

비음용수 중 Per/Polyfluoroalkyl Substance 분석을 위한 간소화된 빠른 분석법

초고성능 액체 크로마토그래피와 탠덤 질량 분석기 사용

저자

Jerry Zweigenbaum &
Hui Zhao
Agilent Technologies, Inc.

개요

이 응용 자료는 물 시료 중 28가지 PFAS(per- and polyfluorinated alkyl substances)의 분리 및 검출을 위한 분석법에 대해 설명합니다. 이 분석법에서는 Agilent 1290 Infinity II LC에 Agilent 6470A QQQ LC/MS 시스템 및 Agilent MassHunter Workstation 소프트웨어를 결합하여 사용하였습니다. 또한 ASTM 7979 분석법에 포함된 모든 PFAS를 분석하였으며, 동일한 시료 제조 프로토콜을 사용하였습니다. 5mL의 물 시료를 동일한 부피의 메탄올로 희석한 후 직접 주입하였습니다. 대부분의 화합물에 대한 보고 한계는 10ppt(ng/L) 및 그 이하입니다.

서론

PFAS는 공기, 물 및 토양 등을 포함한 모든 환경 매질에서 검출되기 때문에, PFAS의 사용에 대한 우려가 갈수록 커지고 있습니다. 잔류성 화학물질은 환경에 축적되어 먹이 사슬을 통해 물고기, 새, 가축 및 인간에게 악영향을 끼칠 수 있습니다. PFAS 검출은 보통 ppt(ng/L) 수준으로 요구됩니다.

이 연구에서는 초고성능 액체 크로마토그래피와 탠덤 질량 분석기 (UHPLC/MS/MS)를 이용하여 물 시료 중의 28가지 PFAS 화합물을 극미량 수준에서 스크리닝, 식별 및 정량하는 분석법에 대해 평가합니다.

이 분석법으로 물 시료를 측정하고 외부 표준물질로 정량한 결과 특이성, 직선성, 보고 한계, 정확도, 정밀도 등에서

만족스러운 결과를 나타냈습니다. 또한 이 분석법은 시약, 수돗물, 지표수, 지하수 및 폐수 시료 내에 잔류된 PFAS 검출 및 정량에 사용될 수 있습니다. 표 1은 이 연구에서 분석한 대체 표준물질을 포함한 PFAS 화합물 목록을 나타냅니다.

표 1. PFAS 화합물 및 약어

화합물	약어	화합물	약어
Potassium 11-chloroeicosafluoro-3-oxaundecane-1-sulfonate	11Cl-PF30UdS	N-ethyl-N-((heptadecafluorooctyl) sulfonyl) glycine	N-EtFOSAA
Fluorotelomer sulfonate 4:2	4-2 FTS	N-(Heptadecafluorooctylsulfonyl)-N-methylglycine	N-MeFOSAA
Fluorotelomer sulfonate 8:2	8-2 FTS	Perfluorobutanoic acid	PFBA
Potassium 9-chlorohexadecafluoro-3-oxanone-1-sulfonate	9Cl-PF30NS	Perfluorobutane sulfonate	PFBS
Sodium Dodecafluoro-3H-4, 8-dioxanone	ADONA	Perfluorodecanoic acid	PFDA
N-methyl-d3-perfluoro-1-octanesulfonamidoacetic acid	d3-N-MeFOSAA	Perfluorododecanoic acid	PFDaA
N-ethyl-d5-perfluoro-1-octanesulfonamidoacetic acid	d5-N-EtFOSAA	Perfluorodecanesulfonate	PFDS
Sodium 1H,1H,2H,2H-perfluoro-1-[1,2- ¹³ C ₂] hexane sulfonate (4:2)	M2 4-2 FTS	Perfluoro (2-ethoxyethane) sulfonic acid	PFEESA
Sodium 1H,1H,2H,2H-perfluoro-1-[1,2- ¹³ C ₂] decane sulfonate (8:2)	M2 8-2 FTS	Perfluoroheptanoic acid	PFHpA
Perfluoro-n-[1,2- ¹³ C ₂] dodecanoic acid	M2PFDaA	Perfluoroheptanesulfonate	PFHpS
Perfluoro-n-[1,2- ¹³ C ₂] tetradecanoic acid	M2PFTreA	Perfluorohexanoic acid	PFHxA
Sodium perfluoro-1-[2,3,4- ¹³ C ₃] butane sulfonate	M3PFBS	Perfluorohexanesulfonate	PFHxS
Sodium perfluoro-1-[1,2,3- ¹³ C ₃] hexane sulfonate	M3PFHxS	Perfluoro-4-methoxybutanoic acid	PFMBA
Perfluoro-n-[1,2,3,4- ¹³ C ₄] butanoic acid	M4PFBA	Perfluorononanoic acid	PFNA
Perfluoro-n-[1,2,3,4- ¹³ C ₄] heptanoic acid	M4PFHpA	Perfluorononanesulfonate	PFNS
Perfluoro-n-[1,2,3,4,6- ¹³ C ₅] hexanoic acid	M5PFHxA	Perfluorooctanoic acid	PFOA
Perfluoro-n-[1,2,3,4,5- ¹³ C ₅] pentanoic acid	M5PFPeA	Perfluoro octane sulfonate	PFOS
Perfluoro-n-[1,2,3,4,5,6- ¹³ C ₆] decanoic acid	M6PFDA	Perfluorooctane sulfonamide	PFOSA
Perfluoro-n-[1,2,3,4,5,6,7- ¹³ C ₇] undecanoic acid	M7PFUnA	Perfluoropentanoic acid	PFPeA
Perfluoro-1-[¹³ C ₈] octane sulfonamide	M8FOSA	Perfluoropentanesulfonate	PFPeS
Perfluoro-n-[¹³ C ₈] octanoic acid	M8PFOA	Perfluorotetradecanoic acid	PFTreA
Sodium perfluoro-[¹³ C ₈] octane sulfonate	M8PFOS	Perfluorotridecanoic acid	PFTriA
Perfluoro-n-[¹³ C ₉] nonanoic acid	M9PFNA	Perfluoroundecanoic acid	PFUnA

