

유도결합 플라즈마 질량분석기를 이용한 담배 제품의 무기물 반정량 분석

조성일* · 김효근 · 황건중

KT&G 중앙연구원

(2009년 11월 4일 접수 ; 2009년 11월 25일 수정 ; 2009년 12월 3일 승인)

Semiquantitative Analysis of metal for Cigarette Product by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

Sung-Eel Cho*, Hyo-Keun Kim, Keon-Joong Hwang

KT&G Central Research Institute

(Received November 4, 2009; Revised November 25, 2009; Accepted December 3, 2009)

ABSTRACT : Semiquantitative analysis by ICP-MS has proven to be a powerful tool for fast screening, in addition, it does not require the element of interest to be present in the calibration standard, making it especially useful for the analysis of unknown samples. In this study, seven cigarette samples were analyzed by the rapid semi-quantitative analysis method based on the ICP-MS. For each cigarette sample, cut tobacco, cigarette paper, filter (before and after smoking), and smoke condensate were analyzed. The accuracy of the analysis technique was evaluated by comparing results obtained from Calibration Check Standard(CCS) and calibration method. Relative Percentage Error(RPE) value of all elements measured for three CCS showed a stable result of less than $\pm 20\%$. Compared to full quantitative analysis by calibration method, the results for cigarette samples showed average error within $\pm 15\%$.

Key words: Semiquantitative analysis, cigarette, ICP-MS

담배가 개발된 이후로 약 300년 동안 파이프, 시가 그리고 쥘련 담배는 애연가들을 통해 폭넓게 이용되어왔다. 그러나 최근에는 담배 연기 중 휘발성 성분들의 흡입을 통해 폐암을 유발할 수 있다는 연구 결과와 각종 건강 위험 요소들에 대한 언론매체의 보도에 따라 담배 성분에 대한 관심이 고조되고 있다. 현재까지 밝혀진 담배의 성분은 잎담배 성분의 경우 3,000여 성분 그리고 연기성분은 4,800여

화학 성분으로 보고되었다(Davis, 1999). 담배 성분은 대다수의 유기화합물로 이루어져 있으며 소량의 무기 금속들이 존재한다. 일반적 식물의 경우 무기 금속성분의 함량은 토양을 통해 유입되는 양에 따라 결정되며, 농약과 제조제에 의해서도 유입되게 된다.

유도결합 플라즈마 질량분석법(Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, ICP-MS)은 1980년대

*연락처 : 305-805 대전광역시 유성구 신성동 302 번지, KT&G 중앙연구원

*Corresponding author : KT&G Central Research Institute, 302 Shinseong-dong, Yuseong-gu, Daejeon 305-805, Korea (phone: 82-42-866-5389; fax: 82-42-866-5544; e-mail: jminlee@ktng.com)

처음 상업용 기기가 개발된 이후로 다원소를 동시에 분석할 수 있는 장점 때문에 다양한 분야에서 폭넓게 활용되어져왔다. 그리고 최근들어 또 하나의 장점인 반정량 분석 기능은 검량선이 없이 다원소를 빠른 시간안에 정량할 수 있어 미지시료의 무기물 분포 특성을 빠르게 평가하는데 사용되어지고 있다(Wood, 2004).

일반적으로 정량 분석의 정확도는 참값(인증값)과 비교하여 측정값이 벗어나는 정도를 %로 나타낼 경우 10% 내외이며, 반정량 분석의 경우 30~50%로 알려져 있다(Taylor, 1998). 그러나 최근들어 반정량분석의 소프트웨어의 발달과 mass range에 따른 검량선 표준용액의 사용(보통 세 개의 표준용액을 사용, low mass, middle mass, high mass) 그리고 내부표준물질의 사용을 통해 그 정확도가 향상되었다(Amarasiriwardena, 2001). 반정량 분석의 경우 분석 대상 원소의 이전 결정된 응답 신호(response factor)를 이용한 상관식의 적용을 통해 이온 count 당 농도를 결정하는 원리로 이루어진다. 현재의 많은 장비들은 모든 원소들에 대한 응답 신호 값을 데이터 베이스화하고 스펙트럼 간섭의 보정을 통해 최대한 참값에 근접하는 값을 산출할 수 있도록 개선되어지고 있다.

