

# Application News

No. 05-SCA-210-070-K

## Stacked injection On-line SPE와 LC-MS/MS를 이용한 계란 매트릭스 중 다성분 PFAS 분석

Determination of Various PFAS in Egg Matrix Using Stacked Injection On-line SPE Coupled to LC-MS/MS

Anja Grüning  
Shimadzu Europa GmbH

### 사용자 활용 포인트

- ◆ UHPLC 및 MS 시스템을 위한 일원화된 솔루션
- ◆ On-line SPE 방식으로 27종 PFAS의 ng/mL 수준 정량 분석
- ◆ On-line SPE와 결합된 Stacked injection으로 감도 향상

### ■ 서론

과불화알킬 및 폴리플루오로알킬 화합물(PFAS)은 1950년대부터 방염제, 식품 포장재, 논스틱 코팅과 같이 널리 사용되어 온 4,000종 이상의 화학물질을 포함하는 계열을 의미한다. 이러한 화합물은 내열성, 발수·발유성, 화학적·열적 안정성 뿐만 아니라 자외선 및 기후 변화에 대한 저항성을 갖는다. PFAS는 인공적으로 합성된 물질이기 때문에 자연적으로 분해되지 않으며, 그 결과 환경 전반에 걸쳐 광범위하게 검출되고 있다. 이로 인해 PFAS는 식품 사슬을 통해 우리의 식품에도 유입되고 있으며, 식이를 통한 인체 노출에 대한 우려가 커지면서 여러 국가에서 식품 오염 실태에 대한 연구가 진행되고 있다.

이 뉴스레터에서는 계란 매트릭스 중 다성분 PFAS를 관련 농도 범위에서 분석하는 분석법을 소개하고 있다. 이 분석법은 간단한 QuEChERS 추출법과 On-line SPE 방식을 결합한 방식을 기반으로 하고 dSPE(dispersive SPE)와 같은 추가적인 시료 전처리 단계의 생략이 가능하다.

### ■ 재료 및 방법

빠르고 안정적인 고감도의 LC-MS/MS 시스템은 식품 검사를 진행하는 실험실에서 정기적인 분석을 원활하게 수행할 수 있도록 한다. 이 뉴스레터에서는 Shimadzu LCMS-8060NX 삼중사중극자 질량분석기와 Nexera™ X3 UHPLC 시스템을 이용하였다(그림 3).

27종 PFAS 표준물질과 하나의 내부 표준물질(IS-mixture, ISO 21675-LSS)은 (Wellington Laboratories/neochem)에서 구입하였다. 위의 PFAS 표준 원액은 메탄올로 희석하여 각 화합물의 최종 농도가 1ng/μL인 단일 표준 혼합물로 조제하였다. 이 혼합물을 추가로 희석하여 추출 전 계란 매트릭스에 첨가하였고, 검정곡선용 시료의 경우 추출된 계란 매트릭스에 첨가하였다. 계란 매트릭스에서의 첨가시료는 0.001 - 0.025 ng/mL에서 1 ng/mL 농도 범위로 분석되었다. 모든 시료(블랭크 제외)에는 IS의 최종 농도가 0.04 ng/mL이 되도록 첨가하였다.

시료는 QuEChERS AOAC 방법을 기반으로 추출되었다(그림 1, RESTEK Q-Sep QuEChERS Extraction Packets AOAC Method). Nexera SIL-40 오토샘플러의 Stacked injection 기능을 사용하여 50 μL의 시료를 SPE-trap 컬럼에 직접 주입하였다. 이 과정에서 5x10 μL 주입이 이루어지며, 각 주입 후에는 수용액 시료 로딩 단계가 진행되어 샘플 추출물에서 유기용매를 제거한다. 이를 통해 트래핑 능력이 향상되며, 더 많은 양의 순수한 QuEChERS 추출물을 주입할 수 있다.

