

# 화장품 중 유해물질 분석법 가이드라인 개정

2010. 08.

## 「화장품 중 유해물질 분석법 가이드라인」 중 개정

### 1. 개정이유 및 주요내용

#### 1. 개정이유

가. 식품의약품안전청에서는 소비자들의 유해물질에 대한 관심이 증가함에 따라 이에 대한 분석법을 제공을 통하여 화장품의 안전성 및 품질 관리에 있어 업계 및 제반 관련자에게 도움을 주고자 「화장품 중 유해물질 분석법 가이드라인」을 제정한 바 있습니다.

나. 이에 그치지 않고 화장품 업계 및 검사기관의 보다 더 나은 유해물질 관리 및 안전성 확보를 위하여 1,4-디옥산과 포름알데히드 분석법의 적용범위를 확대하고, 화장품 원료지정에 관한 규정(식품의약품안전청고시 제2010-38호)에 배합금지성분으로 지정되어 있는 벤조일퍼옥사이드 성분의 분석법을 추가하여 동 가이드라인을 개정하고자 합니다.

#### 2. 주요내용

가. 1,4-디옥산(1,4-Dioxane), 포름알데히드(Formaldehyde) 시험의 적용 대상을 모든 화장품 유형으로 확대.

나. 벤조일퍼옥사이드(Benzoylperoxide) 분석법 신설.

## 「화장품 중 유해물질 분석법 가이드라인」 중 개정

「화장품 중 유해물질 분석법 가이드라인」 중 다음과 같이 개정한다.

1. 서론의 문구를 일부 수정하여 붙임과 같이 한다.
2. 1,4-디옥산(1,4-Dioxane), 포름알데히드(Formaldehyde) 중 다음을 삭제한다.  
※비고 : 본 시험의 시료는 샴푸, 린스, 로션, 바블 바스임.
3. 벤조일퍼옥사이드(Benzoylperoxide)을 신설한다.

## 서 론

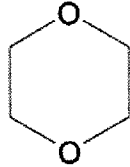
- 가. 식품의약품안전청에서는 소비자들의 유해물질에 대한 관심이 고조됨에 따라 화장품 중 유해물질에 대한 기준 규격을 지속적으로 강화시키고 있으나 이에 대한 분석방법이 제공되지 않아 화장품의 품질관리에 어려움을 겪고 있는 것이 현실이다. 이에 따라 식약청에서는 화장품의 안전성 관리에 있어 업계 및 제반 관련자에게 도움을 주고자 이 가이드라인을 제정하게 되었다.
- 나. 화장품 중 유해물질에 대한 분석법을 제시함으로써 화장품 안전성 확립에 기여하고, 분석법 가이드라인의 제시로 화장품업계 및 관련 검사기관에서의 품질관리에 도움을 주고, 유해물질 관리 능력을 향상시켜 화장품의 안전 관리에 만전을 기하고자 한다.
- 다. 이 가이드라인의 분석조건에 따라 시험할 때, 목적성분 분리에 방해를 주는 성분을 함유하고 있는 제품이 있을 수 있으므로, 이러한 경우에는 분석 조건을 재조정하여 검증할 필요가 있다.

1,4 - 디옥산  
(1,4 - Dioxane)

## 가. 성분개요

1) 1,4-디옥산 (1,4-Dioxane, p-Dioxane, 1,4-Diethylene dioxide)

- 분자식 :  $C_4H_8O_2$
- 분자량 : 88.11
- 구조식 :



- CAS 번호 : 123-91-1
- 우리나라 : 배합금지

## 나. 시험방법

시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 20 % 황산나트륨용액 1.0 mL를 넣고 잘 흔들어 섞어 검액으로 한다. 따로 1,4-디옥산 표준품을 물로 희석하여 0.0125, 0.025, 0.05, 0.1, 0.2, 0.4, 0.8 mg/mL의 액으로 한 후, 각 액 50.0  $\mu$ L씩을 정확하게 취하여 각각에 폴리에틸렌글리콜 400 약 1.0 g 및 20 % 황산나트륨용액 1.0 mL를 넣고 잘 흔들어 섞은 액을 표준액으로 한다. 검액 및 표준액을 가지고 다음 조건으로 기체크로마토그래프법의 절대검량선법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위 내에서 시료 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

### <조작조건>

검출기 : 질량분석기

- 인터페이스온도 : 240  $^{\circ}$ C
- 이온소스온도 : 230  $^{\circ}$ C
- 스캔범위 : 40 ~ 200 amu
- 질량분석기모드 : 선택이온모드 (88, 58, 43)

헤드스페이스

- 주입량(루프) : 1 mL
- 바이알 평형온도 : 95  $^{\circ}$ C

- 루프온도 : 110 °C
- 주입라인온도 : 120 °C
- 바이알 퍼지압력 : 20 psi
- 바이알 평형시간 : 30 분
- 바이알 퍼지시간 : 0.5 분
- 루프 채움시간 : 0.3 분
- 루프 평형시간 : 0.05 분
- 주입시간 : 1 분

칼럼 : 안지름 약 0.32 mm, 길이 약 60 m인 관에 기체크로마토그래프용 폴리에틸렌왁스를 실란처리한 500 μm의 기체크로마토그래프용 구조도에 피복한 것을 충전한다.

