

## 논문

# 배출가스 중 아크릴아마이드 분석을 위한 LC-MS/MS 분석법의 적용성 평가: HPLC-DAD 방법과의 비교

## Applicability of LC-MS/MS for the Determination of Acrylamide in Stack Gas: Comparison with HPLC-DAD

임민지, 강대일<sup>1)</sup>, 김록호<sup>2)</sup>, 김대근<sup>3)</sup>,\*

서울과학기술대학교 에너지환경공학과, <sup>1)</sup>국립환경과학원 대기환경연구과,  
<sup>2)</sup>국립환경과학원 대기공해연구과, <sup>3)</sup>서울과학기술대학교 환경공학과

Minji Im, Daeil Kang<sup>1)</sup>, Rhokho Kim<sup>2)</sup>, Daekeun Kim<sup>3)</sup>,\*

Department of Energy and Environmental Engineering, Seoul National University of Science and Technology, Seoul, Republic of Korea

<sup>1)</sup>Air Quality Research Division, National Institute of Environmental Research, Incheon, Republic of Korea

<sup>2)</sup>Air Pollution Engineering Division, National Institute of Environmental Research, Incheon, Republic of Korea

<sup>3)</sup>Department of Environmental Engineering, Seoul National University of Science and Technology, Seoul, Republic of Korea

접수일 2026년 5월 14일  
수정일 2026년 5월 28일  
채택일 2026년 6월 2일

Received 14 May 2026  
Revised 28 May 2026  
Accepted 2 June 2026

\*Corresponding author

Tel : +82-(0)2-970-6606

E-mail : kimd@seoultech.ac.kr

**Abstract** This study evaluated the applicability of high-performance liquid chromatography coupled with diode array detection (HPLC-DAD) and liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) for determining acrylamide in industrial stack gas. When the OSHA PV 2004 method based on HPLC-DAD was applied to stack gas samples, matrix interference was observed near the acrylamide retention time. Blank sample analysis indicated that the interference originated from residual components in the XAD-7 sorbent, and a conditioning procedure consisting of four successive extractions with 5% methanol/95% water effectively removed the interference. An LC-MS/MS method based on the Korean Standard Method for Water Quality (ES 04609.2) was adapted for application to stack gas samples using acrylamide-<sup>13</sup>C<sub>3</sub> as an internal standard. The LC-MS/MS method showed a method detection limit of 0.047 µg/m<sup>3</sup>, whereas the HPLC-DAD method showed 0.70 µg/m<sup>3</sup>. Field application to 25 stack outlets from 9 industrial facilities detected acrylamide at 6 outlets, with concentrations ranging from 0.168 to 2,801 µg/m<sup>3</sup> by LC-MS/MS. This broad concentration range indicates substantial variability in acrylamide emissions among industrial sources and the need for an analytical method applicable over a wide concentration range. Two samples were quantified by both methods, whereas four samples were quantified only by LC-MS/MS. These results indicate that HPLC-DAD with sorbent conditioning is applicable to high-concentration emission sources, while LC-MS/MS is more suitable for low-concentration sources or samples affected by matrix interference.

**Key words:** Acrylamide, Stack gas, HPLC-DAD, LC-MS/MS, Emission analysis, Matrix interference

## 1. 서론

산업시설에서 배출되는 유해화학물질에 대한 정확한 정량 분석은 환경오염의 실태 파악, 배출원 관리 및 인체 노출 평가를 위한 기초 자료를 제공한다. 국내에서는 「대기환경보전법」에 따라 특정대기유해물

질을 지정하여 배출원에 대한 체계적 관리를 수행하고 있다(MCEE, 2025a). 그러나 산업적 활용도가 높고 인체 위해성이 확인된 물질이라 하더라도, 실제 현장의 복잡한 배출가스 매질 내에서 대상 물질을 선택적으로 분리·정량할 수 있는 분석법이 충분히 확립되지 않은 경우가 있다. 특히 배출가스 중 미량으로 존재하

는 유해물질을 정확히 측정하기 위해서는 분석 자료의 신뢰성을 보장할 수 있는 분석법의 검증과 현장 시료에 대한 적용성 평가가 선행될 필요가 있다.

아크릴아마이드(acrylamide,  $C_3H_5NO$ )는 폴리아크릴아마이드(polyacrylamide) 계열 고분자 물질의 제조에 사용되는 대표적 단량체로서, 산업적으로 중요한 기초화학물질이다(IARC, 1994). 폴리아크릴아마이드 계열 물질은 수처리, 광업, 제지, 토목 및 화학 제조 공정 등에서 응집제, 탈수보조제 및 공정 보조제로 널리 활용되고 있다(Xiong *et al.*, 2018). 그러나 아크릴아마이드는 제조, 취급, 저장 및 공정 운전 과정에서 잔류 단량체 형태로 존재할 수 있으며, 고분자 물질의 분해 또는 열적 처리 과정에서도 환경 중으로 유입될 가능성이 있다. 특히, 유기성물질의 열처리, 연소 및 폐기물 처리 공정에서는 아크릴아마이드가 부산물로 생성되거나 배출가스로 방출될 가능성이 제기되어 왔으며(Koga *et al.*, 1998), 이에 따라 산업시설 배출가스 중 아크릴아마이드의 존재 여부와 배출 특성을 평가할 필요성이 커지고 있다.

미국 환경보호청(U.S. Environmental Protection Agency, U.S. EPA)의 독성물질배출목록(Toxics Release Inventory, TRI) 2024년 조사 결과에 따르면, 미국 내 산업시설에서 아크릴아마이드의 대기 배출량은 연간 약 12,470 kg이었으며, 이 중 약 70%에 해당하는 약 8,720 kg이 고정발생원(point source), 즉 굴뚝 배출가스를 통해 대기로 방출된 것으로 보고되었다(U.S. EPA, 2025). 이는 아크릴아마이드의 주요 대기 배출 경로가 산업시설 배출가스(stack gas)임을 시사한다. 국내의 경우 기후에너지환경부 화학물질안전원이 수행하는 화학물질 배출·이동량 정보(Pollutant Release and Transfer Register, PRTR) 조사에 따르면, 2024년 기준 국내 18개 사업장에서 아크릴아마이드가 배출되었으며, 연간 배출량은 1,196 kg으로 모두 대기로 배출된 것으로 집계되었다(NICS, 2025). 반면 수계 및 토양 배출량은 0 kg/년으로 보고되어, 국내에서도 아크릴아마이드의 환경 배출이 주로 대기 매체에 집중되어 있음을 보여준다. 이러한 점은 아크릴아마이드에 대해

배출가스를 대상으로 한 신뢰성 있는 정량분석법의 정립이 필요함을 뒷받침한다.

한편 아크릴아마이드는 인체에 대한 신경독성, 생식독성 및 발암성과 관련된 위해성이 보고되어 왔으며(Exon, 2006), 국제암연구소(International Agency for Research on Cancer, IARC)는 이를 인체 발암가능물질(Group 2A)로 분류하고 있다(IARC, 1994). 따라서 아크릴아마이드는 산업적 활용도가 높은 물질인 동시에 환경 및 보건 측면에서도 관리가 필요한 물질로 인식되고 있다. 이러한 위해성으로 인해 작업환경, 수질 등 다양한 매체에서 아크릴아마이드의 분석과 노출평가의 필요성이 지속적으로 제기되어 왔다.

공기 중 아크릴아마이드 분석 연구는 1970년대부터 gas chromatography (GC) 및 high-performance liquid chromatography (HPLC) 방법을 중심으로 진행되어 왔다. Suzuki and Suzumura (1977)는 고체 흡착관을 이용한 대기 중 아크릴아마이드 포집 및 GC 분석법을 최초로 보고하였으며, 이후 미국 직업안전보건청(Occupational Safety and Health Administration, OSHA)은 XAD-7 흡착관을 이용한 HPLC 기반 작업환경 분석법(OSHA PV 2004)을 제시하였다(OSHA, 1991). 국내에서는 Yang *et al.* (1998)이 활성탄관 포집 및 GC/flame ionization detection (GC/FID) 분석법을 개발하여 작업환경측정에 적용하였고, 해당 방법의 방법검출한계(method detection limit, MDL)는 0.0203 mg/m<sup>3</sup>로 보고되었다. 배출가스 분야에서는 Koga *et al.* (1998)이 GC/mass spectrometry (GC/MS) 및 GC/flame thermionic ion detection (GC/FTID)을 이용하여 배출가스 중 아크릴아마이드를 분석하였으나, MDL이 각각 21.8 µg/m<sup>3</sup> 및 89.0 µg/m<sup>3</sup>로 저농도 배출원 분석에는 한계가 있었다.

