

# Application News

No. SSK-AAS-2501

Atomic Absorption Spectrometer, AA-7800

## AA-7800/GFA-7800을 이용한 스테아르산마그네슘 내 Pb, Cd, Ni 분석

Analysis of Pb, Cd, Ni in Magnesium Stearate Using AA-7800/GFA-7800

Yeeun Han

### 사용자 활용 포인트

- ◆ 스테아르산마그네슘 내 Pb, Cd, Ni을 정확히 분석 할 수 있다
- ◆ 스테아르산마그네슘의 분석에 적합한 Matrix modifier와 흑연로 온도조건을 확인 할 수 있다

### ■ 서론

스테아르산마그네슘은 스테아르산 및 팔미트산의 마그네슘 염 혼합물로서 식품의 점착성 및 점도를 증가시키고, 유효안정성을 증진하여 식품의 물성 및 촉감을 향상시키기 위한 식품첨가물로 이용되고 있다. 특히 정제를 매끄럽고 윤기나게 하는 역할을 하여 의약품 및 건강보조제의 부형제로 널리 사용 되고 있는 첨가제이다.

미국약전 (United States Pharmacopeia, 이하 USP)에서는 스테아르산마그네슘 내 중금속 (Pb, Cd, Ni) 관리를 위해 흑연로 원자흡수분광기 (Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometer, 이하 GFAAS)를 이용한 시험방법 대해 제시하고 있다. 대한민국 약전 (이하 KP)에서도 해당 재료에 대해 GFAAS를 이용해 시험하도록 하고 있으나, 세부적인 절차에서 USP와 다소 차이가 있다.<sup>[1],[2]</sup>

이에 본 어플리케이션 뉴스에서는 그림 1의 AA-7800 Dual (Shimadzu社)을 이용하여 스테아르산마그네슘 내 Pb, Cd, Ni 함량을 측정하기 위한 분석 조건을 제시하고자 한다. USP와 KP를 함께 참조하여 효과적인 시료 전처리 방법, 지속적인 측정에 적합한 매트릭스 조정용액(Matrix modifier)과 흑연튜브의 종류를 결정하였고, 이 때 사용된 온도 조건도 함께 수록하였다. 결정된 시험 방법과 세부 조건에 따른 결과의 정확성과 정밀성은 첨가 회수를 시험을 통해 확인하였다.



그림 1. AA-7800 Dual (Flame/GFA 자동전환)

### ■ 대상 시료 및 시약

- 대상시료  
시판 중인 스테아르산마그네슘 1종을 대상으로 하였다.

### ● 표준물질 및 시약

검정곡선 작성을 위한 표준물질은 Pb, Cd, Ni 각각의 단일 표준용액 (1000 mg/L, SPEX社)을 사용하였고, 전처리를 비롯한 시험용액의 준비 과정에 질산 (65 % w/w, EP-S, 케미탐社)을 시약으로서 사용하였다.

### ● 매트릭스 조정용액

USP와 KP에서 제시하는 인산이수소암모늄을 대신하여 질산팔라듐 [Palladium nitrate, Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]를 사용하였다. 변경 사유에 대해서는 기기 구성과 분석 조건 절에 기술하였다.

### ■ 시료 전처리

표 1은 현재 USP와 KP에 서술된 시험규격을 비교한 것이다. USP에서는 시료 전처리에 Oxygen bomb을 사용하도록 하고 있으나, 해당 전처리 장비가 국내에서는 일반적으로 사용되고 있지 않다. 목적 원소의 손실 없이 짧은 시간 내에 유기물을 분해하는 것이 이 절차의 목적이기 때문에, 본 시험에서는 최근 KP에서 제시한 Microwave법을 적용하였다.

표 1. 스테아르산마그네슘 분석법 비교

항목	미국약전 (USP)	대한약전 (KP)
시료 전처리	Oxygen bomb 사용	Microwave 사용
시료량	0.1 g	0.1 g
유기물 분해 시약	질산 2.5 mL	질산 2.5 mL
Matrix modifier	인산이수소암모늄 200 mg/mL + 질산마그네슘 1 mg/mL (제조사 추천 시약 권장)	인산이수소암모늄 200 mg/mL + 질산마그네슘 1 mg/mL
시험용액	표준물첨가법	표준물첨가법
GFA 승온조건	제조사 추천 조건 권장	예시 (제조사 추천 조건 가능) <sup>1)</sup>
흑연튜브	Platform type	Platform type

1) 대한민국약전 개정(안) (2025.01)에 따라 조건 변경이 가능하도록 개정이 예상된다.<sup>[3]</sup>

전처리 과정은 그림 2과 같이 시료 0.1 g을 분해 용기에 넣고, 질산 2.5 mL를 첨가하여 마이크로웨이브 시스템을 이용하여 분해하였다. 이를 상온까지 식힌 후에 정제수를 첨가해 최종 10 mL로 하여 Pb, Ni 분석용 시료 원액으로 하였다. 또한, Cd 분석용 시료 원액은 추가로 질산(1 → 4)를 이용하여 10배 희석하여 준비하였다.