반정량 분석에서 매트릭스의 보정과 내부표준물질의 도입은 정확도 향상에 많은 도움을 주었으며, 생물학적 시료에서는 10% 내외의 정확도를 나타내었다(D. Amarasiriwardena, 1997). 반정량 분석과 정량 분석의 비교에서는 최근 몇몇 논문에서 0.1~100 µg/g의 농도 범위에서 정량 분석과 비슷하거나 더 높은 정확도를 나타내었다(Laborda, 2001).

따라서 반정량 분석은 많은 시료를 빠른 시간안에 같은 방식의 tool을 적용하여 정량함으로써 미지시료의 무기물 분포 특성을 단시간 내에 파악할 수 있으며 많은 데이터의 축적을 통해 통계적 해석에 응용할 수 있다.

담배 시료의 경우, 각초와 연기를 제외한 담배의 관련 시료들 즉 킬런지, 톱페이퍼, 필터의 경우도 유해성분에 대한 규제와 연기 이행성분에 대한 연구에 필수적으로 분석되어야 할 부분이다. 그러므로 빠른 시간안에 시료의 무기물 분포를 파악하는 일은 매우 중요한 역할을 담당한다. 본 연구에

서는 연구용 시험담배 및 표준담배(ky3R4F)와 각 담배 시료에 대해 각초, 킬런지, 연소 전 후의 필터 그리고 담배 연기 응축물을 반정량 분석하였으며, 정량 분석과 반정량 분석의 정확성과 재현성의 비교를 통해서 담배 관련 시료를 신속하고 정확하게 분석할 수 있는 반정량 분석의 잠재적 가능성을 평가하였다.

재료 및 방법

기기 및 시약

본 연구에서는 연소 후 필터를 분석하기 위해 선형 흡연장치인 SM 450 모델(cerulean, USA)을 사용하였으며 연기 응축물을 분석하기 위해서는 정전기 포집장치(Borgwaldt, Hamburg, Germany)가 장착된 Borgwaldt 20-port 자동흡연장치(RM-20H)를 사용하였다. 모든 담배 관련 제품을 분석하기 위해 사용된 ICP-MS는 Agilent 7500c(Agilent Technologies, Tokyo, Japan)를 사용하였으며, ICP-MS의 개략도 및 측정 조건은 Fig. 1과 Table 1에 나타내었다.

담배 관련 시료들의 분해를 위해 사용된 전처리 방법은 마이크로파 분해법을 사용하였으며, 사용된 장치는 CEM사의 MARS X 모델을 이용하였고 두 번의 분해조건은 Table 2에 나타내었다. 본 실험의

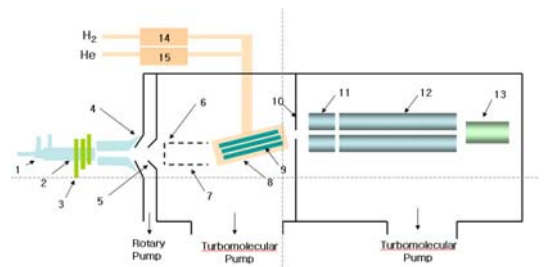


Fig. 1. Schematic diagram of the ICP-MS with octopole reaction cell. 1, Plasma torch; 2, grounded thin metal; 3, induction coil; 4, sampler; 5, skimmer; 6, ion lens; 7, triple cylinder Einzel lens; 8, reaction cell chamber; 9, octopole; 10, ion lens; 11, pre-filter; 12, analyzing quadrupole; 13, detector; 14 and 15, mass flow controllers.