현재 가장 널리 참조되는 OSHA PV 2004 (HPLC-DAD) 방법은 HPLC coupled with diode array detection (HPLC-DAD)을 이용한 작업환경 공기 시료 분석법으로, 근로자 노출 평가를 목적으로 설계되었다. 한편 국내 수질오염공정시험기준(ES 04609.2)에는 Liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-

MS/MS) 기반 아크릴아마이드 시험법이 제정되어 있으나, 이는 수질 시료를 대상으로 최적화된 방법으로 배출가스 시료에 대한 적용성은 충분히 검토되지 않았다(MCEE, 2025b). 또한 HPLC/UV를 이용한 아크릴아마이드 분석은 식품 분야에서도 적용된 바 있다(Shi *et al.*, 2019; Zhang *et al.*, 2005). 그러나 이와 같은 HPLC 기반 방법들은 대부분 작업환경, 수질 또는 식품 시료를 대상으로 개발된 것으로, 배출가스와 같이 농도가 낮고 시료 매트릭스가 복잡한 환경에 대한 적용성은 충분히 검토되지 않았다. 특히 배출가스 중 아크릴아마이드 분석은 낮은 농도 수준과 복잡한 시료 매트릭스로 인해 정량의 신뢰성을 확보하기 어렵다. HPLC-DAD 방법은 비교적 보편적으로 활용할 수 있다는 장점이 있으나, 선택성과 감도 측면에서 한계가 있을 수 있다(Shi *et al.*, 2019). 반면 LC-MS/MS 방법은 높은 선택성과 감도를 바탕으로 복잡한 시료 매트릭스에서도 보다 신뢰성 있는 정량이 가능할 것으로 기대된다(DeArmond and DiGoregorio, 2013). 그럼에도 불구하고 국내에서는 배출가스 중 아크릴아마이드에 대한 공정시험기준 또는 표준화된 측정 방법이 마련되어 있지 않아, 기존 분석법의 적용 가능성과 한계를 체계적으로 검토할 필요가 있다.

본 연구에서는 OSHA 작업환경 분석방법(PV2004)을 바탕으로 한 HPLC-DAD 방법과 LC-MS/MS 방법을 산업시설 배출가스 시료에 적용하여, 배출가스 중 아크릴아마이드 분석에 대한 적용 가능성을 평가하고 향후 관련 측정 방법 마련을 위한 기초 자료를 제공하고자 하였다. 이를 위해 첫째, HPLC-DAD 방법의 배출가스 시료 적용 과정에서 나타나는 간섭 현상의 특성을 확인하고 그 발생 원인을 검토하였다. 둘째, XAD-7 흡착제 유래 간섭 피크를 저감하기 위한 흡착제 컨디셔닝(conditioning) 공정을 적용하고, 이에 따른 간섭 물질 제거 가능성을 검토하였다. 셋째, HPLC-DAD와 LC-MS/MS 두 분석법의 감도, 선택성, 정확성 및 정밀성을 정량적으로 비교함으로써, 배출가스 중 아크릴아마이드 정량에 보다 적합한 분석법을 평가하였다.

## 2. 연구 방법

### 2.1 시약 및 재료

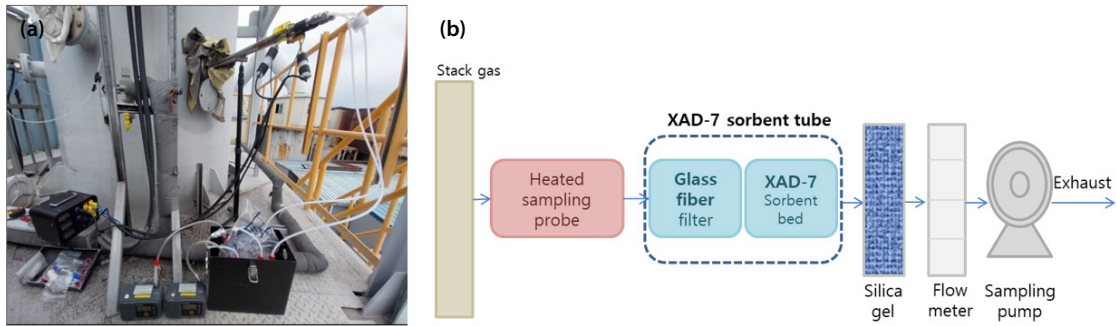
분석 대상 물질은 아크릴아마이드(acrylamide, 1,000 µg/mL in MeOH, Cat. No. M-8032, AccuStandard, USA)이며, 내부표준물질로 아크릴아마이드- $^{13}\text{C}_3$  (acrylamide-1,2,3- $^{13}\text{C}_3$ , 순도 98%, Cat. No. 586617, Sigma-Aldrich, USA)를 사용하였다. 이동상 제조에는 메탄올(PRA 등급, Wako, Japan), 아세트산(LC-MS 등급, Sigma-Aldrich, USA) 및 정제수(18.2 MΩ·cm, Human Power I Integrate, Human Corporation, Korea)를 사용하였다. 추출용매로는 5% 메탄올/95% 정제수 혼합용액을 사용하였다.

검량선 작성을 위한 표준용액은 아크릴아마이드 표준물질을 5% 메탄올/95% 정제수 혼합용액으로 단계 희석하여 제조하였다. 이 용액은 OSHA PV 2004의 추출용매와 동일한 조성으로 설정하였으며, 시료 추출액과 표준용액 간의 매질 차이에 따른 매트릭스 효과와 크로마토그래피 피크 변형을 최소화하기 위한 것이다. HPLC-DAD 분석용은 0.10~2.00 µg/mL 범위에서 5개 농도(0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00 µg/mL), LC-MS/MS 분석용은 5~100 µg/L 범위에서 6개 농도(5, 10, 25, 50, 75, 100 µg/L)로 제조하였다. LC-MS/MS 분석 시에는 모든 표준용액 및 시료 추출액에 내부표준물질을 최종농도 50 µg/L가 되도록 첨가하였다. 시료채취에는 OSHA PV 2004에서 권고하는 XAD-7 흡착제를 충전한 OVS 고체흡착관(유리섬유 여과지 내장, 200/100 mg, 20/40 mesh, Cat. No. 226-57A, SKC Inc., USA)을 사용하였다.

### 2.2 시료채취 및 전처리

#### 2.2.1 시료채취

시료채취는 아크릴아마이드 배출 가능성이 있는 화학물질 및 화학제품 제조업(의약품 제외) 8개 사업장, 24개 배출구와 폐기물 수집·운반·처리 및 원료 재생업 1개 사업장, 1개 배출구를 포함한 총 9개 사업장, 25개 배출구를 대상으로 2024년 8월부터 11월까지 수행



**Fig. 1.** (a) Photograph of the field sampling setup and (b) schematic diagram of the stack gas sampling system for acrylamide using an XAD-7 sorbent tube.

**Table 1.** Sampling sites and operating conditions of six stack gas outlets where acrylamide was detected among 25 outlets surveyed from nine industrial facilities.

| No. | Date       | Facility | Emission source | Air pollution control device | Flow (Sm <sup>3</sup> /min) | Temp (°C) | Moisture (%) |
|-----|------------|----------|-----------------|------------------------------|-----------------------------|-----------|--------------|
| S1  | 2024-08-13 | B        | Mixing          | Adsorption                   | 54.14                       | 26.6      | 1.69         |
| S2  | 2024-08-14 | B        | Mixing          | Adsorption                   | 2.74                        | 47.0      | 1.79         |
| S3  | 2024-08-14 | B        | Mixing          | Adsorption                   | 97.26                       | 26.7      | 1.79         |
| S4  | 2024-08-19 | C        | Mixing          | Wet Scrubber                 | 129.00                      | 34.8      | 2.07         |
| S5  | 2024-08-19 | C        | Mixing          | Wet Scrubber                 | 213.43                      | 33.4      | 3.47         |
| S6  | 2024-11-08 | I        | Reaction        | Wet Scrubber                 | 9.09                        | 14.8      | 4.96         |

Note: Sm<sup>3</sup> denotes standard cubic meter at 0°C, 1 atm; Facility codes (A to I) are anonymized identifiers assigned to the nine industrial sites investigated in this study; only the facilities where acrylamide was detected (B, C, and I) are included in this Table.