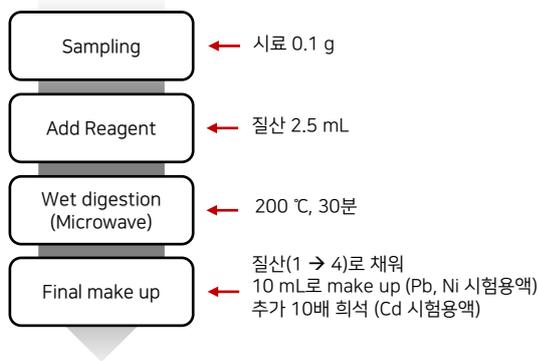


그림 2. 시료 전처리 과정

### 표준물첨가법 분석용 표준용액 및 시료 준비

원소별 표준원액은 질산(1 → 4)로 희석하여 표 2에 작성된 농도로 준비하였다, 각 원소별로 표준원액과 앞서 준비한 시료 원액을 혼합하여 표준물첨가법 분석을 위한 단계별 시험 용액을 조제하였다. 준비된 최종 시험 용액 내 표준물질의 농도는 Pb (0, 25, 50) µg/L, Cd (0, 0.75, 1.50) µg/L, Ni (0, 12.5, 25.0) µg/L 이다.

표 2. 표준물첨가법 분석을 위한 시험 용액

용액	부피 (mL)			
	Blank	MSA_0	MSA_1	MSA_2
시료 원액	-	1	1	1
Pb : 0.100 µg/mL				
표준원액 Cd : 0.003 µg/mL	-	0	0.5	1
Ni : 0.050 µg/mL				
Blank : 질산 (1 → 4)	2	1	0.5	0
총 부피		2		

### 기기 구성과 분석 조건

시료의 분석은 표 3의 GFAAS 분석에 따라 수행하였고, 이때, 흑연로의 세부 온도 조건은 표 4와 같이 적용하였다. 본격적인 시료의 분석에 앞서 다음의 두 가지 조건에 대한 고려가 선행되었다.

#### ● 매트릭스 조정용액의 변경

GFAAS에서 매트릭스 조정용액은 목적 원소의 원자화 효율을 높이거나, 간섭 물질을 제거하거나, 회화 과정에서 목적 원소의 손실을 방지하는 등의 목적으로 첨가된다. 시료의 매트릭스와 목적에 따라 인산이수소암모늄, 질산마그네슘, 질산니켈, 질산팔라듐 등 여러 종류의 시약이 사용된다. GFAAS는 극미량 성분의 분석에 주로 활용되기 때문에, 이러한 시약들은 고순도의 제품을 사용하는 것이 바탕 신호를 낮추고, 부산물의 생성을 줄여 효과적으로 작용하는 데에 도움이 된다. 보통 GFAAS 전용으로 시판되는 고순도 매트릭스 조정용액이나, 표준물질을 활용하는 것이 권장된다.

스테아르산마그네슘 내 Pb, Cd, Ni 분석 시에는 목적 원소의 손실을 방지하고, 감도를 높이하고자 하는 목적으로 사용되고 있기 때문에, 본 시험에서는 제시된 매트릭스 조정용액 대신 회화 과정에서 Pb, Cd 등의 손실을 방지하는 질산팔라듐 용액 만을 사용하였다.

표 3. GFAAS 기기 분석 조건

항목	Pb	Cd	Ni	
Wavelength (nm)	283.3	228.8	232.0	
Lamp current (mA)	10	8	12	
Slit width (nm)	0.7	0.7	0.2	
Background correction	Deuterium lamp			
Graphite tube	Pyrolytic coating graphite tube/ Platform type graphite tube			
Injection volume (µL)	Sample	5	10	10
	Matrix modifier [Pd(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> conc.]	5 (50 mg/L)	5 (50 mg/L)	10 (100 mg/L)

