

이유식 내 30종 과불화화합물(PFAS)의 측정

Captiva EMR PFAS Food I 패스스루 클린업 및
LC/MS/MS 사용

저자

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

개요

이 응용 자료는 이유식 내 과불화화합물(PFAS)의 분석을 위한 다중 잔류물 분석법의 개발 및 검증에 대해 설명합니다. 이 분석법은 QuEChERS 추출과 Agilent Captiva EMR PFAS Food I 카트리지를 사용한 Enhanced Matrix Removal (EMR) 혼합 모드 패스스루 클린업 및 LC/MS/MS 검출을 사용합니다. 이 분석법은 간단하고 효율적인 시료 전처리, 고감도 LC/MS/MS 검출, 신뢰할 수 있는 표준물질 검량선을 사용한 안정적인 정량 분석이 특징입니다. 새로운 Captiva EMR PFAS Food I 카트리는 식물성 신선 식품 및 가공 식품의 PFAS 분석을 위해 특별히 개발되고 최적화되었습니다. 이 분석법은 분석법 적합성, 감도, 정확도 및 정밀도를 포함하여 AOAC 표준 분석법 성능 요건(SMPR) 요구 사항을 기반으로 검증되었습니다. 이 분석법은 perfluorooctane sulfonic acid (PFOS), perfluorooctanoic acid (PFOA), perfluoronanoic acid (PFNA), perfluorohexane sulfonic acid (PFHxS) 등 4종 주요 PFAS 표적물질과 이유식 내 나머지 26종 PFAS 표적물질에 대해 요구되는 정량 한계(LOQ), 회수율 및 재현성을 충족한다는 것이 입증되었습니다.

소개

식품에 잔류하는 PFAS의 측정은 지난 몇 년 동안 더 많은 관심을 끌면서 오늘날의 뜨거운 화제가 되었습니다. 2023년 4월, 유럽위원회는 달걀, 생선, 해산물, 육류 및 내장에서 PFOS, PFOA, PFNA, PFHxS 등 4종 PFAS 화합물에 대한 규제를 시행했습니다.¹ 2023년 11월, AOAC는 농산물, 음료, 유제품, 달걀, 해산물, 육류제품 및 사료에 포함된 30종 PFAS 분석을 위한 SMPR 2023.003을 발표했습니다.²

식품 분석의 경우 시료 전처리 방법은 효율적인 PFAS 추출 및 매트릭스 공동 추출물 제거하여 전체 분석법에서 중요한 역할을 합니다. 식품 매트릭스의 다양성과 복잡성은 시료 전처리법에 있어 시료 추출 및 매트릭스 정제 효율성 뿐만 아니라 전반적인 분석법의 단순성, 시료 처리 효율성, 그리고 다양한 매트릭스를 수용하는 데에도 도전을 제기합니다. 약 음이온 교환(WAX) 흡착제 기반 고체상 추출(SPE) 분석법은 물, 토양과 같은 환경 시료와 기타 매트릭스의 PFAS 분석에 널리 사용되어 왔습니다.^{3,4} 그러나 SPE 분석법은 카트리지에 로드하기 전에 식품 시료를 추출해야 하므로 복잡한 고체 식품 매트릭스의 시료 전처리에는 까다로운 일입니다. 또한 컨디셔닝, 평형, 로드, 세척 및 용출을 포함하는 일반적인 SPE 절차에는 많은 시간과 용매가 필요합니다.

PFAS 분석을 위한 식품 시료 전처리에서 QuEChERS 추출 후 일반적인 분산형 SPE(dSPE) 클린업이 보고되어 왔습니다.⁵ 그러나 dSPE 클린업은 많은 식품 매트릭스에 대해 효율적인 매트릭스 제거를 제공하지 못하므로 식품의 낮은 LOQ 요구 사항을 지원할 수 없습니다. 따라서 dSPE 클린업 후에 추가 WAX SPE 클린업이 추가됩니다.⁵ 이 분석법은 시간과 노동 집약적이어서 시료 절차 생산성에 큰 영향을 미칩니다. 이 dSPE 시료 클린업으로 인해 PFAS 표적물질 또한 손실됩니다.

Agilent Captiva EMR PFAS Food 카트리지의 식품 내 PFAS 분석을 위해 특별히 개발되고 최적화되었습니다. 다양한 식품 매트릭스를 포괄하기 위해 두 가지 유형의 카트리지(I 및 II)가 설계되었습니다. 이 연구의 목적은 QuEChERS 추출 후 Captiva EMR PFAS Food I 카트리지를 사용한 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업을 거쳐 Agilent 6495D LC/MS/MS로 이유식 내 30종 PFAS를 측정하기 위한 완전한 워크플로를 개발하고 검증하는 것이었습니다.

실험

화학물질 및 시약

Native PFAS 및 동위원소 표지 내부 표준물질(ISTD) 1차 표준 원액은 Wellington Laboratories (Ontario, CA)에서 구입했습니다. Methanol (MeOH), acetonitrile (ACN) 및 isopropyl alcohol (IPA) 은 VWR (Radnor, PA, USA) 제품입니다. Acetic acid 및 ammonium acetate는 MilliporeSigma (Burlington, MA, USA)에서 구입했습니다.

용액 및 표준물질

28종 PFAS 표적물질에 대해 각각 200, 20, 2 ng/mL의 농도로 native PFAS 1차 용액을 MeOH로 희석하여 세 가지 native PFAS, 스파이킹 용액(I, II, III)을 준비했습니다. 예외적으로 PFBA와 PFPeA는 농도가 다른 28종 표적물질의 농도보다 10배, 5배 높았습니다.

ISTD 스파이킹 용액은 ISTD 1차 용액을 MeOH로 100ng/mL 농도로 희석하여 준비했습니다.

Native PFAS 및 ISTD 스파이킹 용액은 native PFAS 표적물질에 대해 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1,000, 2,000 및 5,000 ng/L의 순수한 검량 표준물질을 전처리하는 데 사용되었고 MeOH의 ISTD 농도는 1,000ng/L였습니다. 이들은 또한 매트릭스 사전 스파이크 품질 관리(QC) 시료에도 사용되었습니다. 모든 표준물질은 4°C에서 보관했으며 2주 이내에 사용했습니다.

