

Application News

No. 04-AD-0314-K

GCMS-QP2020 NX / AOC™-6000 Plus

고체상미세추출-가스 크로마토그래피/질량분석법을 이용한 먹는물 중 2-Methylisoborneol과 Geosmin 분석

Analysis of 2-Methylisoborneol and Geosmin in Drinking Water by GC-MS and SPME arrow

사용자 활용 포인트

- ◆ SPME법은 복잡한 전처리 과정 없이 다양한 매트릭스에서 감도 높은 정량 분석을 제공한다.
- ◆ SPME arrow를 사용하면, 염석 제거 (salting out)의 필요성을 없애 장기적으로 비용을 절감 할 수 있다.

■ 서론

2-메틸이소보르네올 (2-Methylisoborneol, 2-MIB)과 지오스민 (Geosmin)은 생물과 인체에 유해한 영향을 주지는 않으나, 음용하는 먹는물의 맛에 영향을 줄 수 있는 흙과 곰팡이 냄새의 주된 원인으로 보고된다. 이러한 이유로 일본에서는 규제물질로 관리하고 있으나, 우리나라에서는 두 화합물을 2009년부터 먹는물 수질감시항목 중 심미적 영향물질로 포함하여 0.02 ng/mL 농도의 감시기준으로 관리하고 있다. 그러나 실제로 사람이 느낄 수 있는 역치 수준은 보통 4 ~ 9 ng/L인 것으로 알려져 있어 역치 농도 이하에서 정량이 가능하여야 한다.

국내법 상 '먹는물 수질감시항목 운영 등에 관한 고시'에서도 용매추출법, 고상추출법 (Solid Phase Extraction, SPE) 및 헤드스페이스-고체상미세추출법 (Headspace-Solid Phase Micro Extraction, HS-SPME) 등의 다양한 전처리 방법을 적용한 GC-MS 분석법을 이용해 관리하도록 제시하고 있다.^{1,2)}

먹는물의 분석에서 주로 이용되는 SPME법은 적은 양의 용매로도 복잡한 전처리 과정 없이 다양한 매트릭스에서 휘발성 및 반휘발성 화합물을 신속하게 추출하고 분석 할 수 있다. 하지만 일반적인 SPME법에서는 fiber에 목적 화합물의 흡착율을 높이기 위해 염석 제거 과정을 추가하기도 하는데 이 때 염의 순도가 낮으면 목적 화합물 외 화합물이 검출되어 분석에 영향을 끼칠 수 있는 단점이 있다.

반면, SPME arrow는 기존 fiber보다 두껍고 튼튼한 구조를 가지고 있어 내구성이 높고 더 많은 양의 가스를 흡착하여 분석할 수 있기 때문에 적은 농도 수준까지 분석 할 수 있어 분석의 효율성이 높은 분석법이다.

본 뉴스레터에서는 다기능 자동주입장치인 AOC-6000 Plus에 SPME arrow를 장착하여 GC-MS를 이용한 먹는물 시료 중 미량의 2-MIB와 지오스민을 효과적으로 감지하고 정량화 하는 분석법을 소개한다.

■ 장비 및 분석조건

장비

그림1과 같이 Shimadzu GC-MS (QP2020 NX)와 SPME 모듈이 장착된 다기능 자동주입장치 (AOC-6000 Plus)로 구성하였다. AOC-6000 Plus는 간편하고 재현성 있게 시료를 자동 주입 할 수 있다는 장점이 있다. 분석에 사용된 SPME-GC-MS 분석 조건은 표 1에 나타내었다.



그림 1. AOC-6000 Plus 및 Shimadzu GCMS-QP2020 NX

표 1. AOC-6000 Plus 및 Shimadzu GCMS-QP2020 NX의 분석조건

AOC-6000 Plus Autosampler Parameter	
SPME Arrow	: Smart SPME Arrow 1.10 mm DVB/C-WR/PDMS [P/N : 227-35333-03]
Incubation Temp.	: 80 °C
Incubation Time	: 5 min
Stirrer Speed	: 1 000 rpm
Sample Extraction Time	: 15 min
Sample Desorb Time	: 2 min
GC Parameter	
Carrier Gas	: He
Injector Temp.	: 250 °C
Injection Mode	: Splitless
Oven Temp. Program	: Linear Velocity, 52.9 cm/s
Column	: 40 °C (2min) → 10 °C/min → 120 °C → 30 °C/min → 250 °C (5 min)
MS Parameter	
Ion Source Temp.	: 200 °C
Interface Temp.	: 250 °C
Acquisition Mode	: SIM (2-MIB 95, 108 m/z) (Geosmin 112, 125 m/z)

■ 재료 및 방법

재료

타겟 물질인 2-MIB와 지오스민의 표준품은 Merck사에서 구입하였으며, 용매는 Kanto Chemical사의 메탄올 (Methanol)을 사용하였다. 표준시료 제조 시 사용되는 증류수는 Milli-Q의 'Millipore Milli-Q Integral 10 Water Purification System' 장치에서 생성된 증류수를 사용하였다.

