

일상적인 식품 분석에서 MS/MS 작동과 Agilent 8900 ICP-QQQ를 결합하는 장점

응용 자료
식품 안전

저자

Kazuhiro Sakai,
Agilent Technologies, Japan



서론

식품 안전 문제에 대한 인식과 우려의 증가는 식품 내 독성 원소와 화합물에 대한 규제의 강화에 반영됩니다. As, Hg, Cd, Pb 등과 같은 많은 독성 원소는 식품 안전을 보장하기 위해 일상적으로 모니터링되며, 동시에 Se, Na, Mg, K, Ca 등과 같은 인류 건강에 유익하거나 필수적인 미네랄도 측정됩니다.

빠른 속도, 높은 처리량, 다원소 기술, 넓은 측정 범위 및 높은 감도를 갖춘 ICP-MS는 일상적인 식품 분석에 점점 더 많이 쓰이고 있습니다. 애질런트의 HMI/UHMI(High Matrix Information) 기술을 이용한 매트릭스 내성의 최신 개선 사항은 식품 매트릭스가 다양하고 복잡할

수 있기 때문에 응용에게 추가 혜택을 제공합니다. UHMI 기술은 플라즈마의 시료 매트릭스 부하를 줄이기 위해 에어로졸 희석을 사용하여, 여러 % 수준까지의 총 용존 고형물(TDS) 매트릭스에 대한 일상 분석이 가능하게 합니다. 이는 기존 ICP-MS 분석에 적용된 시료의 0.2%(2000ppm) 한계보다 훨씬 높습니다.

헬륨(He) 충돌 모드에서 다원자 이온을 감쇠하기 위해 운동 에너지 판별(KED)을 이용하는 충돌/반응 셀(CRC)의 발전에 따라, quadrupole ICP-MS에서의 다원자 이온 간섭 제어도 크게 개선되었습니다. 애질런트의 octopole 기반 CRC인 ORS⁴는 일반적으로 한 세트의 셀 조건에서 폭넓은 매트릭스 기반 다원자 이온 간섭을 억제하는 데에 사용됩니다[1]. 따라서, 이제 기존 quadrupole ICP-MS(ICP-QMS)를 사용하여 규제된 수준에서 다양한 시료 매트릭스의 모든 필요한 원소에 대해 신뢰할 수 있고 정확하게 정량 가능합니다.

그러나 일부 식품 분석 응용은 특정 원소에 대해 더 높은 감도를 요구하나, 일부 복잡한 시료 매트릭스는 스펙트럼 간섭을 일으킬 수 있기에, 이는 ICP-QMS에 대해서 어려운 과제로 남아 있습니다. 예를 들어 일부 희토류 원소(REE)의 2가 전하 이온은 주요 분석물질과 동일한 질량으로 나타나 일부 시료 유형에서 비소(As)와 셀레늄(Se)의 정확한 저농도 측정을 방해할 수 있습니다[2, 3].

ICP-QQQ를 이용한 간섭 제거 개선

Agilent 8900 QQQ ICP-MS(ICP-QQQ)는 octopole 기반 ORS⁴ 충돌 반응 셀의 임의 측에 위치한 두 개 스캔 quadrupole 질량 분석기로 구성된 고유한 탠덤 MS 구성을 가지고 있습니다. 그 결과 8900 ICP-QQQ는 MS/MS 모드와 결합하여 반응성 셀 가스 및 이온/분자 반응 화학을 활용함으로써 까다로운 스펙트럼 간섭 문제를 해결할 수 있습니다[4]. MS/MS 모드에서의 반응 화학에 의해 제공된 우수한 간섭 제거는 이전 세대의 Agilent 8800 ICP-QQQ가 반도체 장치와 고순도 화학/재료 제조, 생명 과학, 지구과학, 방사성 핵종 및 기타 많은 분야의 산업과 연구소에서 널리 적용되게 합니다[5-8]. MS/MS 모드는 또한 식품 시료, 토양, 폐수 및 지하수 분석과 같은 일상적인 응용에서 문제 되는 간섭을 받는 특정 원소의 분석에 매우 유용합니다. Agilent 8900 ICP-QQQ의 매트릭스

내성 및 견고성은 애질런트의 시장을 선도하는 SQ ICP-MS 시스템과 비슷하기 때문에, 8900 ICP-QQQ를 이용하여 이러한 고 매트릭스 시료를 일상적으로 분석할 수 있습니다.

As 및 Se 분석과 관련된 문제 해결

비소는 잘 알려진 독성 원소이고, Se는 필수 원소지만 과량으로 인해 독성을 가질 수 있습니다. 때문에 많은 국가에서는 식품, 동물 사료, 먹는 물, 지표수 및 토양 내의 As와 Se의 허용 농도를 규제하고 있습니다. 그러나 As와 Se는 $ArCl^+$, $CaCl^+$, $ArAr^+$, S_2O^+ , SO_3^+ , GeH^+ 및 BrH^+ 를 포함한 다원자 이온에 의한 스펙트럼 간섭을 받을 수 있습니다. 이러한 간섭은 헬륨(He) 셀 모드에서 작동하는 ICP-QMS를 사용하여 줄일 수 있으며, 일반 규제 요건을 충족시키는 데 필요한 농도 수준에서 A와 Se를 정확하고 정밀하게 측정할 수 있습니다.