1% acetic acid 추출 용매가 포함된 ACN은 990mL의 ACN에 10 mL의 빙초산을 첨가하여 제조하였고 실온에서 보관했습니다. LC 이동상 A는 5mM NH₄OAc가 함유된 물을, 이동상 B는 MeOH를 사용했습니다.

장비 및 재료

1290 Infinity II 고속 펌프(G7120A), 1290 Infinity II multisampler(G7167B), 1290 Infinity II 다중 컬럼 온도 조절 장치(G7116A)으로 구성된 Agilent 1290 Infinity II LC 시스템을 사용하여 연구를 수행하였습니다. LC 시스템은 Agilent Jet Stream iFunnel 전기분무 이온화원이 장착된 Agilent 6495D LC/TQ과 함께 사용하였습니다. 데이터 수집 및 분석에는 Agilent MassHunter 워크스테이션 소프트웨어를 사용했습니다.

시료 전처리에 사용된 기타 장비는 다음과 같습니다.

- Centra CL3R 원심분리기(Thermo IEC, MA, USA)
- Geno/Grinder (Metuchen, NJ, USA)
- Multi Reax 시험관 진탕기(Heidolph, Schwabach, Germany)
- 피펫 및 리피터(Eppendorf, NY, USA)
- 애질런트 양압 매니폴드 48 프로세서(PPM-48; 제품 번호 5191-4101)
- CentriVap 및 CentriVap 콜드 트랩(Labconco, MO, USA)
- 초음파 세척 수조(VWR, PA, USA)

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

사용된 기타 애질런트 소모품은 다음과 같습니다.

- Agilent Bond Elut QuEChERS EN 추출 키트, EN 15662 분석법, 완충염, 세라믹 균질기(제품 번호 5982-5650CH)
- Captiva EMR PFAS Food I 카트리지가, 6mL 카트리지가, 340mg(제품 번호 5610-2230)
- 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 설정은 Agilent Technologies 응용 자료 5994-7366EN에서 확인할 수 있습니다.⁶

시료 전처리

이유식은 지역 식료품점에서 구입했으며 사과, 고구마, 당근, 바나나, 비트, 호박, 블루베리, 배, 블랙베리, 키위, 케일, 시금치, 망고, 치아, 복숭아 등 여러 종류의 과일과 채소가 포함되었습니다. 일관된 매트릭스 샘플링을 위해 여러 개의 이유식 봉지를 폴리프로필렌 병에 미리 혼합했습니다.

이유식 시료 전처리에는 추출용 시료 10g을 사용했습니다. Native PFAS 및 ISTD 스파이킹 용액을 QC 시료에 적절하게 첨가하고, 매트릭스 바탕시료에는 ISTD 스파이킹 용액만 첨가했습니다. 스파이킹 후 시료를 10-15초 동안 볼텍싱했습니다. 그런 다음 시료는 그림 1에 설명된 전처리 절차를 위해 준비되었습니다.

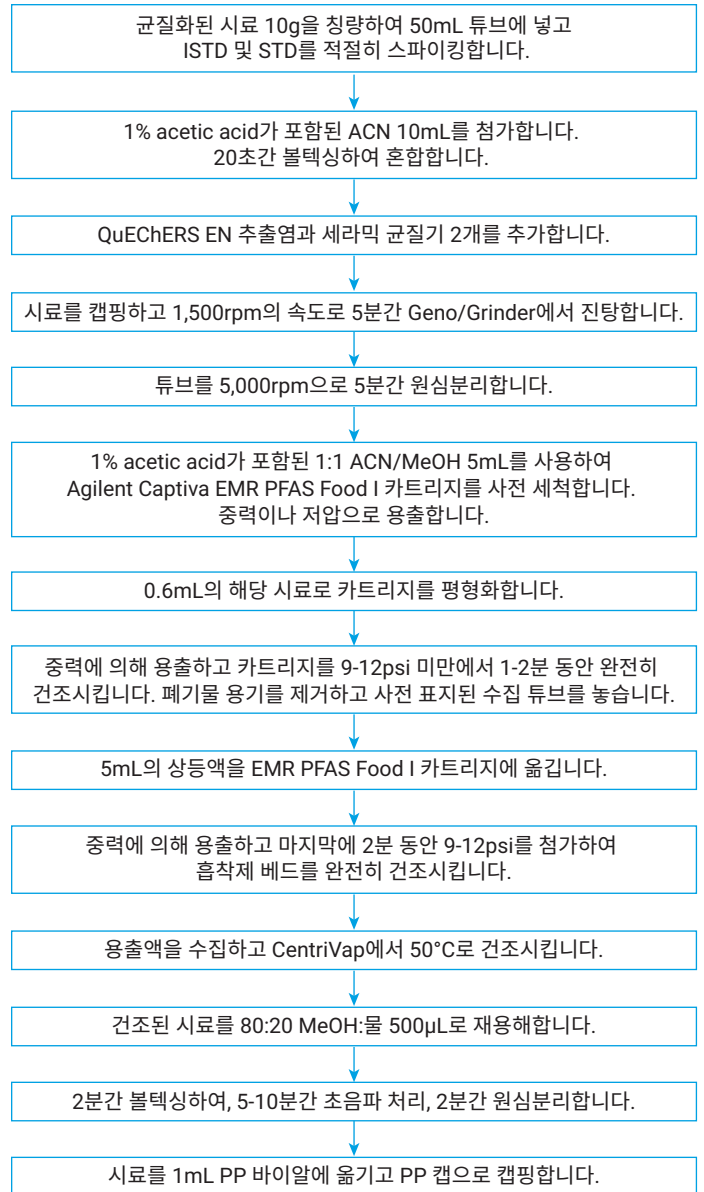


그림 1. LC/MS/MS를 이용한 이유식 내 PFAS 분석을 위한 시료 전처리 절차.

