

Application News

No. SSK-ICP-2302

Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer, ICPE-9820

ICP-AES를 이용한 기능성 화장품 내 TiO₂, ZnO 함량 분석

Quantitative Analysis of TiO₂ and ZnO in Functional Cosmetics Using ICP-AES

■ 서론

기능성 화장품은 보습, 미백, 주름개선, 자외선 차단 등의 효능을 가진 생활 필수 화학제품으로 다양화된 여러 형태의 제품이 지속적으로 개발, 출시되고 있다. 이에 소비자들도 제품 내 유해 성분 유무에 대한 관심이 높아짐에 따라 각국에서는 발암성, 피부독성, 유전독성 등을 가진 유해성분들이 제품에 사용되지 않도록 규제하고 있다.

국내에서는 식약처 고시 '화장품 안전기준 등에 관한 규정'에 따라 사용가능한 원료 물질과 사용금지 물질 그리고 색소를 비롯한 살균보존제나 기능성화장품의 효력 성분 등과 같은 사용한도 성분을 분류하여 규제하고 있다.

[1]

납, 비소, 카드뮴, 수은, 니켈, 안티몬과 같이 사용을 금지하여 제품 내에서 극미량으로 제한되는 금속류의 시험을 위해서는 유도결합플라즈마 질량분석기(ICP-MS)와 같은 고감도의 분석기기가 주로 사용되고 있는데, 이산화타이타늄(이하 TiO₂), 산화아연(이하 ZnO)과 같은 기능성 성분의 금속화합물들은 일정한 한도(25 % 이하) 내에서 자외선차단제, 색조화장품 등에 사용이 허용되기 때문에 극미량의 분석이 요구되지 않는다. 따라서 식품의약품안전평가원에서 발행한 '화장품 중 사용한도 성분 분석법 가이드라인'에 따르면 해당 항목의 분석을 위해서 유도결합플라즈마-원자방출분광기(Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer, 이하 ICP-AES)를 이용하는 방법을 소개하고 있다. [2]

이에 본 뉴스레터에서는 상기의 분석법 가이드라인에 따라 ICP-AES를 이용해 기능성 화장품 내 TiO₂ 및 ZnO 함량을 분석한 결과를 소개하고자 한다. 시료는 그림 1과 같이 시중에 판매 중인 TiO₂와 ZnO가 함께 사용되는 색조화장품 1종과 자외선 차단제 2종을 대상으로 하였다.

표준물질은 1000 mg/L의 타이타늄(이하 Ti) 및 아연(이하 Zn) 시판 표준용액(AccuStandar社)을 이용하였으며, 내부표준 원소로 같은 제조사의 이트륨(Y)를 사용하였다. 시료전처리 및 표준용액 조제를 위한 질산 및 황산, 불산은 전자급(EP-S, 케미탑社) 시약을 이용하였다.

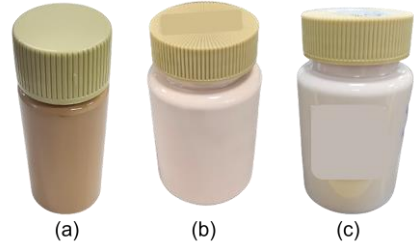


그림 1. 시료 (a) 파운데이션 색조 화장품, (b) 선크림 1, (c) 선크림 2

시료의 전처리는 '화장품 중 사용한도 성분 분석법 가이드라인'에서 제시하는 바에 따라 Microwave를 이용한 산분해법을 그림 2와 같이 적용하였다.

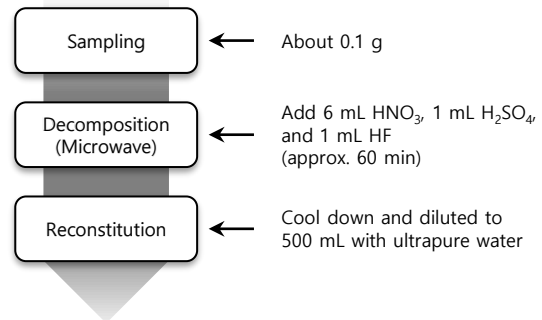


그림 2. 시료 전처리 (Microwave를 이용한 산분해법)

기기 분석은 그림 3의 ICPE-9820 모델을 이용하여 진행하였으며, 시료 전처리 과정에서 잔류하는 불산의 제거과정을 생략하여, 시료 도입부는 테프론 재질의 불산 전용 제품(Glass Expansion社)을 사용하였다.



그림 3. ICPE-9820 System & Sample introduction for HF solution

분석을 위한 세부 조건은 표 1과 같으며, 기능성 성분의 함량 분석으로 시험용액의 Ti과 Zn의 농도가 10 mg/L 내외 수준으로 높기 때문에 측정은 Radial-view 모드에서 이루어졌다.