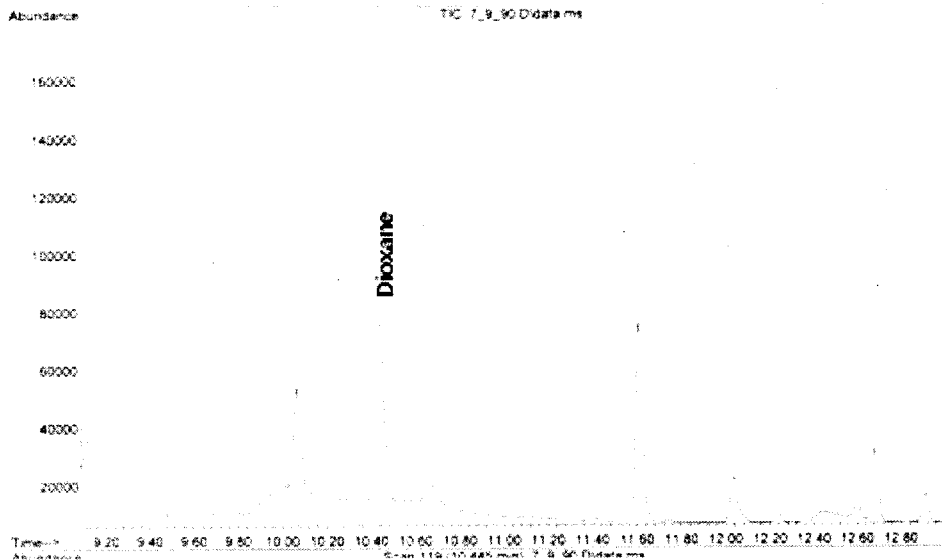
칼럼온도 : 처음 2 분간 50 °C로 유지하고 160 °C까지 1 분에 10 °C 씩 상승시킨다.

운반기체 : 헬륨

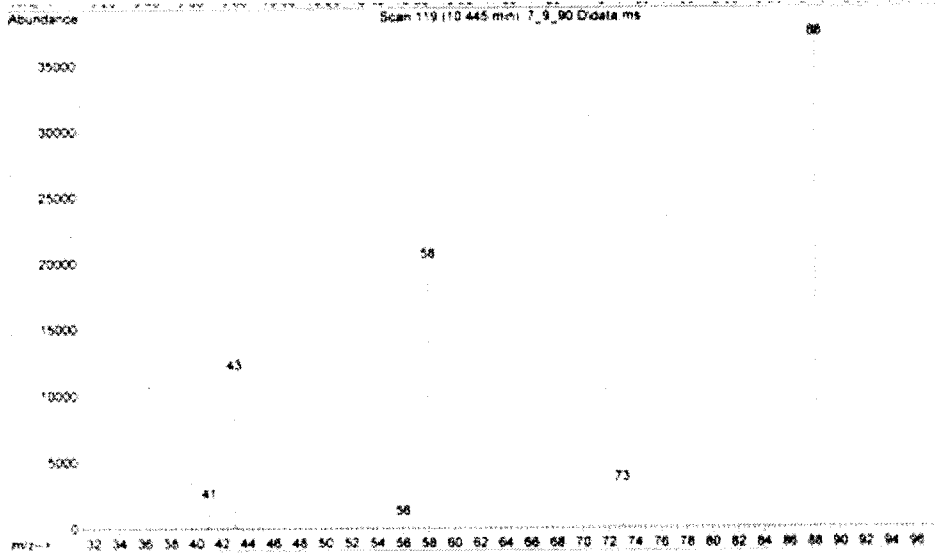
유량 : 1,4-디옥산의 유지시간이 약 10 분이 되도록 조정한다.