분석법 성능 평가

Captiva EMR PFAS Food I 카트리지를 사용한 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업은 카트리지로 시료를 클린업하는 동안 매트릭스 제거, 표적물질 회수율 및 재현성 측면에서 평가되었습니다. 그런 다음 검량 연구, 분석법 LOQ 측정, 회수율 정밀도를 포함하여 전체 분석법이 검증되었습니다. 표적물질 LOQ의 요구사항이 서로 다르고 생성물¹에서 PFOA, PFOS, PFNA 및 PFHxS에 대한 초저 LOQ 요구사항이 다르기 때문에 각 농도에서 7개의 사전 스파이크된 QC 농도 시료를 각 농도에서 4-5개 반복하여 준비했습니다. 또한 매트릭스 대조 시료의 표적 정량화를 위해 매트릭스 바탕시료를 5-7개 반복하여 준비했습니다. 이는 일부 PFAS의 경우 매트릭스의 기여가 불가피하기 때문에 정확도 평가에 중요합니다. 사전 스파이크된 QC 시료의 PFAS 스파이크 농도는 28종 PFAS의 경우 0.001, 0.002, 0.004, 0.01, 0.02, 0.1, 0.2µg/kg이었으며 이유식 내 PFBA 농도는 10배, PFPeA 농도는 5배였습니다. 모든 사전 스파이크된 QC 시료 및 매트릭스 바탕시료의 ISTD 스파이크 농도는 0.1µg/kg이었습니다.

결과 및 토의

Enhanced Matrix Removal 혼합 모드 패스스루 클린업

Captiva EMR PFAS Food 카트리는 혼합 모드 메커니즘을 통해 기존 QuEChERS 추출 후 포괄적인 매트릭스 제거를 제공합니다. 패스스루 클린업은 탄수화물, 유기산, 색소, 지방 및 지질, 기타 소수성 및 친수성 매트릭스 공동 추출물을 포함한 매트릭스 간섭물질을 제거하는 간단하면서도 효율적인 절차입니다. Captiva EMR PFAS Food I 카트리는 더 간단한 제형으로 흡착제가 적게 포함되어 있으며 과일과 채소, 이유식, 주스 등 식물성 가공 식품에 권장됩니다. Captiva EMR PFAS Food II 카트리는 더 복잡한 제형의 흡착제가 많이 포함되어 있으며 우유, 달걀, 육류, 생선, 유아용 조제분유와 같은 동물성 식품과 건조 씨앗 사료 및 식품, 오일과 같은 일부 식물성 식품에 권장됩니다.

QuEChERS 추출 후 사용되는 기존의 dSPE 클린업과 비교하여 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업은 PFAS 회수율 및 재현성을 크게 향상시켰습니다. Captiva EMR PFAS Food 카트리지 패스스루 클린업을 사용한 후 PFAS 회수율을 QuEChERS 추출 후 이유식 원 추출물에서 평가하고 일반적인 dSPE 클린업과 비교했습니다. 그림 2는 이유식 추출물의 각 표적물질의 평균 회수율을 기준으로 한 비교 결과를 보여주며, Captiva EMR PFAS Food I 카트리지를 사용하는 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업을 사용하면 dSPE 클린업에 비해 회수율이 크게 향상되었음을 보여줍니다.

그림 3의 크로마토그램 비교에서 볼 수 있듯이 시료 클린업 중 매트릭스 제거는 각각 GC/MS full scan과 LC/Q-TOF 총 이온 크로마토그램(TIC) scan을 사용하여 평가했습니다. 그 결과 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업을 사용하여 매트릭스 제거가 크게 개선된 것으로 나타났습니다.

PFAS 표적물질 회수율 및 매트릭스 제거의 개선 외에도 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업의 또 다른 중요한 특징은 시료 부피 회수율이 향상된다는 것입니다. 농약 및 동물용 의약품 분석과 같은 다른 일반적인 식품 안전 분석에서는 일반적으로 시료 부피 회수율이 문제가 되지 않지만, 식품의 PFAS 분석에서는 요구되는 LOQ가 낮은 범위부터 중간 범위의 농도이기 때문에 시료 부피 회수율이 중요할 수 있습니다. 초저 LOQ는 분석법 감도를 높이기 위해 농축 후 단계를 사용해야 합니다. 일반적으로 시료 클린업 후 건조 및 재용해 단계를 사용하여 5-10배의 농축 후 계수를 적용합니다. 결과적으로 높은 농도 계수와 일관된 재용해를 달성하기 위해서는 시료의 부피가 중요해집니다. 일반적으로 dSPE 클린업은 최대 50%의 시료 부피 회수율만 제공하므로 5mL 시료 추출물의 정제는 최대 2.5mL의 정제된 시료 부피만 얻을 수 있습니다. 그러나 EMR 혼합 모드 클린업 부피 회수율은 90% 이상으로, 5mL 시료 추출물의 정제는 최대 4.5mL의 시료를 얻을 수 있습니다. 이러한 큰 부피는 쉬운 후농축 및 일관된 시료 재용해를 제공합니다.

