

투명하고 청렴한 Clean 식약청



식품의약품안전청



수신자 전 의약품, 의약외품, 화장품제조업소 대표
(경유)

제목 새로운 탈크 원료기준 설정 및 조치이행 명령

1. 최근 우리청에서 실시한 베이비파우더의 실태조사에 따르면 일부 제품에서 석면이 검출된 바 있습니다.

2. 이와 관련 석면의 일반적인 위해성을 감안할 때 적어도 인체에 적용되는 제품에 사용되는 탈크에 대해서는 미국, 유럽과 같이 석면이 검출되지 않아야 된다고 판단되는 바,

3. 금번 사례가 공중위생상 위해가 발생할 수 있다고 인정되어 화장품 전문가 등이 참여한 중앙약사심의위원회 자문을 거쳐 탈크의 원료기준을 우선 불임과 같이 새롭게 마련하였습니다.

4. 이에 약사법 제52조제1항·제62조제11호·제71조제2항·제76조제2항, 화장품법 제9조·제13조제2호·제19조제1항에 의거 귀사는 탈크를 사용하여 제품을 제조하는 경우, 우리청에서 정한 새로운 탈크 규격기준(불임)에 따라 검사를 반드시 실시하여 석면이 미검출된 탈크만이 사용될 수 있도록 조치하여 주시고,

5. 향후 실태조사 시, 동 새로운 규격기준에 적합하지 않은 탈크를 사용하는 경우, 관계 법령에 의거 불이익 처분을 받게 됨을 알려드립니다.

불임, 탈크 규격기준, 끝.

식품의약품안전청장



담당 **박주현** 사무관 **박정훈** 약무사무관 **채규한** 의약품안전정책 **전결 04/02**
과장 **유무영**

협조자

시행 의약품안전정책과-2260 (2009. 04. 02.) 접수
무 122-827 서울특별시 은평구 녹번동 38-29 유림빌딩 2층 / <http://www.kfda.go.kr>
전화 02-3156-8011 전송 02-3156-8029 / pjh21@kfda.go.kr / 비공개 (5)

친절·청렴 행정, 식약청의 자존심입니다. 부조리신고센터(www.kfda.go.kr)

탈 크

Talc

이 약은 천연의 함수규산마그네슘이며 때때로 소량의 규산알루미늄을 함유한다.

성 상 이 약은 흰색 ~ 회백색의 미세한 결정성 가루로 냄새 및 맛은 없다.

이 약은 매끄러운 감촉이 있고 피부에 붙기 쉽다.

이 약은 물, 에탄올 또는 에테르에는 거의 녹지 않는다.

확인시험 1) 이 약을 가지고 적외부스펙트럼측정법의 브롬화칼륨정제법에 따라 측정할 때 파수 $3675 \sim 3679 \text{ cm}^{-1}$, $1016 \sim 1020 \text{ cm}^{-1}$, $667 \sim 671 \text{ cm}^{-1}$ 에서 흡수를 나타낸다.

2) 이 약 0.2 g에 무수탄산나트륨 0.9 g 및 무수탄산칼륨 1.3 g을 섞고 백금도가니 또는 니켈도가니 중에서 가열하여 완전히 용해한다. 식힌 다음 용해물을 열탕 50 mL로 비커에 옮기고 거품이 나지 않을 때까지 염산을 넣은 다음 염산 10 mL를 더 넣고 수욕에서 증발건고한다. 식힌 다음 물 20 mL를 넣어 끓이고 여과한다. 잔류물에 메틸렌블루용액(1 → 10000) 10 mL를 넣고 다음에 물로 씻을 때 침전은 청색을 나타낸다.

3) 1)에서 얻은 여액에 염화암모늄 2 g 및 암모니아시액 5 mL를 넣고 필요하면 여과하고 인산수소나트륨시액을 넣을 때 흰색의 결정성 침전이 생긴다.

순도시험 1) **산가용물** 이 약 약 1 g을 정밀하게 달아 묽은염산 20 mL를 넣고 50 °C에서 15 분간 저어 섞으면서 가온하고 식힌 다음 물을 넣어 정확하게 50 mL로 하여 여과한다. 필요하면 여액을 맑아질 때까지 원심분리하고 이 액 25 mL를 취하여 묽은황산 1 mL를 넣고 증발건고하고 800 ± 25 °C에서 항량이 될 때까지 강열할 때 그 양은 2.0 % 이하이다.