분석은 MRM 방식을 사용하여 15분 이내에 수행되었으며, 각 화합물 당 최소 두 개의 전이 이온을 활용하였다. (단, PFBA는 하나의 전이 이온만 사용됨)

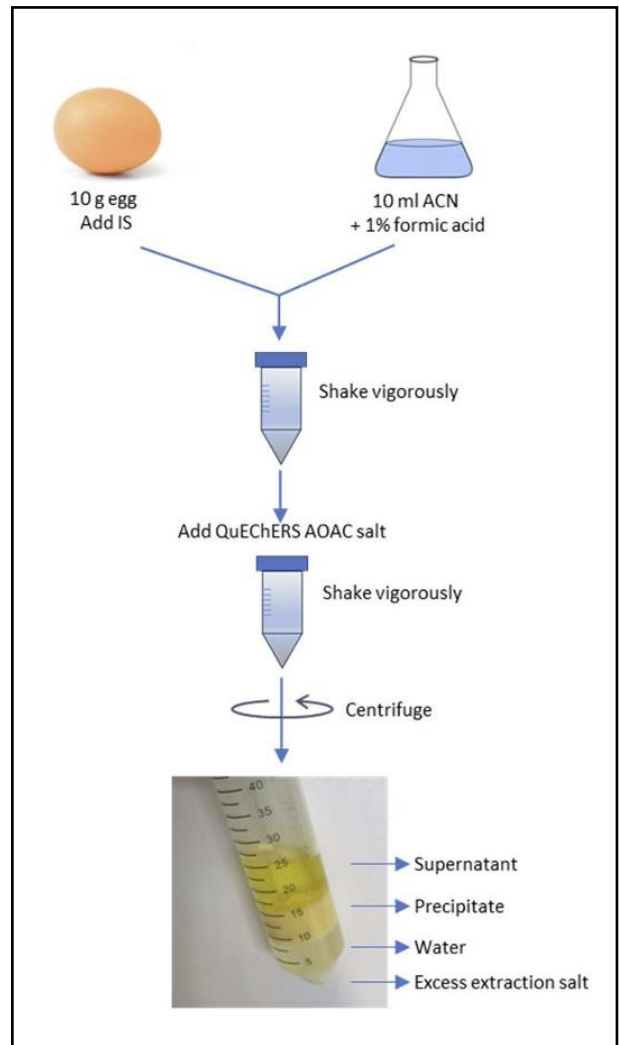


그림 1. 추출 과정

분석 조건은 표 1에 정리되어 있으며, 최적화된 MRM 전이 이온은 표 2에 요약되어 있다. PFAS는 시약, 유리 기구, 피펫, 튜빙, 탈기 장치 및 LC-MS/MS 장비의 다양한 부품에서 검출될 수 있기 때문에, 용매 지연 컬럼을 사용하는 것이 필수적이다. 이를 위해 작은 C18 컬럼을 믹서와 오토샘플러 사이, 그리고 믹서와 밸브 사이에 배치하여 PFAS 오염을 지연시키고, 시료에서 유래된 PFAS와 분리할 수 있도록 하였다.

표 1. 분석조건

|                          |                                           |
|--------------------------|-------------------------------------------|
| <b>Mass Spectrometer</b> | <b>: LCMS-8060NX</b>                      |
| Ionization               | : Electrospray Ionization (ESI), negative |
| Interface Voltage        | : -1 kV                                   |
| Focus Voltage            | : -2.5 kV                                 |
| Heating Gas              | : 15 L/min                                |
| DL Temp.                 | : 150 °C                                  |
| Interface Temp.          | : 300 °C                                  |
| Nebulizing Gas           | : 3 L/min                                 |
| Drying Gas               | : 3 L/min                                 |
| Heat Block               | : 400 °C                                  |
| Dwell-/Pause-time        | : 4(3 for IS)/1 msec                      |
| CID                      | : 270 kPa                                 |

|                     |                                                   |
|---------------------|---------------------------------------------------|
| <b>UHPLC</b>        | <b>: Nexera X3</b>                                |
| Pump A (Analytical) | : 2 mM ammonium acetate in H <sub>2</sub> O       |
| Pump B (Analytical) | : 2 mM ammonium acetate in Methanol               |
| Pump C (Trap)       | : H <sub>2</sub> O + modifier (sample loading)    |
| Pump D (Trap)       | : Methanol (washing of SPE and delay column)      |
| Analytical column   | : Shim-pack Scepter™ 1.9 μm, C18-120, 2.1 x 50 mm |
| Delay column        | : Shim-pack™ GIST HP 3 μm, C18-AQ, 3 x 30 mm      |
| Trap column         | : EVOLUTE® Express ABN On-line SPE cartridge      |
| Injection Volume    | : 5 x 10                                          |
| Cooler temperature  | : 8 °C                                            |
| Column Oven         | : 50 °C                                           |