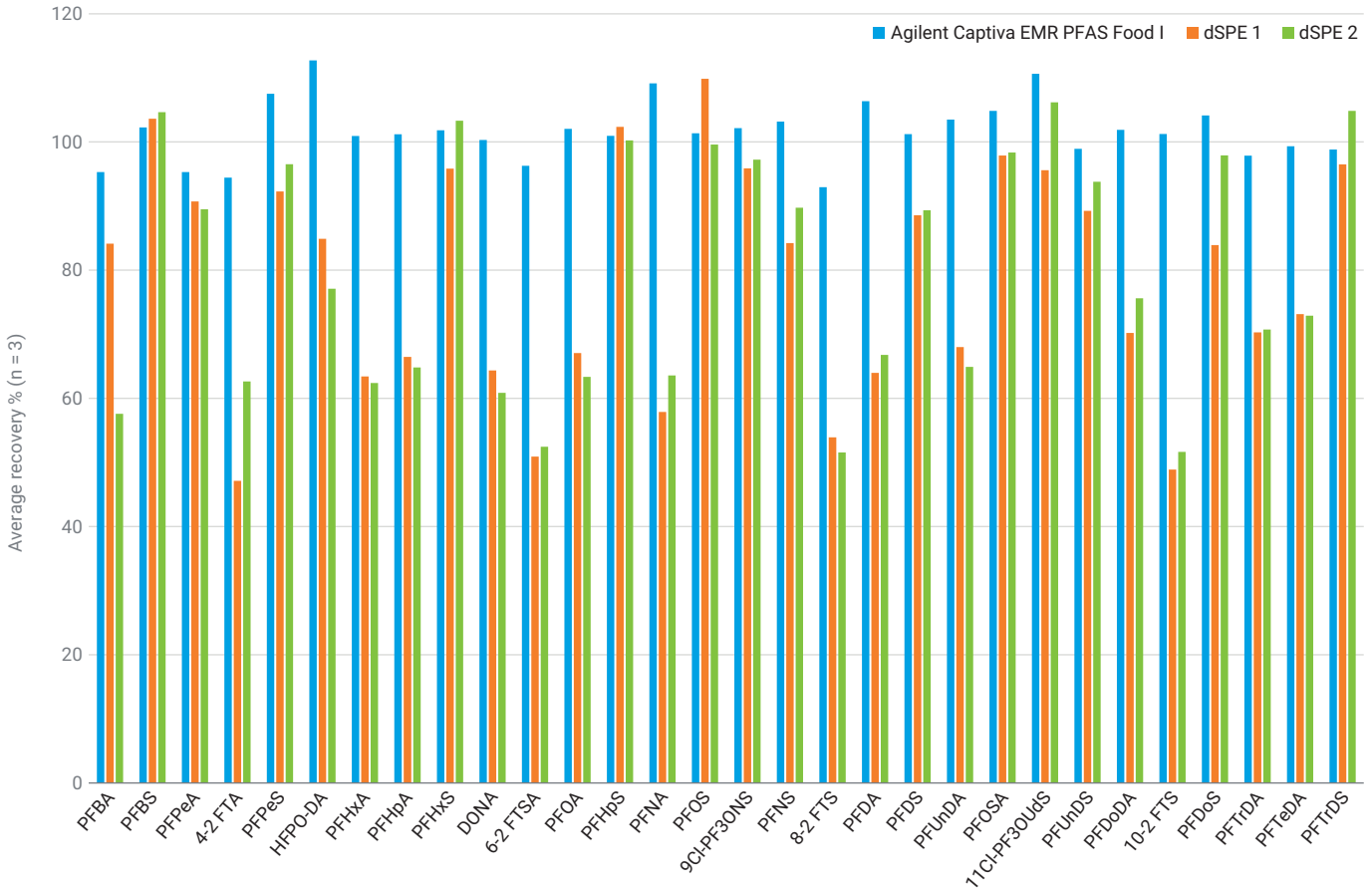


그림 2. QuEChERS 추출 후 Agilent Captiva EMR PFAS Food I 카트리지를 사용한 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업 또는 기존 dSPE 클린업을 사용하였을 때 이류식 내 PFAS 회수율.

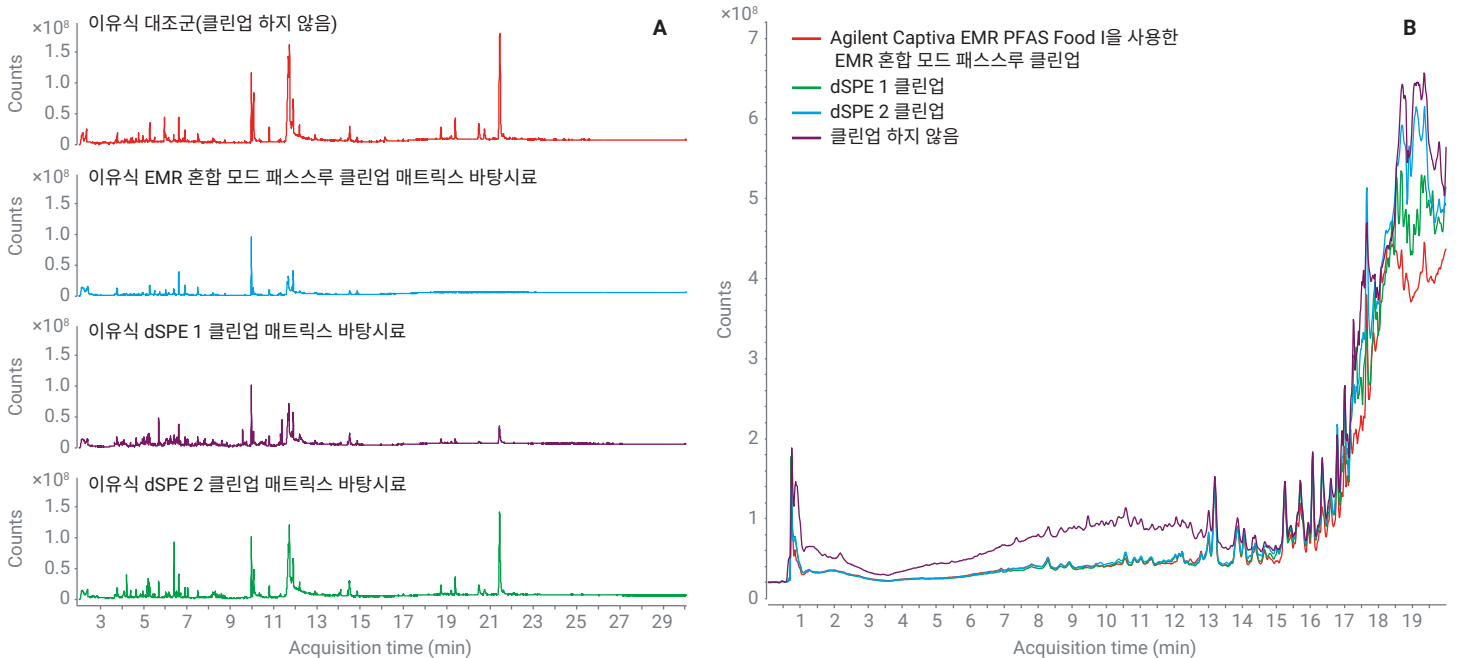


그림 3. GC/MS full scan(A) 및 LC/Q-TOF TIC + scan(B)을 사용하여 Agilent Captiva EMR PFAS Food I 카트리지를 사용한 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업과 기존 dSPE 클린업 간의 이류식 매트릭스 제거 비교.

