

Application  
News

No.X274K

X선 분석  
X-ray Analysis

EDX와 FTIR을 이용한  
식품중 혼입이물 분석 - 치과재료 -

치과재료에는 금속, 도자기 재료, 세라믹, 레진 등 다양한 종류의 복원재료가 있습니다. 이들은 치아와 접착이 충분하지 못하거나 접착력이 저하되면 음식에 혼입되어, 이물로 인식되는 경우도 있습니다. 소비자에 실수로 혼입된 물질이 제조과정에서 혼입된 것으로 오인되어 클레임이 발생하는 일도 많아지고 있으며, 신속한 분석으로 이물의 발생원을 명확히 함으로서 클레임 발생을 최소한으로 줄일 수 있습니다.

여기서는 EDX와 FTIR을 이용해 이물이라고 식품 공장에 보내진 치아나 치과재료 복원재를 분석한 예를 소개합니다.

S. Iwasaki, T. Nakao

■ 측정장치

형광X선분석장치 EDX-8000과 퓨리에변환적외분광광도계 IRAffinity™-1S에 적외현미경AIM-9000을 장착한 시스템을 이용해 분석했습니다. 각각의 분석조건은 표1과 같습니다.

표1 장치 및 분석조건

[EDX]

장치	: EDX-8000
X-ray tube 타겟	: Rh
전압/전류	: 15kV(C-Sc, S-Ca), 50kV(Ti-U)/Auto
분위기	: 진공
콜리메이터	: 1mmφ
1차필터	: 없음(Ti-U, C-Sc), #2(S-Ca)
적분시간	: 30sec (Ti-U, C-Sc), 60sec(S-Ca)
시료용기	: 사용(폴리프로필렌필름5um)

[FTIR]

장치	: IRAffinity-1S, AIM-9000
분해	: 8cm <sup>-1</sup>
적분횟수	: 40
Apodize계수	: Sqr-Triangle
검출기	: MCT

■ 사람의 치아

이물 사진을 그림1에, EDX를 통한 <sup>6</sup>C~<sup>92</sup>U 정성분석결과를 그림2에 나타냈습니다. 치아의 주성분인 Ca, P를 확인할 수 있었습니다. 뼈도 비슷한 원소조성을 가지지만, 치아는 Sr이 적은 것이 특징입니다. FTIR을 통한 정성분석결과는 그림3과 같습니다. 이물 형상이 불균일하고 매우 단단했기 때문에 시료를 미량 갈아낸 뒤 다이아몬드 셀에 고정해서 현미투과측정을 실시했습니다. 주성분은 인산칼슘으로 단백질 유래의 피크도 확인할 수 있었습니다. 단백질은 표면의 오염으로 생각됩니다. 오염물이 부착되어 있는 경우, 물이나 에탄올

로 세정, 건조 후 측정합니다. 단, 이물을 분실할 위험이 있기 때문에 주의가 필요합니다.

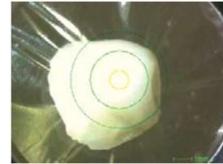
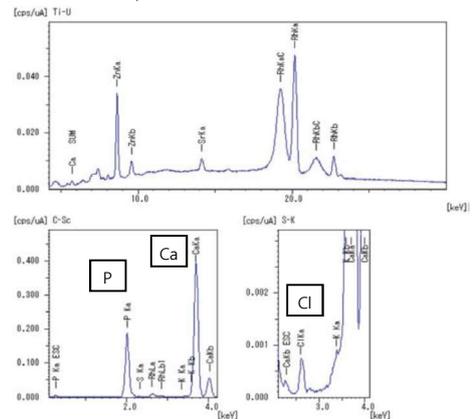


그림1 이물사진(노란색 원이 X선 조사 범위 : 1mmφ)



성분	Ca	P	Cl	Zn
정량값(%)	70.99	27.23	1.21	0.21
성분	K	S	Sr	
정량값(%)	0.18	0.16	0.019	

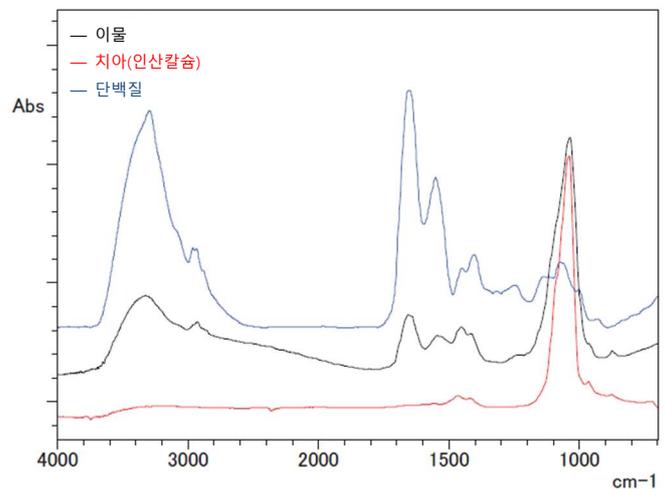


그림3 정성분석결과 : FTIR

■ 인공치아 (복합레진)

이물 사진을 그림4에, EDX를 통한  ${}^6\text{C}\sim{}_{92}\text{U}$  정성정량분석결과를 그림5에 나타냈습니다. 주성분은 유기물이기 때문에  $\text{CH}_2\text{O}$ 를 밸런스로 설정하고 정량계산을 했습니다. FTIR을 통한 정성분석결과를 그림6과 같습니다. 시료를 미량 굽어내, 다이아몬드셀로 현미투과측정을 실시했습니다. 라이브러리 검색결과, 폴리메틸 메타크릴레이트 (PMMA)와 폴리에틸 메타크릴레이트(PEMA)의 스펙트럼이 일치하였습니다. 이 결과로 볼 때, 이물은 인공치아(복합레진)이라고 생각합니다.