■ 결과

매트릭스 매칭된 검정곡선은 가중치(1/농도) 선형 회귀 분석을 사용하여 계산되었으며, 모든 PFAS에서 R<sup>2</sup> > 0.98의 값을 얻었다. 검정곡선 및 해당 MRM 크로마토그램(0.1 ng/mL)의 일부를 그림 2에 나타내었다.

분석한 모든 계란에서 이미 일정량의 PFAS가 검출되었으며, 해당 PFAS는 별표(\*)로 표시하였다. 이에 따라 최저 검량 농도도 조정되었다. 적절한 내부표준(ISTD)의 유무에 따라 내부 표준법 또는 외부 표준법을 사용하여 정량분석을 수행하였다.

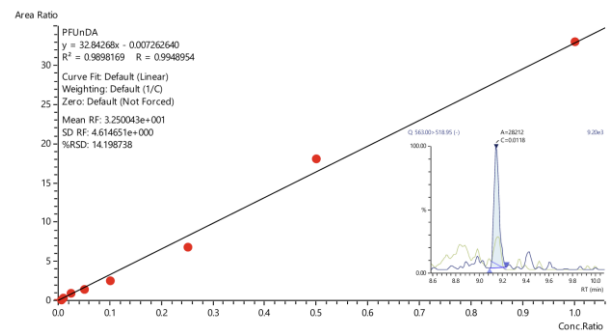
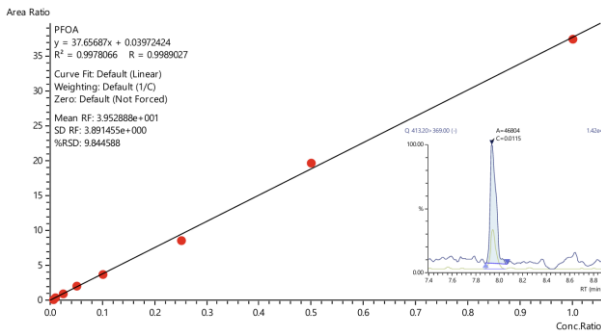
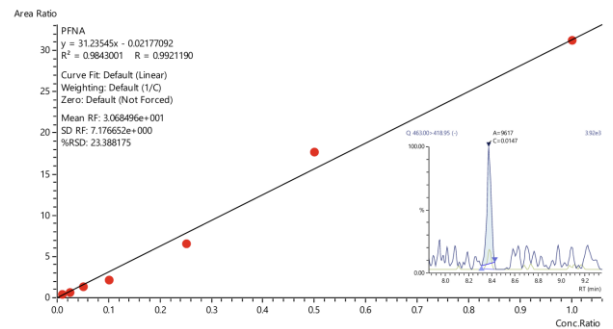
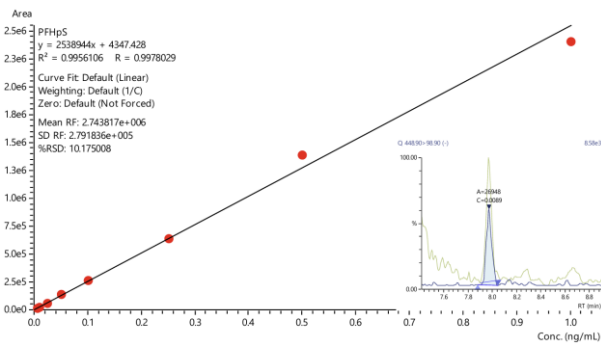
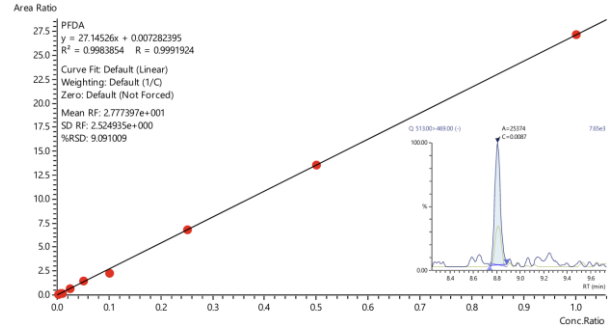
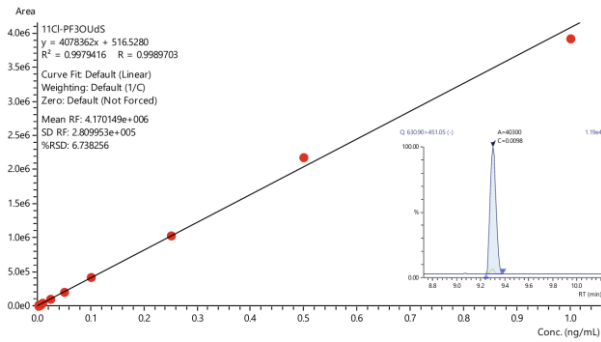