시료 전처리 절차

EMR 혼합 모드 패스스루 클린업을 사용하면 전체 시료 전처리 절차가 더 적은 단계로 간소화되어 시간, 노력 및 소모품이 절약됩니다. 새로 개발된 분석법에는 크게 두 가지 절차가 포함됩니다. QuEChERS 추출 및 EMR 패스스루 클린업이 포함되며, 이와 달리 기존 분석법은 다음 세 가지 주요 절차를 포함합니다. QuEChERS 추출, dSPE 클린업 및 WAX SPE 추출.⁵

그림 4는 두 가지 시료 전처리 분석법을 비교한 것입니다. dSPE 클린업 후 기존 분석법에서 사용하던 WAX SPE 단계를 추가하여 시료 추출물을 추가로 정제했습니다.⁵ 그러나 SPE 분석법은 이전의 시료 추출 및 dSPE 클린업 단계와 함께 구현하기가 어렵습니다. 원 유기(ACN) 추출물은 카트리지에 로드하기 전에 건조 및 수용성이 높은 용액에서 재용해하거나 물로 직접 희석하여 90%의 물이 포함된 용액으로 희석해야 하므로 시료 로드가 커지고 시료 로드 단계에만 많은 시간과 노력이 소요됩니다. 컨디셔닝, 평형, 로드, 세척 및 용출을 포함하는 일반적인 SPE 절차는 더 많은 시간이 필요하고 용매를 더 많이 사용됩니다. 동일한 양의 시료를 전처리한다고 가정할 때, 기존 분석법은 새로운 분석법보다 최대

3배의 시간이 소요될 수 있습니다. 또한 새로운 분석법은 기존 분석법에 비해 더 적은 양의 용매와 더 적은 소모품을 사용합니다. 이러한 새로운 분석법의 이점을 종합적으로 고려하면 전반적인 실험실 생산성을 향상시킬 수 있습니다.

간단하고 신선한 식물성 식품 시료(WAX SPE 단계를 생략할 수 있는)의 경우에도 EMR 혼합 모드 패스스루 클린업을 사용하면 언캡핑 및 캡핑, 시료 이송, 원심분리 등과 같은 여러 단계를 생략할 수 있어 기존의 dSPE 클린업 보다 훨씬 더 간편해집니다. 이러한 이점은 전반적인 생산성도 향상시킵니다.

완전한 분석법 검증

AOAC SMPR 가이드라인에 따라 이유식에서 30종 PFAS 표적물질을 측정하기 위한 새로운 분석법을 검증했습니다. 이 분석법은 주요 PFAS 표적물질의 경우 0.01µg/kg 이하, PFBA 및 PFPeA의 경우 1µg/kg 이하, 나머지 PFAS 표적물질의 경우 0.1µg/kg 이하라는 PFAS 표적물질 LOQ 요구사항을 충족해야 했습니다.

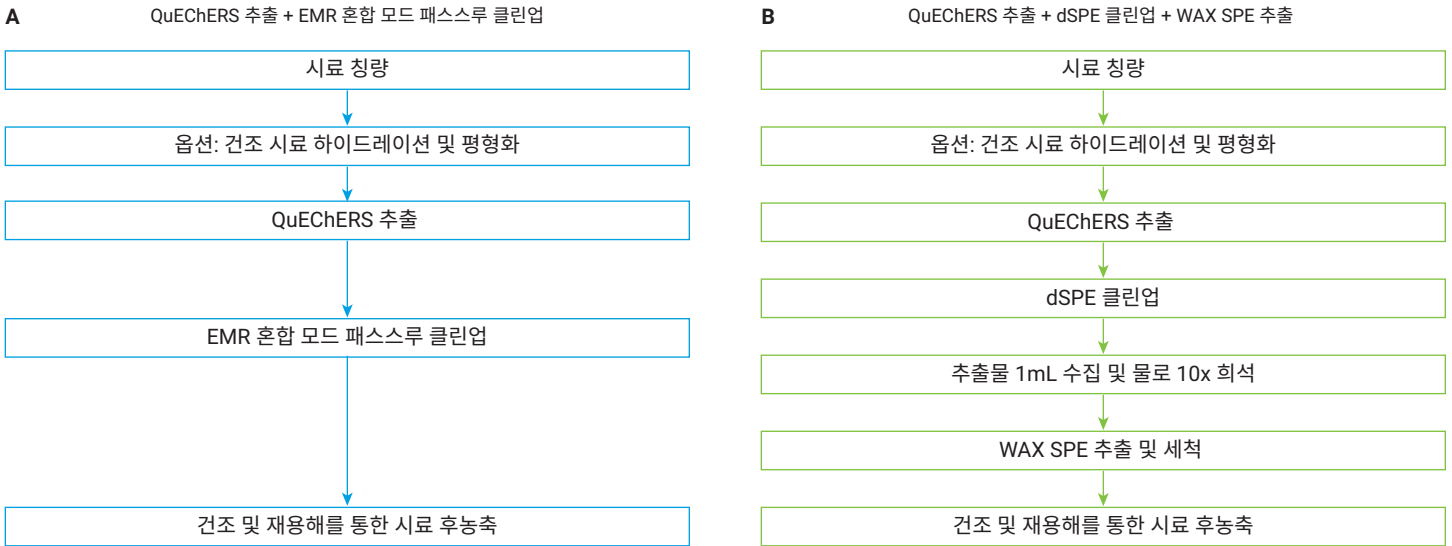


그림 4. 새로운 분석법(A)과 기존 분석법(B)을 사용한 식품 분석에서 PFAS에 대한 시료 전처리 방법 절차 비교.