2) **액성 및 물가용물** 이 약 10.0 g에 물 50 mL를 넣어 질량을 달고 증발하는 물을 보충하면서 30 분간 끓이고 식힌 다음 물을 넣어 처음의 질량으로 맞추고 여과한다. 필요하면 여액을 맑아질 때까지 원심분리한다. 여액은 중성이다. 또 여액 20 mL를 증발건고하고 잔류물을 105 °C에서 1 시간 건조할 때 그 양은 4.0 mg 이하이다.

3) 철 이 약 10.0 g을 달아 환류냉각기가 달린 플라스크에 넣고 0.5 mol/L 염산 50 mL를 천천히 저으면서 넣고 30 분 간 수욕에서 가열한다. 식힌 다음 용액을 비커에 옮기고 가만히 둔다. 가라앉은 침전물은 가능한 그대로 두고 상정액을 여과하고 열탕 10 mL 씩으로 비커와 침전물을 3 회 세척하여 여과하고 열탕 15 mL로 여지를 세척한다. 여액을 식히고 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액 2.5 mL를 취하여 0.5 mol/L 염산 50 mL를 넣고 물을 넣어 100 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 염화제이철 4.840 g을 염산 용액(150 → 1000)에 녹여 이 액 1 mL 중 철(Fe) 250 μ g을 함유하도록 하여 철 표준원액으로 한다. 쓸 때 만든다. 철 표준원액 2.0 mL, 2.5 mL, 3.0 mL, 4.0 mL를 각각 미리 0.5 mol/L 염산시액 50 mL를 넣은 용량플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액을 가지고 다음의 조건으로 원자흡광광도법의 검량선법에 따라 시험하여 검액 중 철의 함량을 구할 때 0.25 % 이하이다.

사용기체 : 가연성기체 아세틸렌

지연성기체 공기

램프 : 철중공음극램프

파장 : 248.3 nm

4) 납 3)의 검액을 그대로 검액으로 한다. 따로 납표준액 5.0 mL, 7.5 mL, 10.0 mL 및 12.5 mL를 각각 미리 0.5 mol/L 염산시액 50 mL를 넣은 용량플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액을 가지고 다음의 조건으로 원자흡광광도법의 검량선법에 따라 시험하여 검액 중 납의 함량을 구할 때 0.001 % 이하이다.

사용기체 : 가연성기체 아세틸렌

지연성기체 공기

램프 : 납중공음극램프

파장 : 217.0 nm

5) 칼슘 [과염소산염과 중금속의 혼합물은 폭발성이 있으므로 조작에 주의한다.] 이 약 0.5 g을 폴리테트라플루오로에틸렌접시에 취하여 염산 5 mL,

질산(무연) 5 mL 및 과염소산 5 mL를 넣고 천천히 저은 다음 불화수소산 35 mL를 넣고 잔류량이 약 0.5 mL가 될 때까지 천천히 증발건고한다. 잔류물에 염산 5 mL를 넣고 시계접시로 덮어 가열하여 녹인 다음 식힌다. 이 액을 놓은 50 mL 용량플라스크로 옮기고 폴리테트라플루오로에틸렌접시와 시계접시를 물로 씻어 세액을 모두 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이 액 5.0 mL를 취하여 염산 10 mL 및 염화란탄시액 10 mL를 넣고 물을 넣어 100 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 염화칼슘이수화물 3.67 g을 취하여 묽은염산을 넣어 녹여 1 L로 한다. 쓰기 직전 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 하여 칼슘표준원액으로 한다. 이 액 1 mL는 칼슘 100 μ g을 함유한다. 칼슘표준원액 1.0 mL, 2.0 mL, 3.0 mL 및 4.0 mL를 각각 미리 염산 10 mL 및 염화란탄시액 10 mL를 넣은 용량플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액을 가지고 다음의 조건으로 원자흡광광도법의 검량선법에 따라 시험하여 검액 중 칼슘의 함량을 구할 때 0.9 % 이하이다.

사용기체 : 가연성기체 아세틸렌

지연성기체 아산화질소

램프 : 칼슘중공음극램프

파장 : 422.7 nm

○ 염화란탄시액 : 산화란탄 5.9 g에 염산 10 mL를 천천히 넣고 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 100 mL로 한다.

