

주사전자현미경을 리용한 화장품속의 이산화규소와 산화철립자의 특성평가

리금진, 김은철, 박규희

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《나라의 과학기술을 세계적수준에 올려세우자면 발전된 과학기술을 받아들이는것과 함께 새로운 과학기술분야를 개척하고 그 성과를 인민경제에 적극 받아들여야 합니다.》

(《김정일선집》 증보판 제11권 138~139페이지)

화장품분체물질로는 활석, 운모, 이산화티탄, 산화철, 이산화규소 등 여러가지 무기물질들과 표면활성제로 리용되는 여러가지 유기물질들이 리용된다. 분체물질들의 조성과 크기 및 모양에 따라 화장품의 질이 크게 차이나므로 립자들의 모양과 크기를 조성별로 정확히 평가하는것은 화장품의 기능을 개선하고 질을 제고하는데서 매우 중요한 문제로 나선다.

화장품생산에 리용되는 무기물질들에는 결정형과 무정형이 있는데[2] 무정형물질들은 X선회절분석으로 알아낼수 없다.

현재 세계적으로 현미경분석에서 립자의 크기와 모양에 대한 여러가지 지표를 선정해 놓고 립자분석을 위한 화상처리프로그램들도 개발리용하고있다.[3-5]

우리는 에네르기분산형X선분석기(EDX)를 장비한 주사전자현미경을 리용하여 화장품속에 들어있는 무정형이산화규소와 산화철립자의 크기와 모양을 정량적으로 평가하기 위한 분석지표들을 확정하였다.

1. 주사전자현미경에 의한 무기물조성분석

화장품시료로는 눈등분을, 분석장치로는 X선회절분석기(《Rigaku SmartLab》), 주사전자현미경(《JSM-6610A》), 에네르기분산형X선분석기(《EX-94300S4L1Q》)를 리용하였다.

시료의 XRD도형은 그림 1과 같다.

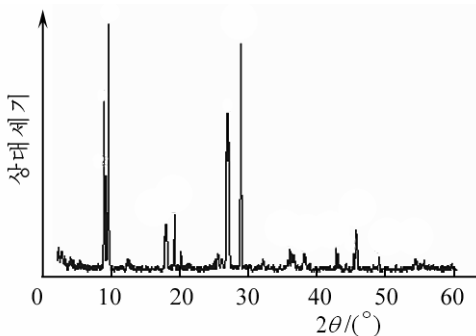


그림 1. 시료의 XRD도형

XRD도형을 MDI JADE5.0프로그램으로 분석한 결과 시료속에는 철리튬운모와 금운모, 활석, 산화철, 이산화티탄이 들어있었다.

다음 주사전자현미경으로 시료의 반사전자상을 얻고 EDX로 조성을 분석하였다.(그림 2-5)

그림 2-5에서 보는바와 같이 시료속에는 이산화규소도 들어있다는것을 알수 있다.

이산화규소의 조성판정방법은 다음과 같다.

먼저 시료의 반사전자상을 얻고 밝음도준위에 따라 립자들을 분류한 다음 개별적인 원소들의 원

소분포화상을 얻는다. 다음 화상겹치기기능을 리용하여 개별적인 원소들의 원소분포화상을 겹치기할 때 RGB색조합에 따라 조성을 확정한다. EDX로 점분석(또는 면분석)하여 목적하는 립자의 원소조성을 분석하고 화학량론적으로 계산한 립자의 조성파 비교한다.

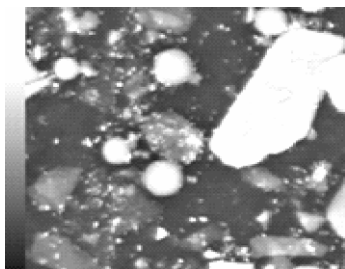


그림 2. SEM반사전자상

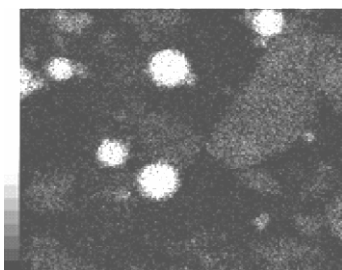


그림 3. 규소의 분포화상

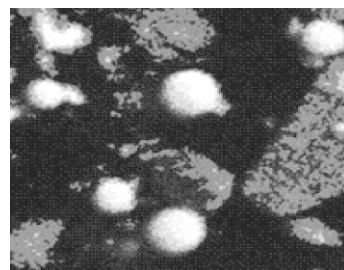


그림 4. 규소와 산소의 겹침화상

EDX분석결과 시료에 규소는 (46.27 ± 0.21)질량%, 산소는 (53.73 ± 0.33)질량% 들어있다는것을 알 수 있다. 이것은 리론량(46.74, 53.26질량%)과 잘 일치한다. 이산화규소에는 결정형과 무정형이 있으며 화장품생산에는 무정형만을 리용한다.[3] X선회절 분석결과에 이산화규소가 검출되지 않은것은 바로 무정형상으로 존재하기때문이다.