표 4. 흑연로 승온 조건

항목	Pb	Cd	Ni
건조 1단계 온도 (°C)	120	120	120
↳ 승온 - 유지 시간 (s)	20 - 0	20 - 0	20 - 0
건조 2단계 온도 (°C)	250	250	250
↳ 승온 - 유지 시간 (s)	10 - 0	10 - 0	10 - 0
회화 단계 온도 (°C)	700	500	800
↳ 승온 - 유지 시간 (s)	10 - 13	10 - 13	10 - 13
원자화 단계 온도 (°C)	2000	2000	2500
↳ 승온 - 유지 시간 (s)	0 - 3	0 - 3	0 - 3

#### ● 흑연 튜브의 선택

고농도 매질 시료의 경우 통상의 Pyrolytic coating 흑연 튜브에서 원자화 온도로 튜브가 가열될 때 내벽에서 원자화 된 원소들이 상대적으로 온도가 낮은 튜브 중앙에서 재결합하여 간섭을 일으키는 문제가 생길 수 있다. 이러한 경우 Platform type의 흑연 튜브가 권장되는데, 이는 그림 3와 같이 흑연 튜브 중앙에 시료가 모일 수 있도록 Platform을 두고, 튜브 중앙까지 충분히 가열되었을 때 원자화가 일어나도록 하는 구조로 되어 있다.

스테아르산마그네슘 시험용액도 고농도의 마그네슘을 포함하고 있기 때문에 USP 및 KP 시험규격에서는 Platform type 흑연 튜브를 사용하도록 하고 있지만, 반복된 분석에 따른 누적 부산물의 증가로 튜브 내 청소나 교체가 잦아질 수 있어서 고가의 Platform type을 이용하는 것이 부담이 될 수 있다. 때문에, 본 시험에서는 두 가지 타입의 흑연 튜브를 이용해 적용 가능성을 확인하였다.

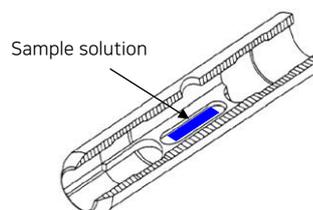


그림3. Platform type graphite tube

### 대상 시료 및 첨가 회수를 시험결과

준비된 조건에 따라 측정하여 표준물첨가법으로 작성된 표준 검정곡선과 Peak profile을 그림 4에 나타내었다. 검정곡선은 모두 상관계수(r) 0.999 이상의 직선성을 보였으며, 시험용액 매질에 의한 바탕선 흡수가 균일하고, Peak의 형태도 양호함을 확인할 수 있다.

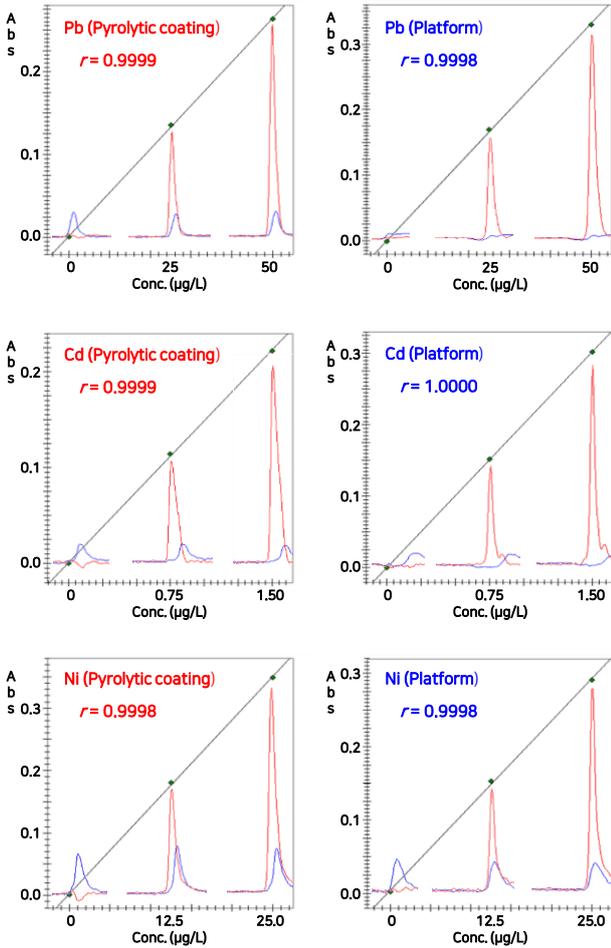


그림4. 스테아르산마그네슘 표준물 첨가법 검증곡선과 Peak profile (적색 Peak: 목적원소 흡수, 파란색 Peak: 방향선 흡수)

대상 시료와 첨가 회수를 시험결과와 표 5에 함께 정리하였다. 대상 시료는 Pb, Cd, Ni 모두 검출한계 부근으로 미량 검출되거나 검출되지 않으면서 기준치 이내의 값을 보였다.