하였다. 시료채취는 시기에 따라 두 단계로 구분된다. 먼저 2024년 8월에 4개 사업장(A~D)의 10개 배출구에 대해 OSHA PV 2004를 적용하여 시료를 채취·분석하였으며, 그 결과 흡착제 유래 간섭 피크가 확인되었다. 이에 따라 흡착제 컨디셔닝 공정을 마련한 후, 2024년 9월부터 11월까지 5개 사업장(E~I)의 15개 배출구에 대하여 컨디셔닝된 흡착관을 사용하여 시료를 채취하였다. 1단계 채취 사업장(A~D)은 사업장 협조 조건상 1회 채취만 가능하여 재채취를 수행하지 못하였다. 전체 25개 배출구 중 아크릴아마이드가 검출된 6개 배출구의 시설 정보 및 배출가스 운전조건을 표 1에 제시하였다. 해당 6개 배출구는 혼합(mixing) 또는 반응(reaction) 공정에서 배출되었으며, 방지시설로는 흡착(adsorption) 또는 습식 세정(wet scrubber)이 적용되어 있었다. 배출가스의 유량, 온도 및 수분 함량은

사업장별로 상이하였다.

배출가스 시료는 XAD-7 레진이 충전된 고체흡착관과 미니펌프를 이용하여 채취하였다. 시료채취 유량은 1 L/min, 1회당 채취량은 40 L로 설정하였다. OSHA PV 2004는 작업환경 공기 분석을 목적으로 120 L 채취를 권장하고 있으나, 본 연구에서는 배출가스 분석에 적합하도록 채취량을 40 L로 조정하였다. 해당 채취량에서의 파과(breakthrough) 발생 여부는 XAD-7 흡착관의 전단과 후단을 분리·분석하여 평가하였다(3.3절 참조). 동일 배출구에서 3회 반복 채취하였으며, 배출구에 설치된 시료채취 프로브를 통해 배출가스를 포집하였다. 채취 후 흡착관은 양 끝을 밀봉하여 냉장 상태로 운반 및 보관하였고, 채취 후 30일 이내에 분석을 완료하였다. 그림 1은 배출가스 시료채취 현장(좌) 및 시료채취 시스템의 개략도(우)를 보여준다.

### 2.2.2 흡착제 컨디셔닝 및 시료 전처리

흡착제 유래 간섭물질을 제거하기 위하여, 흡착관에 서 분리한 XAD-7 레진을 5% 메탄올/95% 정제수 혼합 용액으로 30분씩 총 4회 반복 추출하는 흡착제 컨디셔닝(conditioning)을 수행하였다. 각 추출 단계의 추출액은 HPLC-DAD로 분석하여 간섭 피크의 변화를 확인하였다. 컨디셔닝 완료된 레진은 진공건조기에서 완전히 건조한 다음 흡착관에 재충전하여 시료채취에 사용하였다.

시료 전처리는 OSHA PV 2004의 절차를 바탕으로 수행하였다. 채취한 흡착관의 유리섬유필터와 전단 XAD-7 레진은 동일 바이알에 옮기고, 후단 XAD-7 레진은 별도 바이알로 옮겨 담았다. 각 바이알에 추출용매 5 mL를 가한 후 multi-tube vortex mixer를 이용하여 1,200 rpm에서 30분간 진탕 추출하였다. 각 추출액은 0.2 µm 실린지 필터로 여과하여 분석용 시료로 사용하였으며, 시료의 총 아크릴아마이드 농도는 전단과 후단 추출액의 분석값을 합산하여 산정하였다(OSHA PV 2004, 3.7.4). LC-MS/MS 분석용 시료는 추출액 950 µL에 내부표준용액(아크릴아마이드- $^{13}\text{C}_3$ , 1,000 µg/L) 50 µL를 첨가하여 내부표준물질의 최종농도가 50 µg/L가 되도록 제조한 후 사용하였다. S2 시료는 LC-MS/MS 분석 시 추출액 농도가 검량선 상한(100 µg/L)을 초과할 것으로 확인되어 500배 희석한 후 분석하였으며, 해당 희석배수는 식 2의 n항에 반영하여 최종 농도 계산에 적용하였다. 바탕시료 분석에서도 시료 분석과 동일한 절차를 적용하여, 유리섬유 여과지와 전단

XAD-7 레진은 동일 바이알에, 후단 XAD-7 레진은 별도 바이알에 옮겨 각각 추출·분석하였으며, 이에 따라 전단 및 후단 바탕시료 농도를 각각 산정하였다.

## 2.3 기기분석

### 2.3.1 HPLC-DAD 분석

HPLC-DAD 분석은 OSHA PV 2004를 참고하여 수행하였다. 이는 기존 작업환경 공기 분석용 표준법이 배출가스 시료에 적용 가능한지 평가하고, 간섭 발생 여부를 확인하기 위함이었다. 기기 분석에는 Agilent 1260 Infinity II LC 시스템을 사용하였으며, 컬럼은 Infinity Lab Poroshell EC-C18 (150×3.0 mm, 2.7 µm)을 사용하였다. 이동상은 5% 메탄올 수용액(메탄올:정제수=5:95, v/v)으로 하였고, 유속은 0.3 mL/min, 컬럼 온도는 40°C, 검출 파장은 200 nm, 주입량은 3 µL로 설정하였다.

### 2.3.2. LC-MS/MS 분석

LC-MS/MS 분석은 수질오염공정시험기준(ES 04609.2)의 아크릴아마이드 시험법을 바탕으로 배출가스 시료에 적용할 수 있도록 기기 조건을 조정하여 수행하였다. 사용 장비는 PerkinElmer Qsight 420 LC-MS/MS Spectrometer였으며, 컬럼은 ZORBAX SB-Aq (100×3.0 mm, 1.8 µm)을 사용하였다. 이동상은 0.1% 아세트산과 0.5% 메탄올을 포함한 수용액으로 하였고, 유속은 0.3 mL/min, 컬럼 온도는 35°C, 주입량은 10 µL로 설정하였다. 질량분석은 전기분무이온화(electro-

**Table 2.** Analytical conditions of the HPLC-DAD and LC-MS/MS methods used for the determination of acrylamide in stack gas samples.

| Analytical condition | HPLC-DAD<br>(based on OSHA PV 2004)                     | LC-MS/MS<br>(based on ES 04609.2)                                         |
|----------------------|---------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------|
| Instrument           | Agilent 1260 Infinity II<br>(Agilent Technologies, USA) | Qsight 420<br>(PerkinElmer, USA)                                          |
| Column               | InfinityLab Poroshell EC-C18<br>(150×3.0 mm, 2.7 µm)    | ZORBAX SB-Aq<br>(100×3.0 mm, 1.8 µm)                                      |
| Mobile phase         | 5% methanol in water (isocratic)                        | 0.1% acetic acid with 0.5% methanol in water (isocratic)                  |
| Flow rate            | 0.3 mL/min                                              | 0.3 mL/min                                                                |
| Column temp.         | 40°C                                                    | 35°C                                                                      |
| Detection            | UV 200 nm                                               | ESI (+) MRM Acrylamide: 72 → 55 m/z IS ( $^{13}\text{C}_3$ ): 75 → 58 m/z |
| Injection volume     | 3 µL                                                    | 10 µL                                                                     |



spray ionization, ESI) 양이온 모드에서 다중반응모니터링 (multiple reaction monitoring, MRM) 방식으로 수행하였다. 아크릴아마이드의 precursor ion과 product ion은 각각  $m/z$  72와 55이며, 내부표준물질(아크릴아마이드- $^{13}C_3$ )은  $m/z$  75  $\rightarrow$  58 이온 전이를 정량 이온으로 사용하였다. Cone voltage는 30 V, 충돌 에너지 (collision energy)는 -50 V로 설정하였다. 두 분석법의 기기 조건은 표 2에 제시하였다.

