

Application News

No. SSK-LCMS-2203

Liquid Chromatograph Mass Spectrometer, LCMS™-8050

LC-MS/MS를 이용한 물 중 아크릴아미드의 분석

Analysis of Acrylamide in environmental water using LC-MS/MS

■ 서론

아크릴아미드(Acrylamide, C₃H₅NO)는 흰색의 결정형 분말 고체로, 하수와 폐수 처리 중 응집제로 사용되는 폴리 아크릴아미드(polyacrylamide)의 단량체이다. 따라서 폴리 아크릴아미드로 정화 처리한 물에는 아크릴아미드 단량체가 남아있을 가능성이 있다. 다양한 연구에서 아크릴아미드는 신경독성 및 유전독성을 나타내는 것으로 알려져 있으며^[1], 국제암연구소(IARC)에서는 아크릴아미드를 암 유발 개연성이 있는 물질군인 Class 2A 로 분류하였다.^[2]

국립환경과학원에서 고시한 '수질오염공정시험기준'은 물에 존재하는 아크릴아미드 분석에 대한 GC 및 LC를 이용한 질량분석법을 제공하고 있다. 그 중 LC-MS/MS를 이용한 분석법(ES 04609.2)은 0.006 mg/L (6 µg/L)의 정량한계를 요구하고 있다.^[3]

본 뉴스레터에서는 Shimadzu LCMS-8050을 이용한 물 중 아크릴아미드 분석법을 소개하고자 한다.

■ 분석방법

아크릴아미드에 대한 기기 분석 조건 및 MRM 조건은 표 1과 표 2에 나타내었다.



Nexera™ X3 + LCMS™-8050

분석 결과 아크릴아미드의 정량한계는 0.025 µg/L였고 0.025 - 10 µg/L의 농도 범위에서 검정곡선 결정계수(R²) = 0.999 이상의 직선성을 얻었다. 수돗물에 아크릴아미드를 첨가해 시험한 결과, 정확도는 105.4 % 였으며, 7회 반복 분석의 정밀도(%RSD)는 1.3 %로 확인되었다.

표 1. LC-MS/MS 분석 조건

Liquid Chromatography		Mass spectrometry	
System	: Nexera X3	System	: LCMS-8050
Flow rate	: 0.2 mL/min	Ionization method	: ESI (+)
Mobile phase	: (A) 0.01 % Formic Acid in Water	Interface Voltage	: 0.5 kV
	: (B) 0.01 % Formic Acid in Acetonitrile	Nebulizer gas flow	: 3 L/min
Gradient	: 2 % B (0-4.9 min) - 100 % B (5-9 min)	Dry gas flow	: 10 L/min
	: - 2 % B (9.1-15 min)	Heating gas flow	: 10 L/min
Analytical Column	: Shim-pack GIST C18 (2.1 x 150 mm., 3.0 µm)	Interface temp.	: 350 °C
Column Temp.	: 40 °C	Desolvation Line temp.	: 200 °C
Injection volume	: 20 µL	Heat block temp.	: 500 °C

표 2. MRM (Multiple Reaction Monitoring) 조건

Target compound	Polarity	MRM Condition				
		Q1 m/z	Q3 m/z	Q1 Voltage (V)	Collision Energy (V)	Q3 Voltage (V)
Acrylamide	Positive	72	55	-11	-15	-24
		72	27	-12	-21	-12

■ 아크릴아미드의 MRM 크로마토그램

표 1의 LC와 MS 조건에서 아크릴아미드를 분석하였을 때 얻은 정량이온 및 정성이온의 MRM 크로마토그램은 그림 1과 같다.

