

Powder를 함유하는 화장품 제조공정에서 oil 함량비에 따른 혼합물의 물성변화

이종우, 송건용, 유영창, 강세훈
㈜ 엘지화학, 화장품연구소

The properties of powder mixture with the oil ratio in cosmetic manufacturing process

Lee J.W., Song K.Y., Yoo Y.C. and Kang S.H.
Cosmetic Research Institute, LG Chemical Ltd.

서론

Powder를 함유하는 화장품 (compact, face powder, foundation 및 eye shadow)에 사용되는 분체는 기하학, 광학, 피부과학 및 화장미학적으로 각기 다른 특징을 나타내는 분체들이 사용된다. 이들 분체입자들을 결합시켜 기계적인 강도를 갖게하고 성형을 용이하게 할 뿐만 아니라, 화장시 피부부착력을 높이고 보습기능을 주기 위하여 oil binder가 사용되며, 그 사용되는 oil의 종류는 ester, paraffin, lanolin, silicone 및 그 유도체 등이다. [1-5] oil binder를 분체혼합물에 균일하게 분산시키기 위하여 분체혼합물을 fluidization 시키면서 미세한 oil drop 형태로 분무하여 분체입자와 oil drop 간에 계면접촉을 시킨다. 이때 사용되는 oil의 종류 및 함량에 따라 각기 다른 분체공학적인 특성을 나타내므로, 새로운 제형의 화장품설계 및 해석이 가능하다. 즉, oil의 함량이 증가할수록 dry stage, pendular stage 및 funicular stage로 상접점이 변화하며, 분체의 기능에서 점차 가소성 slurry로 전이되면서 기체가 연속상인 고체입자간의 접촉점은 점차 액체drop이 연속상으로 된다.[6] 이런 제형변화는 색소입자의 색상표현과 고-액 계면현상의 변화를 수반하게 되므로 종합적인 해석이 대단히 어렵다.

본 연구에서는 powder를 사용하는 화장품의 제조공정에서 oil의 함량증가에 따른 혼합물의 물리적인 현상의 변화를 분체공학, 색채화학 및 계면화학의 이론을 바탕으로 해석하고자 하였다.

실험

1. 시료

실험에 사용된 oil 및 분체시료는 화장품원료기준[7] 및 CTFA[8]의 규격을 만족하는 화장품용 등급이다. 실험에 사용된 oil과 분체시료의 종류를 Table 1과 2에 나타냈다.

Table 1. Various oils and their chemical structures as cosmetic binder in pressed powder cosmetics.

oil(CTFA name)	chemical name/structure	maker
lanolin	lanolin	Croda, Japan
liquid paraffin	C_nH_{2n+2}	Penreco,
isonylisononate	$C_8H_{19}COOC_8H_{19}$	Nishin oil, Japan
perfumes	perfume	Givaudan, France

Table 2. Several kinds of powders used in pressed powder cosmetics.

powder (CTFA name)	chemical structure	maker
talc	$3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Ilshin talc, Korea
sericite	$3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Miyoshi, Japan
mica	$4\text{K}_2\text{Al}_4(\text{Si}_6\text{Al}_2)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$	Mikwang mica, Korea
nylon powder	$(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO})_n$	Toray, Japan
titanium dioxide	TiO_2	Sun Chemical, USA
iron oxide-red	Fe_2O_3	Sun Chemical, USA
iron oxide-yellow	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$	Sun Chemical, USA
iron oxide-black	$\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	Sun Chemical, USA

2. 실험방법 및 장치

거시적으로 혼합시킨 분체혼합물을 리본혼합기에서 교반시킨뒤 유동화시키고, 압축공기로 여러가지 종류 및 함량의 oil 액적을 분사하여 고체-액체간의 계면접촉을 통해 거시적으로 균일한 조성을 만든다. oil/분체 혼합물을 hammer mill (Hosokawa Micron, Japan)로 2회 분쇄하고 sieving 한 다음, 사각 알루미늄 접시 ($5 \times 5 \text{ cm}$)에 15g을 정량하여 $20 \text{ pas}/\text{cm}^2$ 의 압력으로 tabulating 한 평판표면의 색상을 측정하였다.