## 2.4 정도관리 및 유효성 검증

두 분석법에 대하여 직선성, 방법검출한계(method detection limit, MDL), 정량한계(limit of quantification, LOQ), 정확성(accuracy), 정밀성(precision) 및 추출효율(extraction efficiency, EE)을 평가하였다.

직선성은 HPLC-DAD의 경우 5개 농도 (0.10~2.00  $\mu g/mL$ ), LC-MS/MS의 경우 6개 농도 (5~100  $\mu g/L$ )에 대한 검량선을 작성한 후 결정계수( $R^2$ )로 평가하였다. 두 분석법의 검량선 농도 범위는 방법검출한계 차이(약 15배)와 적정 정량 범위를 고려하여 서로 다르게 설정하였다. MDL은 정량한계 부근 농도의 표준용액을 7회 반복 분석하여 얻은 표준편차에 3.14를 곱하여 산정하였고, LOQ는 동일 표준편차에 10을 곱하여 산정하였다. 정확성은 중간 농도 수준의 표준용액(HPLC-DAD 0.5  $\mu g/mL$ , LC-MS/MS 25  $\mu g/L$ )을 5회 반복 분석한 후 참값 대비 측정값의 비율(%)로 평가하였으며, 정밀성은 동일 반복 분석 결과의 상대표준편차(relative standard deviation, RSD, %)로 나타내었다.

추출효율은 OSHA PV 2004의 절차를 준용하여 평가하였으며, 흡착제로부터 추출용매로 회수되는 비율을 의미한다. 컨디셔닝된 XAD-7 흡착제에 아크릴아마이드 표준용액을 저·중·고 3개 농도 수준으로 첨가(spike)한 후 데시케이터에서 하룻밤 건조하였다. 이후 추출용매 5 mL를 가하여 30분간 진탕 추출하였으며, 회수된 농도의 비율(%)로 추출효율을 산출하였다. HPLC-DAD는 0.1, 0.5, 2.0  $\mu g/mL$  수준에서 농도별 3회 반복 분석하였고( $n=3$ ), LC-MS/MS는 5, 50, 100  $\mu g/L$  수준에서 농도별 3회 반복 분석하였다( $n=3$ ).

또한 방법바탕시료(method blank, HPLC-DAD  $n=4$ , LC-MS/MS  $n=3$ )를 분석하여 전처리 및 기기 분석 단계의 오염 여부를 확인하였고, 현장바탕시료(field blank,  $n=25$ )를 분석하여 시료채취 및 운반 단계를 포함한 오염 여부를 확인하였다. 시료 중 아크릴아마이드 농도( $\mu g/m^3$ )는 OSHA PV 2004의 계산식에 따라 산정하였으며(식 (1), 식 (2), 식 (3)), 이때 추출효율을 적용하여 농도를 보정하였다.

$$V_s = V_m \times \frac{273}{273+T_m} \times \frac{P_a}{760} \quad (1)$$

$$C_1 = \frac{(C_f - C_{fbk}) \times n \times 5}{V_s \times EE}, C_2 = \frac{(C_b - C_{bbk}) \times n \times 5}{V_s \times EE} \quad (2)$$

$$C = C_1 + C_2 \quad (3)$$

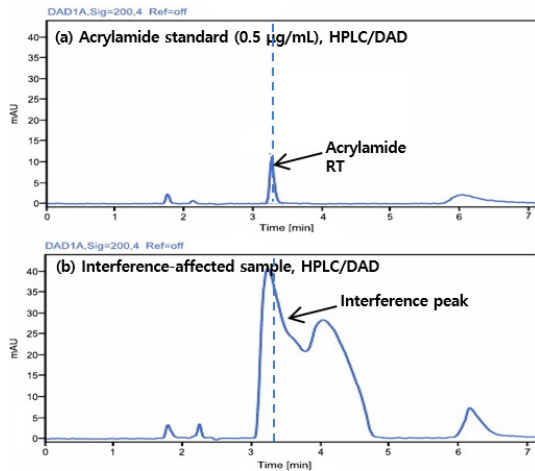
여기서  $V_s$ 는 표준상태로 환산한 채취량(L),  $V_m$ 은 현장 채취량(L),  $T_m$ 은 채취 시 온도( $^{\circ}C$ ),  $P_a$ 는 대기압(mmHg),  $C$ 는 시료 중 아크릴아마이드 농도( $\mu g/m^3$ ),  $C_1$ 과  $C_2$ 는 각각 전단 및 후단 흡착제 농도( $\mu g/m^3$ ),  $C_f$ 와  $C_b$ 는 각각 전단 및 후단 추출액 농도( $\mu g/L$ ),  $C_{fbk}$ 와  $C_{bbk}$ 는 각각 전단 및 후단 바탕시료 농도( $\mu g/L$ ),  $n$ 은 회석배수, 5는 분석용 시료용액의 부피(mL),  $EE$ 는 추출효율을 의미한다. 본 연구에서  $V_s$ 는 건가스 기준(dry basis)으로 산정하였으며, 식 (1)에 수분량에 대한 보정은 적용하지 않았다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 OSHA PV 2004 적용 시 매트릭스 간섭과 흡착제 컨디셔닝

#### 3.1.1 매트릭스 간섭 발생 및 원인 확인

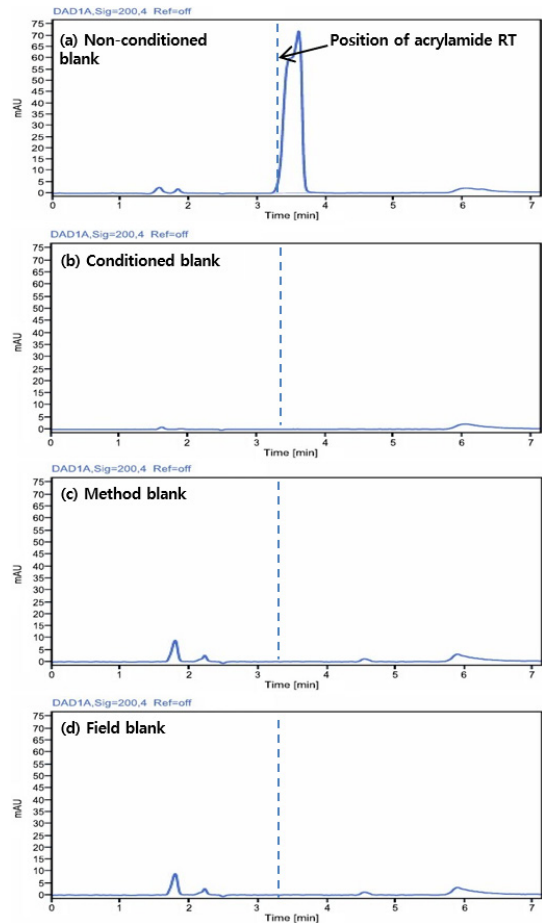
OSHA PV 2004를 실제 배출가스 시료에 적용하기 위하여, 컨디셔닝을 수행하지 않은 XAD-7 흡착관을 사용하여 4개 사업장(A 1개, B 4개, C 2개, D 3개)의 10개 배출구에서 각 3회씩 반복 채취한 시료를 HPLC/DAD로 분석하였다. 그 결과, 10개 모든 배출구 시료에서 HPLC-DAD 크로마토그램에서 머무름시간 3분



**Fig. 2.** Representative HPLC-DAD chromatograms of stack gas samples collected with non-conditioned XAD-7 sorbent tubes, showing sorbent-derived interference peaks near the acrylamide retention time.