Table 1. Optimum operating conditions

Operation parameters	
ICP-MS	Agilent 7500c
RF power (W)	1300~1500
Nebulizer	Concentric type
Spray chamber	Quartz, 2°C
Sample uptake rate	0.4 mL/min
Torch	Quartz
Plasma gas	Ar 15 L/min
Auxiliary gas	Ar 1 L/min
Carrier gas	Ar 1.2 L/min
Sampling depth	7 mm
Interface	Ni type
Collision/reaction cell parameters	
He gas flow	3.5 mL/min
Octopole bias	-13 to -12 V
Quadrupole bias	-12 to -11 V
Data acquisition	
Acquisition mode	Peak hopping
Integration time (s)	0.1-0.3/point
Peak pattern (SemiQ)	6 points/peak
Peak Pattern (FullQ)	3 points/peak
Repetition	3 (SemiQ), 3 (FullQ)

분해산으로 사용된 질산은 에코리서치사(Korea)의 ultra-pure grade를 사용하였으며, 반정량 분석을 위한 검량선 표준용액은 AccuStandard사에서 제공되는 10 mg/L 농도의 혼합표준용액(Multielement standard solution)을 사용하였고 내부표준물질인 Y 은 같은 회사의 1000 mg/L의 표준용액을 희석하여 사용하였으며 실험 전 과정에서 사용된 증류수는 specific resistance가 18.2 MΩ/cm 이상의 Millipore Mill-Q system을 통과한 탈 이온수를 사용하였다.

Table 2. Program of the microwave digestion system.

First digestion program						
Step	Type	Temp. (°C)	Power (%)	Ramp (min)	Dwell (min)	
1	Time to temp	140	60	10	10	
2	Time to temp	180	60	10	10	
3	Cooling	---	---	---	30	
Secondary digestion program						
Step	Type	Temp. (°C)	Power (%)	Ramp (min)	Dwell (min)	
1	Time to temp	140	60	10	10	
2	Time to temp	180	60	10	10	
3	Time to temp	200	60	10	20	
4	Cooling	---	---	---	30	

시료

본 연구에 사용된 시료는 84-mm의 연구용 시험담배 6종과 표준담배 ky3R4F를 사용하였다. Table 3은 실험에 사용된 타르별 담배의 목록을 나타내었다.

Table 3. List of Cigarette

Name	Remarks
A, C, E	1 mg tar
B, D, F	6 mg tar
G	
United States of America, ky3R4F (reference cigarettes)	9 mg tar

실험 과정

담배의 흡연과정은 ISO의 권고 사항인 22±1°C와 상대습도 60±3%에서 48시간 조화한 후 ISO 흡연 조건(35 mL puff volume, 2 s puff duration, 60 s interval)으로 흡연하였다. 각초와 필터 그리고 쉘런지는 각 시료에서 분리하여 무게를 측정한 후 직접 마이크로파 분해법을 이용하여 분해하였으며,

그 다음 부피 플라스크 100 mL에 옮긴 후 ICP-MS를 이용 정량하였다. 연기 응축물의 경우 각 담배 시료에 대해 20개씩 정전기 포집장치가 장착된 자동흡연장치를 이용하여 흡연하여 포집 후 다른 시료와 동일하게 포집된 연기 응축물을 마이크로 분해법에 의해 분해하였다. 그 다음 부피 플라스크 100 mL로 옮긴 후 다른 시료와 동일하게 ICP-MS를 이용하여 정량하였다.

결과 및 고찰

정확도

반정량 분석의 정확도 평가는 실제적으로 공인 CRM(Certificate Reference Material)을 이용하여 분석한 결과와 제공되어지는 인증값과의 차이에 의해 평가되어야 하지만 본 연구에서는 불가피하게 동일시료의 CRM을 구할 수 없어 분석자가 직접 제조한 검량선 확인 표준용액(Calibration Check Standard, CCS)을 이용하여 평가하였다. 평가 방법은 상대 퍼센트 에러(Relative Percentage Error, RPE)를 산출하여 표현하였으며, 산출방법은 아래와 같다.

$$RPE = 100(\text{measured value} - \text{certified value}) / \text{certified value}$$