그림 2. 대표적인 검정곡선과 0.01 ng/mL 수준의 크로마토그램

서로 다른 원산지의 계란 5개를 현지에서 구매하여 검정곡선 시료와 함께 분석하였으며, 결과는 표 4에 나타내었다. 또한, 이 계란을 추출 전에 PFAS를 0.01 ng/mL 및 0.1 ng/mL 농도로 첨가하여 분석하였다.

이러한 첨가 시료에서 상대 표준 편차(RSD)는 일반적으로 20% 이하였으며, 이는 분석한 화합물의 95% 및 QC 시료에서 일관되게 나타났다(표 3). 단, 일부 PFAS가 상대적으로 높은 농도로 검출된 계란은 해당 계산에서 제외하였다.

표 2. MRM 조건과 검정곡선 정보

| Acronym      | RT     | Type   | ISTD used  | Quantifier    | Qualifier     | Calibration range | Unit  | R <sup>2</sup> |
|--------------|--------|--------|------------|---------------|---------------|-------------------|-------|----------------|
| 11Cl-PF3OUdS | 9.309  | Target | -          | 630.90>451.05 | 630.90>82.95  | 0.001-1           | ng_mL | 0.9979         |
| 9Cl-PF3ONS   | 8.648  | Target | PFOS-IS    | 530.90>351.10 | 530.90>82.90  | 0.001-1           | ng_mL | 0.9989         |
| DONA         | 7.479  | Target | PFHpA-IS   | 377.10>251.00 | 377.10>84.95  | 0.001-1           | ng_mL | 0.9957         |
| FOSA         | 9.313  | Target | FOSA-IS    | 497.90>77.90  | 497.90>478.15 | 0.01-1            | ng_mL | 0.9959         |
| FOSA-IS      | 9.312  | ISTD   | -          | 505.90>78.00  | 505.90>172.00 | -                 | ng_mL | -              |
| HFPO-DA*     | 6.946  | Target | HFPO-DA-IS | 284.95>169.05 | 284.95>185.05 | 0.01-1            | ng_mL | 0.9945         |
| HFPO-DA-IS   | 6.946  | ISTD   | -          | 286.85>168.90 | 286.85>118.85 | -                 | ng_mL | -              |
| PFDoS        | 9.674  | Target | PFDoDA-IS  | 699.00>79.90  | 699.00>98.90  | 0.0025-1          | ng_mL | 0.9912         |
| PFTrDS       | 9.878  | Target | PFDoDA-IS  | 749.00>99.10  | 749.00>79.90  | 0.0025-1          | ng_mL | 0.9867         |
| PEESA        | 6.538  | Target | -          | 315.00>135.00 | 315.00>82.90  | 0.001-1           | ng_mL | 0.9989         |
| PFBA**       | 4.547  | Target | PFBA-IS    | 213.00>169.00 | -             | 0.01 -1           | ng_mL | 0.9846         |
| PFBA-IS      | 4.541  | ISTD   | -          | 216.90>172.00 | -             | -                 | ng_mL | -              |
| PFBS**       | 5.982  | Target | PFBS-IS    | 299.00>79.90  | 299.00>98.90  | 0.01 -1           | ng_mL | 0.9997         |
| PFBS-IS      | 6.139  | ISTD   | -          | 301.90>98.80  | 301.90>79.80  | -                 | ng_mL | -              |
| PFDA         | 8.802  | Target | PFDA-IS    | 513.00>469.00 | 513.00>219.05 | 0.0025-1          | ng_mL | 0.9984         |
| PFDA-IS      | 8.814  | ISTD   | -          | 519.00>473.90 | 519.00>219.00 | -                 | ng_mL | -              |
| PFDoDA       | 9.454  | Target | PFDoDA-IS  | 613.00>568.95 | 613.00>169.10 | 0.01-1            | ng_mL | 0.9979         |
| PFDoDA-IS    | 9.451  | ISTD   | -          | 614.90>570.10 | 614.90>269.10 | -                 | ng_mL | -              |
| PFDS         | 9.155  | Target | PFOS-IS    | 598.80>79.95  | 598.80>98.85  | 0.0001-1          | ng_mL | 0.9971         |