그러나 He 모드는 2가 전하 이온 중첩에는 효과적이지 않습니다. Lanthanides 또는 희토류 원소(REE)는 As와 Se와 중첩되는 2가 전하 이온(REE^{2+})을 형성할 수 있습니다. 이러한 2가 전하 중첩은 O_2 로 반응 셀 가스를 이용하는 Mass-Shift 모드를 통해 방지될 수 있습니다. 이 모드에서 분석물질은 $^{75}As^{16}O^+$ 및 $^{78}Se^{16}O^+$ 반응 생성 이온으로 측정되고, 각각 m/z 91과 94로 mass-shift되며, 초기 REE^{2+} 의 중첩에 영향을 받지 않습니다. 이 반응 화학은 ICP-QMS의 CRC에서 사용될 수 있지만, 플라즈마의 이온은 새로 형성된 생성 이온(예: $^{75}As^{16}O^+$ 의 $^{91}Zr^+$, $^{78}Se^{16}O^+$ 의 $^{94}Mo^+$)과 겹칠 수 있습니다. 제어되고 일관된 반응 화학을 보장하기 위해 ICP-QQQ의 MS/MS 모드가 필요한데, 여기서 첫 번째 quadrupole(Q1)은 적절한 As^+ 또는 Se^+ 전구 이온 질량으로 설정된 질량 필터로 작동됩니다. Q1은 기타 모든 질량을 거부하므로 기존 Zr^+ 및 Mo^+ 이온을 제거하고 그들이 새로운 분석물질 생성 이온과 겹치지 않도록 방지합니다.

일반적으로, 음식과 다른 천연 시료의 REE 함량이 낮지만, REE가 풍부한 토양에서 자라는 농작물은 이러한 원소를 고농도로 흡수할 수 있습니다. O_2 반응 셀 가스를 이용한 MS/MS 모드를 사용하면 예기치 않게 높은 수준의 REE가 발생한 경우, As와 Se에 대해 잘못된 결과를 보고하는 잠재적인 위험을 방지할 수 있습니다.

본 연구에서는 Agilent 8900 ICP-QQQ를 일상적인 도구로 사용하여 식품 시료 분해물 내의 As 및 Se를 포함한 30종 원소의 분석을 평가하였습니다.

실험

인증 표준물질(CRM)

본 연구에서는 National Institute of Standards and Technology(NIST) 및 High-Purity Standards Inc. (Charleston, SC, USA)에서 구입한 5가지 식품 CRM을 분석하였습니다. 사용된 CRM은 NIST 1567b 밀가루, NIST 1568b 쌀가루, NIST 1515 사과 잎, NIST 1573a 토마토 잎 및 고순도 표준 혼합 식품 용액입니다.

시료 전처리

Hg를 포함한 몇 가지 휘발성 원소를 측정해야 하기 때문에, Milestone ETHOS 1 고급 마이크로웨이브 분해 시스템을 사용하여 밀폐형 마이크로웨이브 전처리법(closed-vessel microwave digestion)으로 식품 CRM을 분해하였습니다. 약 1.0g의 각 가루 CRM(NIST 1567b, NIST 1568b) 시료 중량 및 0.5g의 기타 시료 유형(NIST 1515, NIST 1573a)의 시료 중량을 밀폐형 마이크로웨이브 용기에 정확히 칭량하였습니다. 마이크로웨이브 용기에 HNO₃ 6mL와 HCl(전자(EL) 등급의 산, Kanto Chemicals) 1mL를 첨가하였습니다. 실온에서 15분간 유지한 후, 표 1에 나와 있는 가열 프로그램을 사용하여 마이크로웨이브 가열을 수행하였습니다. 모든 CRM은 완전히 용해되어 초순수로 최종 부피가 100mL까지 희석된 맑은 용액(Merck, Darmstadt, Germany)을 생성하였습니다.

표 1. 4가지 CRM 식품 시료를 위한 마이크로웨이브 분해 가열 프로그램

출력(W)	온도(°C)	승은(분)	유지 시간(분)
500	70	2	3
1000	140	5	5
1000	200	5	15
배기			30

정확한 메커니즘을 잘 알고 있지 못하지만, 시료 용액에 존재하는 탄소가 특히 As, Se 및 P와 같은 일부 원소의 ICP-MS 신호를 강화할 수 있다는 것은 알려진 사실입니다[9, 10]. 이 작업에서 사용된 높은 분해 온도(200°C)의 조건에서 탄소 매트릭스는 분해 동안에 효과적으로 분해되었습니다. 모든 시료와 표준물질에 과량의 탄소가 존재하도록 보장함으로써, 내부 표준 용액에 2% butan-1-ol을 온라인으로 추가하여 시료 내 잔류 탄소의 영향을 완화했습니다.

기기

Glass concentric nebulizer, 석영 스프레이 챔버 및 Ni 인터페이스 콘으로 구성된 표준 시료 도입 시스템을 갖춘 Agilent 8900 ICP-QQQ(표준 구성)을 사용하였습니다. UHMI 기술은 8900 ICP-QQQ 표준 구성에 포함되어 있어, 최대 25% NaCl 용액 매트릭스를 분석할 수 있습니다[11]. MassHunter 소프트웨어의 "Preset Plasma" 기능을 사용하여 시료 유형 및 예상 매트릭스 수준에 따라 플라즈마 조건을 선택하였습니다.

