

LC-MS/MS를 사용한 수돗물 중 아크릴아미드 분석

Analysis of Acrylamide in Tap Water Using Triple Quadrupole LC/MS/MS

■ 서론

폴리아크릴아미드(Polyacrylamide)는 수처리용 약품으로 사용되는 매우 효과적인 응집제이지만, 오염물질로 모노머 아크릴아미드를 함유할 수도 있다.

2021년 8월 아크릴아미드는 건강에 미치는 악영향에 대한 우려로 일본 오염물질 배출 및 이송에 관한 법률(PRTR법)에 따라 1급 지정 화학물질로 분류되어 있으며, 추가 음용수 항목으로는 0.0005 mg/L(0.5 µg/L)가 설정되어 있다.

고체상 추출에 의한 시료 전처리를 포함하는 아크릴아미드 분석법이 보고되었지만(1), 이 뉴스레터에서는 농축과정을 생략하고 LCMS-8060NX 액체 크로마토그래프 질량분석기(그림. 1)를 이용하여 수돗물을 직접 주입하여 분석한 결과를 소개한다.

첨가 회수 시험에서 좋은 회수율을 얻었고, 아크릴아미드 설정 값의 1/10인 0.05 µg/L의 농도에서 높은 정확도로 분석이 가능하였다.

■ 분석조건

아크릴아미드 측정에 사용된 HPLC 및 MS 분석 조건을 표 1에 나타내었다.

Table 1 Analysis Conditions

| [HPLC conditions] (Nexera™ X3) | |
|--------------------------------|---|
| Column | : CAPCELL PAK C18 AQ (150 mm × 2.0 mm I.D., 3 µm, Osaka Soda) |
| Mobile phases | : A) 0.01 % Formic Acid in Water B) 0.01 % Formic Acid in Acetonitrile |
| Gradient Program | : B.conc. 2 % (0-4.9 min) - 100 % (5-9 min) - 2 % (9.1-15 min) |
| Flow rate | : 0.2 mL/min |
| Column Temp. | : 40 °C |
| Injection volume | : 10 µL |
| [MS conditions] (LCMS-8060NX) | |
| Ionization | : ESI (Positive mode) |
| Probe Voltage | : + 0.5 kV |
| Nebulizing gas flow | : 3 L/min |
| Drying gas flow | : 10 L/min |
| Heating gas flow | : 10 L/min |
| DL Temp. | : 200 °C |
| Heat Block Temp. | : 500 °C |
| Interface Temp. | : 350 °C |
| MRM transition | : Acrylamide m/z 72.10>55.15 13C3-Acrylamide m/z 75.10>58.15 |



그림 1. Nexera™ X3 + LCMS™-8060NX

■ 아크릴아미드의 MRM 크로마토그램

그림 2는 표 1의 HPLC 및 MS 분석 조건에서 아크릴아미드를 측정하여 얻어진 MRM 크로마토그램을 나타내었다. 그 결과 0.025 µg/L의 농도에서도 충분히 검출이 가능함을 확인하였다.

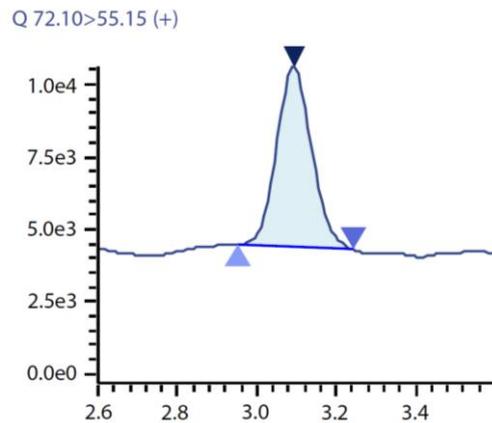


그림 2. 아크릴아미드의 MRM 크로마토그램 (0.025 µg/L)

■ 아크릴아미드의 검량선

아크릴아미드의 표준 샘플은 0.025 µg/L에서 0.5 µg/L의 농도로 물로 희석하여 준비했다. 이 과정에서 내부 표준물질(13C3-acrylamide)을 각 시료에 대해 0.1 µg/L의 농도가 되도록 첨가하였다.

이 시료들을 이용하여 내부표준법으로 아크릴아미드의 검량선을 작성하였다. 그림 3에 검량선을 나타내었다.

결정계수(r2)는 r2>0.999이고, 검량선의 정확도는 80 %에서 120 %로 양호한 것을 확인하였다.