6) 알루미늄 [과염소산염과 중금속의 혼합물은 폭발성이 있으므로 조작에 주의한다.] 이 약 0.5 g을 폴리테트라플루오로에틸렌접시에 취하여 염산 5 mL, 질산(무연) 5 mL 및 과염소산 5 mL를 넣고 천천히 저은 다음 불화수소산 35 mL를 넣고 용액이 약 0.5 mL가 될 때까지 천천히 증발건고한다. 잔류물에 염산 5 mL를 넣고 시계접시로 덮어 가열하여 녹인 다음 식힌다. 이 액을 미리 염화세슘시액 10 mL를 넣은 50 mL 용량플라스크로 옮기고 폴리테트라플루오로에틸렌접시와 시계접시를 물로 씻어 세액을 모두 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이 액 5 mL를 취하여 염화세슘시액 10 mL 및 염산 10 mL를 넣고 물을 넣어 100 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 염화알

루미늄 8.947 g을 달아 물을 넣어 1 L로 한다. 쓰기 직전 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 하여 알루미늄표준원액으로 한다. 이 액 1 mL는 알루미늄 100 μg 을 함유한다. 알루미늄표준원액 5.0 mL, 10.0 mL, 15.0 mL 및 20.0 mL를 각각 미리 염산 10 mL 및 염화세슘시액 10 mL를 넣은 용량플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액을 가지고 다음의 조건으로 원자흡광광도법의 검량선법에 따라 시험하여 검액 중 알루미늄의 함량을 구할 때 2.0 % 이하 이다.

사용기체 : 가연성기체 아세틸렌

지연성기체 아산화질소

램프 : 알루미늄중공음극램프

파장 : 309.3 nm

○ 염화세슘시액 : 염화세슘 2.53 g에 물을 넣어 100 mL로 한다.

7) 비소 이 약 0.5 g에 묽은황산 5 mL를 넣고 잘 흔들어 섞으면서 끓을 때까지 약한 열로 가열하고 빨리 식힌 다음 여과하고 처음에 묽은황산 5 mL, 다음에 물 10 mL로 씻고 여액 및 씻은 액을 합하여 수욕에서 증발하여 5 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다 (4 ppm 이하).

8) 석면 가) 또는 나)의 방법으로 시험할 때 석면이 확인되지 않는다. 만일 가) 또는 나)에서 양성으로 판정되면 추가로 다)의 방법으로 시험할 때 석면이 검출되지 않는다.(below limit of detection)

가) 이 약을 가지고 적외부스펙트럼측정법의 브롬화칼륨정제법에 따라 측정할 때 파수 757 ~ 759 cm^{-1} 의 흡수를 확인하여 흡수가 있는 경우 850 $^{\circ}\text{C}$ 에서 30 분 이상 강열하고 식힌 다음 다시 적외부스펙트럼을 측정하여 파수 757 ~ 759 cm^{-1} 에서 각섬석계 석면 중 트레모라이트 흡수를 확인한다. 또한 파수 600 ~ 650 cm^{-1} 의 흡수 또는 흡수건을 확인한다(사문석계 백석면).

나) 이 약을 분말 X-선 회절장치 홀더의 충전부에 충전 성형하여 분말 X-선 회절측정법으로 시험한다. 회절각 2θ 가 10.4 ~ 10.6 $^{\circ}$ 의 회절피크(각섬석계 석면) 및 24.2 ~ 24.4 $^{\circ}$ 와 12.0 ~ 12.2 $^{\circ}$ 의 회절피크를 확인한다(사문석계 백석면)

조작조건

X선 광원 : Cu K α 모노크로미터

관전류 및 관전압 : 24 ~ 30 mA, 40 kV

입사각 : 1 °

측정각 : 0.2 °

주사속도 : 0.1 ° /분

주사범위(회절각 2θ) : 10 ~ 13 ° , 24 ~ 26 °

다) 이 약을 편광현미경으로 관찰할 때 섬유 길이와 폭의 비율은 20 : 1 ~ 100 : 1 범위 내에 있거나 또는 섬유 길이가 5 μm 보다 긴 경우에는 길이와 폭의 비율이 100 : 1 이상이고, 더 얇은 섬유로 쪼개질 수 있으며, 다음 석면의 특징 중 2 가지 이상을 나타내는 경우 석면이 있는 것으로 확인한다.

석면의 특징은 ① 섬유묶음 안에 평행한 섬유질들이 있을 경우, ② 섬유묶음 중 닳거나 해진 끝이 존재할 경우, ③ 가는 바늘 형태의 섬유들이 존재할 경우, ④ 각각의 섬유들이 헝클어진 덩어리 형태의 뒤틀림을 나타낼 경우이다.