수집 조건

식품 시료의 다원소 분석에서는 최적의 셀 가스 모드에서 모든 원소를 수집할 수 있도록 multi-tune 분석법을 사용했습니다. Multi-tune은 각 분석 원소에 대해 최적의 튜닝 및 셀 조건을 이용하여 시료를 자동으로 분석할 수 있습니다. He 모드는 O₂ 셀 가스를 이용하여 mass-shift 모드에서 측정된 P, S, As 및 Se를 제외한 모든 원소에 사용되었습니다. 이 분석법은 O₂ 셀 가스 모드를 포함하도록 수정된 식품 시료에 대한 적절한 사전 설정 분석법에 기반하였습니다. 사전 설정 플라즈마 조건 "UHMI-4"가 선택되었으며, 여기서 숫자 4는 근사 에어로졸 희석 인자를 나타냅니다. UHMI 설정은 RF 출력, 샘플링 깊이, 운반 가스 유속 및 희석 가스 유속을 사전 정의 및 검증된 파라미터를 자동으로 적용하여, 표적 시료 유형을 위해 정확하고 재현성 있는 플라즈마 조건을 제공합니다. 렌즈 전압은 최대 감도를 위해 자동 튜닝되었습니다. 표 2는 기기 작동 파라미터의 요약입니다.

표 2. Agilent 8900 ICP-QQQ 작동 조건

파라미터	설정	
셀 모드	He 모드	O ₂ 모드
스캔 유형	Single Quad	MS/MS
플라즈마 조건	UHMI-4	
RF 출력(W)	1600	
샘플링 깊이(mm)	10	
운반 가스 유속(L/분)	0.77	
희석 가스 유속(L/분)	0.15	
Extract 1(V)	0	
Extract 2(V)	-250	
오메가 편차(V)	-140	
오메가 렌즈(V)	8.8	
셀 가스 유속(mL/분)	5.5	0.3(풀 스케일의 20%)
KED(V)	5	-7

음영 파라미터는 사전 설정된 플라즈마 조건 UHMI-4를 선택하여 사전 정의되었습니다.

검량 표준물질 및 내부 표준물질

검량 표준물질은 애질런트 다원소 환경 검량 표준물질 (p/n 5183-4688)로 제조되었으며, 그중 Fe, K, Ca, Na, Mg는 각각 1000ppm이고, Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Th, Tl, Vn, Zn는 각각 10ppm입니다. B, Rb, Sr, Sn 및 Hg의 표준물질은 Kanto Chemicals(Tokyo, Japan)의 1000ppm 원자 흡수 등급의 단일 원소 표준물질을 이용해 제조되었습니다. S와 P는 10,000ppm의 Spex 단일 원소 표준물질(SPEX CertiPrep, NJ, USA)을 이용해 제조되었습니다. 내부 표준물질(ISTD) 용액은 6-Li, Sc, Ge, Rh, In, Tb, Lu, Bi를 포함하는 ICP-MS 시스템용 애질런트 내부 표준 원액(p/n 5188-6525)을 이용해 제조되었습니다. Ir는 Kanto Chemicals에서 구입한 원자 흡수 등급의 단일 원소 표준물질로부터 추가하였습니다. ISTD는 표준 온라인 ISTD 키트를 사용하여 시료에 추가하였습니다.

검량 표준물질은 시료 용액의 산 함량과 일치하도록 6% HNO₃ 및 1% HCl로 제조되었습니다. ISTD는 1% HNO₃ 및 0.5% HCl로 제조되었습니다. 검량 범위: 주요 원소: 0-100ppm, 극미량 원소: 0-500ppb, B: 0-200ppb, Hg: 0-1ppb, Sn: 0-2ppb.

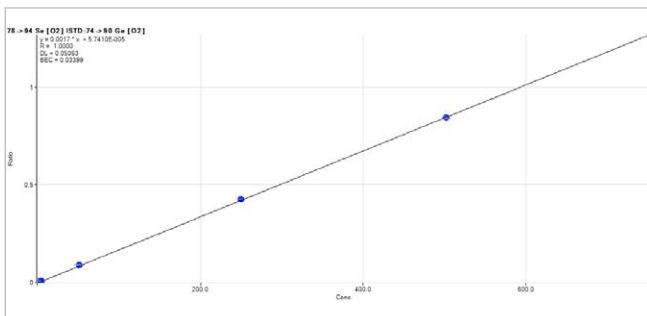
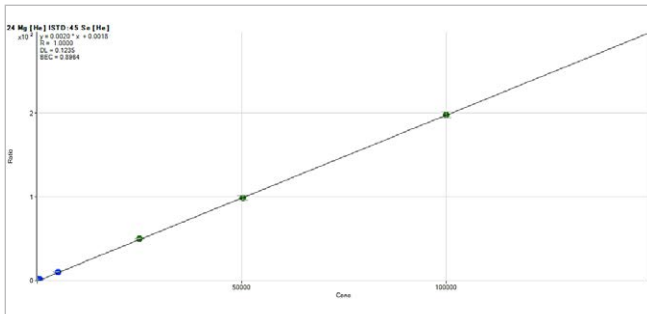


그림 1. 주요 원소(Mg) 및 극미량 원소(Se)에 대한 대표적인 검량선

검량 용액, 시료 및 QC 용액의 시퀀스

시퀀스에는 표적 분석물질의 일반적인 범위를 포함하는 초기 멀티 레벨 검량, 이어서 초기 검량 블랭크(ICB) 확인 용액 및 초기 검량 검증(ICV) 용액이 포함된 QC 블록으로 구성되었습니다. 검량 및 초기 QC 확인 후, 그림 2에 보여준 순서도에 따라 12개 시료 블록을 분석하였습니다. 각 블록은 2개의 준비 바탕과 10개의 시료로 구성되었습니다(밀가루, 쌀가루, 사과 잎, 토마토 잎, 혼합 식품 각 2개). 지속적인 검량 블랭크(CCB) 및 지속적인 검량 검증(CCV) 시료로 구성된 주기적 블록은 각 시료 블록 뒤에 자동으로 시퀀스에 삽입되었습니다.