분석법 LOQ 및 검증 농도

본 연구에서 평가한 이유식 매트릭스는 모두 매트릭스 바탕시료에서 양성 검출을 보였습니다. 다양한 유아식을 스크리닝하고 PFAS 백그라운드가 가장 낮은 이유식을 분석법 검증을 위한 대조군으로 사용했습니다. 그러나 매트릭스 백그라운드 보정은 여전히 필요했으며 표적물질 회수율을 위한 분석법 검증에 사용되었습니다. 매트릭스 바탕시료는 5-7개 반복하여 준비했습니다. 보고 가능한 가장 낮은 LOQ는 수식 1에 따른 매트릭스 바탕시료 검출을 기반으로 계산되었습니다.

수식 1.

$$LOQ_{cal} = 10 \times SD_{MBS}$$

여기에서:

- LOQ_{cal} 은 분석법의 보고 가능한 가장 낮은 LOQ입니다
- SD_{MBS} 는 매트릭스 바탕시료(MBS)의 5-7개 반복에서 검출된 표적물질의 표준 편차(SD)입니다

그런 다음 보고 가능한 최저 LOQ와 같거나 그 이상의 검증된 최저 QC 스파이킹 농도를 기준으로 분석법 LOQ를 결정했습니다. 표 1은 이유식 내 각 표적물질에 대해 계산된 보고 가능한 최저 LOQ 및 검증된 분석법 LOQ를 보여줍니다. 검증을 위한 중간 및 고농도도 표 1에 나열되어 있습니다.

주요 PFAS 표적물질에 대해 검증된 분석법 LOQ는 이유식에 요구되는 LOQ보다 낮거나 같은 것으로 입증되었습니다. PFNA, PFOS 및 PFHxS에 대해 검증된 LOQ는 PFOA 및 PFNA의 경우 0.001µg/kg, PFOS의 경우 0.002µg/kg, PFHxS의 경우 0.004µg/kg인 EU LOQ 규정도 충족했습니다. PFBA와 PFBS 모두 매트릭스 바탕시료에서 검출되어 이유식 내 이 두 표적물질에 대해 더 높은 검증된 LOQ를 얻었습니다. PFOA는 또한 양성 매트릭스 기여를 보여 LOQ에 대한 0.001µg/kg 농도에서 검증이 실패했습니다. 그림 5는 이유식의 주요 표적물질에 대한 매트릭스 바탕시료 및 검증된 분석법 LOQ의 크로마토그램을 보여줍니다.

표 1. 이유식 내 30종 PFAS 표적물질에 대한 보고 가능한 계산된 최저 LOQ(LOQ_{cal}), 검증된 LOQ(LOQ_{val}) 및 검증을 위한 중간 및 고농도.

표적	LOQ_{cal} (µg/kg)	LOQ_{val} (µg/kg)	Mid Level _{val} (µg/kg)	High Level _{val} (µg/kg)
PFBA	0.783	1	2	—
PFPeA	0.007	0.01	0.1	1
PFBS	0.038	0.1	0.2	—
4:2 FTS	0.002	0.01	0.02	0.2
PFPeS	0.003	0.004	0.01	0.2
PFHxA	NA	0.002	0.01	0.2
HFPO-DA	NA	0.001	0.01	0.2
PFHpA	0.002	0.001	0.01	0.2
PFHxS*	0.001	0.002	0.01	0.2
DONA	NA	0.001	0.01	0.2
6:2 FTS	0.001	0.001	0.01	0.2
PFOA*	0.002	0.002	0.01	0.2
PFHpS	NA	0.004	0.01	0.2
PFNA*	0.001	0.001	0.01	0.2
PFOS*	0.001	0.001	0.01	0.2
9Cl-PF3ONS	NA	0.002	0.01	0.2
8:2 FTS	NA	0.001	0.01	0.2
PFNS	0.001	0.001	0.01	0.2
PFDA	0.001	0.001	0.01	0.2
PFDS	NA	0.01	0.02	0.2
PFUnDA	0.001	0.002	0.01	0.2
PFOSA	0.001	0.01	0.02	0.2
11Cl-PF3OUds	NA	0.002	0.01	0.2
PFUnDS	0.002	0.01	0.1	0.2
PFDoDA	0.002	0.004	0.01	0.2
10:2 FTS	NA	0.002	0.01	0.2
PFDoS	NA	0.01	0.02	0.2
PFTTrDA	NA	0.002	0.01	0.2
PFTTrDS	NA	0.02	0.1	0.2
PFTTeDA	0.003	0.01	0.02	0.2