실험

장비

이 연구에서 수행된 모든 실험은 G7167B Multisampler, G7120A binary 펌프 및 G7116B 다중 컬럼 장치로 구성된 Agilent 1290 Infinity II LC와 Agilent 6470A QQQ LC/MS 시스템을 결합하여 사용하였습니다. 기기 제어, 데이터 수집, 정성 및 정량 데이터 분석 및 리포트 작성은 Agilent MassHunter Workstation 소프트웨어를 사용하여 수행하였습니다.

시료 및 표준물질

이 연구에 사용된 매트릭스는 시약 물과 물 시료입니다. PFAS 고유 및 대체 혼합 표준물질은 Wellington Laboratories (Guelph, Ontario, Canada)에서 구입하였습니다. 시료 및 표준물질은 5°C에서 냉장 보관하였습니다.

분석법

설명

이 분석법은 물 시료를 메탄올에 확산시킨 후(1:1 v:v) 여과를 하고(Captiva NY/GF 0.2µm, p/n 5190-5132) 아세트산으로 pH를 산성으로 조절하는 과정을 포함합니다. 측정 분석은 전자분무 음이온화 모드를 사용하여 LC/MS에서 수행하였습니다. 표 2는 분석물질에 따른 LC/MS 조건을 나타냅니다. 분석법은 ASTM 7979를 참조하였습니다.

크로마토그래피 조건

파라미터	설정
분석 컬럼	Agilent ZORBAX RRHD Stable Bond C18, 100 × 2.1mm, 1.8µm(p/n 858700-902)
분리 컬럼	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 50 × 3.0mm, 1.8µm(p/n 959757-302)
컬럼 오븐	50 ±2°C
주입 부피	30µL
분석 시간	18분
자동 시료 주입기	5 ±2°C
이동상 A	0.1% acetic acid in water
이동상 B	0.1% acetic acid in methanol

그레디언트 설정

시간(분)	유속(mL/분)	%A	%B
0	0.4	95	5
14.0	0.4	5	95
15.0	0.4	0	100
18.0	0.4	0	100
18.1	0.4	95	5
25.0	0.4	95	5

MS 파라미터

파라미터	설정
MS 수집	다이나믹 MRM
주기 시간	500ms
정지 시간	18분
이온화원 유형	Agilent Jet Stream Electrospray ionization(AJS ESI negative)
건조 가스 온도	250°C
건조 가스 유속	8L/분
Nebulizer	25psi
Sheath 가스 가열 장치	375°C
Sheath 가스 유속	12L/분
캐필러리	3,500V
노즐 전압	2,000V
전구 이온 및 생성 이온 분리능	단위
화합물 특이적 조건	표 2 참조

표 2. 분석물질에 따른 LC/MS 조건: 전구 이온에서 생성 이온까지의 전이, fragmentor 전압, 충돌 에너지(CE), 셀 가속기 전압(CAV) 및 머무름 시간(RT)