정확성과 정밀성을 확인하기 위해 함께 진행된 첨가 회수율 시험은 원소별로 저농도, 중간농도, 고농도 표준용액을 첨가하여 각각 3회씩 대상 시료와 동일한 과정으로 시험하였다. 정확성은 Pyrolytic coating tube에서 (101 ± 2.1) %, Platform tube에서 (97 ± 4.6) %로, 정밀성은 Pyrolytic coating tube에서 (1.6 ± 1.1) %, Platform tube에서 (1.5 ± 1.3) %로 확인되어, 두 종류의 흑연튜브 모두 본 시험 진행에 적합한 조건이 될 수 있음을 확인하였다.

### ■ 결론

본 어플리케이션 뉴스에서는 AA-7800 Dual을 이용하여 USP 및 KP시험 규격을 참조하여 스테아르산마그네슘 중 Pb, Cd, Ni 시험을 진행하였다. 시료의 유기물 분해를 위해 Microwave를, 매트릭스 조정용액으로서 질산팔라듐을 사용하였고, 각 원소에 적합한 GFAAS의 온도 조건하에서 시험하였다. 이 때 시험규격에서 제시하는 Platform type tube와 함께 Pyrolytic coating tube도 비교 시험해 본 결과, 진행된 모든 조건에서 유효한 정확성과 정밀성이 확인되었다.

이에 따라, AA-7800 Dual을 이용해 스테아르산마그네슘 중 Pb, Cd, Ni 분석을 정확하고 정밀하게 수행할 수 있음을 알 수 있다.

### ■ 참고문헌

- [1] USP-NF, Monograph, Magnesium Stearate, 2024.06.13
- [2] 대한민국약전 의약품각조 제2부, 스테아르산마그네슘, 식품의약품안전처 고시 제2023-75호, 2023.12.13
- [3] 대한민국약전 일부개정고시(안) 행정예고, 식품의약품안전처 공고 제2025-9호, 2025.01.07

표 5. 대상 시료의 정량 분석 및 첨가 회수율 시험 결과 (n = 3)

원소	기준 (ppm)	튜브 타입	검출 한계 <sup>1)</sup> (µg/L)	미첨가 시료 (µg/L)	저농도 첨가			중간농도 첨가			고농도 첨가			대상 시료 분석 결과 <sup>3)</sup> (ppm)			
					첨가 농도 (µg/L)	측정 결과 (µg/L)	%RSD	회수율 <sup>2)</sup> (%)	첨가 농도 (µg/L)	측정 결과 (µg/L)	%RSD	회수율 (%)	첨가 농도 (µg/L)		측정 결과 (µg/L)	%RSD	회수율 (%)
Pb	10	Pyrolytic	0.459	불검출 <sup>4)</sup>	5	5.09	2.9	102	20	20.2	0.5	103	40	40.1	0.9	101	불검출
		Platform	0.460	불검출		4.90	3.0	98		18.6	2.0	93		35.1	0.2	88	
Cd	3	Pyrolytic	0.018	불검출	0.15	0.15	3.8	99	0.75	0.76	1.6	101	1.125	1.09	0.8	97	불검출
		Platform	0.017	불검출		0.14	3.8	94		0.74	0.7	99		1.10	0.9	98	
Ni	5	Pyrolytic	0.185	0.2155	5	5.43	1.1	104	10	10.4	1.2	102	15	15.4	1.4	101	0.043
		Platform	0.325	0.3835		5.45	2.0	101		10.6	1.0	103		15.5	0.2	100	

1) 검출한계 (µg/L) = 3.3 × (Blank 반복 측정 흡광도의 표준편차) / (검정곡선의 기울기)  
 2) 회수율 (%) = (첨가 시료 측정 결과 - 미첨가 시료) / 첨가 농도 × 100  
 3) 대상 시료 분석 결과 (ppm) = [미첨가 시료 (µg/L) × 시험용액 부피 (mL) × 희석배수] / [시료량 (g) × 1000]  
 \* 희석배수: Pb, Ni은 2배, Cd은 20배  
 4) 불검출: 검출한계 미만



Shimadzu Corporation  
www.shimadzu.com/an/

Shimadzu Scientific Korea  
www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures.

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. See <http://www.shimadzu.com/about/trademarks/index.html> for details.  
 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.

SSK-AAS-2501