부근에 매트릭스 간섭 피크가 관찰되었으며, 이 중 6개 배출구(사업장 A 1개, B 2개, D 3개)에서는 간섭 피크가 아크릴아마이드의 머무름시간(3.3분) 부근에서 중첩되어 HPLC-DAD에 의한 정량이 불가능하였다(그림 2(b)). 반면, 나머지 4개 배출구(사업장 B 2개, C 2개)에서는 시료별 매트릭스 차이에 따라 간섭 피크의 머무름시간이 다소 상이하여 아크릴아마이드 피크와의 중첩이 발생되지 않았으며, 이에 따라 HPLC-DAD로 정량이 가능하였다.

HPLC-DAD 분석에서 간섭이 관찰된 시료에 대하여 아크릴아마이드의 검출 여부를 확인하기 위해 동일 시료를 LC-MS/MS로 추가 분석하였다. 이를 위해 국내 수질오염공정시험기준(ES 04609.2)의 아크릴아마이드 LC-MS/MS 시험법을 배출가스 시료에 적용할 수 있도록 조정하여 적용하였다(2.3.2절 참조). 그 결과, HPLC-DAD 분석에서 간섭으로 인해 정량이 불가능하였던 6개 시료 중 5개 시료(사업장 A 1개, B 1개, D 3개)는 LC-MS/MS에서 검출한계 미만으로 나타났으며, 사업장 B의 1개 배출구(표 6의 S3)에서는  $0.168 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 의 아크릴아마이드가 정량되었다. 한편, 사업장 B의 비컨디셔닝 채취 시료 4개 배출구 중 나머지 2



**Fig. 3.** Representative HPLC-DAD chromatograms of blank samples, including non-conditioned sorbent blank, conditioned sorbent blank, method blank, and field blank, used to assess interference and procedural contamination.

개 배출구는 간섭 피크가 아크릴아마이드 머무름시간과 중첩되지 않아 HPLC-DAD로도 정량이 가능하였으며, 이는 표 6의 S1과 S2에 해당한다. 이러한 결과는 HPLC-DAD에서 간섭으로 인해 정량이 불가능한 시료라 하더라도 LC-MS/MS를 적용할 경우 선택적으로 분석이 가능함을 보여준다.

간섭의 원인과 시료채취 및 분석 과정에서의 오염 가능성을 확인하기 위하여 4종의 바탕시료를 분석하였다(표 3, 그림 3). 동일 로트의 비컨디셔닝 바탕시료 9개를 추출하여 HPLC-DAD와 LC-MS/MS로 분석한

**Table 3.** Results of blank sample analyses used to evaluate sorbent-derived interference and procedural contamination in the HPLC-DAD and LC-MS/MS determination of acrylamide.

| Blank type                              | Number of samples        | Interference peak at RT 3.3 min (HPLC-DAD) | Acrylamide (HPLC-DAD)         | Acrylamide (LC-MS/MS) |
|-----------------------------------------|--------------------------|--------------------------------------------|-------------------------------|-----------------------|
| Non-conditioned blank                   | 9                        | Detected (6/9)                             | Not quantifiable <sup>1</sup> | < MDL                 |
| Conditioned blank (after 4 extractions) | 2                        | Not detected                               | < MDL                         | < MDL                 |
| Method blank                            | 4 (HPLC)<br>3 (LC-MS/MS) | Not detected                               | < MDL                         | < MDL                 |
| Field blank                             | 25                       | Not detected                               | < MDL                         | < MDL                 |

Note: In HPLC-DAD analysis, acrylamide in non-conditioned blanks could not be quantified because interference peaks were observed near the acrylamide retention time (3.3 min). Method detection limits were 0.7 µg/m<sup>3</sup> for HPLC-DAD and 0.047 µg/m<sup>3</sup> for LC-MS/MS.

결과, HPLC-DAD 크로마토그램에서는 9개 중 6개에서 머무름시간 3분 부근에서 간섭 피크가 검출되어 정량이 불가능하였으며, LC-MS/MS에서는 모두 검출한계 미만으로 나타났다. 이는 HPLC-DAD에서 관찰된 간섭 피크가 흡착제 유래 성분에서 기인하며, 흡착제 자체에 아크릴아마이드가 잔류한 것은 아님을 의미한다. 컨디셔닝 바탕시료는 5차 추출까지 진행한 흡착제를 대상으로 4회 컨디셔닝 효과를 추가로 검증하기 위하여 분석하였으며, 두 분석법 모두에서 검출한계 미만으로 나타났다. 또한 방법배탕시료 (method blank; HPLC-DAD n=4, LC-MS/MS n=3)와 현장배탕시료 (field blank, n=25)에서도 두 분석법 모두 검출한계 미만으로 나타나, 전처리, 기기분석, 시료채취 및 운반 과정에서 유의한 오염은 없는 것으로 확인되었다. 서로 다른 사업장의 실제 시료에서 동일한 머무름시간 영역의 간섭 피크가 반복적으로 나타났고, 비컨디셔닝 바탕시료에서도 유사한 간섭이 확인된 점을 고려할 때, 본 연구에서 관찰된 HPLC-DAD 간섭의 주요 원인은 배출가스 자체보다 XAD-7 흡착제 유래 성분일 가능성이 높은 것으로 판단되었다.

### 3. 1. 2 흡착제 컨디셔닝의 효과

XAD-7 흡착제 유래 간섭을 제거하기 위하여 5% 메탄올/95% 정제수 혼합용액으로 30분씩 4회 반복 추출하는 컨디셔닝 공정을 적용하였다. 각 추출 단계의 추출액을 HPLC-DAD로 분석한 결과, 1차 추출액에서 머무름시간 약 3.5분 부근(아크릴아마이드 머무름시

**Table 4.** Changes in sorbent-derived interference peak area during successive conditioning extractions of XAD-7 sorbent tubes analyzed by HPLC-DAD at 200 nm.

| Extraction step | Tube #1 (mAU · s) | Tube #2 (mAU · s) | Reduction (%) <sup>*</sup> |
|-----------------|-------------------|-------------------|----------------------------|
| 1st             | 1336.83           | 700.69            | –                          |
| 2nd             | 52.56             | 26.75             | 96.1                       |
| 3rd             | 2.45              | 1.08              | 99.8                       |
| 4th             | N.D.              | N.D.              | N.D.                       |
| 5th             | N.D.              | N.D.              | N.D.                       |

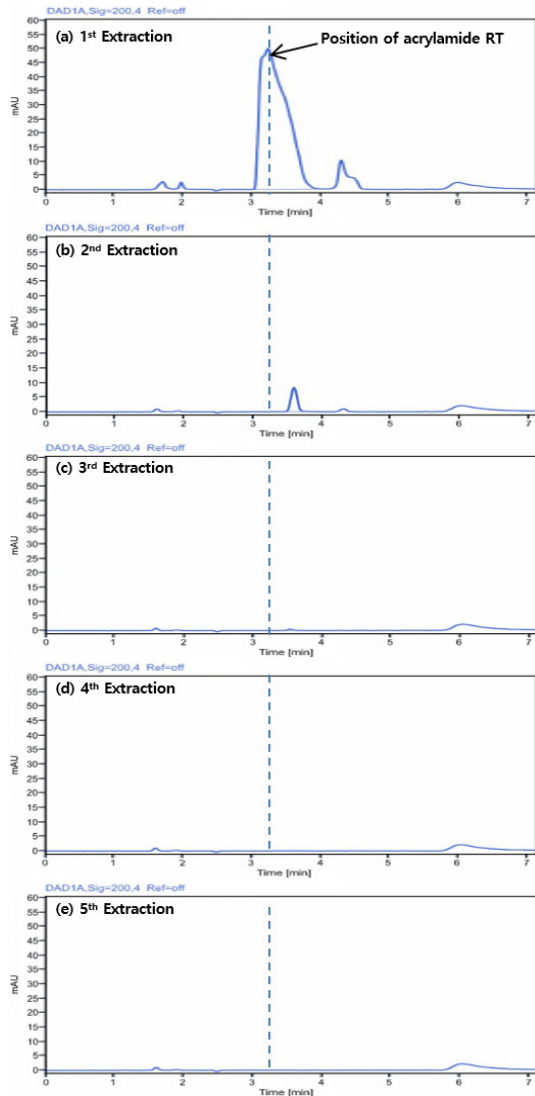
<sup>\*</sup>Mean reduction relative to 1st extraction peak area (n=2).

