

# Application News

No. SSK\_ICPMS\_2101

## Pharmaceutical / ICPMS-2030

### ICP-MS를 이용한 멀티비타민 중 무기질 다성분 동시분석 (Analysis of inorganic compounds in multi-vitamin using ICP-MS)

#### □ 소개

무기질은 인체의 생리 기능을 조절하고 체액의 전해질 균형을 맞추는 중요한 역할을 담당하고 있다. 무기질이 부족할 경우, 정상적인 성장에 영향을 줄 수 있으며, 각종 질환에 대한 위험도 증가하는 것으로 알려져 있다. 이 때문에 최근에는 많은 사람들이 음식물을 통한 무기질 섭취 외에도 부족한 부분을 보충하기 위해 멀티비타민제를 복용하는 경우가 많다.

이에 대한약전에서는 멀티비타민제에 포함되어 있는 셀레늄, 칼슘, 마그네슘, 망간 등 10 여종의 무기질 성분에 대해 원자흡수분광광도계 (Atomic absorption spectrophotometer, 이하 AAS)를 이용하여 함량 시험을 할 것을 규정하고 있다.

그러나, AAS의 경우, 다원소 동시 분석이 불가능하기 때문에 원소별로 전처리를 한 후, 분석을 해야 하는 번거로움이 있다. 반면, 유도결합플라즈마 질량분석기 (Inductively coupled plasma mass spectrometer, 이하 ICP-MS)의 경우에는 AAS에 비해 넓은 정량 범위를 가지고 있으며, 다원소 동시 분석이 가능하기 때문에 한번의 전처리를 통해 분석을 할 수 있다는 장점이 있다. 동시에 다음과 같은 질량 간섭 문제가 발생할 수 있다는 단점도 있다. 첫째, 셀레늄(Se) 분석 시 아연(Zn)과 산소(O)의 결합에 의한  $^{66}\text{Zn}^{16}\text{O}^+$  이온의 간섭, 둘째, 아연(Zn) 분석 시 마그네슘(Mg)과 아르곤(Ar)의 결합에 의한  $^{24}\text{Mg}^{40}\text{Ar}^+$ ,  $^{26}\text{Mg}^{40}\text{Ar}^+$  이온의 간섭, 마지막으로 철(Fe) 분석 시 아르곤(Ar)과 산소(O)의 결합에 의한  $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$  이온의 간섭이 있다.

이 Application news에서는 ICP-MS를 이용하여 질량 간섭을 제거함과 동시에 저농도부터 고농도까지 무기질을 함유하고 있는 멀티비타민제를 대상으로 다원소 동시 분석법을 검토하였다.

#### □ 실험

##### 1. 대상시료 선정

시료는 시중에 유통되고 있는 멀티비타민 2종을 선정하였으며, 제품의 표시성분과 함량은 <표 1>과 같다.

##### 2. 시료 전처리

시료 약 0.1 g에 질산( $\text{HNO}_3$ ) 6 mL, 염산(HCl) 2 mL, 불산(HF) 0.1 mL를 분해 용기에 넣고 마이크로웨이브 시스템(ETHOS-1, Milestone社)을 이용하여 <표 2>와 같이 전처리하였다. 이를 정제수를 이용하여 최종 시료량이 50 mL가 되게 한 후, 10 배 희석하여 분석용 시료로 하였다.

표 1. 제품별 무기질 원소 함량(1정 당 표시함량)

	A 제품	B 제품
Fe	18 mg	14 mg
Zn	15 mg	15 mg
Mn	1 mg	2.5 mg
Se	20 µg	25 µg
K	5 mg	-
Ca		162 mg
Mg		100 mg
Cu	-	2 mg
Cr		25 µg
Mo		25 µg

표 2. 마이크로웨이브시스템 분해 조건

단계	온도 (°C)	시간 (분)	Power (W)
1	100	10	800
2	100	5	800
3	200	10	1000
4	200	20	1000

##### 3. 기기 및 분석조건

기기 및 분석조건은 <그림 1>, <표 3>과 같으며, Internal standard법을 이용하여 정량하였다. 그리고, Internal standard는 Scandium(Sc)와 Gallium(Ga)을 사용하였다.