강열감량 5.0 % 이하 (1 g, 450 ~ 550 °C, 3 시간).

저 장 법 밀폐용기.

※ 편광현미경 관찰 : 석면의 형태, 굴절률, 분산염색의 색깔, 교차편광, 복굴절, 소멸각, 신장부호를 관찰하여 석면의 여부 및 종류 동정

분말 X-선 회절측정법

분말 X-선 회절측정법은 원칙적으로 무 배향화한 분말검체에 X-선을 조사하여 그 물질 중의 전자를 강제 진동시켜 생기는 간섭성 산란 X-선에 의한 회절강도를 각 회절각에서 측정하는 방법이다. 결정성물질의 X-선 회절 패턴은 각 화합물의 각 결정형에서 고유하고 특징적이다.

따라서 이 측정법은 결정, 결정다형 및 용매화결정의 동정, 판정 또는 정량, 결정성의 정성적 평가, 결정화도의 측정 등에 쓴다. 한편 비정질은 명확한 구조의 규칙성이 없고 임의의 분자배열 때문에 간섭성 X-선 산란강도가 적어 그 X-선 회절 패턴은 산만성의 극대인 헤일로(halo) 패턴을 초래한다. 이 때문에 비정질이나 결정성이 현저하게 낮은 검체에 대하여는 이 측정법의 적용에 한계가 있다.

결정성 물질에서는 구성 분자나 원자가 일정한 주기성을 가지고 규칙적으로 3차원 배열로서 입체적인 격자를 형성하고 있으며 이 격자의 최소단위가 단위격자이다. 단위격자 중의 임의의 3격자점으로 규정된 평면은 많은 평행면의 군을 형성하고 그 면에 특유한 일정한 면 간격이 존재한다. 이들 면의 군을 결정면이라 하며 보통 밀러(Miller)지수 hkl 로 표시한다. 이 지수는 각 단위격자의 3주축의 길이를 각 주축위의 어느 한 결정면의 절편의 길이로 나눈 각 값을 1조의 가장 작은 정수로 변환한 것이다. 어느 1조의 평행면 (hkl) 의 면 간격은 d_{hkl} 로 표시한다.

어느 결정면으로 X-선 회절이 생길 가능성 및 간섭성산란 X-선의 회절 방향은 브라그(Bragg) 법칙에 따른다. 입사 X-선의 파장을 λ , 결정면에 대한 X-선의 입사각 및 반사각을 θ 반사차수를 n 으로 하면,

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$$

을 만족하는 각도에서만 X-선 회절이 생긴다. 따라서 면 (hkl)의 회절각 2θ 는 면 간격을 규정하는 결정계, 격자정수 및 입사 X-선의 파장으로 결정된다.

한편 간섭성산란 X-선의 회절강도는 구조인자, 온도인자, 결정화도, 입사 X-선 강도, 분말검체의 부피와 밀도, 편광인자, 다중도인자, 로렌츠(Lorentz)인자, 흡수인자 등의 영향을 받는다. 이 중에서 편광인자는 입사

X-선의 단색화방법에, 로렌즈인자는 측정장치의 기하학적 조건에, 다중도인자는 결정계에, 흡수인자는 구성 원자에, 온도인자 및 결정화도는 실험온도 및 측정검체의 결정성에, 또한 구조인자는 구성원자의 종류 및 단위격자 중의 위치에 각각 의존한다.

장치 보통 계수관을 검출기로 한 디프рак토미터(diffractometer)를 분말 X-선 회절장치로 쓴다. 디프рак토미터는 X-선 발생장치, 고니오미터(goniometer), 계수장치, 제어연산장치 등으로 되어있다.

X-선 발생장치는 X-선 관구내에서 가열시킨 음극에서 나오는 열전자를 전장에서 가속시켜 대음극에 조사하여 X-선을 발생시킨다. 분말 X-선 회절장치에서는 파장에 분포가 있는 연속 X-선 부분을 제거하고 단색화된 특성 X-선만을 쓴다. 특성 X-선의 파장은 대음극에 사용된 금속의 종류로 결정되기 때문에 측정검체에 적합한 파장의 X-선을 얻을 수 있는 대음극의 종류를 선택한다.

고니오미터는 X-선의 입사방향과 검체면 및 검체면과 계수장치와의 각도를 주사하는 장치이다. 보통 양 각도가 동일하게 유지되도록 주사하는 대칭반사법으로 측정한다. 고니오미터는 특성 X-선을 선택하기 위하여 필터 또는 모노크로미터를 장착한다. 또한 부속장치로서 검체의 가열, 냉각장치를 부착할 수 있다.

