

Application News

No. SSK-ICPMS-1901

ICP-MS

Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

Analysis of Harmful Elements in Food Using the ICP-MS

건강에 대한 관심이 높아지면서 식품 내 중금속에 대한 기준은 점점 더 낮은 수준으로 강화되고 있으며, 이에 따라 국내에서도 기존의 원자흡광광도법(이하 AAS), 유도결합플라즈마 발광광도법(이하 ICP-AES)에 비해 극미량 성분의 정확하고 정밀한 분석이 가능한 유도결합 플라즈마 질량분석법(이하 ICP-MS)이 본격적으로 요구되고 있다.

ICP-AES는 ICP-MS에 비해 검출한계가 높기 때문에 분석이 가능한 농도 범위로 시험용액을 희석 조절하는 것이 비교적 까다로우며, 대부분의 식품이 많은 미네랄 성분을 포함하고 있어 시료를 농축하는 경우는 물리적, 화학적 간섭을 피하기 어렵다. 반면, ICP-MS의 경우에는 높은 희석 비율을 적용하더라도 낮은 정량한계를 확보할 수 있기 때문에 ICP-AES 측정시의 한계점을 극복할 수 있다.

또한, '식품 중 중금속 시험법 지침서'¹⁾에 따르면 영아용 조제유 등 일부 가공식품에서 납(Pb)의 허용 농도가 0.01 mg/kg 이하로 매우 낮아, 극미량 분석이 가능한 ICP-MS 분석이 필요한 것으로 언급하고 있다.

이에 본 Application News에서는 허용농도가 낮은 식품 시료에 대해 ICP-MS 분석 가능성을 확인하고자 한다.

■ 대상 시료 선정

낮은 허용 기준으로 관리가 필요한 식품시료 3종(우유류, 성장기용 조제식, 과채음료)을 선정하였으며, 허용기준은 아래 <표 1>과 같다.

표 1. 대상시료의 허용 기준치(식품의 기준 및 규격)²⁾

시료	허용 농도 (mg/kg)		
	납	카드뮴	비소
A. 우유	≤ 0.02		
B. 분유	≤ 0.01		≤ 0.1
C. 과일음료	≤ 0.05	≤ 0.1	

■ 시료 전처리

시료 0.5g에 질산(HNO₃) 7 mL, 과산화수소(H₂O₂) 0.5 mL를 분해 용기에 넣고 마이크로웨이브 시스템(ETHOS ONE, Milestone Srl.)을 이용하여 전처리 한 후, 정제수를 이용하여 최종 시료량이 25 mL가 되게 하였으며, 분해 조건은 아래 <표 2>와 같다

표 2. 마이크로웨이브시스템 분해 조건

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

■ 장비 및 분석 조건

ICP-MS 분석 시 영양성분으로 포함된 고농도 미네랄의 영향을 파악하기 위해 납(Pb), 카드뮴(Cd), 비소(As)와 함께 미네랄(Ca, K, Mg, Na) 함량시험도 실시하였다. 분석은 Internal Standard Method를 이용하였으며, Internal Standard로는 Bi(Bismuth)와 In(Indium)을 사용하였다. 또, 측정값에 대한 유효성 확인을 위해 회수율 테스트도 함께 진행하였으며, 분석 조건은 아래 <표 3>과 같다.

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



그림 1. ICPMS-2030

■ 분석 결과

규제 성분에 대한 분석 결과, 본 시험에 적용된 검출한계, 첨가 회수율 시험의 결과 및 검정곡선은 아래 <표 5>와 <그림 2>에 나타내었다. 검출한계 결과에서 보는 바와 같이 각각의 성분에 대해서 허용 농도 이하의 분석이 가능한 것을 확인할 수 있으며, 회수율도 적합한 수준이었다.

■ 결론

ICP-MS를 이용하여 중금속 허용 기준이 낮은 식품인 우유, 성장기 조제식(분유) 및 과일음료에 대해 시험하였다.

본 시험을 통해 <표 4>에서 보는 바와 같이 칼슘, 나트륨 등의 중금속 성분들이 미네랄 함량의 차이에 큰 영향을 받지 않고 식품 중 미량의 중금속 원소 분석이 가능한 것을 확인할 수 있었다. 또, 식품 중에 포함되어 있는 식염(NaCl)의 염소이온(Cl)과 ICP-MS에 공급되는 가스인 아르곤(Ar)이 결합하여 생성하는 $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$ 이온은 비소(As) 분석 시 질량간섭을 일으킬 수 있는 것으로 알려져 있지만, 이러한 영향도 Collision cell gas(He)을 이용하여 간섭을 제거하고 분석할 수 있음을 확인할 수 있었다.

표 4. 시료 중 미네랄(Ca, K, Mg, Na)의 함량

시료	결과 (mg/kg)			
	칼슘(Ca)	칼륨(K)	마그네슘(Mg)	나트륨(Na)
A. 우유	1247	1485	115	359
B. 분유	1025	1551	104	398
C. 과일음료	40	582	42	10

표 5. 분석 결과

시료명	허용농도 (μg/kg)	분석결과 (μg/kg)	방법 검출한계 (μg/kg)	첨가 회수율 (%)		
				Low (1 μg/kg)	Mid (20 μg/kg)	High (40 μg/kg)
납 (^{208}Pb)	A. 우유	≤ 20	0.63	102	100	101
	B. 분유	≤ 10	1.30	105	101	102
	C. 과일음료	≤ 50	0.60	109	102	101
카드뮴 (^{111}Cd)	A. 우유	-	ND*	85	101	100
	B. 분유	-	ND	101	103	102
	C. 과일음료	≤ 100	ND	83	101	99
비소 (^{75}As)	A. 우유	-	ND	104	106	106
	B. 분유	≤ 100	1.22	110	111	108
	C. 과일음료	-	ND	111	102	102

* ND: 방법 검출 한계 미만

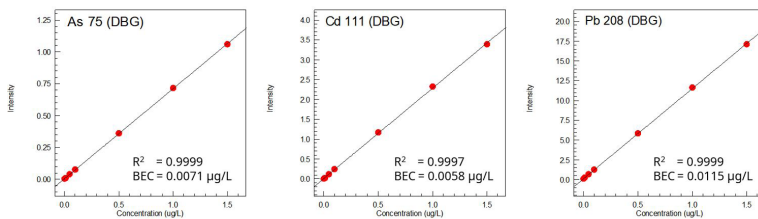


그림 2. Calibration curve

■ 참고 문헌

- 1) 식품의약품안전처 고시 제2019-89호, 식품의 기준 및 규격 (2019, 10, 14)
- 2) 식품 중 중금속 시험법 지침서 (2019년 6월, 발간등록번호 11-1471057-000407-01)