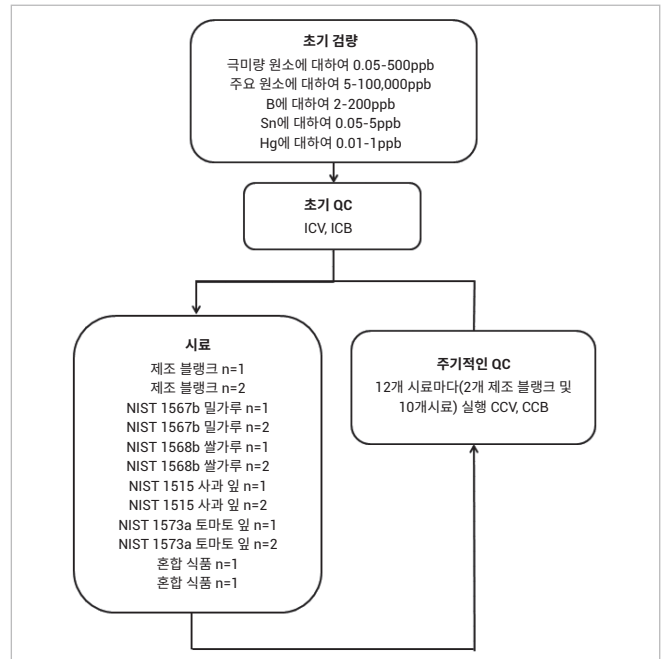


그림 2. 15시간의 단일 시퀀스로 분석한 검량 용액, 시료 및 QC 용액의 시퀀스. 시료 블록은 각 시료 블록 뒤에 주기적 QC 블록을 자동으로 삽입하여 지속적으로 이 과정을 반복 수행하였습니다.

약 15시간 동안, 검량 표준물질, QC 시료 및 식품 다이제스트 시료의 총 분석물질 수는 183 개이었습니다. 시료 간 분석 시간은 약 5분이었는데, 여기에는 0.3rps 연동 펌프 속도에서 10초의 프로브 행금과 60초의 시료 도입 시스템 행금이 포함되었습니다. 표 3은 이 분석법을 사용하여 얻은 검출 한계(DL)를 나타냅니다.

표 3. 분석법 검출 한계

원소	스캔 모드	Q1	Q2	DL (ppb)	원소	스캔 모드	Q1	Q2	DL (ppb)
B	Single Quad		11	0.3653	Se	Single Quad		78	0.3158
Na	Single Quad		23	0.1945	Se	MS/MS	78	94	0.0506
Mg	Single Quad		24	0.1235	Rb	Single Quad		85	0.0115
Al	Single Quad		27	0.1847	Sr	Single Quad		88	0.0006
P	MS/MS	31	47	0.0919	Mo	Single Quad		95	0.0090
S	MS/MS	32	48	0.4367	Ag	Single Quad		107	0.0063
K	Single Quad		39	7.0656	Cd	Single Quad		111	0.0018
Ca	Single Quad		44	8.7579	Sn	Single Quad		118	0.0074
V	Single Quad		51	0.0079	Sb	Single Quad		121	0.0026
Cr	Single Quad		52	0.0880	Ba	Single Quad		138	0.0008
Mn	Single Quad		55	0.0099	Hg	Single Quad		202	0.0005
Fe	Single Quad		56	0.1595	Tl	Single Quad		205	0.0104
Co	Single Quad		59	0.0009	Pb	Single Quad		208	0.0016
Ni	Single Quad		60	0.0484	Th	Single Quad		232	0.0018
Cu	Single Quad		63	0.0102	U	Single Quad		238	0.0009
Zn	Single Quad		66	0.0308					
As	Single Quad		75	0.0044					
As	MS/MS	75	91	0.0040					