화합물 그룹	화합물	유형	전구 이온	생성 이온	RT(분)	Delta RT (분)	Fragmentor 전압 (V)	CE (V)
Sulfonate	11Cl-PF3OUdS	표적 화합물	630.9	450.9	14.35	1.5	152	32
Sulfonate	11Cl-PF3OUdS	표적 화합물	630.9	83	14.35	1.5	152	32
FTS	4-2 FTS	표적 화합물	327	306.9	10.25	1.02	125	24
FTS	4-2 FTS	표적 화합물	327	80.9	10.25	1.02	125	44
FTS	8-2 FTS	표적 화합물	527	506.8	13.76	1.36	170	28
FTS	8-2 FTS	표적 화합물	527	80.9	13.76	1.36	170	40
Sulfonate	9Cl-PF3ONS	표적 화합물	530.9	350.9	13.32	1.2	152	28
Sulfonate	9Cl-PF3ONS	표적 화합물	530.9	83	13.32	1.2	152	32
산	ADONA	표적 화합물	377	250.9	11.76	1.2	54	8
산	ADONA	표적 화합물	377	85.1	11.76	1.2	54	32
FOSAA	d3-N-MeFOSAA	대체 표준물질	573	418.9	14.28	1.42	115	16
FOSAA	d5-N-EtFOSAA	대체 표준물질	589	418.9	14.5	1.44	115	24
FTS	M2 4-2 FTS	대체 표준물질	329	309	10.25	1.06	125	20
FTS	M2 8-2 FTS	대체 표준물질	529	509	13.76	1.36	170	28
산	M2PFDoA	대체 표준물질	614.9	570	14.96	1.49	79	8
산	M2PFTrEa	대체 표준물질	715	670	15.78	2.00	100	13
Sulfonate	M3PFBS	대체 표준물질	302	80	9.09	1.06	100	37
Sulfonate	M3PFHxS	대체 표준물질	402	80	11.48	1.13	100	53
산	M4PFBA	대체 표준물질	217	172	6.12	1.31	60	8
산	M4PFHpA	대체 표준물질	367	322	11.71	1.27	72	1
산	M5PFHxA	대체 표준물질	318	273	10.59	1.12	70	4
산	M5PFPeA	대체 표준물질	268	223	8.96	1.24	60	4
산	M6PFDA	대체 표준물질	519	474	13.93	1.38	81	8
산	M7PFUnA	대체 표준물질	570	525	14.48	1.44	100	12
FOSA	M8FOSA	대체 표준물질	506	77.9	13.44	1.34	125	40
산	M8PFOA	대체 표준물질	421	376	12.58	1.27	69	8
Sulfonate	M8PFOS	대체 표준물질	507	80	12.99	1.28	100	54
산	M9PFNA	대체 표준물질	472	427	13.30	1.32	66	8
FOSAA	N-EtFOSAA	표적 화합물	584	483	14.50	1.45	115	16
FOSAA	N-EtFOSAA	표적 화합물	584	418.9	14.50	1.45	115	20
FOSAA	N-MeFOSAA	표적 화합물	570	482.9	14.28	1.42	115	12
FOSAA	N-MeFOSAA	표적 화합물	570	419	14.28	1.42	115	20
산	PFBA	표적 화합물	213	169	6.12	1.48	60	8
Sulfonate	PFBS	표적 화합물	298.9	98.9	9.09	1.09	100	33
Sulfonate	PFBS	표적 화합물	298.9	80	9.09	1.09	100	45
산	PFDA	표적 화합물	513	469	13.93	1.38	81	8
산	PFDA	표적 화합물	513	218.7	13.93	1.38	100	16
산	PFDoA	표적 화합물	613	569	14.96	1.49	79	8
산	PFDoA	표적 화합물	613	268.7	14.96	1.49	100	20
Sulfonate	PFDS	표적 화합물	598.9	99	14.11	1.4	100	56
Sulfonate	PFDS	표적 화합물	598.9	80	14.11	1.4	100	72

화합물 그룹	화합물	유형	전구 이온	생성 이온	RT(분)	Delta RT (분)	Fragmentor 전압 (V)	CE (V)
산	PFEESA	표적 화합물	314.9	135	9.73	1.00	103	24
산	PFEESA	표적 화합물	314.9	69.1	9.73	1.00	103	60
산	PFHpA	표적 화합물	362.9	319	11.71	1.16	72	1
산	PFHpA	표적 화합물	362.9	169	11.71	1.16	72	16
Sulfonate	PFHpS	표적 화합물	448.9	98.7	12.3	1.22	100	44
Sulfonate	PFHpS	표적 화합물	448.9	79.7	12.3	1.22	100	60
산	PFHxA	표적 화합물	313	268.9	10.59	1.05	70	8
산	PFHxA	표적 화합물	313	119	10.59	1.05	70	18
Sulfonate	PFHxS	표적 화합물	398.9	99	11.48	1.13	100	49
Sulfonate	PFHxS	표적 화합물	398.9	80	11.48	1.13	100	41
산	PFMBA	표적 화합물	279	85.1	9.53	1.00	54	8
산	PFMBA	표적 화합물	279	234.9	9.53	1.00	54	0
산	PFNA	표적 화합물	463	419	13.3	1.32	66	8
산	PFNA	표적 화합물	463	169	13.3	1.32	66	13
Sulfonate	PFNS	표적 화합물	548.9	98.9	13.58	1.34	165	48
Sulfonate	PFNS	표적 화합물	548.9	79.9	13.58	1.34	165	48
산	PFOA	표적 화합물	413	369	12.58	1.25	69	8
산	PFOA	표적 화합물	413	169	12.58	1.25	69	16
Sulfonate	PFOS	표적 화합물	498.9	99	12.99	1.27	100	46
Sulfonate	PFOS	표적 화합물	498.9	80	12.99	1.27	100	54
FOSA	PFOSA	표적 화합물	497.9	77.9	13.44	1.34	125	40
FOSA	PFOSA	표적 화합물	497.9	47.9	13.44	1.34	100	96
산	PFPeA	표적 화합물	263	218.9	8.97	0.96	60	4
Sulfonate	PFPeS	표적 화합물	348.9	98.9	10.47	1.03	135	36
Sulfonate	PFPeS	표적 화합물	348.9	79.9	10.47	1.03	135	44
산	PFTreA	표적 화합물	713	669	15.78	2.00	100	9
산	PFTreA	표적 화합물	713	169	15.78	2.00	100	30
산	PFTriA	표적 화합물	663	619	15.39	1.53	91	9
산	PFTriA	표적 화합물	663	169	15.39	1.53	100	30
산	PFUnA	표적 화합물	563	519	14.48	1.44	73	5
산	PFUnA	표적 화합물	563	269	14.48	1.44	100	19

평가 절차

분석법 성능은 대표 시약 물 시료(매트릭스 바탕으로 사용)와 QC에 160ng/L를 첨가하여 6회 반복 및 10ng/L와 20ng/L의 낮은 농도를 첨가하여 3회 반복 분석하는 방식으로 평가하였습니다. 정량은 1/x 가중치를 적용한 외부 검량선을 이용하여 수행하였습니다.