표준용액

2-MIB와 지오스민 표준 물질을 메탄올로 희석하여 1, 2, 5, 10, 20 µg/L 농도의 혼합 표준 용액을 제조하였다. 스크류 캡 (Screw cap) 버전의 20 mL 헤드스페이스 바이알 (Headspace vial)에 증류수 10 mL를 넣고, 혼합 표준 용액 10 µL를 첨가하여 최종 농도가 1, 2, 5, 10, 20 ng/L이 되도록 조제하였다.

먹는물 시료

서로 다른 상수원 2 곳에서 공급되는 먹는물 시료 (시료 A와 시료 B)를 선정하였다. 시료 전처리를 위해 각 시료 10 mL를 20 mL 헤드스페이스 바이알에 넣은 후 메탄올 10 µL를 첨가하여 준비하였다. 준비된 표준용액 및 먹는물 시료는 자동주입장치인 AOC-6000 Plus를 이용해 SPME arrow 추출 및 GC-MS 분석을 자동으로 수행하였다.

■ 결과

분석법의 적합성을 평가하기 위해 검량선의 직선성, 2-MIB 및 지오스민 피크의 신호 대 잡음비 (Signal to noise ratio, S/N), 반복성 및 회수율 평가를 진행하였다.

검량선

2-MIB 및 지오스민의 검량선은 1, 2, 5, 10, 20 ng/L의 농도로 조제된 표준 용액을 측정하여 외부표준법으로 작성하였다. 각 화합물의 결정계수 (R²) 값은 0.999 이상으로 우수한 선형성을 보였으며, 검량선은 그림 3에 나타내었다.

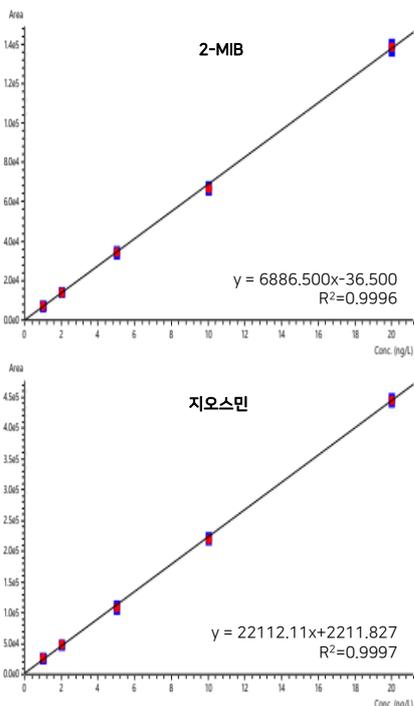


그림 3. 2-MIB 및 지오스민의 검량선

신호대 잡음비

2-MIB 및 지오스민 피크의 감도를 평가하기 위해 최저 역치 농도 이하인 1 ng/L의 표준용액을 5번 반복 측정하여 신호 대 잡음비 (Signal to noise ratio, S/N)를 확인하였다. 반복 측정 결과, 두 화합물의 모든 S/N값이 10 이상을 나타내어 1 ng/L 농도에서도 정량이 가능함을 확인하였다. 반복 측정 결과는 표 2에 나타내었으며, SIM 크로마토그램은 그림 2에서 확인 할 수 있다.