Table 4는 제조한 세 가지 농도의 CCS를 반정량 분석에 의해 측정된 결과를 나타내었다. Li부터 Bi까지 21개의 금속에 대한 RPE를 측정된 결과 낮은 농도에서 Ba를 제외한 모든 원소에 대해 ±20% 이내의 결과 값을 얻었으며, 중간 농도와 고농도에서도 Be를 제외하고 모든 원소에서 ±20% 이내의 결과 값을 얻었다. 반정량 분석의 경우 통상적으로 RPE 값이 ±20% 이내의 경우 정확성에 대한 안정된 값을 나타낸다고 알려져 있다. 따라서 본 연구에서 제조한 세 가지 농도의 CCS에 대한 RPE 값이 몇 가지의 원소를 제외하고 ±20% 이내의 결과 값을 얻었으므로 실제 시료 분석에 적합한 분석 조건이 설정되었다고 판단된다. 그리고 또 한 가지의 정확성 평가 방법은 실제적인 검량선을 이용하여 분석하는 정량 분석결과와 반정량 분석결과를 비교

하여 그 차이를 평가하는 방법이다. 표 5는 각 초 시료에 대한 정량 및 반정량 분석 결과를 나타내었다. 검량선을 사용하지 않고 빠른 시간안에 다원소를 동시분석한 반정량 결과와 검량선을 사용하여 분석한 정량 분석결과의 차이가 Li와 Fe을 제외한 모든 원소에서 ±20% 이내를 안정된 결과 값을 나타내었다. Fe의 경우 반정량 분석 결과가 정량 분

Table 4. Accuracy (relative percentage error) of semiquantitative analysis of three calibration check standard

Element	CCS 5 ng/mL		CCS 15 ng/mL		CCS 50 ng/mL	
	SemiQ	RPE	SemiQ	RPE	SemiQ	RPE
Li	5.9	18.0	18	20.0	60	20.0
Be	5.8	16.0	15	0.0	61	22.0
V	5.3	6.0	16	6.7	56	12.0
Cr	5.3	6.0	16	6.7	55	10.0
Mn	5.5	10.0	15	0.0	52	4.0
Fe	5.2	4.0	16	6.7	47	-6.0
Co	5.4	8.0	16	6.7	54	8.0
Ni	5.2	4.0	15	0.0	54	8.0
Cu	5.4	8.0	15	0.0	52	4.0
Zn	5.3	6.0	15	0.0	50	0.0
As	4.7	-6.0	15	0.0	52	4.0
Se	<9.9	-	16	6.7	52	4.0
Rb	5.2	4.0	15	0.0	51	2.0
Ag	5.6	12.0	17	13.3	58	16.0
Cd	4.8	-4.0	15	0.0	50	0.0
In	5	0.0	15	0.0	51	2.0
Cs	5	0.0	15	0.0	51	2.0
Ba	6.6	32.0	18	20.0	49	-2.0
Tl	5.1	2.0	15	0.0	53	6.0
Pb	5.3	6.0	15	0.0	52	4.0
Bi	5.2	4.0	15	0.0	52	4.0

Table 5. Comparison on results of cut tobacco obtained from semi and full quantitative analysis