| PFHpA        | 7.389  | Target | PFHpA-IS   | 363.10>319.00 | 363.10>169.00 | 0.0025-1          | ng_mL | 0.9905         |
| PFHpA-IS     | 7.381  | ISTD   | -          | 367.00>322.10 | 367.00>169.00 | -                 | ng_mL | -              |
| PFHpS        | 7.974  | Target | -          | 448.90>98.90  | 448.90>79.90  | 0.005-1           | ng_mL | 0.9956         |
| PFHxA        | 6.693  | Target | PFHxA-IS   | 313.10>269.00 | 313.10>119.00 | 0.01-1            | ng_mL | 0.9994         |
| PFHxA-IS     | 6.692  | ISTD   | -          | 317.90>273.00 | 317.90>120.10 | -                 | ng_mL | -              |
| PFHxDA-IS    | 10.208 | ISTD   | -          | 814.90>769.90 | 814.90>369.00 | -                 | ng_mL | -              |
| PFHxS**      | 7.468  | Target | PFHxS-IS   | 398.90>79.95  | 398.90>98.90  | 0.005-1           | ng_mL | 0.9988         |
| PFHxS-IS     | 7.636  | ISTD   | -          | 402.00>79.90  | 402.00>98.80  | -                 | ng_mL | -              |
| PFNA         | 8.392  | Target | PFNA-IS    | 463.00>418.95 | 463.00>219.00 | 0.01-1            | ng_mL | 0.9843         |
| PFNA-IS      | 8.375  | ISTD   | -          | 471.90>427.00 | 471.90>223.00 | -                 | ng_mL | -              |
| PFNS         | 8.809  | Target | -          | 549.10>79.90  | 549.10>98.90  | 0.005-1           | ng_mL | 0.9965         |
| PFOA**       | 7.943  | Target | PFOA-IS    | 413.20>369.00 | 413.20>169.05 | 0.005-1           | ng_mL | 0.9978         |
| PFOA-IS      | 7.951  | ISTD   | -          | 421.00>376.10 | 421.00>172.00 | -                 | ng_mL | -              |
| PFOS         | 8.387  | Target | PFOS-IS    | 498.90>98.90  | 498.90>169.05 | 0.025-1           | ng_mL | 0.9858         |
| PFOS-IS      | 8.368  | ISTD   | -          | 506.90>79.90  | 506.90>98.80  | -                 | ng_mL | -              |
| PFPeA        | 5.771  | Target | PFPeA-IS   | 263.10>219.00 | 263.10>69.10  | 0.01-1            | ng_mL | 0.9989         |
| PFPeA-IS     | 5.861  | ISTD   | -          | 267.90>223.00 | 267.90>69.10  | -                 | ng_mL | -              |
| PFPeS / PFPS | 6.992  | Target | -          | 349.20>79.95  | 349.20>98.95  | 0.005-1           | ng_mL | 0.9972         |
| PFTeDA       | 9.896  | Target | PFTeDA-IS  | 713.00>669.05 | 713.00>169.05 | 0.005-1           | ng_mL | 0.9804         |
| PFTeDA-IS    | 9.892  | ISTD   | -          | 714.90>670.00 | 714.90>368.90 | -                 | ng_mL | -              |
| PFTrDA       | 9.698  | Target | PFDoDA-IS  | 663.00>619.00 | 663.00>169.00 | 0.005-1           | ng_mL | 0.9877         |
| PFUnDA       | 9.143  | Target | PFUnDA-IS  | 563.00>518.95 | 563.00>269.05 | 0.005-1           | ng_mL | 0.9898         |
| PFUnDA-IS    | 9.150  | ISTD   | -          | 570.00>524.90 | 570.00>268.90 | -                 | ng_mL | -              |
| PFUnDS       | 9.601  | Target | -          | 649.00>79.95  | 649.00>98.95  | 0.0025-1          | ng_mL | 0.9917         |