계수장치는 분말검체에서 회절된 X-선을 전기적인 신호로 교환하는 검출기와 얻은 전기적 신호를 회절각도로 환산하는 부분으로 된 장치이다. 보통 검출기로는 비례계수관 또는 신틸레이션계수관을 쓴다.

제어연산장치는 고니오미터 각도의 제어 및 얻은 회절각도의 기록, 데이터처리를 하는 장치이다.

조작법 측정 전에 대음극의 종류, X-선 관구의 관전류와 관전압, 주사속도, 주사범위, 시정수 등을 측정의 목적에 맞도록 조정한다. 보통 유기화합물과 고분자화합물의 측정에는 구리를 대음극으로 쓴다.

보통 측정검체는 알루미늄 또는 유리제 평판검체 홀더의 충전부에 분말검체를 충전 성형하여 조제한다. 이 때 분말검체입자는 원칙적으로 무배향화한 것을 쓴다. 보통 검체분말을 무배향화하는 방법으로 검체를 마노제유발 등으로 분쇄하여 미세결정으로 하는 방법을 쓴다. 그러나 검체의 물성 또는 측정목적에 따라 이 방법이 부적당한 경우가 있으며 분쇄조작이 검체결정의 결정성 등에 영향을 줄 수 있으므로 주의한다. 또한 검체면은 검체홀더와 일치한 평면을 형성하고 검체홀더를 대칭반사의 위치에 바르게 설치할 필요가 있다. 검체결정을 검체홀더 충전부에 딱 밀어 넣어 성형할

때 성형압력에 따라 결정면이 배향하는 경우가 있으므로 주의한다.

동정 및 판정 동정은 측정된 검체의 분말 X-선 회절패턴을 표준검체의 그것과 비교하여 동정 한다. 결정다형과 용매화결정의 판정은 각각의 결정형이 나타내는 고유한 특징적인 X-선 회절패턴을 측정된 검체 간에 상호 비교하거나 표준검체의 그것과 비교하여 한다.

회절 X-선의 상대강도 (어떤 회절각에서의 피크강도와 기준피크강도, 보통 X-선 회절패턴 중 가장 강한 피크강도와의 비)와 면간격 d 를 두 회절패턴의 비교에 쓴다. 다만 동일한 X-선 파장을 써서 측정된 검체 간의 동정에는 면간격 대신에 회절각을 비교에 쓸 수 있다. 의약품각조에 따로 규정하지 않는 한 보통 유기화합물의 결정에는 회절각의 주사범위는 5° 에서 40° 이다.

동정 또는 판정하려고 하는 X-선 회절패턴을 비교할 때 양자의 X-선 회절패턴이 동일한 면간격에서 같은 모양의 상대강도의 회절피크를 나타내는 것이면 양자의 동일성이 확인되는 것이다. 동일 결정형에서는 보통 회절각은 $\pm 0.2^\circ$ 범위 내로 일치한다.

정 량 법 분말 X-선 회절측정법에 의한 정량은 정밀도가 높지 않다. 그래서 이 측정법으로 정량하는 것은 결정다형 및 용매화결정의 양적 평가 및 결정화도의 측정에 한한다.

결정다형 및 용매화결정을 나타내는 특징적 회절피크에서 적당한 피크를 선택하여 그 결정형을 정량한다. 보통 일정 질량의 분석 검체에 대하여 특징적인 피크의 강도를 측정하고 미리 표준검체를 여러 비율로 함유한 검체를 가지고 작성한 검량선을 써서 분석한다. 또는 분석하는 검체에 일정 비율의 내부표준물질을 넣어 검체의 특징적인 회절피크와 내부표준물질의 회절피크의 회절강도비를 측정하고 미리 표준검체와 내부표준물질의 여러 비율의 혼합물을 가지고 작성한 검량선을 써서 분석한다. 이 때 결정면 방향이 다른 2개 이상의 회절피크를 써서 정량하면 배향의 영향이 없다는 것을 확인할 수 있다. 내부표준물질은 검체와 같은 정도의 밀도를 가지며 X-선에 대한 흡수의 성질이 유사하고 검체의 특징적 회절피크와 겹치지 않는 회절피크를 가지는 것을 선택한다.

X-선을 조사할 때 부적절하게 사용하면 건강을 해칠 가능성이 있으므로 주의할 필요가 있다.