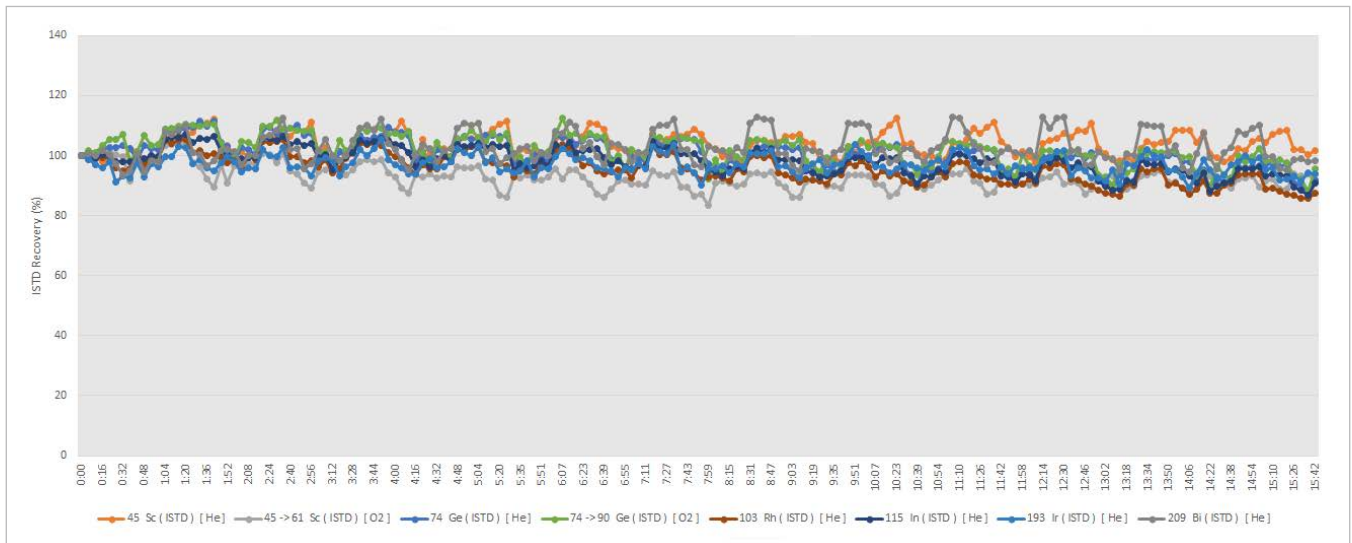


그림 3. 15시간 동안 분석된 183개 시료의 시퀀스에 대한 ISTD 신호 안정성

결과 및 토의

ISTD 및 CCV 안정성

그림 3은 15시간 동안 분석된 183개 시료의 시퀀스에 대한 ISTD 신호 안정성을 보여줍니다. 모든 시료에 대한 ISTD 회수율은 초기 검량 표준 값의 $\pm 20\%$ 이내였습니다. 이러한 ISTD 회수율 결과는 ICP-QMS를 사용하여 얻은 일반 결과와 비슷하며, 이는 8900 ICP-QQQ와의 동등한 견고성을 입증하였습니다.

검량 표준물질의 중간점을 CCV 용액으로 사용되었습니다. 그림 4에서 볼 수 있듯이, 15시간 분석 동안의 CCV 회수율은 모든 원소에 대해 $\pm 10\%$ 이내로 안정적이었고, 이는 8900 ICP-QQQ가 일상적인 식품 분석에 필요한 높은 매트릭스 내성을 가지고 있음을 다시 한번 입증하였습니다.

CRM 회수율 결과

5가지 식품 CRM을 미지 시료로 분석하여 이 분석법의 정확성을 평가하였습니다. 배치에서 각 CRM을 24회 측정하였습니다. 각 원소의 평균 농도 및 상대 표준편차(%RSD)를 계산하고 표 4 ~ 8에서 보여준 인증값과 비교하였습니다. 이상적인 측정 모드를 사용한 모든 원소의 결과는 인증 및 참조 값과 잘 일치했습니다. 시료가 예상치 않는 높은 수준의 REE를 포함할 수 있는 결과를 비교하기 위해, As와 Se의 HE 모드 및 O₂ mass-shift 모드의 결과를 모두 표시하였습니다. NIST 1515 사과 잎 CRM은 낮은 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 농도의 As와 Se(표 6) 및 높은 농도의 REE를 포함합니다. Nd, Sm, Gd의 참조(인증되지 않음) 값은 각각 17, 3, 3mg/kg입니다. 사과 잎과 토마토 잎의 경우, O₂ mass shift 모드를 사용하여 As와 Se에 대해 보다 정확한 회수율을 얻었으며, 이는 두 참조 재료에서 상대적으로 높은 REE 농도에 의해 발생할 수 있는 잠재적 오류를 증명합니다.