Element	A		B		C	
	SemiQ	FullQ	SemiQ	FullQ	SemiQ	FullQ
Li	10.42	8.29	11.02	8.24	12.27	8.03
Be	<LOQ	0.07	<LOQ	0.07	<LOQ	0.09
V	0.53	0.47	0.51	0.44	0.90	0.83
Cr	1.22	1.02	1.00	0.92	1.87	1.58
Mn	214.12	214.35	194.12	189.03	116.28	121.71
Fe	231.48	269.97	220.36	254.98	297.16	546.58
Co	0.64	0.61	0.58	0.55	0.65	0.67
Ni	1.62	1.56	1.68	1.54	2.65	2.64
Cu	8.10	7.41	8.39	7.63	14.21	11.69
Zn	38.19	38.91	32.00	32.52	29.72	29.06
As	<LOQ	0.14	<LOQ	0.13	<LOQ	0.15
Se	<LOQ	0.31	<LOQ	0.65	<LOQ	0.85
Rb	9.26	8.99	8.39	8.98	13.57	15.17
Ag	0.49	0.52	0.11	0.27	0.08	0.27
Cd	0.75	0.83	0.68	0.67	0.65	0.61
In	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cs	<LOQ	<LOQ	0.05	<LOQ	0.08	<LOQ
Ba	46.30	46.98	41.45	42.95	60.72	64.17
Tl	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Pb	1.27	1.18	0.79	0.67	0.65	0.41
Bi	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Li	12.49	8.49	7.42	4.17	7.80	4.40
Be	<LOQ	0.09	<LOQ	0.07	<LOQ	0.04
V	0.92	0.78	0.65	0.58	0.66	0.55
Cr	1.91	1.54	1.05	0.84	0.99	0.76
Mn	118.34	120.97	113.49	111.92	114.94	112.36
Fe	302.43	470.09	226.98	380.49	229.89	385.18
Co	0.66	0.60	0.70	0.57	0.70	0.56
Ni	2.70	2.34	2.40	1.94	2.01	1.48
Cu	14.46	13.10	10.91	9.27	10.67	8.49

Table 5. continued

Element	A		B		C	
	SemiQ	FullQ	SemiQ	FullQ	SemiQ	FullQ
Zn	30.24	30.49	23.57	22.51	21.35	20.00
As	<LOQ	0.14	0.15	0.08	<LOQ	0.10
Se	<LOQ	0.56	<LOQ	0.69	<LOQ	0.88
Rb	13.81	15.54	11.79	12.89	11.49	12.26
Ag	0.09	0.24	<LOQ	0.14	<LOQ	0.12
Cd	0.66	0.70	0.70	0.62	0.86	0.76
In	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cs	0.08	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Ba	61.80	61.91	52.38	58.58	57.47	56.94
Tl	<LOQ	<LOQ	0.05	<LOQ	0.04	<LOQ
Pb	0.66	0.51	0.52	0.36	0.74	0.51
Bi	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

unit : $\mu\text{g/g}$

LOQ : $0.05 \mu\text{g/g}$

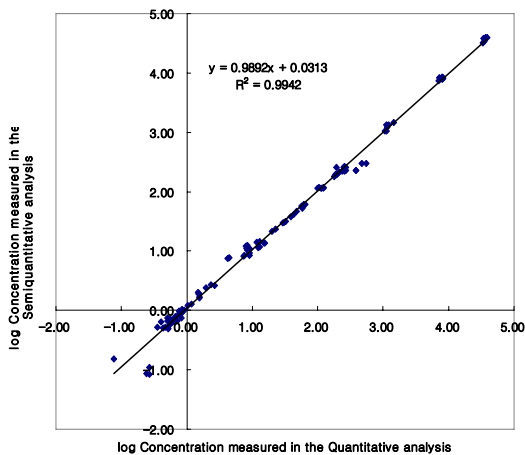


Fig. 2. Regression line between log concentration of Li, Be, Na, Mg, Al, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Rb, Ag, Cd, In, Cs, Ba, Tl, Pb, Bi obtained by semiquantitative and quantitative analysis.

석 결과와 비교하여 30~40%의 낮은 결과를 나타내었으며, 이러한 결과의 원인은 Fe의 경우 시료내의 함량이 매우 높은 수준이어서 반정량 분석의 정량범위(dynamic range)를 벗어났으며 내부표준물질로 Y의 사용이 적합하지 못하다고 판단된다. 그림 2는 최종적으로 각 초 시료에 대해 정량 분석과 반정량 분석의 유사성을 평가하였다. 평가 결과 두 분석 방법의 유사성은 R^2 값이 0.9942로 매우 일치하는 경향을 나타내었다.

담배 시료의 반정량 분석 결과

Table 6에서 10은 담배 시료에 대한 반정량한 결과를 나타내었다. 담배 시료의 경우 한 개의 표준담배와 6종의 담배 시료를 선택하였으며 각 담배 시료에 대해 각 초, 쥬련지, 흡연 전 후의 필터 그리고 연기 응축물을 분석하였다. 성분별 분석결과를 살펴보면 아래와 같다.