평가 기준

시스템 적합성

- 80ng/L의 확인 표준물질(CS)에 대한 계산된 값과 예상된 값의 차이는 $\pm 30\%$ 이내
- 각 CS의 RT와 표준물질 피크 평균값의 상대 오차(RE%)는 2%미만

특이성

- 각 분석 피크의 RT와 표준물질 피크 평균값의 RE%는 2%미만
- 이온 비율의 허용오차는 30%이내

직선성 및 범위

- 검량선 $R^2 > 0.99$
- 각 작업 표준물질의 잔류 비율은 $\pm 30\%$ 이내
- 검량 표준물질은 분석물질 농도 수준을 포함해야 함

정밀도

최소 3회 반복의 RSD $\leq 30\%$

정확도

160ng/L를 첨가한 평균 회수율은 70~130% 이내, 10ng/L와 20ng/L를 첨가한 평균 회수율은 50~150% 이내

결과 및 토의

시스템 적합성

CS 내의 대체 표준물질을 포함하는 모든 화합물 RT의 %RE가 2%미만일 때, 적합성이 수용 가능함으로 결정될 수 있습니다. 그림 1에서 볼 수 있듯이, CS 내의 모든 화합물의 정확도는 70~130%의 기준을 충족시켰습니다.

특이성

PFAS 검출을 위해 MRM을 사용하였습니다. 상대 세기와 분석물질 피크의 RT 비율 평가를 통해 MS/MS 전이(transition)를 모니터링하는 것은 정량 분석에서 표적 분석물질과 잠재적인 간섭 물질을 구별할 수 있도록 합니다. 그림 2는 0.1% 아세트산을 함유한 1:1(v:v)의 초순수:메탄올 내의 모든 분석물질을 포함하는 80ng/L 혼합 작업 표준물질(WS)의 추출 이온 크로마토그램 예를 보여줍니다. 그림 3은 1:1(v:v) 초순수:메탄올 내의 0.1% 아세트산 바탕 시약의 추출 이온 크로마토그램입니다.