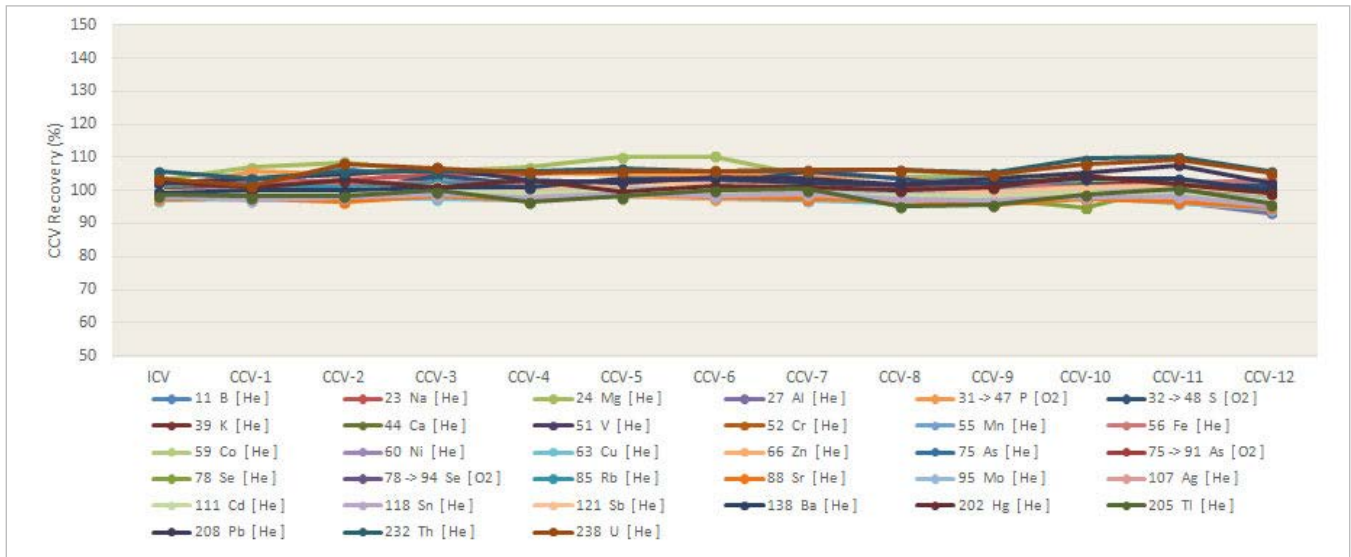


그림 4. 15시간 분석 동안 모든 원소에 대한 CCV 회수율

표 4. NIST 1567b 밀가루에 대한 결과, n = 24

원소	측정된 용액 농도 (µg/L)	RSD (%)	계산된 시료 농도 (mg/kg)			인증 농도 (mg/kg)			회수율 (%)
				±			±		
23 Na	65.2	2.3	6.50	±	0.15	6.71	±	0.21	97
24 Mg	3842	1.6	383	±	6	398	±	12	96
27 Al	39	2.8	3.9	±	0.1	4.4	±	1.2	88
31 -> 47 P	12936	2.0	1291	±	26	1333	±	36	97
32 -> 48 S	15496	2.2	1546	±	34	1645	±	25	94
39 K	12700	2.3	1267	±	29	1325	±	20	96
44 Ca	1871	1.8	186.7	±	3.4	191.4	±	3.3	98
51 V	0.10	8.1	0.010	±	0.001	0.01*			100
55 Mn	86	1.7	8.54	±	0.14	9.00	±	0.78	95
56 Fe	142	1.6	14.20	±	0.22	14.11	±	0.33	101
63 Cu	19	1.6	1.94	±	0.03	2.03	±	0.14	96
66 Zn	112	1.9	11.17	±	0.21	11.61	±	0.26	96
75 As	0.047	16.5	0.0046	±	0.001	0.0048	±	0.0003	97
75 -> 91 As	0.049	19.4	0.0049	±	0.001	0.0048	±	0.0003	101
78 Se	11.5	4.2	1.15	±	0.05	1.14	±	0.10	101
78 -> 94 Se	11.8	1.9	1.17	±	0.02	1.14	±	0.10	103
85 Rb	6.54	1.8	0.652	±	0.012	0.671	±	0.012	97
95 Mo	4.60	2.1	0.459	±	0.009	0.464	±	0.034	99
111 Cd	0.239	5.7	0.0238	±	0.0014	0.0254	±	0.0009	94
118 Sn	0.0355	12.8	0.0035	±	0.0005	0.003*			118
202 Hg	0.0066	11.3	0.0007	±	0.0001	0.0005*			131
208 Pb	0.0937	4.4	0.0094	±	0.0004	0.0104	±	0.0024	90

* 참조 값

표 5. NIST 1568b 쌀가루에 대한 결과, n = 24

원소	측정된 용액 농도 (µg/L)	RSD (%)	계산된 시료 농도 (mg/kg)			인증 농도 (mg/kg)			회수율 (%)
				±			±		
23 Na	65.6	3.2	6.54	±	0.28	6.74	±	0.19	97
24 Mg	5454	1.5	543	±	8	559	±	10	97
27 Al	40.3	3.3	4.01	±	0.13	4.21	±	0.34	95
31 -> 47 P	15162	2.8	1510	±	43	1530	±	40	99
32 -> 48 S	11369	2.5	1133	±	28	1200	±	10	94
39 K	12371	2.0	1233	±	24	1282	±	11	96
44 Ca	1158	2.1	115.3	±	2.5	118.4	±	3.1	97
51 V	182.3	1.0	18.2	±	0.2	19.2	±	1.8	95
55 Mn	75.4	1.0	7.51	±	0.08	7.42	±	0.44	101
56 Fe	0.173	1.7	0.0173	±	0.0003	0.0177	±	0.0005*	98
63 Cu	22.7	1.0	2.26	±	0.02	2.35	±	0.16	96
66 Zn	191.7	1.4	19.10	±	0.26	19.42	±	0.26	98
75 As	2.97	1.4	0.296	±	0.004	0.285	±	0.014	104
75 -> 91 As	3.01	1.7	0.300	±	0.005	0.285	±	0.014	105
78 Se	3.4	8.9	0.341	±	0.030	0.365	±	0.029	93

아래 페이지에 계속

78 -> 94 Se	3.5	3.8	0.352	±	0.013	0.365	±	0.029	96
85 Rb	61.1	1.1	6.088	±	0.069	6.198	±	0.026	98
95 Mo	13.96	1.2	1.391	±	0.017	1.451	±	0.048	96
111 Cd	0.201	4.9	0.0201	±	0.0010	0.0224	±	0.0013	90
118 Sn	0.060	7.4	0.0060	±	0.0004	0.005	±	0.001*	121
202 Hg	0.0529	2.1	0.0053	±	0.0001	0.0059	±	0.0004	89
208 Pb	0.068	3.0	0.0068	±	0.0002	0.008	±	0.003*	85