3. 측정

여과후의 tapped volume은 Stampvolumeter (J. Engelsmann A.G., Germany)로 1000회 tapping 후의 specific volume을 측정하였고, 경도계 (Asker JAL type durometer hardness, JIS K 6301 A, 高分子計器株式會社, Japan)로 tabulated 표면 9군데의 경도를 측정하여 상,하 2값을 제외한 평균치를 택하였으며, Colorimeter (Minolta, Japan)로 표면의 색상을 측정하였다. oil의 굴절율은 refractive meter로 측정하였고 분체입자의 굴절율은 문헌치를 사용하였다. [9]

결과 및 고찰

1. oil 함량의 증가에 따른 분체혼합물의 물성변화

본 실험조건에서 Oil 함량의 변화에 따른 혼합물의 물성변화는 크게 비용적이 변화와 타정후의 표면 경도의 변화로서 평가할 수 있다. Fig. 1에 나타난 바와 같이 Oil의 함량이 증가함에 따라 초기에는 비용적이 증가하였으나 10wt% 이후부터 급격히 감소하는 현상을 나타냈다. 이같은 현상은 oil 함량이 적은 경우에는 분체입자가 해체되어 표면적이 증가하기 때문으로 해석되며 oil 함량이 증가함에 따라 oil drop의 표면적이 점차 증가하기 때문에 비용적이 점차감소하기 시작하며 30wt% 이후부터는 oil이 연속상으로 되는 영역으로 변화해 가는 과정임을 알 수 있다.

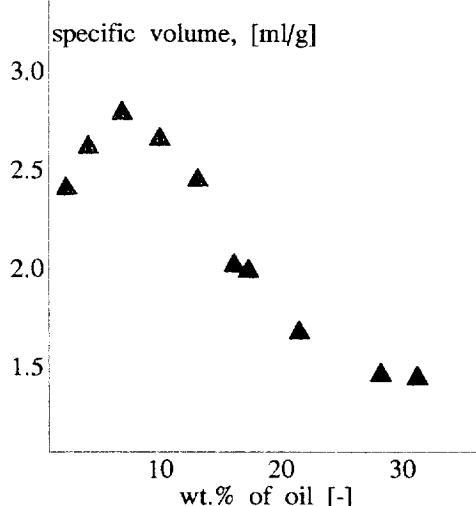


Fig. 1 Variation of specific volume with oil content increase.

한편 표면경도의 측정결과 Fig.2 와 같은 결과를 나타냈으며 경도 상한치를 나타내는 15-30wt% 범위는 특이한 분체공학적인 현상을 나타내는 영역으로서 이같은 영역에서는 caking이나 greasing 현상을 수반하게 되므로 화장품의 재형화가 대단히 어렵고 분체혼합물이 유동성을 잃어버리므로 화장 film을 만들 수 없다.

표면경도 및 비용적의 변화로부터 분체혼합물이 유동특성을 갖기 시작하는 point는 30wt% 임을 알 수 있고 실제 조작에서도 40wt% 부근에서 또다른 재형의 화장품이 제조되고 있다.

2. oil 함량에 따른 표면색상의 변화

Fig.3에 Hunter Color coordinate의 redness와 yellowness를 축으로 하는 색상측정 결과를 나타냈다. oil 함량이 증가하면서 색좌표상에서 일정한 증가현상을 나타내다가 spiral 한 형태로 변화하는 현상을 나타냈다. 한편 whiteness는 지속적으로 감소하는 무채색화 현상(achromatism)을 나타내고 있다. [10-14]

한편 이같은 spiral 현상은 본 연구에서와 같은 고체-액체간의 계면 현상에서 뿐만 아니라 혼합/분체공정에서 시간/회수를 증가시킬 경우에도 유사한 결과가 나타났으며, 손[15]의 무전해도금공정에서, 민[16] 등의 색소 합성공정에서도 소성시키는 온도 및 시간을 증가시킬 때, 또한 Ito [17-18] 가 보고한 티탄의 전해착색 공정에서 전류를 증가시킬 때 산화티탄 괴막의 색상이 변화한다는 결과에서도 유사한 현상이 있음을 볼 때, 색상의 변화 pattern에 유사성이 있을 것으로 판단된다.