\* Contamination from ISTD

\*\* Contamination from egg matrix

표 3. 첨가시료 재현성

|               | 11CI-PF30UDs |          | 9CI-PF30NS |          | DONA       |          | FOSA       |          | HFPO-DA    |          | L-PFDoS    |          | L-PFTrDS   |          | PEESA      |          | PFBA       |          |
|---------------|--------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|
|               | 0.01 ng/mL   |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          |
|               | Conc.        | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy |
| Egg A QC 0.01 | 0.0101       | 100.64   | 0.0097     | 96.95    | 0.0102     | 102.08   | 0.0117     | 116.99   | 0.0088     | 88.39    | 0.0104     | 104.38   | 0.0067     | 67.41    | 0.0102     | 101.80   | below LOQ  |          |
| Egg B QC 0.01 | 0.0107       | 106.84   | 0.0093     | 93.10    | 0.0096     | 95.63    | 0.0103     | 102.72   | 0.0062     | 61.63    | 0.0149     | 149.13   | 0.0117     | 117.46   | 0.0101     | 101.04   | below LOQ  |          |
| Egg C QC 0.01 | 0.0092       | 91.70    | 0.0104     | 104.12   | 0.0100     | 100.08   | 0.0115     | 114.69   | 0.0112     | 111.54   | 0.0102     | 101.98   | 0.0108     | 108.27   | 0.0104     | 104.31   | below LOQ  |          |
| Egg D QC 0.01 | 0.0113       | 113.08   | 0.0093     | 93.36    | 0.0087     | 87.41    | 0.0116     | 115.99   | 0.0099     | 98.96    | 0.0100     | 100.01   | 0.0061     | 61.48    | 0.0105     | 104.70   | below LOQ  |          |
| Egg E QC 0.01 | 0.0109       | 108.64   | 0.0096     | 96.32    | 0.0098     | 98.12    | 0.0101     | 101.33   | 0.0073     | 72.54    | 0.0113     | 112.64   | 0.0117     | 117.26   | 0.0102     | 102.18   | below LOQ  |          |
| Mean          | 104.18       |          | 96.77      |          | 96.66      |          | 110.34     |          | 86.61      |          | 113.63     |          | 94.38      |          | 102.81     |          |            |          |
| SD            | 8.28         |          | 4.45       |          | 5.70       |          | 7.65       |          | 19.99      |          | 20.42      |          | 27.65      |          | 1.61       |          |            |          |
| %RSD          | 7.95         |          | 4.60       |          | 5.89       |          | 6.94       |          | 23.09      |          | 17.97      |          | 29.30      |          | 1.57       |          |            |          |