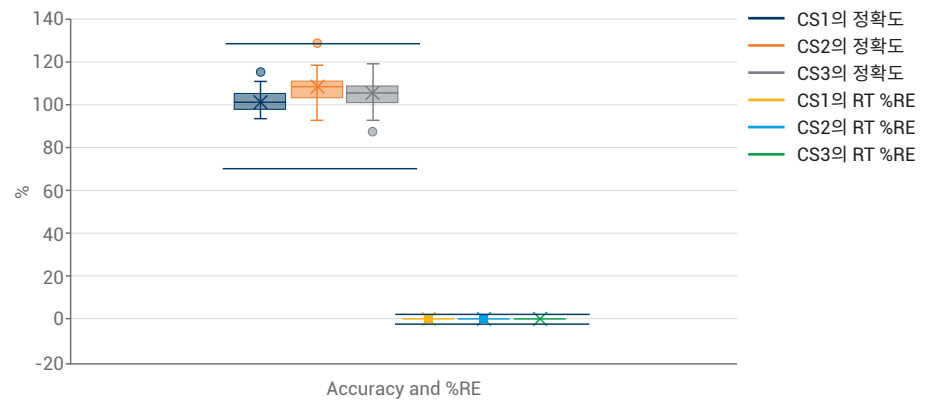


그림 1. CS의 RT에 대한 정확도 및 %RE

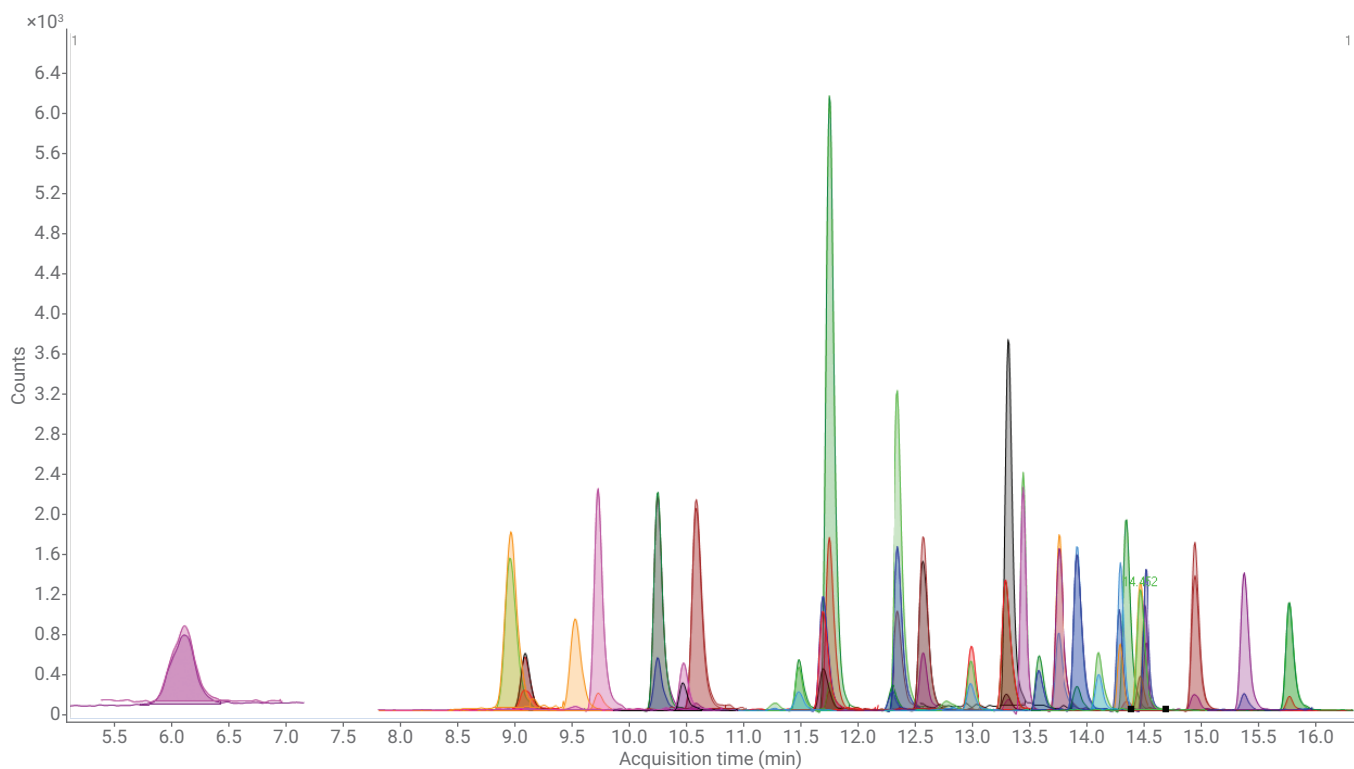


그림 2. 0.1% 아세트산을 함유한 1:1(v:v)의 초순수:메탄올 내의 모든 분석물질들을 포함하는 80ng/L 혼합 작업 표준물질(WS)의 추출 이온 크로마토그램

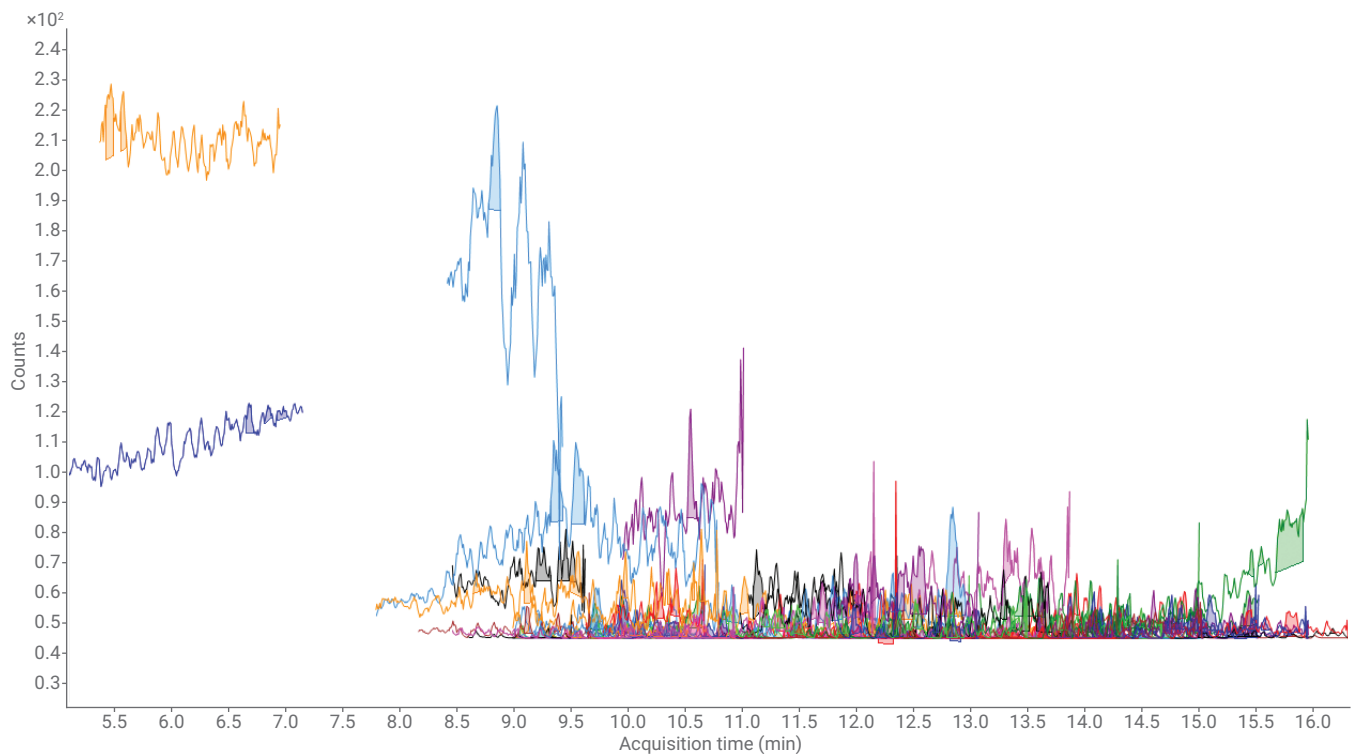


그림 3. 1:1(v:v) 초순수:메탄올 내의 0.1% 아세트산 바탕 시약의 추출 이온 크로마토그램

범위 및 직선성

분석법은 5~200ng/L의 범위에서 평가되었습니다.

