

카본블랙의 규격 가이드라인

2010. 05.

<서 론>

1. 배경

식품의약품안전청에서는 화장품 원료지정에 관한 규정 (식품의약품안전청 고시 제 2010 - 24호, 2010. 04. 30.) 개정에 따라 화장품 원료의 안전성 관리에 있어 업계 및 제반 관련자에게 도움을 주고자 카본블랙의 규격에 대한 가이드라인을 제정하게 되었다.

2. 목적

가. 화장품 중 카본블랙에 대한 규격을 제시함으로써 화장품 안전성 확립에 기여하고,

나. 화장품업계 및 관련 검사기관에서의 품질관리에 도움을 주고자 한다.

카본블랙 Carbon Black

이 원료는 방향족 원유를 연소관에 넣고 천연가스를 주입하여 열분해한 후 물로 냉각시켜 만든 색소로 정량할 때 탄소(C : 12.01) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흑색 가루로 냄새 및 맛은 없다.

확인시험 이 원료 1.0 g을 가지고 500 °C에서 4 시간 탄화시키면 소실 또는 거의 소실되며, 이 원료 2.0 g에 염산, 질산 및 수산화나트륨시액을 넣으면 용해되지 않는다.

비표면적 이 원료 0.10~0.20 g을 달아 검체관에 넣고 12 시간 동안 110 °C에서 감압하여 건조한 다음 소량의 건조한 질소를 넣은 다음 검체관에 마개를 하여 검체의 무게를 정밀하게 단다. 검체관을 측정 장치에 매달고 검체관 안의 압력이 2~10 Pa가 될 때 까지 조심하면서 감압한다. 필요하면 검체관 안의 빈 부피를 측정한다. 액체질소를 넣은 듀아(Dewar) 병을 검체관 위의 정해진 위치까지 올리고 상대압(P/P₀)이 약 1.0이 될 때까지 충분한 양의 질소를 도입하고 상대압이 0.10, 0.20, 0.30일 때의 흡착된 질소의 부피(V_a)를 측정하여 다음의 BET(Brunauer, Emmett, Teller) 흡착등온식을 구한다. 이 때 직선회기의 상관계수 r²은 0.995 이상이 되어야 한다.

$$\frac{1}{V_a \left(\frac{P_0}{P} - 1 \right)} = \frac{(C-1)}{V_m C} \times \frac{P}{P_0} + \frac{1}{V_m C}$$

P : -195.8 °C (액체질소의 비점)에서 검체 표면과 평형상태인 흡착기체의 분압 (Pa)

P₀ : 흡착기체의 증기압 (Pa)

V_a : 표준상태 (0 °C, 1.013 × 10⁵ Pa)에서의 흡착 기체의 부피 (mL)

V_m : 검체 표면에서 겉보기 단분자층을 형성하는 표준상태에서의 흡착기체의 부피 (mL)

C : 검체 표면에서의 흡착기체의 흡착엔탈피와 관계있는 정수

여기에서 얻은 V_m 을 가지고 아래 계산식에 따라 검체의 비표면적 S를 구한다. (200~260 m²/g).

$$S = (V_m N_a) / (m \times 22400)$$

N : 아보가드로수 6.022×10^{23} /mol

a : 흡착기체분자 1 개의 유효단면적 (m²)

N_2 : 0.162×10^{-18}

m : 분말 검체의 질량 (g)

강열감량 2.0 % 이하 (125 °C에서 1 시간 건조 후 1.0 g, 뚜껑을 덮고 950 °C에서 7 분간 강열)

강열잔분 0.15 % 이하 (800 °C에서 6 시간 이상 강열)

순도시험 1) **납** 이 원료 1.0 g에 염산 20 mL 및 브롬시액 5 mL를 넣어 5 분간 가열한 후 여과하고 남은 잔류물을 열탕 50 mL로 씻어 씻은 액을 여액에 합쳐 증발건고 한다. 여기에 1 N 염산 1 mL, 물 20 mL 및 아황산 5 mL를 넣고 저어주면서 여과한다. 여액을 끓인 후 식히고 물을 넣어 50 mL로 한 액 10 mL를 검액으로 하여 시험한다. (10 ppm이하).

2) **비소** 이 원료 1.0 g에 질산 20 mL를 넣고 약 5 mL이 될 때까지 가열하여 농축한다. 식힌 다음 황산 5 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열하고 질산 소량을 넣어 다시 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 더 이상 붉은 연기가 발생하지 않을 때까지 이 조작을 반복한다. 여기에 질산·과염소산 혼합액(1:1) 5 mL를 넣고 가열한다. 액이 무색~엷은 황색이 될 때까지 이 조작을 반복한다. 식힌 다음 포화수산암모

농용액 10 mL를 넣어 다시 흰 연기가 날 때까지 가열하고 이 조작을 3 회 반복한다. 식힌 다음 물을 넣어 30 mL로 하여 검액으로 한다. 검액 20 mL를 가지고 장치 C를 이용하여 시험한다. (3ppm 이하).

3) 황 : 다음 시험법 중 적당한 방법에 따라 시험한다.