* 주요 PFAS 표적물질

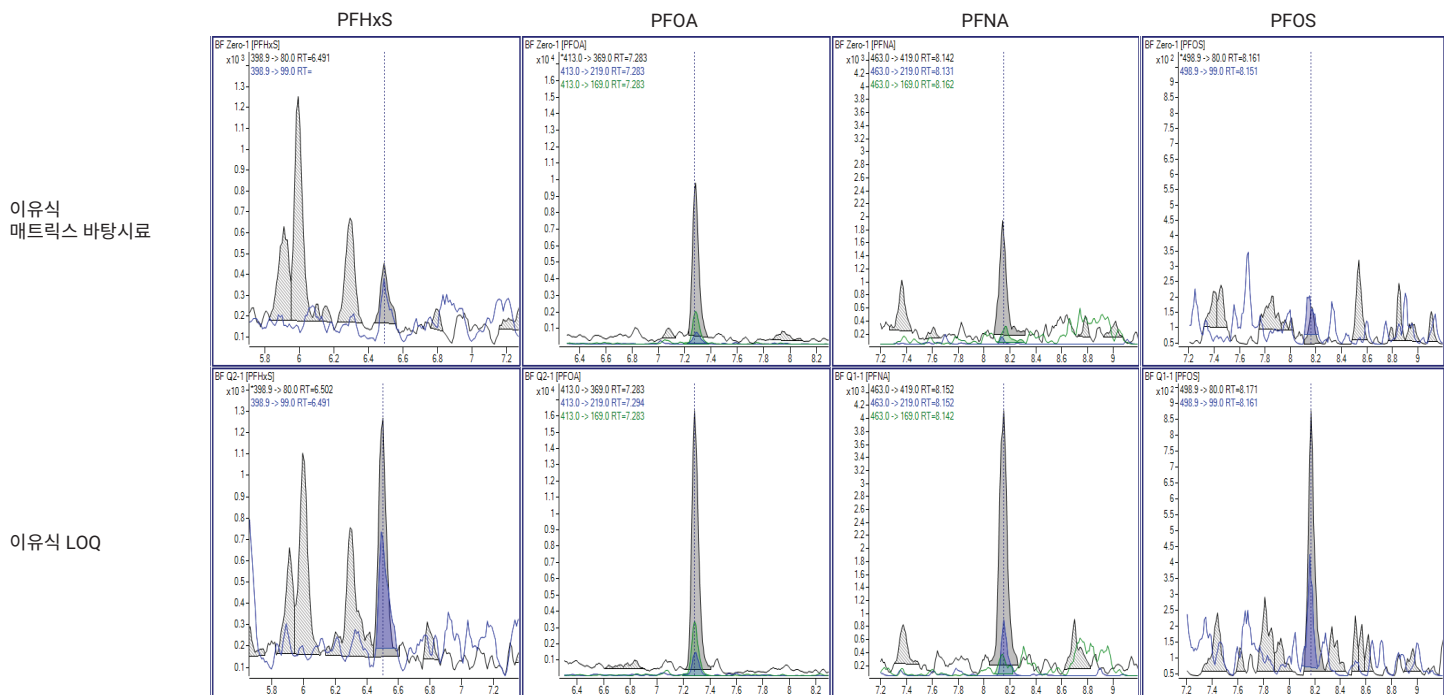


그림 5. 주요 PFAS 표적물질에 대한 이유식 매트릭스 바탕시료 및 LOQ 크로마토그램: PFHxS(0.002 μ g/kg), PFOA(0.002 μ g/kg), PFNA(0.001 μ g/kg) 및 PFOS(0.001 μ g/kg).

분석법 검량

18종 PFAS 동위원소 표지 ISTD를 사용하면 동일한 표준물질 검량선을 다양한 식품 매트릭스 시료의 PFAS 정량화에 사용할 수 있습니다. 따라서 각 식품 매트릭스에 대해 매트릭스 일치 검량선이 필요하지 않습니다. 이를 통해 시료 테스트 생산성이 크게 향상되고 시간과 비용이 절약되며 시료 분석 일관성이 향상됩니다.

검량선 범위는 식품 매트릭스의 요구되는 LOQ, 시료 전처리를 통해 도입된 농도 계수 및 기기 분석법 감도를 기반으로 결정되었습니다. 이유식에 요구되는 낮은 LOQ 농도로 인해 10-5,000ng/L(각각 농도의 10x 및 5x인 PFBA 및 PFPeA 제외) 범위의 검량 세트가 사용되었습니다. 그 결과 30종 모든 PFAS 표적물질에 대해 상관 계수 R^2 가 0.99를 초과하는 500x의 검량선 측정 범위를 확인했습니다. 그림 6은 측정 범위에 설정된 주요 PFAS 표적물질 (PFHxS, PFOA, PFNA 및 PFOS)의 검량선을 보여줍니다.