Note: Tube #1 and #2, two independently prepared XAD-7 sorbent batches; N.D., not detected.

간과 동일 영역)에서 흡착제 유래 간섭 피크가 검출되었다. 두 개의 독립된 흡착관(Tube #1, Tube #2)에 대한 추출 차수별 간섭 피크 면적과 1차 대비 감소율은 표 4에 제시하였다. 간섭 피크 면적은 2차 추출에서 평균 약 96.1% (96.07~96.18%, n=2), 3차 추출에서 평균 약 99.8% (99.82~99.85%, n=2) 감소하였고, 4차 및 5차 추출액에서는 동일 영역에서 더 이상 간섭 피크가 검출되지 않았다(표 4, 그림 4). 이러한 결과는 4회 반복 추출이 흡착제 유래 간섭 제거를 위한 적절한 컨디셔닝 조건임을 보여준다.

컨디셔닝의 실효성을 확인하기 위하여, 컨디셔닝을 완료한 흡착관을 사용하여 추가 채취한 15개 배출구 시료를 HPLC-DAD로 분석하였다. 그 결과, HPLC-DAD 크로마토그램에서 머무름시간 3분 부근의 간섭 피크는 관찰되지 않았다. 이러한 결과는 4회 반복 추출에 의한 흡착제 컨디셔닝이 XAD-7 유래 간





**Fig. 4.** Changes in HPLC-DAD chromatograms of XAD-7 sorbent blank extracts during successive conditioning extractions (1st~5th) with 5% methanol/95% water, showing the removal of interference near the acrylamide retention time.

섭물질을 효과적으로 제거하며, HPLC-DAD 분석 시 발생하는 비특이성 간섭을 감소시키는 데 유효함을 보여준다. 다만, 컨디셔닝은 흡착제 유래 간섭을 제거하는 전처리 공정으로서 의미가 있으나, HPLC-DAD 자체의 감도 및 선택성 한계를 근본적으로 해소하는 것은 아니므로, 저농도 시료에 대해서는 보다 선택적인 분석법의 적용이 필요하다.

### 3.2 HPLC-DAD 및 LC-MS/MS의 유효성 평가

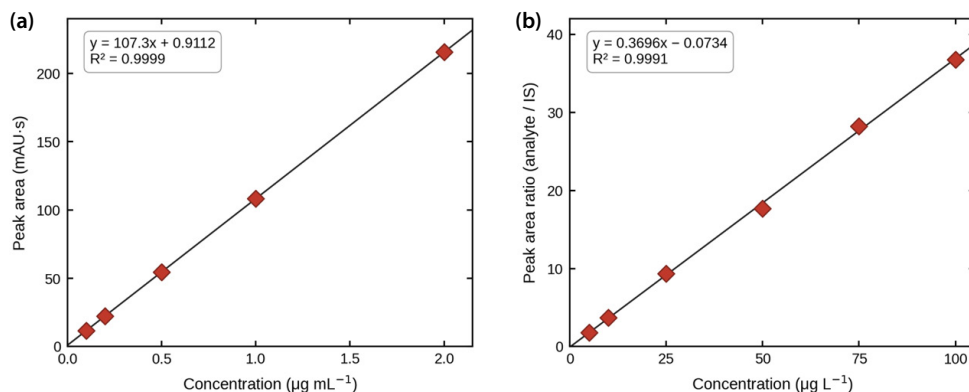
본 연구의 분석법 유효성 평가 기준은 환경시험·검사 정도보증/정도관리 핸드북(NIER, 2025)을 참고하여 수행하였으며, 검정곡선  $R^2 \geq 0.98$ , 정확도 75~125%, 정밀도(RSD) 10% 이내를 기준으로 하였다. 평가 결과는 표 5에 제시하였다. 검정곡선의 직선성은 HPLC-DAD가 0.10~2.00  $\mu\text{g/mL}$  범위에서  $R^2 = 0.9999$ , LC-MS/MS가 5~100  $\mu\text{g/L}$  범위에서  $R^2 = 0.9991$ 로 나타나, 두 분석법 모두 직선성 기준(0.98 이상)을 만족하였다(그림 5). 방법검출한계(MDL)는 HPLC-DAD 0.7  $\mu\text{g/m}^3$ , LC-MS/MS 0.047  $\mu\text{g/m}^3$ 로 나타났고, 정량한계(LOQ)는 각각 2.2  $\mu\text{g/m}^3$ 와 0.149  $\mu\text{g/m}^3$ 로 산정되었다. 따라서 LC-MS/MS는 HPLC-DAD에 비해 약 15배 낮은 검출한계를 나타내어 저농도 배출가스 시료에 대한 적용성이 더 우수한 것으로 판단되었다.

정확도는 HPLC-DAD 98.9%, LC-MS/MS 99.5%를 보여서 두 방법 모두 설정한 평가 기준을 만족하였다. 정밀도(RSD)는 HPLC-DAD 0.8%, LC-MS/MS 1.9%로 두 방법 모두 반복 분석에 대한 재현성이 양호하였다. 추출효율(EE)은 HPLC-DAD 평균 100.3%, LC-MS/MS 평균 99.6%로 산출되었으며, 이 값은 식 (2)에 적용하여 실제 시료의 농도 보정에 사용하였다. 본 연구

**Table 5.** Validation results of HPLC-DAD and LC-MS/MS methods for acrylamide determination in stack gas, including linear range, linearity, method detection limit, limit of quantification, accuracy, precision, and extraction efficiency.

| Method   | Linear range           | $R^2$  | MDL ( $\mu\text{g/m}^3$ ) | LOQ ( $\mu\text{g/m}^3$ ) | Accuracy (%) | RSD (%) | EE (%) |
|----------|------------------------|--------|---------------------------|---------------------------|--------------|---------|--------|
| HPLC-DAD | 0.1~2 $\mu\text{g/mL}$ | 0.9999 | 0.70                      | 2.2                       | 98.9         | 0.8     | 100.3  |
| LC-MS/MS | 5~100 $\mu\text{g/L}$  | 0.9991 | 0.047                     | 0.149                     | 99.5         | 1.9     | 99.6   |

Note: MDL, Method Detection Limit; LOQ, Limit of Quantitation; RSD, Relative Standard Deviation. MDL and LOQ values were converted to gas-phase concentrations based on a sampling volume of 40 L per sample.



**Fig. 5.** Calibration curves of acrylamide obtained by HPLC-DAD and LC-MS/MS over the concentration ranges used for method validation.

**Table 6.** Acrylamide concentrations and analytical reproducibility (RSD) of six stack gas samples quantified by HPLC-DAD and LC-MS/MS based on triplicate sampling and analysis.

| Sample no. | Facility | HPLC-DAD                                              |         | LC-MS/MS                                              |         |
|------------|----------|-------------------------------------------------------|---------|-------------------------------------------------------|---------|
|            |          | Concentration<br>( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ , $n=3$ ) | RSD (%) | Concentration<br>( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ , $n=3$ ) | RSD (%) |
| S1         | B        | 9.014                                                 | 16.5    | 8.139                                                 | 17.9    |
| S2         | B        | 3,258                                                 | 45.8    | 2,801                                                 | 34.0    |
| S3         | B        | < MDL                                                 | —       | 0.168                                                 | 66.6    |
| S4         | C        | < MDL                                                 | —       | 0.647                                                 | 27.2    |
| S5         | C        | < MDL                                                 | —       | 2.650                                                 | 38.5    |
| S6         | I        | < MDL                                                 | —       | 0.264                                                 | 18.6    |

Note: Values are means of triplicate sampling and analysis ( $n=3$ ); RSD (%) =  $(\text{SD}/\text{Mean}) \times 100$ ; < MDL, below the method detection limit of HPLC-DAD ( $0.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ); Facility codes are defined in Table 1.

의 MDL 및 LOQ는 모두 채취 부피 40 L 기준으로 가스 농도( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )로 환산한 값이다.

