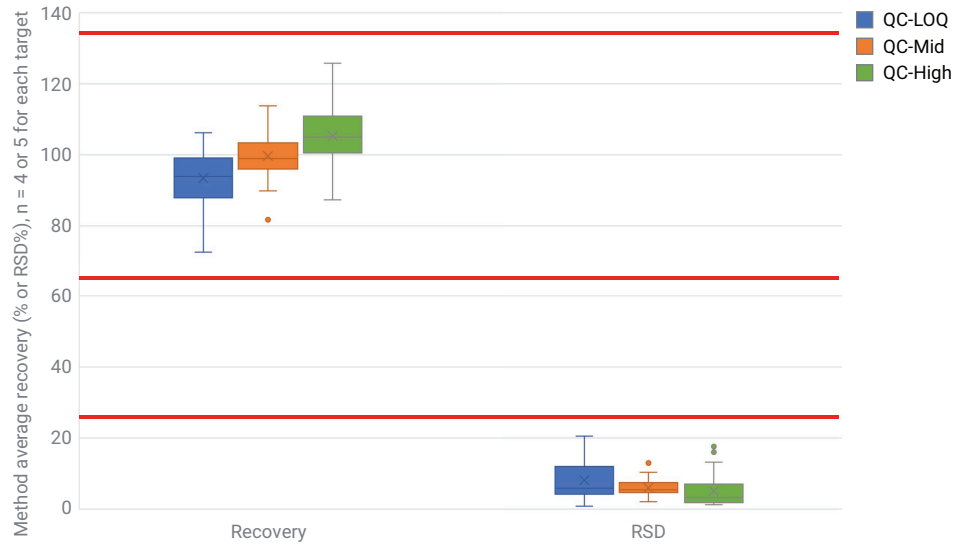


그림 4. 건조 대두에서 PFAS 분석에 대한 분석법 검증 회수율 및 재현성(RSD%) 요약.

www.agilent.com

DE99389632

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
2024년 6월 1일 한국에서 발행
5994-7371KO

한국에질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com

 **Agilent**
Trusted Answers