|               | PFBS       |          | PFDA       |          | PFDoDA     |          | PFDS       |          | PFHpA      |          | PFHpS      |          | PFHxA      |          | PFHxS      |          | PFNA       |          |
|---------------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|
|               | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          |
|               | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy |
| Egg A QC 0.01 | 0.0100     | 99.89    | 0.0124     | 123.67   | 0.0081     | 80.88    | 0.0097     | 97.40    | 0.0097     | 97.33    | 0.0099     | 99.04    | 0.0107     | 106.80   | 0.0101     | 101.16   | 0.0093     | 92.70    |
| Egg B QC 0.01 | 0.0117     | 116.90   | 0.0347     | *346.61  | 0.0314     | *314.12  | 0.0093     | 92.53    | 0.0125     | *124.63  | 0.0108     | 107.58   | 0.0111     | 111.20   | 0.0205     | *204.82  | 0.0253     | *252.65  |
| Egg C QC 0.01 | 0.0119     | 119.42   | 0.0107     | 106.55   | 0.0106     | 105.54   | 0.0088     | 87.75    | 0.0096     | 96.29    | 0.0103     | 102.74   | 0.0103     | 103.00   | 0.0089     | 88.72    | 0.0153     | 153.41   |
| Egg D QC 0.01 | 0.0095     | 95.05    | 0.0105     | 104.55   | 0.0090     | 90.09    | 0.0072     | 71.81    | 0.0091     | 90.63    | 0.0098     | 97.96    | 0.0115     | 114.63   | 0.0111     | 111.11   | 0.0115     | 115.49   |
| Egg E QC 0.01 | 0.0091     | 92.33    | 0.0297     | *297.08  | 0.0315     | *314.53  | 0.0085     | 85.27    | 0.0148     | *147.64  | 0.0116     | 116.28   | 0.0121     | 121.23   | 0.0370     | *370.26  | 0.0348     | *347.85  |
| Mean          | 104.72     |          | 111.59     |          | 92.17      |          | 86.95      |          | 94.75      |          | 104.72     |          | 111.37     |          | 100.33     |          |            |          |
| SD            | 12.60      |          | 10.51      |          | 12.46      |          | 9.66       |          | 3.61       |          | 7.48       |          | 7.05       |          | 11.22      |          | 30.67      |          |
| %RSD          | 12.03      |          | 9.42       |          | 13.52      |          | 11.11      |          | 3.81       |          | 7.14       |          | 6.33       |          | 11.18      |          | 25.44      |          |

|               | PFNS       |          | PFOA       |          | PFOS       |          | PFPeA      |          | PFPS       |          | PFTeDA     |          | PFTrDA     |          | PFUnDA     |          | PFUnDS     |          |
|---------------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|
|               | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          | 0.01 ng/mL |          |
|               | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy | Conc.      | Accuracy |
| Egg A QC 0.01 | 0.0109     | 109.26   | 0.0098     | 97.74    | below LOQ  |          | 0.0070     | 69.92    | 0.0102     | 102.39   | 0.0110     | 109.83   | 0.0085     | 85.08    | 0.0110     | 109.54   | 0.0086     | 86.25    |
| Egg B QC 0.01 | 0.0108     | 108.41   | 0.0510     | *509.67  | below LOQ  |          | 0.0084     | 84.20    | 0.0104     | 103.83   | 0.0183     | *183.07  | 0.0265     | *265.47  | 0.0248     | *247.73  | 0.0123     | 122.98   |
| Egg C QC 0.01 | 0.0100     | 99.86    | 0.0115     | 114.81   | below LOQ  |          | 0.0118     | 117.66   | 0.0104     | 103.71   | 0.0091     | 90.60    | 0.0074     | 73.54    | 0.0111     | 111.06   | 0.0090     | 90.32    |
| Egg D QC 0.01 | 0.0095     | 95.28    | 0.0105     | 104.76   | below LOQ  |          | 0.0104     | 103.82   | 0.0097     | 97.22    | 0.0115     | 115.26   | 0.0085     | 85.21    | 0.0111     | 111.27   | 0.0082     | 82.14    |
| Egg E QC 0.01 | 0.0106     | 106.16   | 0.0923     | *922.92  | below LOQ  |          | 0.0091     | 90.57    | 0.0113     | 113.23   | 0.0196     | *196.07  | 0.0330     | *329.81  | 0.0230     | *229.98  | 0.0111     | 111.09   |
| Mean          | 103.79     |          | 105.77     |          |            |          | 93.23      |          | 104.08     |          | 105.23     |          | 81.28      |          | 110.62     |          | 98.56      |          |
| SD            | 6.02       |          | 8.58       |          |            |          | 18.31      |          | 5.78       |          | 12.96      |          | 6.70       |          | 0.94       |          | 17.62      |          |
| %RSD          | 5.80       |          | 8.11       |          |            |          | 19.64      |          | 5.56       |          | 12.31      |          | 8.24       |          | 0.85       |          | 17.88      |          |