[Li, Be]

Li의 경우 각초에서는 대략 6-13 $\mu\text{g/g}$ 농도 범위를 나타내었으며, 반면에 Be의 경우 모든 담배 시료에서 검출되지 않았다.
[V, Cr]

V의 경우, 각초 중에는 0.1~1 $\mu\text{g/g}$ 의 농도 범위로 검출되었다. 켈런지에서는 특징적으로 A와 B 시료에서 높은 농도(A:3.8 $\mu\text{g/g}$, B:3.5 $\mu\text{g/g}$)의 V이 검출되었다. Cr의 경우 각초와 켈런지에서 수

Table 6. Comparison on results of cut tobacco obtained from semiquantitative analysis

Cigarette type	A	B	C	D	E	F	G
Li	10.4	11.0	12.3	12.5	7.4	7.8	6.2
Be	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
V	0.5	0.5	0.9	0.9	0.7	0.7	0.4
Cr	1.2	1.0	1.9	1.9	1.0	1.0	1.1
Mn	214.1	194.1	116.3	118.3	113.5	114.9	143.4
Fe	231.5	220.4	297.2	302.4	227.0	229.9	174.6
Co	0.6	0.6	0.6	0.7	0.7	0.7	0.4
Ni	1.6	1.7	2.6	2.7	2.4	2.0	1.7
Cu	8.1	8.4	14.2	14.5	10.9	10.7	6.9
Zn	38.2	32.0	29.7	30.2	23.6	21.3	29.9
As	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.2	<LOQ	0.2
Se	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Rb	9.3	8.4	13.6	13.8	11.8	11.5	42.4
Ag	0.5	0.1	0.1	0.1	<LOQ	<LOQ	0.3
Cd	0.8	0.7	0.6	0.7	0.7	0.9	0.9
In	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cs	<LOQ	0.1	0.1	0.1	<LOQ	<LOQ	0.1
Ba	46.3	41.4	60.7	61.8	52.4	57.5	51.1
Tl	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.1	<LOQ	<LOQ
Pb	1.3	0.8	0.6	0.7	0.5	0.7	0.6
Bi	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

unit : $\mu\text{g/g}$

LOQ : 0.05 $\mu\text{g/g}$

$\mu\text{g/g}$ 의 농도 수준으로 검출되었으며 시료별 분석에서 A 시료의 경우 Cr의 함량이 다른 시료에 비해 높게 검출되었고 이러한 특징은 필러지의 생산과정에서 즉 종이의 생산과정에서 금속성분의 오염도가

높게 존재하기 때문에 발생하는 것으로 판단된다. [Mn, Fe]

이러한 금속들은 각초내에서 수백 $\mu\text{g/g}$ 의 농도 수준으로 존재하며 50% 이상이 필터에서 흡착된

Table 7. Comparison on results of cigarette paper obtained from semiquantitative analysis

Cigarette type	A	B	C	D	E	F	G
Li	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.7
Be	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
V	3.8	3.5	0.6	1.6	0.4	0.4	1.7
Cr	4.6	<LOQ	<LOQ	2.7	0.4	0.4	0.5
Mn	12.2	9.1	1.5	9.6	22.3	22.4	6.5
Fe	148.6	197.9	19.7	139.9	87.2	80.3	257.1
Co	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Ni	2.5	3.6	0.6	1.0	0.3	0.3	1.5
Cu	5.4	6.1	1.1	1.4	1.4	1.0	3.6
Zn	12.2	13.2	1.9	6.8	4.9	4.4	7.9
As	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Se	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Rb	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.4	1.0	0.7	1.3
Ag	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.6	0.2	0.1	<LOQ
Cd	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
In	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cs	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Ba	3.8	<LOQ	<LOQ	4.4	4.4	4.1	3.2
Tl	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Pb	8.7	5.9	1.0	1.7	1.2	1.3	1.5
Bi	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

unit : $\mu\text{g/g}$
 LOQ : 0.05 $\mu\text{g/g}$

다. 킬런지 분석의 경우 A와 B 시료가 Fe 성분이 다른 시료에 비해 두 배 이상 높게 검출되었다.