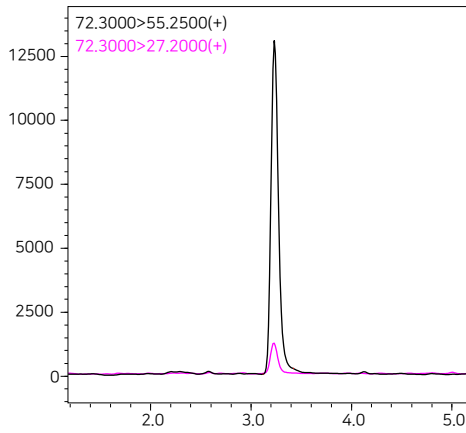


그림 1. 아크릴아미드의 MRM 크로마토그램 (1 µg/L)

■ 정량한계 및 검정곡선

아크릴아미드 표준물질을 정제수에 녹여 농도가 1 mg/L가 되도록 표준원액을 조제하고, 이를 정제수로 희석해 아크릴아미드 0.025, 0.05, 0.1, 0.5, 1, 5, 10 µg/L가 되게 하여 검정곡선을 작성하였다.

아크릴아미드 0.025 µg/L 농도에서 정량한계를 확인하였고 아크릴아미드 검정곡선의 결정계수(R²)는 0.999 이상으로 그림 2와 같이 우수한 직선성을 나타내었다.

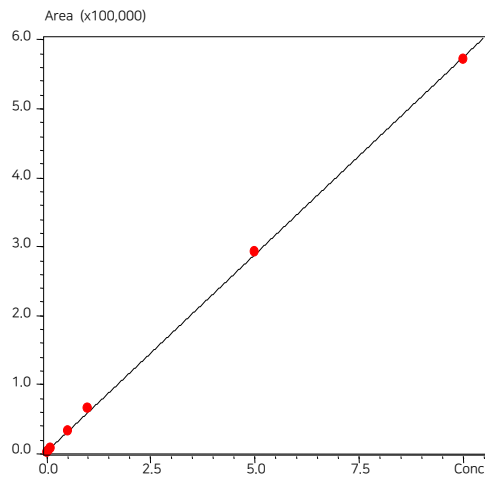


그림 2. 아크릴아미드의 검정곡선 (0.025 - 10 µg/L)

■ 정확도 및 정밀도

정확도 및 정밀도를 확인하기 위해 수돗물에 아크릴아미드의 농도가 5 µg/L이 되도록 첨가한 시료를 7회 반복 분석하였다. 이 농도는 '수질오염공정시험기준'에서 아크릴아미드의 정량한계 목표값 보다 낮은 농도이며, 정확도와 정밀도를 표 3에 나타내었다.

표 3. 아크릴아미드 분석 결과 (n=7)

No.	Concentration (µg/L)
1	5.37
2	5.36
3	5.24
4	5.25
5	5.26
6	5.24
7	5.18
Average	5.27
STDEV	0.07
%RSD	1.3
Accuracy (%)	105.4

■ 결론

본 뉴스레터는 국립환경과학원에서 고시한 '수질오염공정시험기준' 시험법을 바탕으로 폐수, 지표수, 지하수 내 아크릴아미드 분석에 적용되는 LC-MS/MS 시험법에 대해 Shimadzu LCMS-8050을 이용하여 정량한계, 검정곡선, 정확도 및 정밀도 등을 살펴보았다. 아크릴아미드의 정량한계는 0.025 µg/L였고, 0.025 µg/L에서 10 µg/L의 농도 범위에서 검정곡선 결정계수(R²)=0.999 이상의 직선성을 얻었다. 수돗물에 아크릴아미드 표준물질을 첨가해 시험한 결과, 정확도는 105.4 % 였으며 7회 반복분석의 정밀도(%RSD)는 1.3 %로 확인되었다.

■ 참고문헌

- 1) Jerry M.Rice, The carcinogenicity of acrylamide, Mutation Research/Genetic Toxicology and Environmental Mutagenesis, Volume 580, 2005, 3-20.
- 2) IARC, Acrylamide, IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans, vol 60, 1994, 389-433.
- 3) 국립환경과학원고시 제 2022-12호, 수질오염공정시험기준 (2022.2.21. 일부 개정)