스플리트비 : 약 1:10

#### 다. 크로마토그램



라. 스펙트럼



마. 참고문헌: US EPA 8260C 'Volatile Organic Compounds by Gas chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS)'  
(<http://www.epa.gov/osw/hazard/testmethods/pdfs/8260c.pdf>)

벤조일퍼옥사이드  
(Benzoylperoxide)

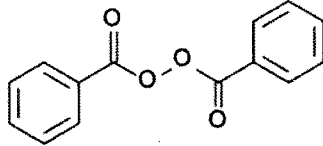
## 가. 성분개요

### 1) 벤조일퍼옥사이드(Benzoylperoxide)

- 분자식 :  $C_{14}H_{10}O_4$

- 분자량 : 242.23

- 구조식 :



- CAS 번호 : 94-36-0

- 우리나라 : 배합금지

## 나. 시험방법

시료 약 2.0 g을 정밀하게 달아 아세토니트릴을 넣어 1시간 동안 초음파를 써서 균질 혼합하고 아세토니트릴을 넣어 20.0 mL로 한 것을 여과하여 검액으로 한다. 따로 벤조일퍼옥사이드 표준품 약 20 mg을 정밀하게 달아 아세토니트릴에 녹여 1000 ppm(1000  $\mu$ g/mL)으로 만든 다음 이 액 일정량을 취하여 0.1, 0.5, 1, 5, 10 ppm 농도로 한 것을 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 약 10  $\mu$ L 씩을 가지고 다음 조작조건으로 액체크로마토그래프 절대검량선법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위 내에서 시료 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

### <조작조건>

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 235 nm)

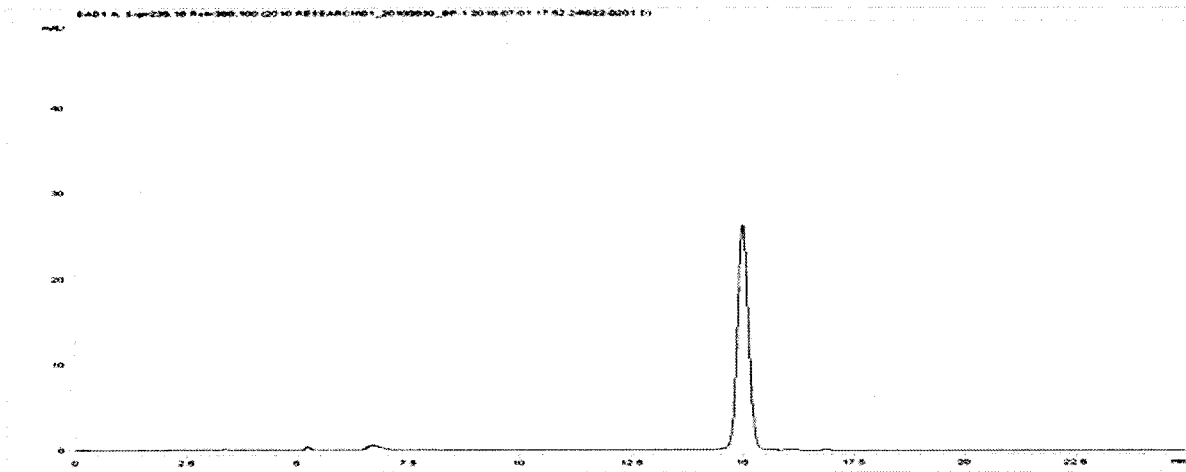
칼럼 : Xterra MS C<sub>18</sub> (5  $\mu$ m, 4.6 x 250 mm)

이동상 : 물 : 아세토니트릴 혼합액 (45 : 55)

유량 : 1.0 mL/분

주입량 : 10  $\mu$ L

#### 다. 크로마토그램



라. 검출한계 0.018 ppm  
정량한계 0.054 ppm

#### 마. 참고문헌

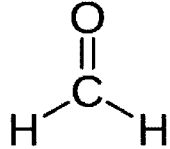
1. USP 'Hydrous Benzoyl Peroxide, Benzoyl Peroxide Gel 및 Benzoyl Peroxide Lotion'
2. 의약품 등 시험방법 밸리데이션에 대한 가이드라인 적용을 위한 해설서 (2008. 12)
3. 「화장품중 배합금지 및 배합한도 성분의 분석법 확립 및 유연물질 안전관리 기준 국제화」 (2010년)

포름알데하이드  
(Formaldehyde)

## 가. 성분개요

### 1) 포름알데하이드 (Formaldehyde)

- 분자식 :  $\text{CH}_2\text{O}$
- 분자량 : 30.03
- 구조식 :