\* 표기한 화합물은 시료에서 이미 발견됨

표 4. 시료 결과(검출 시료 결과)

|       | PFBA   | PFBS  | PFDA   | PFDoDA | PFHpA  | PFHpS | PFHxS  | PFNA   | PFOA   | PFOS   | PFPeA  | PFTeDA | PFTrDA | PFUnDA | PFUnDS |
|-------|--------|-------|--------|--------|--------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|       | Conc.  | Conc. | Conc.  | Conc.  | Conc.  | Conc. | Conc.  | Conc.  | Conc.  | Conc.  | Conc.  | Conc.  | Conc.  | Conc.  | Conc.  |
| Egg A | <LOQ   | <LOQ  | -      | <LOQ   | -      | -     | -      | -      | -      | -      | -      | -      | -      | -      | -      |
| Egg B | 0.2662 | <LOQ  | 0.0221 | 0.0167 | 0.0032 | -     | 0.0125 | 0.0273 | 0.0411 | 0.3121 | -      | 0.0125 | 0.0182 | 0.0144 | -      |
| Egg C | <LOQ   | <LOQ  | -      | -      | -      | -     | -      | -      | <LOQ   | -      | 0.0114 | -      | -      | -      | -      |
| Egg D | <LOQ   | <LOQ  | -      | -      | -      | -     | <LOQ   | -      | <LOQ   | -      | -      | -      | -      | -      | -      |
| Egg E | 0.1912 | <LOQ  | 0.0207 | 0.0153 | 0.0043 | <LOQ  | 0.0257 | 0.0198 | 0.1009 | 0.2567 | -      | 0.0151 | 0.0162 | 0.0130 | 0.0026 |



그림 3. Nexera On-line SPE LCMS-8060NX 시스템 구성도

| Main Unit   |                      |
|-------------|----------------------|
| LCMS-8060NX | TQ Mass spectrometer |
|             | Liquid chromatograph |
|             | CBM-40               |
|             | DGU-40S              |
| Nexera X3   | 2x LC-40D X3         |
|             | LC-40B X3            |
|             | SIL-40C X3           |
|             | CTO-40S              |
|             | 2x Reservoir Tray    |

| Accessory |                  |
|-----------|------------------|
| Valve     | FCV-0206H3       |
| Mixer     | 2x Mir20 $\mu$ L |
| Loop      | 50 $\mu$ L       |

| Main Consumables |                                                                                                 |
|------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                  | Shim-pack Scepter C18<br>(50 mm x 2.1 mm I.D., 1.9 $\mu$ m; P/N 227-31012-03)                   |
|                  | Shim-pack GIST HP C18-AQ (2x)<br>(30 mm x 3.0 mm I.D., 3 $\mu$ m; P/N 227-30766-01)             |
|                  | EVOLUTE® Express ABN On-line SPEcartridge (Biotage)<br>(30 mm x 2.1 mm I.D; P/N OSPE-620-32150) |
|                  | Shimadzu LabTotal Vial for LC/LCMS<br>(P/N 227-34001-01)                                        |
|                  | RESTEK® Q-Sep QuEChERS Extraction<br>Packets / AOAC Method<br>(P/N 25851)                       |

| Software and Libraries |                      |
|------------------------|----------------------|
|                        | LabSolutions LCMS    |
|                        | LabSolutions Insight |

## ■ 결론

이 뉴스레터는 계란 매트릭스에서 27종 PFAS와 내부 표준물질을 모니터링하기 위한 On-line SPE LC-MS/MS 분석법을 소개한다. 이 분석법은 LCMS-8060NX와 On-line SPE가 포함된 Nexera UHPLC 시스템을 결합하여, 최소한의 시료 전처리 과정만으로 계란 매트릭스에서 PFAS를 고감도로 분석할 수 있음을 보여준다.