가) 적정법

이 원료 약 25 mg을 정밀하게 달아 과산화수소·물 혼합액(1:100) 10 mL를 흡수액으로 하여 산소플라스크연소법에 따라 조작하여 얻은 액을 검액으로 한다. 검액에 메탄올 40 mL를 넣고 0.002 N 과염소산바륨액 15 mL를 정확하게 넣어 10 분간 방치한 다음 알세나조III시액 0.15 mL를 넣어 0.002 N 황산으로 적정한다. 다만 적정의 종말점은 액의 청자색이 홍색으로 변할 때로 한다. 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다. (0.65 % 이하).

$$0.002 \text{ N 과염소산바륨액 } 1 \text{ mL} = 0.032062 \text{ mg S}$$

나) 자동원소분석기를 사용하는 방법

아래 정량법에 따라 시험하여 검체시료 중 황의 함량을 구한다. (0.65% 이하)

4) 총 다환방향족탄화수소류 (PAHs) 이 원료 약 2.5g을 정밀하게 달아 디클로로메탄·메탄올 혼합액(50 : 50) 20mL를 넣고 30분간 초음파진탕하여 검체를 충분히 분산시킨다. 15분간 원심분리(3000rpm)한 다음 상층액을 취하여 여과한 액을 검액으로 한다. 따로 다환방향족탄화수소류(PAHs) 표준액(Polynuclear Aromatic Hydrocarbons Mix(100-2000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (Supelco))과 이 액 약 0.1mL을 정확하게 취하여 디클로로메탄·메탄올 혼합액(50 : 50)을 넣어 각각 1mL, 10mL, 50mL, 100mL로 한 액을 검량선용 표준액으로 한다. 검액 및 표준액을 가지고 다음 조건으로 가스크로마토그래프법에 따라 시험하여 표준액의 검량선을 써서 검액의 다환방향족탄화수소류(PAHs) 함량을 구한다. (0.5ppm 이하)

<조작조건>

검출기 : 질량분석기(이온화모드 : 70eV, 분석모드 : EI+)

칼럼 : DB-5MS(30m×0.25mm×0.25 μ m) 또는 이와 동등한 칼럼
칼럼온도 : 70 $^{\circ}$ C(3분 유지)→20 $^{\circ}$ C/분으로 승온→240 $^{\circ}$ C→7 $^{\circ}$ C/분으로 승온→
310 $^{\circ}$ C(3분 유지)

이동가스 : 헬륨

주입기 온도 : 250 $^{\circ}$ C

분석기 온도 : 310 $^{\circ}$ C

주입량 : 1 μ l

5) 벤조(a)피렌 이 원료 약 2.5g을 정밀하게 달아 내부표준액(3-메틸렌클로안트라센(1 μ g/mL)) 및 디클로로메탄·메탄올 혼합액(50 : 50) 20mL를 넣고 30분간 초음파 진탕하여 검체를 충분히 분산시킨 다음, 15분간 원심분리(3000rpm)한 다음 상층액을 취하여 여과한 액을 검액으로 한다. 따로 벤조(a)피렌 표준품 적당량을 정밀하게 달아 내부표준액 및 디클로로메탄·메탄올 혼합액(50 : 50)을 넣어 농도가 다른 5가지 이상의 검량선용 표준액을 만든다. 이 표준액의 농도는 1mL당 벤조(a)피렌 1~100ng/mL 범위내로 한다. 검액 및 표준액 각각 10 μ l씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 표준액의 검량선을 써서 검액의 벤조(a)피렌 함량을 구한다. (5ppb 이하)

<조작조건>

검출기 : 형광분석기(여기파장 : 325nm, 방출파장 : 400nm)

칼럼 : Supercosil LC_PAH (4.6×250mm, 5 μ m) 또는 이와 동등한 칼럼

이동상 : 아세토니트릴 : 정제수 = 94 : 6

유속 : 1.0 mL/분

6) 디벤즈(a,h)안트라센 이 원료 약 2.5g을 정밀하게 달아 내부표준액(3-메틸렌클로안트라센(1 μ g/mL)) 및 디클로로메탄·메탄올 혼합액(50 : 50) 20mL를 넣고 30분간 초음파 진탕하여 검체를 충분히 분산시킨 다음, 15분간 원심분리(3000rpm)한 다음 상층액을 취하여 여과한 액을 검액으로 한다. 따로 디벤즈(a,h)안트라센 표준품 적당량을 정밀하게 달아 내부표준액 및 디클로로메탄·메탄올 혼합액(50 : 50)을 넣어 농도가 다

른 5가지 이상의 검량선용 표준액을 만든다. 이 표준액의 농도는 1mL 당 디벤즈(a,h)안트라센 1~100ng/mL 범위내로 한다. 검액 및 표준액 각각 10 μ l씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 표준액의 검량선을 써서 검액의 디벤즈(a,h)안트라센 함량을 구한다. (5ppb 이하)

<조작조건>

검출기 : 형광분석기(여기파장 : 325nm, 방출파장 : 400nm)

칼럼 : Supercosil LC_PAH (4.6 \times 250mm, 5 μ m) 또는 이와 동등한 칼럼

이동상 : 아세토니트릴 : 정제수 = 94 : 6

유속 : 1.0 mL/분

정 량 법 이 원료를 105 $^{\circ}$ C에서 1시간 동안 건조 후 약 1.0mg을 정밀하게 달아 검체시료로 한다. 따로 정량용 표준품(2,5-Bis(5-tert-butyl-benzeno xazol-2-yl)thiophene, C₂₆H₂₆N₂O₂S, MW 430.57) 약 1.0~2.0 mg을 정밀하게 달아 표준시료로 한 후 검량선을 작성한다. 검체시료 및 표준시료를 가지고 자동원소분석기(Automatic Elemental Analyzer)로 측정하여 표준시료로부터 얻은 검량선을 써서 검체 중 탄소의 함량(%)을 구한다.

<조작조건>

검출기 : 열전도도 검출기(TCD)

칼 럼 : Porapak PQS (PTFE, 2m, 6*5mm) 또는 이와 동등한 컬럼

칼럼온도 : 60 $^{\circ}$ C

이동가스 : 헬륨(120-140mL/분)

연소가스 : 산소(250mL/분)

용광로 온도 : 900 $^{\circ}$ C

반응관 온도 : 1800 $^{\circ}$ C