### 3.3 배출가스 시료에서의 분석법 적용성 평가

총 25개 배출구 시료를 분석한 결과, 9개 사업장 중 3개 사업장(B, C, I)의 6개 배출구에서 아크릴아마이드가 검출되었다. 검출된 6개 시료의 농도와 재현성은 표 6에 제시하였다. 이 중 S1과 S2는 HPLC-DAD와 LC-MS/MS 두 분석법 모두에서 정량되었으며, S3, S4, S5 및 S6는 LC-MS/MS에서만 검출되었다.

전단과 후단 흡착제를 분리하여 분석한 결과, 본 연구에서 가장 높은 농도가 검출된 시료인 S2에서만 후단 흡착제에서 미량의 아크릴아마이드가 검출되었

다. 후단/전단 농도비는 HPLC-DAD 기준 약 0.24% (전단  $3,251 \mu\text{g}/\text{m}^3$ , 후단  $7.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ), LC-MS/MS 기준 약 0.24% (전단  $2,794 \mu\text{g}/\text{m}^3$ , 후단  $6.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ )로 산정되었으며, 두 방법 모두에서 OSHA의 chromatographic method validation 가이드라인 (OSHA, 2010)에서 sampler capacity 평가 시 적용하는 5% breakthrough 기준보다 충분히 낮은 수준이었다. 반면, 나머지 모든 시료의 후단 흡착제에서는 아크릴아마이드가 정량한계 미만으로 나타났다. 이러한 결과는 본 연구에서 적용한 시료채취 조건(유량 1 L/min, 채취량 40 L)이 검출된 농도 범위(최대 약  $3,300 \mu\text{g}/\text{m}^3$ )에서 파과 없이 적용 가능성을 보여준다.

LC-MS/MS에서만 검출된 4개 시료는 모두 HPLC-

DAD의 정량한계 부근이거나 그 이하 수준이었다. 이는 두 방법이 모두 양호한 직선성, 정확도 및 정밀성을 나타내더라도, 실제 배출가스 시료에 대한 적용성은 방법의 검출한계와 선택성에 의해 크게 달라질 수 있음을 보여준다. 특히 HPLC-DAD는 흡착제 컨디셔닝을 통해 흡착제 유래 간섭을 효과적으로 저감할 수 있었으나, 저농도 시료에서는 검출감도 측면의 한계로 인해 정량이 어려운 경우가 있었다. 반면 LC-MS/MS는 더 낮은 검출한계를 바탕으로 HPLC-DAD에서 정량되지 않은 저농도 시료까지 검출할 수 있었다.

실제 시료의 반복 측정 결과, S1과 S2의 RSD는 각각 16.5~45.8% 및 17.9~34.0% 범위로 나타났다. 이러한 변동성은 굴뚝 배출가스의 시간적 변동성과 현장 시료의 이질성이 반영된 결과로 판단된다. 본 연구에서는 동일 배출구에서 3회 반복 채취 및 분석한 평균값을 사용하였으며, 이는 유해대기오염물질(HAP) 측정분석의 성능시험 시 반복 측정을 요구하는 미국 환경보호청(US EPA)의 원칙(US EPA, 2018)과도 일치한다.

두 분석법의 차이는 각 방법의 검출 원리와도 관련된다. HPLC-DAD는 200 nm 영역의 자외선 흡광을 이용하는데, 이 영역은 카르보닐기, 이중결합 또는 아미드기를 갖는 다양한 유기화합물(알데하이드, 케톤, 카르복실산 등)이 공통적으로 흡광할 수 있는 구간이다. 따라서 배출가스와 같이 조성이 복잡한 시료에서는 비특이성 간섭이 발생할 가능성이 높다. Shi *et al.* (2019)도 식품 매트릭스에서 HPLC-DAD를 이용한 아크릴아마이드 분석 시 저파장 영역에서 매트릭스 불순물에 의한 간섭이 크게 나타남을 보고하였다. 본 연구에서 확인된 흡착제 유래 간섭 역시 이러한 한계가 배출가스 시료에서 실제로 나타날 수 있음을 보여주며, 흡착제 컨디셔닝을 통해 일정 부분 저감할 수 있었다. 반면 LC-MS/MS는 다중반응모니터링(MRM) 방식으로 분석 대상물질의 특이적인 이온 전이만을 검출하므로, 매트릭스 성분이 동일한 신호로 함께 검출될 가능성이 낮다. 실제로 HPLC-DAD 분석에서 간섭 피크로 인해 정량이 불가능하였던 6개 시료를

LC-MS/MS로 재분석한 결과, 5개는 검출한계 미만이었고 1개 시료(S3)는  $0.168 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 로 정량되었다. 이는 LC-MS/MS는 간섭의 영향을 최소화하면서 저농도 시료에서도 정량이 가능함을 보여준다.

두 분석법으로 모두 정량된 S1과 S2의 정량값을 비교한 결과, HPLC-DAD가 LC-MS/MS에 비해 S1에서 약 10.8% ( $9.014$  vs  $8.139 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ), S2에서 약 16.3% ( $3,258$  vs  $2,801 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ) 높은 값을 나타내었다. 그러나 두 분석법으로 모두 정량된 시료 수가 2개에 불과하여, 두 방법 간 차이에 대한 통계적 유의성을 검증하기에는 한계가 있으므로 별도의 통계검정은 수행하지 않았다. 그럼에도 불구하고 두 시료 모두에서 HPLC-DAD가 일관되게 높은 값을 나타낸 점은, 두 분석법 간 정량값 차이가 발생할 가능성을 시사한다. 이러한 차이의 원인으로는 두 가지를 고려할 수 있다. 첫째, 정량 방식의 차이이다. LC-MS/MS는 아크릴아마이드- $^{13}\text{C}_3$  내부표준물질을 사용하여 시료별 매트릭스 효과와 기기 응답 변동을 보정한 반면, HPLC-DAD는 외부표준법을 적용하여 이러한 보정이 이루어지지 않았다. 따라서 복합 매트릭스를 갖는 배출가스 시료에서는 두 방법 간 정량값 차이가 발생할 수 있다. 둘째, HPLC-DAD의 검출 선택성 한계이다. HPLC-DAD는 200 nm 영역의 자외선 흡광을 이용하므로, 흡착제 컨디셔닝을 통해 주요 간섭 피크가 제거되었더라도 아크릴아마이드 머무름시간 부근에서 비특이적으로 흡광하는 미량 성분이 피크 면적에 일부 기여하여 정량값이 다소 높게 나타났을 가능성을 배제하기 어렵다.

한편 HPLC-DAD에서는 동위원소 표지 내부표준물질의 직접 적용이 어렵다. 이는 동위원소 표지물질이 분석 대상물질과 거의 동일한 UV 흡광 특성을 나타내어 DAD에서 구분되지 않기 때문이다. 따라서 HPLC-DAD의 정량 정확도 개선을 위해서는 구조 유사체(structural analog)를 이용한 내부표준법이나 matrix-matched calibration의 적용 가능성을 추가로 검토할 필요가 있다.

이상의 결과를 종합하면, HPLC-DAD는 흡착제 컨디셔닝을 적용할 경우 고농도 배출원 시료의 분석에

활용 가능하나, 저농도 배출원이나 간접 가능성이 큰 시료에서는 적용에 한계가 있다. 반면 LC-MS/MS는 더 낮은 검출한계와 높은 선택성을 바탕으로 배출가스 중 아크릴아마이드의 정량에 보다 적합한 방법으로 판단된다. 다만 본 연구에서는 두 분석법으로 모두 정량된 시료 수가 제한적이므로, 정량값 차이에 대한 보다 확정적인 비교를 위해서는 추가 시료를 통한 검증이 필요하다. 또한 본 연구의 시료 보관 기간은 최대 30일로, OSHA PV 2004의 보관 안정성 검증 범위(13일)를 초과하므로 이에 대한 추가적인 안정성 검증이 요구된다. 컨디셔닝된 흡착제를 적용한 흡착관 제조를 통한 시료채취 효율의 개선, 흡착제 유래 간섭물질의 성분 규명, 그리고 HPLC-DAD 분석 조건의 조정을 통한 간섭 피크와 아크릴아마이드 피크의 분리 가능성 검토는 향후 연구 과제로 남는다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 배출가스 중 아크릴아마이드 정량을 위한 분석법을 마련하기 위하여 HPLC-DAD와 LC-MS/MS의 적용성을 비교·검토하고, 실제 산업시설 9개 사업장 25개 배출구의 실제 시료에 적용하여 두 분석법의 적용 범위를 평가하였다.