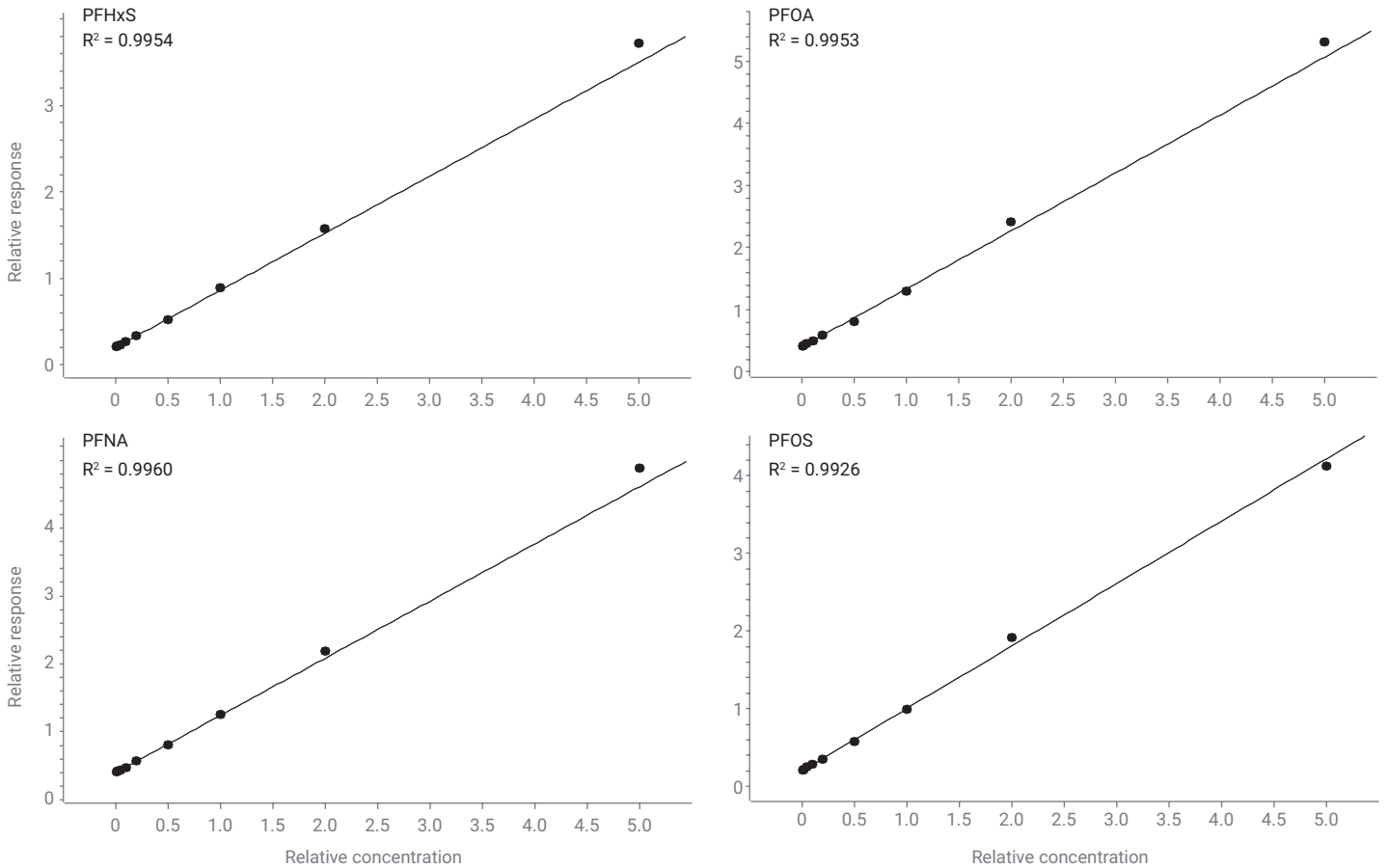


그림 6. 측정 범위가 10-5,000ng/L MeOH인 주요 PFAS 표적물질에 대한 검량선.

분석법 정확도 및 정밀도

분석법 회수율과 재현성이 검증되었습니다. 주요 PFAS 표적물질인 PFBA 및 PFPeA와 나머지 식품 내 PFAS 표적물질에 대한 다양한 LOQ 요구사항을 수용하기 위해 7가지 사전 스파이크된 QC 농도가 설계되었습니다. 각 QC 농도에 대해 분석법 재현성 평가를 위해 4-5개 반복하여 준비되었습니다. 이유식의 허용 기준은 회수율 65-135%, RSD 25% 이하입니다.² LOQ, 중간 및 고농도를 포함하여 분석법 검증을 위해 사전 스파이크된 QC의 세 가지 농도가 보고되었습니다. 표 1는 각 분석물질에 대한 상세 농도를 나타냅니다. 두 가지 예외가 있었습니다. PFBA와 PFBS는 시료 매트릭스 대조군에서 상당히 높은 양성 발생으로 인해 두 가지 농도만 보고 가능했습니다.

그림 7은 이유식의 PFAS 분석에 대한 분석법 검증 회수율 및 재현성(RSD) 요약을 보여줍니다. 전반적으로, 이 분석법은 허용 기준을 충족하는 테스트된 식품 매트릭스의 30종 표적물질 모두에 대해 허용 가능한 회수율 및 재현성 결과를 제공했습니다. 해당 동위원소 표지 ISTD가 포함된 표적물질은 해당 동위원소 표지 ISTD가 없는 표적물질보다 더 우수한 정량 결과를 얻었습니다.

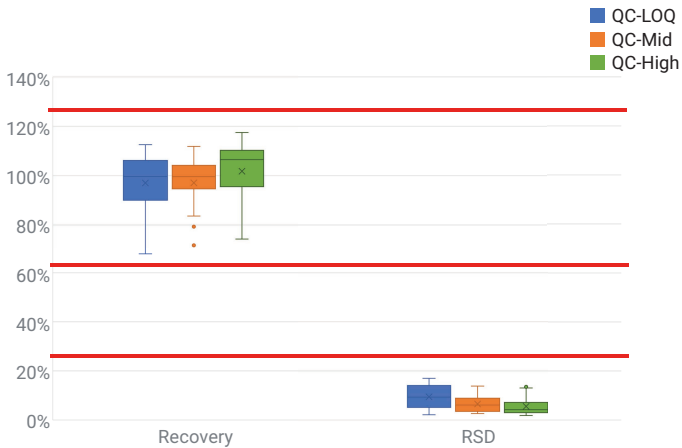


그림 7. 이유식의 PFAS 분석에 대한 분석법 검증 회수율 및 재현성(RSD%) 요약.

결론

QuEChERS 추출에 이어 Agilent Captiva EMR PFAS Food I 카트리지를 사용하여 혼합 모드 패스스루 클린업 및 LC/MS/MS 검출을 사용한 간단하고 신속하며 신뢰할 수 있는 분석법이 이유식 내 30종 PFAS 표적물질에 대해 개발되고 검증되었습니다. 새로운 클린업 분석법은 매트릭스 제거, PFAS 회수율 및 시료 부피 회수율 측면에서 기존 dSPE 클린업에 비해 상당한 개선을 보여주었습니다. 또한 단순화된 시료 클린업 분석법을 사용하여 시간과 노력을 절약하고 전반적인 실험실 생산성을 향상시킵니다. 전체 분석법은 허용 기준에 따라 검증되었으며 AOAC SMPR 2023.003에 설명된 요구 사항을 충족합니다.

참고 문헌

1. EUR-Lex (2023) Consolidated text: Commission Regulation (EU) 2023/915 of 25 April 2023 on Maximum Levels for Certain Contaminants in Food and Repealing Regulation (EC) No 1881/2006.
2. 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).
3. EPA Method 533: Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Drinking Water by Isotope Dilution Anion Exchange Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (EPA 533:2019).
4. EPA Method 1633: Analysis of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous, Solid, Biosolids, and Tissue Samples by LC-MS/MS (EPA 1633:2024).
5. Genualdi, S.; Young, W.; Peprah E.; et al. Analyte and Matrix Method Extension of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Food and Feed, *Anal. and Bioanal. Chem.* **2024**, *416*, 627-633. doi: 10.1007/s00216-023-04833-1.
6. Determination of 30 Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Infant Formula, Milk, and Eggs Using Captiva EMR PFAS Food II Passthrough Cleanup by LC/MS/MS Detection, *Agilent Technologies*, 발행 번호 5994-7366EN.

www.agilent.com

DE04458173

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
2024년 6월 7일 한국에서 발행
5994-7367KO

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