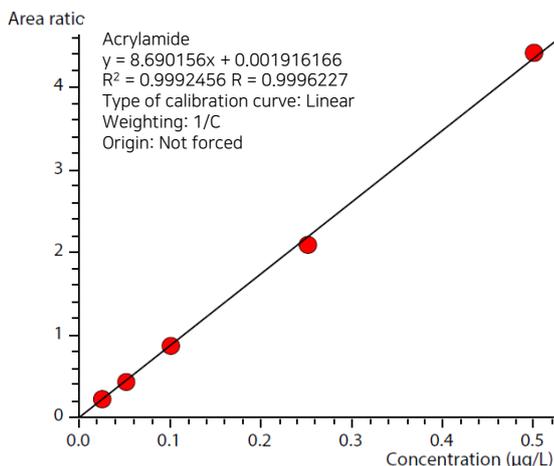


그림 3. 아크릴아미드의 검량선

■ 아크릴아미드 분석의 재현성

설정 값의 10분의 1인 0.05 µg/L 농도의 아크릴아미드 표준시료로 반복분석(n=5)을 실시하여 재현성을 확인하였다. 각 분석의 MRM 크로마토그램을 그림 4에 나타내었다. 재현성 정밀도(농도 RSD)는 1.9 %였다.

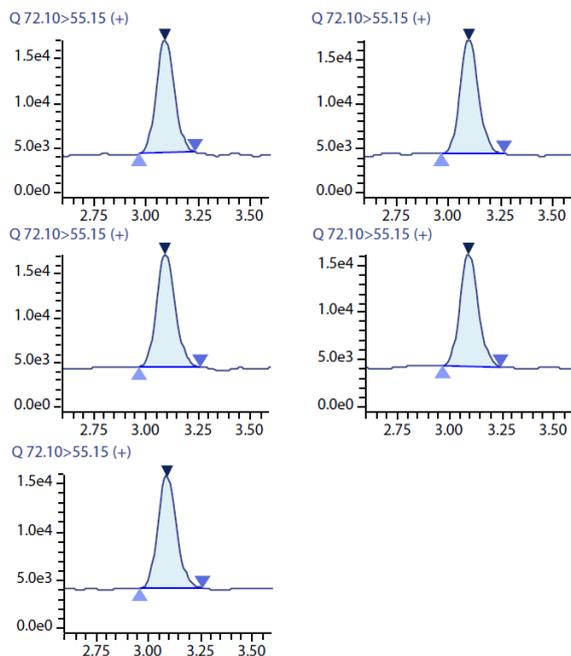


그림 4. 아크릴아미드의(0.05 µg/L)의 크로마토그램

■ 수돗물에서 첨가-회수 시험

일본 가나가와현에서 샘플링된 수돗물을 사용하여 첨가-회수 시험을스파이크 및 복구 테스트를 수행했습니다. 염소에 의해 아크릴아미드가 분해가 된다고 보고되었기 때문에(1), 샘플링된 수돗물에 0.02 g/L농도의 아스코르브산나트륨을 첨가하여 탈염소화를 하였다

첨가한 수돗물 샘플은 0.05 µg/L 농도의 아크릴아미드를 탈염소화된 수돗물에 첨가하여 준비했습니다. 그림 5는 탈염소화된 수돗물과 아크릴아미드가 첨가된 수돗물을 분석하여 얻은 MRM 크로마토그램을 보여준다.

수돗물의 회수율은 100.3%였고, 스파이크 시료의 반복성 정확도(농도 RSD)는 2.5%였다.(표 2)

회수율과 반복성 정확도 모두에서 만족스러운 결과를 얻었으며, 이는 수돗물 샘플도 우수한 정확도로 분석할 수 있음을 보여주었다.

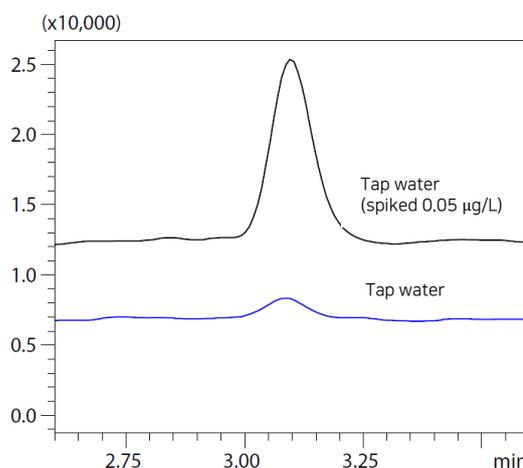


그림 5. 수돗물과 아크릴아미드가 첨가된 수돗물의 MRM 크로마토그램

표 2. 첨가된 수돗물의 회수율과 재현성

| 회수율 | 재현성 정확도 (농도 RSD) |
|--------|------------------|
| 100.3% | 2.5% |

■ 결론

일본 음용수 수질기준 추가항목으로 지정된 아크릴아미드의 분석은 LCMS-8060NX를 이용하여 0.025 µg/L(설정 값 0.5 µg/L)에서 충분한 감도를 얻었다.

수돗물 시료의 첨가-회수 시험에서 우수한 회수율과 반복성을 확보하여 수돗물에 함유된 아크릴아미드를 높은 정확도로 분석할 수 있음을 확인했다.