- CAS 번호 : 50-00-0
- 우리나라 : 배합한도(유리포름알데하이드로서) 0.2 % 이하

## 나. 시험방법

시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 초산·초산나트륨완충액<sup>주1)</sup> 20 mL를 넣어 1 시간 진탕 추출한 다음 이 액 1 mL를 정확하게 취하여 물을 넣어 200 mL로 하고, 이 액 100 mL를 정확하게 취하여 초산·초산나트륨완충액<sup>주1)</sup> 4 mL를 넣은 다음 균질하게 섞고 6 mol/L 염산 또는 6 mol/L 수산화나트륨용액을 넣어 pH를 5.0으로 조정한다. 이 액에 2,4-디니트로페닐하이드라진시액<sup>주2)</sup> 6.0 mL를 넣고 40 °C에서 1 시간 진탕한 다음, 디클로로메탄 20 mL로 3 회 추출한 후, 무수황산나트륨 5.0 g을 놓은 깔때기를 써서 여과한다. 이 여액을 감압에서 가온하여 증발 건조한 다음 잔류물에 아세토니트릴 5.0 mL를 넣어 녹인 액을 검액으로 한다. 따로 포름알데하이드 표준품을 물로 희석하여 0.001, 0.01, 0.03, 0.05, 0.1, 0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 의 액을 만든 후, 각 액 100 mL씩을 정확하게 취하여 검액과 같은 방법으로 전처리하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 각 10  $\mu\text{L}$ 씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법의 절대검량선법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위 내에서 시료 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

### <조작조건>

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 355 nm)

칼 럼 : 안지름 약 4.6 mm, 길이 약 25 cm인 스테인레스강관에 5  $\mu\text{m}$ 의 액체크로마토그래프용옥타데실실릴화한 실리카겔을 충전한다.

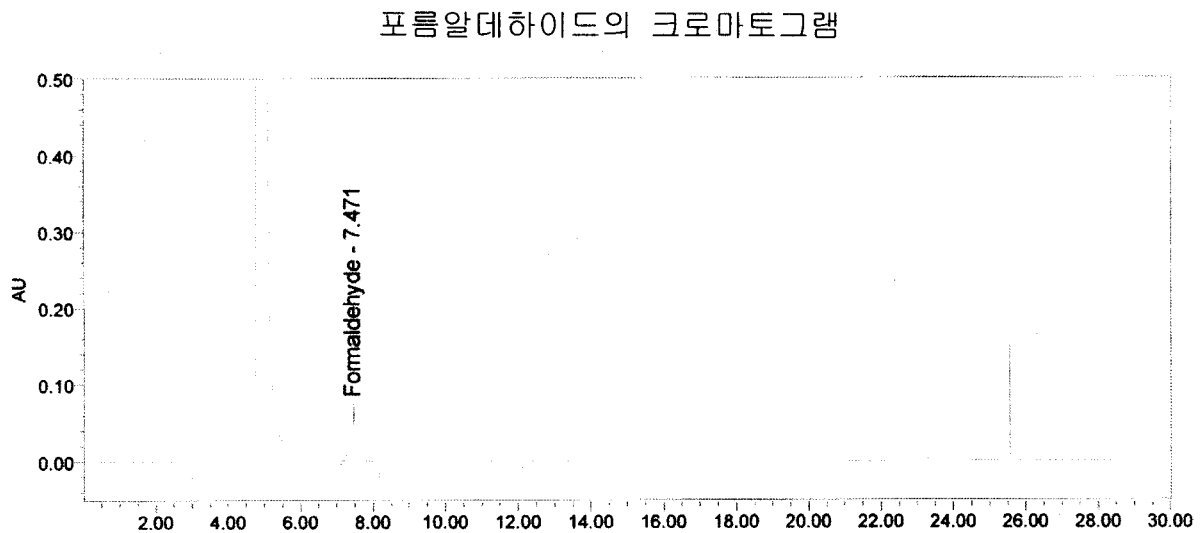
이동상 : 0.01 mol/L 염산 . 아세토니트릴혼합액 (40 : 60)

유 량 : 1.5 mL/분

주1) 초산·초산나트륨완충액 : 5 mol/L 초산나트륨액 60 mL에 5 mol/L 초산 40 mL를 넣어 균질하게 섞은 다음, 6 mol/L 염산 또는 6 mol/L 수산화 나트륨용액을 넣어 pH를 5.0으로 조정한다.

주2) 2,4-디니트로페닐하이드라진시액 : 2,4-디니트로페닐하이드라진 약 0.3 g을 정밀하게 달아 아세토니트릴을 넣어 녹여 100 mL로 한다.

#### 다. 크로마토그램



#### 라. 참고문헌 :

1. EPA METHOD 8315A
2. 「화장품중 신규지정 살균.보존제, 자외선 차단성분 분석법 확립 연구」 (2009)