첫째, HPLC-DAD를 이용한 배출가스 시료 분석에서 XAD-7 흡착제 유래 매트릭스 간섭이 발생하였으며, 비컨디셔닝 바탕시료 분석을 통해 해당 간섭이 흡착제 유래 성분에 의한 것임을 확인하였다. 또한 5% 메탄올/95% 정제수 용매로 4회 반복 추출하는 흡착제 컨디셔닝 공정을 적용하여 간섭을 효과적으로 제거할 수 있었다.

둘째, HPLC-DAD와 LC-MS/MS 두 분석법은 모두 직선성, 정확도 및 정밀도 측면에서 정도 관리 기준을 만족하였다. 그러나 방법검출한계는 HPLC-DAD가  $0.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ , LC-MS/MS가  $0.047 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 로 나타나, LC-MS/MS가 약 15배 더 낮은 검출 한계를 보였다.

셋째, 25개 배출구 시료 분석 결과 3개 사업장의 6개 배출구에서 아크릴아마이드가 검출되었으며, LC-

MS/MS 기준 농도 범위는  $0.168 \sim 2,801 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 였다. 이 중 2개 시료는 두 분석법 모두에서 정량되었으나, 4개 시료는 LC-MS/MS에서만 검출되었다. 이러한 결과는 HPLC-DAD가 흡착제 컨디셔닝을 거칠 경우 고농도 배출원 시료의 분석에 활용될 수 있는 반면, 저농도 배출원이나 매트릭스 간섭이 우려되는 시료에 대해서는 LC-MS/MS가 보다 적합함을 보여준다.

본 연구는 국내에 배출가스 중 아크릴아마이드 분석법이 마련되지 않은 상황에서 OSHA PV 2004의 적용 한계와 해결 방안을 제시하고, LC-MS/MS의 적용성을 평가하였다는 점에서 의의가 있다. 본 연구 결과는 향후 배출가스 중 아크릴아마이드 공정시험기준 마련을 위한 기초 자료로 활용될 수 있다. 특히 저농도 또는 매트릭스 간섭이 우려되는 배출원에 대해서는 LC-MS/MS를 우선 적용하고, HPLC-DAD는 흡착제 컨디셔닝을 전제로 고농도 배출원에 보조적으로 적용하는 방향이 타당할 것으로 판단된다. 또한 표준화 과정에서는 XAD-7 흡착제 컨디셔닝 절차, 시료 보관 안정성, 채취량 및 파과 검증, 그리고 다양한 산업군 및 배출 조건에서의 현장 적용성에 대한 추가 검증이 필요하다. 이러한 검토가 축적될 경우, 아크릴아마이드 배출원의 정량적 관리와 유해대기오염물질(HAP) 모니터링 체계의 신뢰성 향상에 기여할 수 있을 것으로 기대된다.

#### 감사의 글

본 연구는 국립환경과학원 “대기오염후보물질 연구(VII)” (NIER-SP2024-248)의 지원으로 수행되었습니다. 또한 서울과학기술대학교 교내연구비의 지원으로 수행되었습니다.

#### References

- DeArmond, P.D. DiGoregorio, A.L. (2013) Characterization of Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry Method for the Determination of Acrylamide in Com-

- plex Environmental Samples, Analytical and Bioanalytical Chemistry, 405(12), 4159-4166 <https://doi.org/10.1007/s00216-013-6822-4>
- Exon, J.H. (2006) A review of the toxicology of acrylamide, Journal of Toxicology and Environmental Health, Part B: Critical Reviews, 9(5), 397-412. <https://doi.org/10.1080/10937400600681430>
- International Agency for Research on Cancer (IARC) (1994) Acrylamide, IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans, Vol. 60: Some Industrial Chemicals, IARC, Lyon, France, 389-433. <https://publications.iarc.who.int/78>
- Koga, K., Nakato, Y., Tadano, S., Hattori, Y., Maki, S. (1998) Determination of Toxic Chemicals in Exhaust Gas (VI): Determination of Acrylamide by GC/MS and GC/FTID, Journal of Environmental Chemistry, 8(3), 489-502. <https://doi.org/10.5985/jec.8.489>
- Ministry of Climate, Energy and Environment (MCEE) (2025a) Clean Air Conservation Act. <https://www.law.go.kr/법령/대기환경보전법>
- Ministry of Climate, Energy and Environment (MCEE) (2025b) Standard Methods for Water Quality Analysis, ES 04609.2. <https://www.law.go.kr/행정규칙/수질오염공정시험기준/2025-53, 20251226>
- National Institute of Chemical Safety (NICS) (2025) Pollutant Release and Transfer Register (PRTR) Information System. <https://icis.me.go.kr/prtr/main.do> (accessed on May 8, 2026).
- National Institute of Environmental Research (NIER) (2025) Handbook of Quality Assurance/Quality Control for Environmental Tests and Inspections, NIER, Incheon, Korea. <https://ecolibrary.mcee.go.kr/nier/#/search/detail/5929322>
- Occupational Safety and Health Administration (OSHA) (1991) OSHA Method PV 2004: Acrylamide in Workplace Air, U.S. Department of Labor. <https://www.osha.gov/sites/default/files/methods/osha-pv2004.pdf>
- Occupational Safety and Health Administration (OSHA) (2010) Validation Guidelines for Air Sampling Methods Utilizing Chromatographic Analysis (T-005, Version 3.0), OSHA Salt Lake Technical Center, U.S. Department of Labor. <https://www.osha.gov/sites/default/files/methods/chromguide.pdf>
- Shi, J., Shao, Z., Li, H., Zhang, Y., Wang, S. (2019) Co-Extraction and Co-Purification Coupled with HPLC-DAD for Simultaneous Detection of Acrylamide and 5-hydroxymethyl-2-furfural in Thermally Processed Foods, Molecules, 24(20), 3734. <https://doi.org/10.3390/molecules24203734>
- Suzuki, H., Suzumura, M. (1977) Determination of a small amount of acrylamide in air, Sangyo Igaku (Japanese Journal of Industrial Health), 19(4), 189-193. <https://doi.org/10.1539/joh1959.19.189>
- U.S. Environmental Protection Agency (US EPA) (2018) 40 CFR §63.7 (e) (3), Performance testing requirements, Code of Federal Regulations.
- U.S. Environmental Protection Agency (US EPA) (2025) Toxics Release Inventory (TRI) Explorer, 2024 Dataset (released November 2025). <https://enviro.epa.gov/triexplorer/> (accessed on May 8, 2026).
- Xiong, B., Loss, R.D., Shields, D., Pawlik, T., Hochreiter, R., Zydney, A.L., Kumar, M. (2018) Polyacrylamide Degradation and Its Implications in Environmental Systems, npj Clean Water, 1(1), 17. <https://doi.org/10.1038/s41545-018-0016-8>
- Yang, J.S., Lee, M.Y., Park, I.J. Kang, S.K. (1998) Simple analytical method for acrylamide in the workplace air adsorbed by charcoal tube, Analytical Science & Technology, 11(2), 139-144, (in Korean with English abstract).
- Zhang, Y., Zhang, G., Zhang, Y. (2005) Occurrence and analytical methods of acrylamide in heat-treated foods: Review and recent developments, Journal of Chromatography A, 1075(1-2), 1-21. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2005.03.123>

## Authors Information

- 임민지 (서울과학기술대학교 에너지환경공학과 석사과정 학생)  
(mjmj@fiti.re.kr)
- 강대일 (국립환경과학원 대기환경연구과 과장)  
(nierkang@korea.kr)
- 김록호 (국립환경과학원 대기공해연구과 연구관)  
(rhokho@korea.kr)
- 김대근 (서울과학기술대학교 환경공학과 교수)  
(kimd@seoultech.ac.kr)