[Co, Ni, Cu, Zn, Rb, Ba]

이러한 금속들은 각초내에서 0.1~60 $\mu\text{g/g}$ 범위

로 검출되었다. 같은 지역에서 생산되는 각초를 사용한 경우 각초의 엽 배합이 다르더라도 비슷한 수준의 값을 나타내었으며, 따라서 이러한 성분은 잎 담배에 지역별 토양과 비료의 성분에 따라 같은 지

Table 8. Comparison on results of filter before smoking obtained from semiquantitative analysis

Cigarette type	A	B	C	D	E	F	G
Li	0.6	<LOQ	2.1	5.6	<LOQ	3.8	<LOQ
Be	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
V	0.3	0.2	0.4	0.6	0.3	0.4	0.3
Cr	0.9	0.5	0.7	0.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Mn	2.9	1.0	1.5	1.5	2.2	3.6	1.4
Fe	184.7	33.0	33.5	42.8	81.3	87.8	106.0
Co	0.1	<LOQ	0.0	0.1	0.1	<LOQ	<LOQ
Ni	1.5	0.4	0.4	0.3	0.5	0.6	0.7
Cu	3.4	5.1	1.8	2.2	284.4	215.4	2.1
Zn	18.5	4.4	1.6	4.3	32.5	28.7	3.1
As	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Se	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Rb	0.9	0.3	1.3	1.8	4.5	6.8	<LOQ
Ag	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cd	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
In	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cs	<LOQ	<LOQ	0.1	0.1	0.2	<LOQ	<LOQ
Ba	1.9	1.7	1.6	1.2	1.2	1.5	<LOQ
Tl	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	3.7
Pb	1.3	1.6	0.9	2.1	1.6	2.3	<LOQ
Bi	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

unit : $\mu\text{g/g}$

LOQ : 0.05 $\mu\text{g/g}$

역에서는 일정 농도 수준으로 존재하게 된다고 판단된다.

[Ag, Cd, Cs, Pb]

이러한 금속들은 각초 내에서 수 $\mu\text{g/g}$ 로 검출되

었다. Cd과 Pb의 경우 중금속 성분으로 규제 성분으로 지정되고 있으며, 이러한 성분은 담배 관련 모든 제품에 대해 관리하게 된다. 시료 별 특징에서 A와 B 시료의 킬런지에서 높은 농도의 Cd과

Table 9. Comparison on results of filter after smoking obtained from semiquantitative analysis mode

Cigarette type	A	B	C	D	E	F	G
Li	13.4	97.7	79.2	52.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Be	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
V	1.0	<LOQ	1.7	1.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cr	6.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Mn	7.9	144.2	10.4	6.9	3.4	4.0	12.6
Fe	385.1	172.1	137.1	121.8	130.0	107.7	179.4
Co	0.5	1.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Ni	14.9	3.1	1.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cu	14.1	22.8	9.8	10.2	447.0	390.9	6.1
Zn	125.7	34.0	8.2	6.9	44.7	35.5	<LOQ
As	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Se	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Rb	1.5	<LOQ	1.5	<LOQ	5.3	4.0	<LOQ
Ag	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cd	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
In	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cs	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Ba	<LOQ	18.6	3.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Tl	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Pb	5.9	3.7	4.6	3.6	6.9	3.9	5.7
Bi	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

unit : $\mu\text{g/g}$

LOQ : 0.05 $\mu\text{g/g}$

Pb이 검출되었다.

[As, Se, In, Tl, Bi]

휘발성 금속 성분인 As과 Se의 경우 담배 내에는 매우 적은 미량 성분으로 존재하며, Tl과 Bi는

모든 담배 시료에서 검출되지 않았다.