*참조 값

표 6. NIST 1515 사과 잎에 대한 결과, n = 24

원소	측정된 용액 농도 (µg/L)	RSD (%)	계산된 시료 농도 (mg/kg)			인증 농도 (mg/kg)			회수율 (%)
11 B	141	2.9	28	±	0.8	27	±	2	104
23 Na	196	1.6	39.1	±	0.6	24.4	±	1.2	160* ¹
24 Mg	14083	1.3	2812	±	36	2710	±	80	104
27 Al	1458	1.6	291	±	5	286	±	9	102
31 -> 47 P	8088	2.2	1615	±	35	1590*			102
32 -> 48 S	9211	1.4	1839	±	26	1800*			102
39 K	80429	2.2	16057	±	361	16100	±	200	100
44 Ca	74060	1.2	14786	±	172	15260	±	1500	97
51 V	1.20	2.8	0.24	±	0.01	0.26	±	0.03	92
52 Cr	1.3	1.4	0.25	±	0.00	0.3*			85
55 Mn	265	1.0	53	±	1	54	±	3	98
56 Fe	379	0.8	76	±	1	80*			95
59 Co	0.44	1.5	0.088	±	0.001	0.09*			98
60 Ni	4.4	1.7	0.88	±	0.02	0.91	±	0.12	97
63 Cu	28.2	1.0	5.62	±	0.06	5.64	±	0.24	100
66 Zn	60.3	0.9	12.0	±	0.1	12.5	±	0.3	96
75 As	2.0	1.2	0.395	±	0.005	0.038	±	0.007	1040
75 -> 91 As	0.2	3.7	0.036	±	0.001	0.038	±	0.007	94
78 Se	13.43	5.8	2.7	±	0.2	0.050	±	0.009	5364
78 -> 94 Se	0.271	13.8	0.054	±	0.008	0.050	±	0.009	108
85 Rb	46.3	0.9	9.2	±	0.1	9*			103
88 Sr	123.0	1.0	25	±	0	25	±	2	98
95 Mo	0.44	5.3	0.088	±	0.005	0.094	±	0.013	94
111 Cd	0.06	7.0	0.013	±	0.001	0.014*			91
121 Sb	0.06	4.6	0.011	±	0.001	0.013*			85
138 Ba	245	1.9	49	±	1	49	±	2	100
202 Hg	0.21	2.0	0.041	±	0.001	0.044	±	0.004	93
208 Pb	2.3	1.3	0.452	±	0.006	0.470	±	0.024	96
232 Th	0.14	2.2	0.028	±	0.001	0.03*			93
238 U	0.034	3.7	0.0068	±	0.0003	0.006*			113

*참조 값

As와 Se의 음영 값은 He 셀 가스로 single quad 모드에서 얻었습니다. O₂ mass shift와 MS/MS 모드를 사용하여 얻은 정확한 결과는 아래와 같습니다.

¹측정된 Na 결과는 참조 값보다 높았으며, 동일한 용액에 대한 반복 분석에서도 똑같은 결과를 얻었기 때문에, 확인을 위해 첨가 회수율 테스트를 수행하였습니다. 첨가 회수율 결과가 양호함(회수율: 99%), 이는 원본 시료가 Na로 오염되었음을 설명합니다.

표 7. NIST 1573a 토마토 잎에 대한 결과, n = 24

원소	측정된 용액 농도 (µg/L)	RSD (%)	계산된 시료 농도 (mg/kg)			인증 농도 (mg/kg)			회수율 (%)
11 B	167	1.9	33.3	±	0.6	33.3	±	0.7	100
23 Na	613	2.5	122	±	3	136	±	4	90
24 Mg	57311	2.0	11412	±	225	12000*			95
27 Al	2573	2.4	512	±	12	598	±	12	86
31 -> 47 P	10928	2.7	2176	±	59	2160	±	40	101
32 -> 48 S	48387	1.4	9635	±	131	9600*			100
39 K	134250	2.2	26732	±	591	27000	±	500	99
44 Ca	243939	1.4	48574	±	671	50500	±	900	96
51 V	4.0	2.2	0.792	±	0.017	0.835	±	0.010	95
52 Cr	9.3	1.6	1.85	±	0.03	1.99	±	0.06	93
55 Mn	1236.5	1.5	246	±	4	246	±	8	100
56 Fe	1843.3	1.7	367	±	6	368	±	7	100
59 Co	2.8	1.4	0.55	±	0.01	0.57	±	0.02	96
60 Ni	7.9	1.9	1.56	±	0.03	1.59	±	0.07	98
63 Cu	23.7	1.5	4.71	±	0.07	4.70	±	0.14	100
66 Zn	149.4	1.5	29.8	±	0.5	30.9	±	0.7	96
75 As	0.7	2.3	0.141	±	0.003	0.112	±	0.004	126
75 -> 91 As	0.6	1.7	0.112	±	0.002	0.112	±	0.004	100
78 Se	1.03	15.6	0.205	±	0.032	0.054	±	0.003	380
78 -> 94 Se	0.31	11.2	0.061	±	0.007	0.054	±	0.003	113
85 Rb	69.7	1.2	13.88	±	0.16	14.89	±	0.27	93
88 Sr	421.0	1.3	84	±	1	85*			99
95 Mo	2.1	2.8	0.42	±	0.01	0.46*			91
107 Ag	0.09	9.1	0.018	±	0.002	0.017*			104
111 Cd	7.4	1.4	1.47	±	0.02	1.52	±	0.04	97
121 Sb	0.28	3.4	0.055	±	0.002	0.063	±	0.006	88
138 Ba	302.8	2.1	60.3	±	1.3	63*			96
202 Hg	0.15	2.4	0.030	±	0.001	0.034	±	0.004	88
232 Th	0.52	2.1	0.104	±	0.002	0.12*			87
238 U	0.14	2.3	0.029	±	0.001	0.035*			81

*참조 값

As와 Se의 음영 값은 He 셀 가스로 single quad 모드에서 얻었습니다. O₂ mass shift와 MS/MS 모드를 사용하여 얻은 정확한 결과는 아래와 같습니다.