같은 방법으로 산화철립자의 존재도 확인할수 있다.

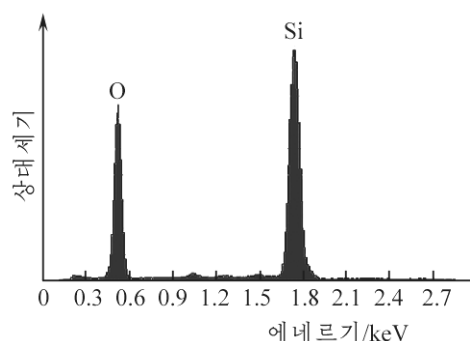


그림 5. EDX분석결과

2. 이산화규소와 산화철립자의 특성평가

립자분석프로그램을 리용하여 주사전자현미경 화상에서 립자들의 특성지표들[1]을 평가하였다.

이산화규소와 산화철립자들의 크기 및 모양지표들은 표 1, 2와 같다.

표 1. 이산화규소와 산화철립자들의 크기지표

크기 지표	이산화규소				산화철			
	최대값	최소값	평균값	표준편차	최대값	최소값	평균값	표준편차
면적/ μm^2	48.18	20.32	36.17	9.18	0.09	0.07	0.08	0.01
둘레길이/ μm	26.21	17.03	22.69	2.99	1.16	1.04	1.10	0.05
원등가직경/ μm	7.83	5.09	6.72	0.89	0.34	0.30	0.32	0.02
긴축길이/ μm	8.09	5.20	6.99	0.97	0.36	0.34	0.35	0.01
짧은축길이/ μm	7.85	5.06	6.69	0.88	0.35	0.29	0.31	0.01
수평최대길이/ μm	7.73	5.10	6.74	0.89	0.33	0.28	0.30	0.02
수직최대길이/ μm	7.80	5.05	6.67	0.87	0.33	0.31	0.32	0.01
수평페레트직경/ μm	7.75	5.10	6.77	0.90	0.33	0.28	0.31	0.02
수직페레트직경/ μm	7.80	5.05	6.67	0.87	0.33	0.32	0.32	0.01

표 2. 이산화규소와 산화철립자들의 모양지표

모양지표	이산화규소				산화철			
	최대값	최소값	평균값	표준편차	최대값	최소값	평균값	표준편차
오일러르수	1.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	1.00	0.00
치밀도	0.88	0.84	0.86	0.01	0.87	0.73	0.82	0.05
방위/(°)	73.28	-79.22	3.58	44.58	55.55	-74.81	-23.93	66.74
가로세로비	0.97	0.91	0.95	0.02	0.97	0.83	0.89	0.05
원형도	0.94	0.92	0.93	0.01	0.92	0.86	0.89	0.02

표 1, 2에서 보는바와 같이 이산화규소와 산화철립자들은 모두 구모양으로서 크기와 모양이 거의 비슷하며 이산화규소는 산화철립자보다 20배정도 더 크다는것을 알수 있다.

맺는말

에네르기분산형X선분석기를 장비한 주사전자현미경을 리용하여 화장품속에 들어있는 이산화규소와 산화철립자들을 조성별로 확정하고 크기와 모양을 정량적으로 평가하는 새로운 분석지표들을 확정하였다.

참고문헌

- [1] 리금진; 분석, 3, 16, 주체106(2017).
- [2] F. A. A. Andersen; Int. J. Toxicol, 22, 1, 37, 2003.
- [3] Eric Olson; Journal of GXP Compliance, 15, 3, 85, 2011.
- [4] Qiang Wu et al.; Microscope Image Processing, Elsevier, 195~215, 2008.
- [5] ISO 9276-6:2008.

주체106(2017)년 10월 5일 원고접수

Characterization Evaluation of Silica and Ferric Oxide Particles in the Cosmetic by using the Scanning Electron Microscope

Ri Kum Jin, Kim Un Chol and Pak Kyu Hoe

We identified silica and ferric oxide particles with respect to composition in the cosmetic by using scanning electron microscope equipped with energy dispersive X-ray spectrometer(EDX) and confirmed new analysis indexes that evaluated their size and shape quantitatively.

Key words: scanning electron microscope, energy dispersive X-ray spectrometer, particle analysis