분석법의 직선성 평가를 위해 대체 표준물질을 포함하는 각 PFAS의 WS 용액은 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 150 및 200ng/L로 제조하였습니다. 검량선 잔류 물질은 PFHpS의 WS1 1회 주입만을 제외하고는 WS1~WS9에서 $\leq 30\%$ 로 나타났습니다. 그림 4는 검량선 잔류 물질의 통계 데이터를 보여줍니다. 1/x 가중치의 직선성 검량을 사용하여 직선성을 확인하였습니다. 모든 분석물질의 R^2 값은 >0.99 였습니다.

정확도 및 정밀도

추출 전 시료에 10, 20 및 160ng/L의 분석물질 표준 용액을 첨가하여 정확도를 측정하였습니다. 결과는 내부 표준물질을 이용해 표준화되지 않았습니다. 다양한 PFAS 그룹을 대표하는 18개 동위원소로 표시된 표준물질을 분석법과 기기 성능을 모니터링하기 위한 대체 표준물질로 사용하였으나, ASTM 7979에서처럼 감응 표준화를 위해 사용하지는 않았습니다. 모든 시료에 160ng/L의 내부 표준물질을 첨가하였습니다.

160ng/L이 첨가된 시료에서의 6회 반복 주입 및 10ng/L와 20ng/L에서의 3회 반복 주입을 분석하는 것을 통해 정밀도를 평가하였습니다.

정확도 및 정밀도 %RSD에 대한 첨가 회수율은 시험한 모든 28가지 PFAS의 허용 기준을 충족시켰습니다. 그림 5는 160ng/L에서의 정확도와 정밀도 결과를 보여줍니다. 그림 3은 10ng/L와 20 ng/L에서의 자세한 정확도와 정밀도 결과를 보여줍니다.

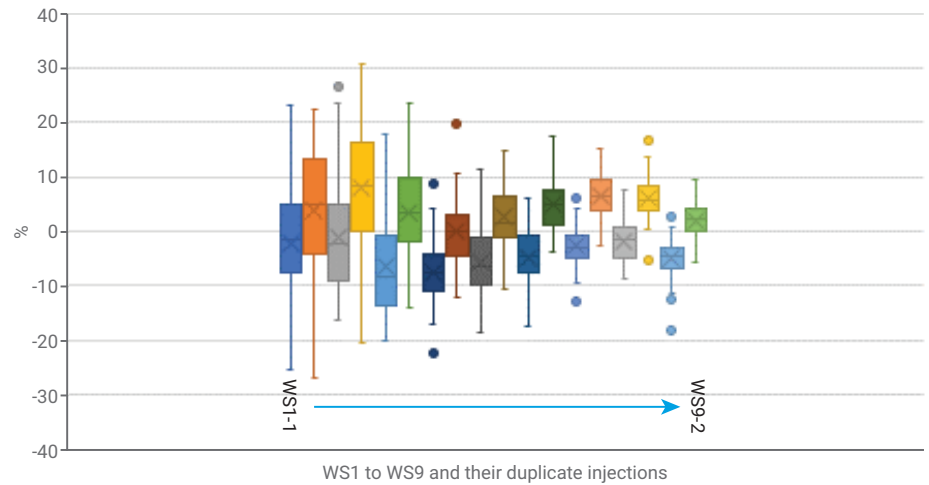


그림 4. 작업 표준물질의 잔류 물질 검량선

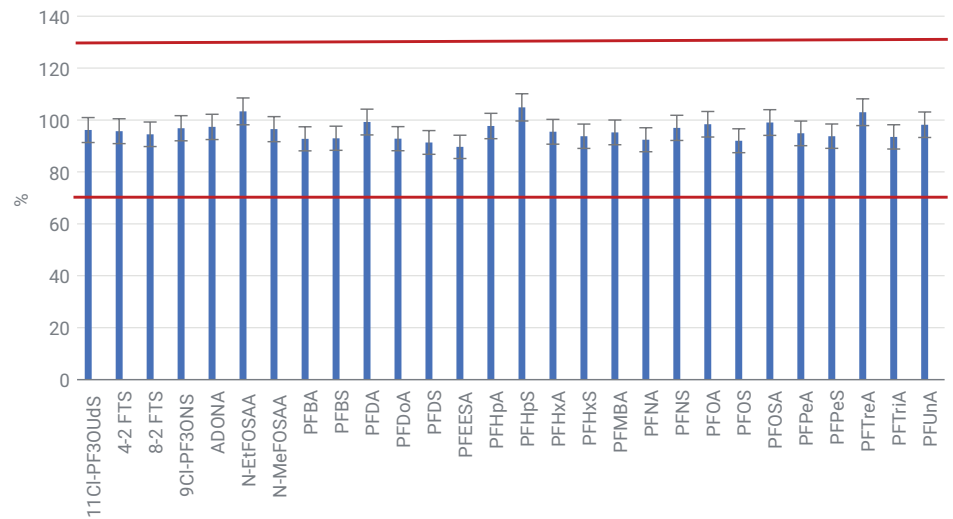


그림 5. 160ng/L(n = 6)에서의 정확도(첨가 회수율, %) 및 정밀도(%RSD)

분석법 보고 한계

이 분석법에서는 정량 한계(LOQ)가 아니라 보고 한계(RL)를 측정하였습니다. 10ng/L와 20ng/L의 첨가 농도 조건에서 각 분석물질의 RL을 측정하였으며, 그 결과는 회수율 및 RSD 정밀도 평가

기준을 충족하였습니다. 이는 표 3에 나와 있습니다. 각 PFAS 분석물질의 RL은 10ng/L으로 설정되었으며, PFDS와 PFHpS는 20ng/L으로 설정되었습니다. 실제 실험실에서, 많은 화합물의 RL은 10ng/L미만으로 나타날 수 있으며,

초고감도를 필요로 하는 사용자는 Agilent 6495 QQQ LC/MS를 사용할 수 있습니다.