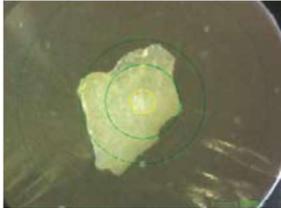
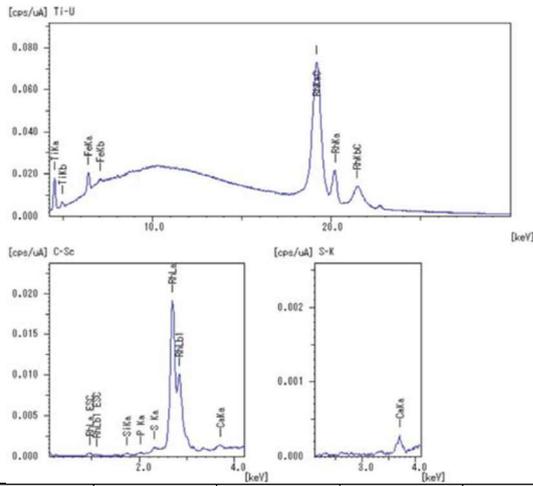


그림4 이물사진(노란색 원이 X선 조사 범위 : 1mmφ)



성분	Ti	Si	S	Ca
정량값(%)	0.032	0.023	0.017	0.013
성분	P	Fe	$\text{CH}_2\text{O}$	
정량값(%)	0.011	0.006	99.90	

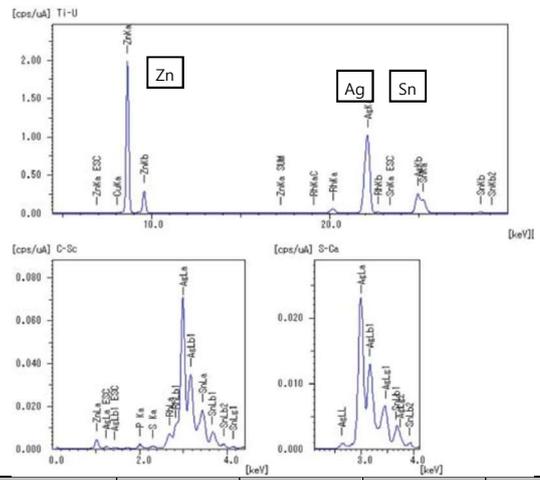
그림5 정성.정량 분석결과 : EDX

■ 인공치아 (금속제)

이물 사진을 그림7에, EDX를 통한  ${}^6\text{C}\sim{}_{92}\text{U}$  정성정량분석결과를 그림8에 나타냈습니다. 주성분은 Ag, Sn, Zn이었습니다. FTIR에서는 의미있는 피크를 확인할 수 없었습니다. 이상으로, 이물은 인공치아 (금속제 아말감)라고 생각합니다.



그림7 이물사진(노란색 원이 X선 조사 범위 : 1mmφ)



성분	Ag	Sn	Zn	P
정량값(%)	61.81	22.08	15.59	0.38
성분	S	Cu		
정량값(%)	0.088	0.054		

그림8 정성.정량 분석결과 : EDX

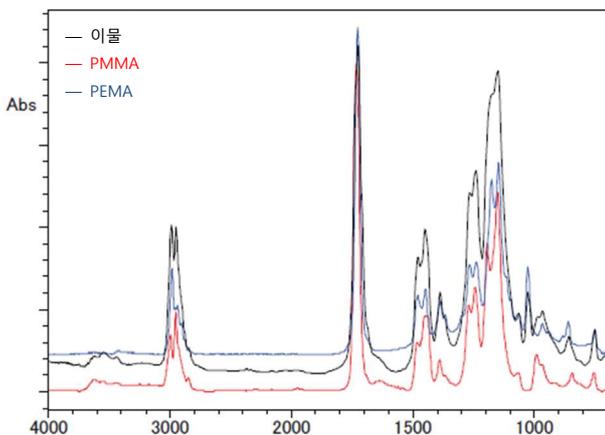


그림6 정성분석결과 : FTIR

■ 정리

EDX와 FTIR을 이용해서, 치아와 치아복원재료 이물을 분석했습니다. 치과재료는 유기성분과 무기성분을 함유하는 하이브리드 재료나 금속재료 등 다양하기 때문에, EDX와 FTIR을 통한 복합분석방법이 매우 유용합니다. 폐사에는 두 데이터를 사용해서 통합해석을 할 수 있는 EDX-FTIR통합해석소프트웨어 EDXIR-Analysis도 있으므로, 함께 활용해 주시기 바랍니다.