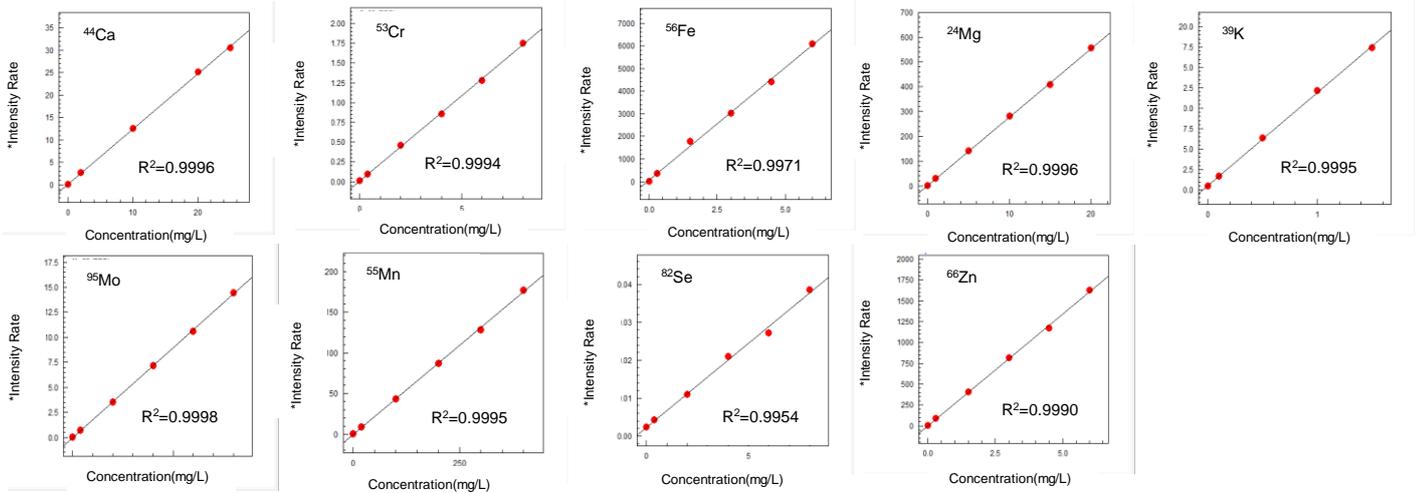


그림 1. ICPMS-2030

검정곡선은 멀티비타민 중의 무기질 원소 함량에 따라 각 원소별로 다르게 설정하였으며, 농도 범위는 다음과 같이 Ca (0 ~ 25 000) ug/L, Mg (0 ~ 15 000) ug/L, Mn (0 ~ 400) ug/L, Zn, Fe (0 ~ 4 500) ug/L, Cr, Mo, Se (0 ~ 8) ug/L, K (0 ~ 2 000) ug/L로 하였다. 또, 분석결과의 유효성 확인을 위해 첨가회수율 시험을 진행하였다.

표 3. 분석 조건

Instrument	: ICPMS-2030
Radio-frequency Power	: 1.2 kW
Sampling depth	: 5.0 mm
Plasma gas flowrate	: 8.0 L/min
Auxiliary gas flowrate	: 1.10 L/min
Carrier gas flowrate	: 0.70 L/min
Cell gas(He) flowrate	: 6.0 mL/min
Torch type	: Mini torch
Quantification method	: Internal standard correction



\* Intensity Rate란 분석이온과 내부표준물질의 비율이다. 분석이온/내부표준물질

그림 2. 원소별 검정곡선

표 4. A, B 제품 시험결과

구분	원소	질량수	(a) 기준농도 <sup>(1)</sup> (µg/g)	측정값 (µg/L)	(b) 결과 (µg/g)	(b)/(a) 표시함량 대비(%)	검출한계* (DL) (µg/L)	첨가회수율시험	
								첨가농도 (µg/L)	회수율 (%)
A 제품	Fe	56	15 989	3 660	16 436	103	0.000 04	3 000	92
	K	39	4 441	1 080	4 850	109	0.003	1 000	96
	Mn	55	888	206	925	104	0.023	200	95
	Se	82	17.8	4	18	101	0.330	4	106
	Zn	66	13 324	2 830	12 709	95	0.000 1	3 000	88
B 제품	Ca	44	104 039	23 900	103 231	99	0.004	-	-
	Cr	53	16	4.06	18	109	0.019	4	88
	Fe	56	8 991	2 120	9 157	102	0.000 04	3 000	91
	Mg	24	64 222	14 200	61 334	96	0.000 3	10 000	89
	Mn	55	1 606	409	1 767	110	0.023	200	94
	Mo	98	16	3.62	16	97	0.002	4	80
	Se	82	16	3.35	14	90	0.330	4	90
Zn	66	9 633	2 130	9 200	96	0.000 1	3 000	86	

(1) 표시함량/1정 무게 : 제품1정 무게와 표시함량에 근거한 기준농도

\* Detection Limit(DL): Calibration Blank 10회 반복 측정에 따른 표준편차로부터 산출 한 수치

## □ 시험결과

각 원소별 검정곡선은 <그림 2>와 같으며, 검정곡선의 결정계수  $R^2$ 는 0.995 ~ 0.999 인 것으로 나타났다. 또, 시험결과는 <표 4>와 같이 원소별 함량이 표시함량대비 (90 ~ 110)%인 것으로 나타났으며, 첨가 회수율 시험은 (80 ~ 106)%로 확인되었다. 이와 같은 결과로 미루어 볼 때, ICP-MS를 이용하여 멀티비타민에 함유된 무기질의 다원소 동시분석이 가능하다는 것을 확인할 수 있었으며, 검출한계에 있어서도 적합하다는 것을 확인할 수 있었다.

## □ 결론

함량이 서로 다른 무기질을 함유하고 있는 멀티비타민을 대상으로 ICP-MS를 이용하여 동시 분석법을 검토하였다. 동시 분석 결과, 셀레늄과 같은 저함량 원소들이 칼슘과 같은 고함량 원소에 큰 영향을 받지 않고 분석이 가능하다는 것을 확인할 수 있었다. 또, 시료 중 원소들 간의 결합으로 생성되는 이온에 의한 질량간섭이나 공급가스와의 결합에 의해 생성되는 이온에 의한 질량간섭도 Collision cell gas(He)을 이용함으로써 간섭을 제거하고 분석할 수 있다는 것을 확인할 수 있었다.

## □ 참고

1. 「대한민국약전」(식품의약품안전처 고시 제2019-11호)
2. '무기질이란'  
<https://terms.naver.com/entry.naver?docId=777223&cid=42776&categoryId=42783>



SHIMADZU Scientific Korea Corp.  
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 © 2021 SHIMADZU group. All rights reserved.