표 3. 10ng/L와 20ng/L(n=3)에서의 정확도(첨가 회수율) 및 정밀도(%RSD), 160ng/L에서 대체 표준물질 첨가(다음 페이지에서 계속)

화합물	10ng/L 매트릭스에서의 첨가 회수율, %						20ng/L 매트릭스에서의 첨가 회수율, %					
	LOQ-10-1	LOQ-10-2	LOQ-10-3	평균	STD	RSD%	LOQ-20-1	LOQ-20-2	LOQ-20-3	평균	STD	%RSD
11Cl-PF3OUdS	121	117	120	119	2.2	1.8	112	120	118	116	4.2	3.6
4-2 FTS	122	111	111	115	6.6	5.8	87	103	97	96	8.2	8.6
8-2 FTS	95	121	93	103	15.6	15.2	113	115	114	114	0.9	0.8
9Cl-PF3ONS	106	124	102	110	11.6	10.5	116	104	103	108	7.4	6.8
ADONA	94	111	117	107	11.9	11.1	97	103	107	102	4.7	4.6
d3 N-MeFOSAA	89	100	105	98	8.4	8.5	90	97	104	97	7.3	7.5
d5-N-EtFOSAA	100	99	108	102	5.0	4.9	100	97	99	99	1.4	1.4
M2 4-2 FTS	96	108	89	98	9.6	9.9	96	101	100	99	2.6	2.7
M2 8-2 FTS	91	95	96	94	2.9	3.1	89	103	97	97	6.8	7.1
M2PFDoA	96	105	90	97	7.8	8.0	93	100	107	100	7.3	7.3
M2PFTreA	99	100	97	99	1.5	1.6	99	98	95	97	1.7	1.8
M3PFBS	99	114	99	104	9.0	8.7	95	101	105	100	5.1	5.1
M3PFHxS	99	112	101	104	6.9	6.6	94	107	98	100	6.7	6.7
M4PFBA	89	94	92	92	2.6	2.8	91	95	90	92	2.7	3.0
M4PFHpA	98	94	94	95	2.0	2.1	96	93	91	93	2.7	2.9
M5PFHxA	95	104	93	97	6.2	6.4	98	99	97	98	1.1	1.1
M5PFPeA	92	97	91	94	3.3	3.5	91	95	93	93	2.3	2.4
M6PFDA	97	110	92	100	9.6	9.6	95	95	96	96	0.6	0.7
M7PFUnA	96	101	98	98	2.4	2.5	96	99	102	99	2.8	2.9
M8 FOSA	98	103	96	99	3.6	3.7	91	100	98	96	4.8	5.0
M8PFOA	93	102	99	98	4.8	4.9	90	92	98	94	4.2	4.5
M8PFOS	96	103	105	101	4.5	4.5	92	99	98	97	3.9	4.0
M9PFNA	84	95	89	89	5.6	6.3	91	98	94	94	3.6	3.9
N-EtFOSAA	122	137	107	122	15.0	12.3	113	107	112	111	3.0	2.7
N-MeFOSAA	104	139	110	118	19.2	16.4	106	141	106	117	20.1	17.1
PFBA	105	88	108	101	10.8	10.7	95	116	101	104	11.1	10.6
PFBS	105	118	100	108	9.0	8.4	118	113	121	117	3.8	3.2
PFDA	115	89	126	110	18.8	17.1	107	114	100	107	7.0	6.6
PFDoA	114	102	87	101	13.4	13.3	117	90	109	106	14.0	13.3
PFDS	38	81	76	65	23.4	36.0	90	106	75	90	15.1	16.7
PFEESA	55	53	56	55	1.3	2.3	130	130	116	125	7.7	6.1
PFHpA	107	146	123	125	19.3	15.4	101	131	108	114	15.5	13.6
PFHpS	56	115	77	83	29.4	35.5	117	139	131	129	11.2	8.7
PFHxA	99	106	109	104	5.2	5.0	103	120	131	118	13.8	11.7
PFHxS	98	126	117	114	14.3	12.6	104	88	110	100	11.3	11.3

화합물	10ng/L 매트릭스에서의 첨가 회수율, %						20ng/L 매트릭스에서의 첨가 회수율, %					
	LOQ-10-1	LOQ-10-2	LOQ-10-3	평균	STD	RSD%	LOQ-20-1	LOQ-20-2	LOQ-20-3	평균	STD	%RSD
PFMBA	135	147	140	141	5.9	4.2	123	132	121	125	5.8	4.6
PFNA	83	121	101	102	19.1	18.8	101	99	117	106	10.0	9.4
PFNS	87	122	90	100	19.3	19.4	96	128	93	106	19.3	18.2
PFOA	118	136	109	121	13.4	11.1	99	119	106	108	9.9	9.1
PFOS	92	108	90	97	9.6	9.9	136	98	115	116	18.9	16.3
PFOSA	82	99	102	94	10.5	11.1	86	104	91	94	9.4	10.0
PFPeA	103	102	109	105	4.1	3.9	113	113	107	111	3.2	2.9
PFPeS	101	99	117	106	9.8	9.3	103	82	111	99	15.4	15.6
PFTreA	91	106	103	100	8.0	8.0	112	98	97	102	8.6	8.4
PFTriA	102	116	95	105	10.6	10.1	114	102	101	106	6.9	6.6
PFUnA	120	128	100	116	14.4	12.4	107	107	105	106	1.2	1.1