시료별 각초, 쉘런지, 필터 그리고 연기응축물의 분석 결과는 그 제품의 특징을 나타내는 요소로 다음과 같이 요약할 수 있다. 첫 번째는 각초성분 분

Table 10. Comparison on results of smoke condensate obtained from semiquantitative analysis mode

Cigarette type	A	B	C	D	E	F	G
Li	<LOQ	0.004	<LOQ	0.004	<LOQ	0.004	0.008
Be	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
V	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cr	0.001	0.002	0.003	0.002	0.002	0.003	0.003
Mn	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	0.005
Fe	0.065	0.075	0.085	0.095	0.085	0.085	0.160
Co	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Ni	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.004
Cu	0.012	0.026	0.031	0.045	0.011	0.065	0.037
Zn	0.014	0.050	0.016	0.045	0.020	0.060	0.100
As	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.003
Se	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Rb	<LOQ	0.007	<LOQ	0.011	0.001	0.012	0.012
Ag	0.001	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cd	<LOQ	0.014	<LOQ	0.008	0.001	0.014	0.048
In	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cs	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Ba	0.002	0.002	<LOQ	0.003	0.003	<LOQ	0.003
Tl	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.001	<LOQ	0.001	0.001
Pb	0.001	0.013	0.001	0.011	0.002	0.018	0.020
Bi	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

unit : $\mu\text{g}/\text{cig}$

LOQ : 0.001 $\mu\text{g}/\text{cig}$

석을 통해 각 시료별 차이를 식별할 수 있으며 또한 동일 생산지역의 각초를 사용한 시료의 분석을 통해 토양의 성질이나 미량의 원소들을 예측할 수 있다. 둘째로 같은 생산지역에서 생산된 각초를 사용한 시료일지라도 엽배합이 다름에도 불구하고 비슷한 수준의 함량을 나타내는 원소에 의해 생산 지역이 다른 제품간의 차이를 구별할 수 있다. 세째로 전체적인 원소함량의 패턴을 통해 특정제품과 타제품을 구별해 낼 수 있으며 더 나아가 fingerprinting 기법을 적용할 수 있다.

결 론

본 연구에서는 최근 미지시료의 무기물의 분포를 빠르게 측정할 수 있는 반정량 분석 기법을 적용하여 연구용 시험담배 6종과 표준담배를 분석하였다. 반정량 분석의 적합성을 평가하기 위해 검량선 확인 표준용액(CCS)을 이용한 평가와 각초시료의 정량 분석결과 및 반정량 분석결과의 비교 평가를 수행하였으며, 그 결과 $\pm 20\%$ 의 오차범위를 나타내었다. 따라서 담배 시료의 반정량 분석 기법의 적용이 유용할 것으로 판단된다. 각 시료에 대한 각초, 껍질지, 필터 그리고 연기응축물의 분석 결과는 각 브랜드별 특징을 확인할 수 있었으며, 분석 결과의 패턴을 통해 fingerprinting 기법을 적용할 수 있는 기초적 연구가 되었다.

ICP-MS를 이용한 반정량 분석 기법은 빠른 시간 내에 시료의 무기물 분포를 확인할 수 있는 활용성이 높은 분석 방법이며 담배 시료들에 관련된 연구에 적합하게 적용될 수 있을 것으로 기대된다.

참 고 문 헌

- Amarasiriwardena, C. J., Gercken, B., Argentine, M. D. and Barnes, R. M., *J. Anal. At. Spectrom.*, 1990, **5**, 457.
- Amarasiriwardena, D., Durrant, S. F., Lasztity, A., Krushevskaja, A., Argentine, M. D. and Barnes, R. M., *Microchem. J.* 1997, **56**, 352.
- Davis, D. L. and Nielsen, M. T. (1999) Tobacco, 266.
- Laborda, F., Medrno, J. and Castillo, J. R., *J. Anal. At. Spectrom.*, 2001, **16**, 732.
- Taylor, H. E., Huff, R. A. and Montaser, Novel applications of ICP-MS, in: A. Montaser (Ed.), *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*, Wiley-VCH, New York, 1998, 681-807.
- Wood, G., McCurdy, E. and Wilbur, S., Interference-free semiquantitative analysis using the Agilent 7500ce ICP-MS, Agilent Application Note 5989-1492EN, 2004.