표 1. ICP-AES 분석 조건

RF power	: 1.20 kW
Plasma gas flow	: 14.0 L/min
Auxiliary gas flow	: 1.2 L/min
Carrier gas flow	: 0.7 L/min
Torch type	: Standard torch (HF Resistance)
Exposure time	: 15 s
Repetition	: 3 times
View direction	: Radial-Low

■ 분석 결과

검정곡선 작성을 위한 표준용액은 시료 전처리에 사용된 시약을 같은 농도로 첨가하여 조제하였으며, 물리, 화학적 간섭을 보정하기 위한 내부표준원소 이트륨(Y)은 5 mg/L 농도로 첨가하였다. 이 때 원소 별 세부 분석 조건은 표 2와 같으며, 작성된 검정곡선은 결정계수(R^2) 0.999 이상으로 양호한 직선성을 보였다.

표 2. 원소별 세부 분석 조건

원소	측정파장 (nm)	측광 방식	검정곡선 범위 (mg/L)
Ti	334.941	Radial-low	(5 - 30)
Zn	202.548	Radial-low	(10 - 40)
Y (ISTD)	371.030	Radial-low	-

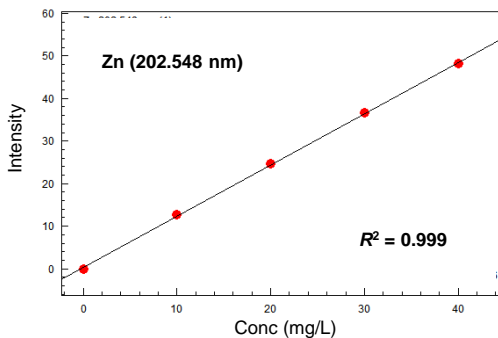
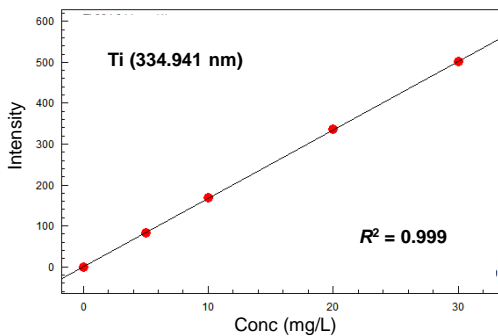


그림 4. Ti과 Zn의 검정곡선

3종의 화장품 시료는 각각 4개씩 전처리 하여 분석을 진행하였으며, 분석 결과는 표 3과 같다. 3종의 제품 모두 TiO_2 , ZnO가 25 % (w/w) 이하로 기능성화장품의 해당 성분 사용한도에 적합한 것으로 나타났다. 또, 4회 분석에 대한 재현성은 %RSD 2 % 이내였으며, 제조 시 첨가된 함량에 대한 TiO_2 , ZnO 분석 결과의 회수율은 (100 ± 2) %로 기능성 성분의 함량 기준 (90 - 110) % 에 적합한 것으로 확인되었다.

표 3. TiO_2 및 ZnO 분석 결과 ($n = 4$)

시료명	성분	제조함량 (% w/w)	분석결과 (% w/w)	%RSD	회수율
(a) 파운데이션 (색조)	TiO_2	7.40	7.44	1.2 %	101 %
	ZnO	7.84	7.60	0.6 %	97 %
(b) 선크림1	TiO_2	11.7	11.8	1.6 %	101 %
	ZnO	8.70	8.85	1.7 %	102 %
(c) 선크림2	TiO_2	5.24	5.22	1.1 %	100 %
	ZnO	11.5	11.4	1.2 %	99 %

■ 결론

본 뉴스레터에서는 색조화장품, 자외선차단제 등 기능성화장품에 사용되는 TiO_2 와 ZnO의 함량을 ICP-AES를 이용해 동시분석한 결과를 소개하였다. 해당 성분의 특성상 불산을 사용한 시료전처리가 수반되지만, 테프론 재질 시료도입부를 이용하여 불산 제거과정이나 마스킹 처리의 불편함을 덜 수 있었다. 또, 3종의 시료에 대해 진행된 분석 결과를 바탕으로 기능성화장품의 사용한도 성분 분석에 ICP-AES를 활용할 수 있음을 확인할 수 있었다.

■ 참고문헌

- 1) 화장품 안전기준 등에 관한 규정, 식품의약품안전처 고시 제2023-17호, 2023-02-21 개정.
- 2) 화장품 사용한도 성분 분석법 가이드라인, III. 자외선차단제 중 '6. 티타늄 디옥사이드 및 징크옥사이드의 동시분석', 식품의약품안전평가원 의료제품연구부 화장품연구과, 2022-10.