시료 테스트

평가된 분석법을 다양한 미지 물 시료에 적용하였습니다. 시료 결과 및 대체 표준물질 첨가 회수율은 표 4에 나와 있습니다. 대체 표준물질 첨가 회수율은 70~130% 이내였으며, 테스트된 모든 PFAS의 허용 기준을 충족하였습니다.

표 4. 물 시료의 시료 결과 및 대체 표준물질 첨가 회수율(다음 페이지에 계속)

화합물	시료 결과, ng/L						160ng/L 매트릭스에서의 대체 표준물질 첨가 회수율, %					
	미지 물 시료 1	미지 물 시료 2	미지 물 시료 3	미지 물 시료 4	미지 물 시료 5	미지 물 시료 6	미지 물 시료 1	미지 물 시료 2	미지 물 시료 3	미지 물 시료 4	미지 물 시료 5	미지 물 시료 6
11Cl-PF3OUdS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
4-2 FTS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M2 4-2 FTS	165.5	178.6	163.4	159.7	160.8	148.2	111	119	109	107	108	99
8-2 FTS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M2 8-2 FTS	178.1	196.0	187.1	160.8	184.8	164.1	116	128	122	105	120	107
9Cl-PF3ONS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
ADONA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
N-EtFOSAA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
d5-N-EtFOSAA	205.8	191.1	195.7	181.2	190.6	177.1	129	119	122	113	119	111
N-MeFOSAA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
d3 N-MeFOSAA	192.2	200.2	192.8	174.5	189.9	162.2	120	125	120	109	119	101
PFBA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M4PFBA	164.6	175.0	167.0	165.7	143.3	150.8	103	109	104	104	90	94
PFBS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M3PFBS	183.9	178.0	179.5	176.8	165.1	164.3	124	120	121	119	111	110
PFDA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M6PFDA	167.1	204.2	189.1	147.7	198.4	171.4	104	128	118	92	124	107

	시료 결과, ng/L						160ng/L 매트릭스에서의 대체 표준물질 첨가 회수율, %					
화합물	미지 물 시료 1	미지 물 시료 2	미지 물 시료 3	미지 물 시료 4	미지 물 시료 5	미지 물 시료 6	미지 물 시료 1	미지 물 시료 2	미지 물 시료 3	미지 물 시료 4	미지 물 시료 5	미지 물 시료 6
PFD _o A	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M2PFD _o A	180.6	187.8	195.2	156.9	193.9	193.7	113	117	122	98	121	121
PFDS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
PFEESA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
PFHpA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M4PFHpA	172.7	186.5	173.7	157.5	160.6	165.5	108	117	109	98	100	103
PFHpS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
PFHxA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M5PFHxA	182.0	192.1	180.9	171.9	177.5	170.6	114	120	113	107	111	107
PFHxS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M3PFHxS	179.1	187.9	171.5	171.0	170.4	144.9	118	124	113	113	113	96
PFMBA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
PFNA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M9PFNA	187.5	198.3	200.4	180.2	180.7	161.5	117	124	125	113	113	101
PFNS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
PFOA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M8PFOA	169.2	182.1	203.8	170.2	175.2	167.9	106	114	127	106	109	105
PFOS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M8PFOS	191.8	189.1	164.7	175.3	170.2	168.2	125	123	108	114	111	110
PFOSA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M8PFOSA	199.7	206.4	193.1	174.3	196.1	184.4	125	129	121	109	123	115
PFPeA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M5PFPeA	175.7	172.9	170.5	165.5	160.7	164.7	110	108	107	103	100	103
PFPeS	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
PFTreA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M2PFTreA	137.7	114.4	166.0	134.2	174.1	138.5	86	72	104	84	109	87
PFTriA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
PFUnA	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL	<RL						
M7PFUnA	204.3	192.9	197.0	156.9	190.1	197.5	128	121	123	98	119	123

참고: 이 연구에서의 대체 표준물질 회수율이 비어 있는 칸은 안정 동위원소 표준물질이 없거나 고유 화합물에 포함되어 있음을 의미합니다.

결론

1290 Infinity II LC를 6470A QQQ LC/MS 시스템 및 MassHunter workstation 소프트웨어와 결합하여, 물 시료 중의 28가지 PFAS를 정량 분석하는 UHPLC/MS/MS 분석법에 대해 설명하였습니다. 평가한 결과, 이 분석법은 수중 PFAS 분석물질의 분석을 위한 충분한 특이성, 직선성, 정확도, 정밀도를 제공할 수 있음을 입증하였습니다. ASTM 7979 또는 EPA 분석법 8327(초안)에서 요구하는 감도 수준을 초과하는 분석 수행 시 Agilent 6495 QQQ LC/MS를 사용할 수 있습니다.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 2월 14일, 한국에서 인쇄,
5994-0678KO

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