표 2. 2-MIB 및 지오스민의 신호대 잡음비 (농도 1 ng/L, n=5)

	S/N	
	2-MIB	지오스민
1	27	28
2	16	21
3	20	35
4	24	18
5	21	17

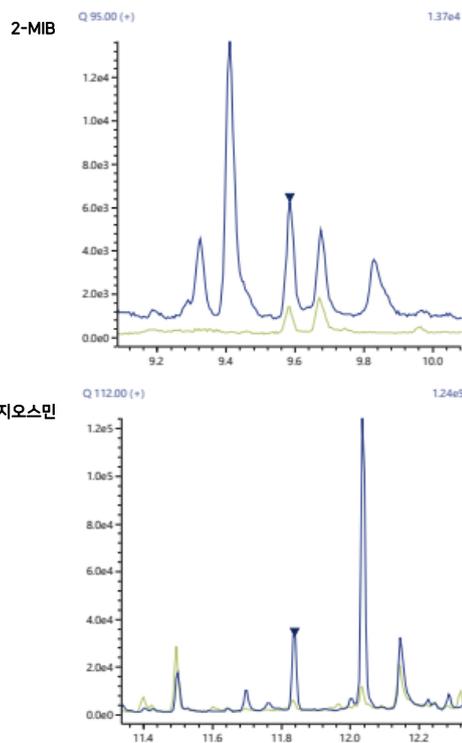


그림 2. 2-MIB 및 지오스민의 SIM 크로마토그램 (농도 1 ng/L)

반복성 평가

반복성 평가를 위해 1 ng/L 농도의 표준용액을 5번 반복 측정하여 각 성분의 피크 면적에 대한 상대표준편차 (%RSD)를 계산하였다. 그 결과, 두 성분 모두 재현성 있게 분석이 가능함을 확인하였다(표 3).

표 3. 2-MIB 및 지오스민의 반복 측정 결과 (농도 1 ng/L, n=5)

	피크 면적	
	2-MIB	지오스민
1	7,534	26,765
2	7,055	26,122
3	7,514	26,206
4	7,656	27,000
5	7,626	26,744
% RSD	3.3	1.4

정량 분석 및 회수율 평가

회수율 (Recovery) 평가를 위해 상수원이 서로 다른 먹는물 시료 A, B에 2-MIB 및 지오스민 표준용액 1 ng/L를 첨가하여 분석하였다. 표준용액을 첨가한 시료에서 두 화합물이 검출 될 경우, 첨가된 농도 결과값에서 무첨가 시료의 결과값을 차감하여 회수율을 계산하였다. 회수율 시험 결과, 두 시료에서 2-MIB는 101 - 122 %로 지오스민은 102 %로 확인되었다.

표 4. 먹는물 시료 중 2-MIB 및 지오스민의 농도와 회수율 평가 결과

		농도 (ng/L)		회수율 (%)	
		2-MIB	지오스민	2-MIB	지오스민
시료 A	무첨가	0.535	0.347	-	-
	첨가	1.541	1.370	101*	102*
시료 B	무첨가	불검출	0.137	-	-
	첨가	1.216	1.155	122	102*

* 첨가된 농도 결과값에서 무첨가 시료의 결과값을 차감하여 회수율을 계산

■ 고찰

본 뉴스레터에서는 SPME arrow를 사용한 전처리와 SHIMADZU GCMS-QP2020 NX를 이용하여 먹는물 중 2-MIB와 지오스민을 정량하고 분석법의 적합성을 평가하였다. 두 화합물에 대한 검량선의 결정계수 R²는 0.999 이상이었으며, 반복 측정을 통해 피크 S/N값을 확인하여 1 ng/L까지 정량 할 수 있음을 증명하였다. 반복성 및 회수율 평가 결과 또한 우수한 것으로 확인되었다. 이에 본 뉴스레터에서 제안하는 SPME-GC-MS 분석법을 이용하면 간단한 절차만으로도 2-MIB 및 지오스민을 미량의 농도까지 정량 할 수 있음을 확인하였다.

■ 참고문헌

1. Hwaja Lee, Limseok Kang, 'Analysis of Geosmin and 2-MIB in Water by Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) and GC/MS', Journal of Korean Society Environmental Engineers, 31(1), 64-69 (2009)
2. 먹는물 수질감시항목 운영 등에 관한 고시 [환경부고시 제2022-3호, 2022. 1. 5.]

GCMS-QP는 Shimadzu Corporation 및 계열사에 일본 및 해외에서 등록된 상표입니다.

04-AD-0314-EN



Shimadzu Corporation
www.shimadzu.com/an/
 Shimadzu Scientific Korea
www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. Not available in the USA, Canada, and China. This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. Company names, products/service names and logos used in this publication are trademarks and trade names of Shimadzu Corporation, its subsidiaries or its affiliates, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®". Third-party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®". Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.

Copyright © 2025 SHIMADZU group. All rights reserved.