표 8. 고순도 혼합 식품 용액에 대한 결과, n = 24

원소	측정된 용액 농도 (µg/L)	RSD (%)	계산된 시료 농도 (mg/kg)			인증 농도 (mg/kg)			회수율 (%)
				±			±		
23 Na	15808	2.9	61.8	±	1.8	60.0	±	0.6	105
24 Mg	3300	2.3	12.9	±	0.3	12.0	±	0.1	108
27 Al	26	4.5	0.100	±	0.005	0.100	±	0.002	100
31 -> 47 P	15543	3.3	60.8	±	2.0	60.0	±	0.6	101
39 K	41898	2.2	164	±	4	160	±	2	102
44 Ca	9800	2.7	38.3	±	1.0	40.0	±	0.4	96
52 Cr	0.55	10.4	0.0021	±	0.0002	0.002*			107
55 Mn	49.2	1.7	0.192	±	0.003	0.200	±	0.004	96
56 Fe	204.5	1.8	0.80	±	0.01	0.80	±	0.01	100
59 Co	0.2	2.4	0.0008	±	0.0000	0.0008*			98
60 Ni	5.1	2.5	0.020	±	0.001	0.020	±	0.001	99
63 Cu	15.3	1.7	0.060	±	0.001	0.060	±	0.006	100
66 Zn	74.5	2.0	0.29	±	0.01	0.30	±	0.01	97
75 As	5.1	2.0	0.020	±	0.000	0.020	±	0.001	99
75 -> 91 As	5.2	2.6	0.020	±	0.001	0.020	±	0.001	102
78 Se	1.26	14.8	0.0049	±	0.0007	0.005*			99
78 -> 94 Se	1.31	6.6	0.0051	±	0.0003	0.005*			102
95 Mo	1.5	3.1	0.0059	±	0.0002	0.006*			98
111 Cd	2.0	2.1	0.0078	±	0.0002	0.0080	±	0.0008	98

*참조 값

결론

UHMI를 갖춘 Agilent 8900 표준 구성 ICP-QQQ는 식품 시료와 같은 고 매트릭스 시료 내의 가장 광범위한 극미량 원소 및 주요 원소의 일상적인 분석에 필요한 견고성과 매트릭스 내성을 제공합니다. MS/MS mass-shift 모드에서 O₂ 셀 가스를 이용하여 극미량 농도의 비소와 셀레늄의 정확한 측정에 영향을 미칠 수 있는 2가 전하 REE 간섭을 방지했습니다. 대부분의 기타 원소는 He 모드에서 측정되었습니다. 이는 복잡하고 다양한 매트릭스에서 일반 매트릭스 기반 다원자 간섭을 제거하기 위해 널리 사용되는, 현장에서 검증된 분석법입니다.

모든 식품, 토양 및 퇴적물에 대량의 REE를 포함하는 것은 아니지만, MS/MS와 ICP-QQQ를 함께 사용하면 종종 복잡하고 다양한 고 TDS 매트릭스를 포함하는 식품 및 환경 시료에서 측정된 As와 Se의 결과의 정확성과 신뢰성을 향상시킬 수 있습니다.

사전 설정 분석법 및 자동 튜닝을 사용하여 분석법 개발을 크게 단순화함으로써 작업자 경험과 무관하게 재현성 있는 성능을 보장하였습니다.

참고문헌

1. Ed McCurdy and Glenn Woods, J. Anal. At. Spectrom., 2004, 19, 607-615
2. Brian P Jackson et al, J. Anal. At. Spectrom., 2015, 30, 1179-1183
3. Kazuhiro Sakai, Agilent Application Note, 2015, 5991-6409EN
4. Agilent 8800 ICP-QQQ Application Handbook, Second Edition, 2015, 5991-2802EN
5. Lieve Balcaen et al, Anal. Chim. Acta, 2014, 809, 1-8
6. S.D. Fernandez et al, Geochem Geophy Geosy, 2015, 16, 2005 - 2014
7. Takeshi Ohno and Yasuyuki Muramatsu, J. Anal. At. Spectrom., 2014, 29, 347-351
8. Clarice D. B. Amaral et al, Anal. Methods, 2015, 7, 1215-1220.
9. Erik H. Larsen, Stefan Sturup, J. Anal. At. Spectrom., 1994, 9, 1099-1105
10. Maurizio Pettine, Barbara Casentini, Domenico Mastroianni, Silvio Capri, Anal. Chim. Acta, 2007, 599, 2, 191-198
11. Wim Proper, Ed McCurdy and Junichi Takahashi, Agilent Application Note, 2014, 5991-4257EN

www.agilent.com/chem

애질런트는 이 문서에 포함된 오류나 이 문서의 제공, 이행 또는 사용과 관련하여 발생한 부수적인 또는 결과적인 손해에 대해 책임을 지지 않습니다.

이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2016

2016년 6월 1일 발행

발행물 번호: 5991-6943KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr



Agilent Technologies