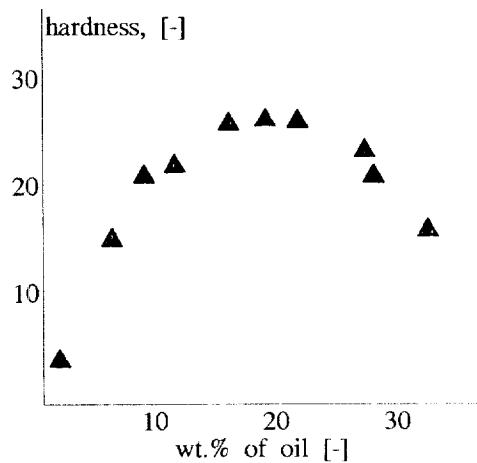


Fig. 2 Variation of hardness for tabulated surface with oil content increase.

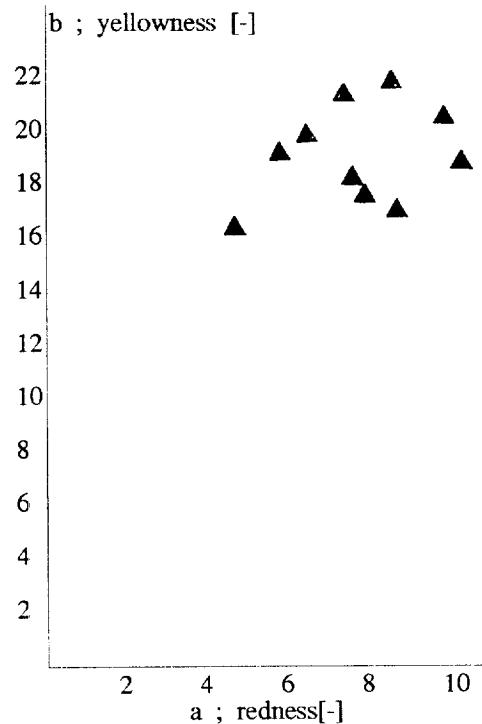


Fig. Color trend for powder mixture with oil content increase on color coordinate (a:redness, b:yellowness)

결론

화장품에 사용되는 powder 혼합물에 oil 의 함량을 증가시키면서 혼합물의 물리적인 특성을 측정한 결과 oil 의 함량이 증가함에 따른 specific volume 및 hardness 의 변화추이를 알 수 있었으며 이같은 변화추이는 제품의 제형을 결정하는데 중요한 인자가 될 수 있음을 알 수 있었다. 또한 표면색상의 변화과정이 특이한 sprial 형태를 가지는 유사성을 나타냈으며, 이같은 색상의 변화 pattern 은 분체 성형공정, binder 의 종류 및 함량선정, 분체표면처리 및 pearlescent pigment 의 설계에 중요한 변수가 될 수 있음을 확인하였다.

참고문헌

1. 光井武夫 編, 新化粧品學, 南山堂(日本), (1993).
2. John Knowlton and Steven Pearce, "Handbook of cosmetic science and technology" 1st ed., Elservier, U.K.(1993).
3. D.F. Williams and W.H. Schmitt, "Chemistry and technology of the cosmetic and toiletries industry", Blackie Academic & professional, United Kingdom(1992)
4. Dennis Laba, "Rheological properties of cosmetics and toiletries", Marcel Dekker, Inc., New York, NY(1993).
5. Balsam M.S., et al., "Cosmetic science and technology", John Wiley & Sons. (1972).
6. Ryu P.J., Proceedings 4th SICHEM'94, S-4, KIChE(1994).
7. 보건사회부, 화장품원료기준, 사단법인한국화장품공업협회 (1986).
8. Nikitakis J.M., McEwen G.N. and Wenninger J.A., "CTFA International cosmetic ingredient dictionary", 4th ed., The Cosmetic, Toiletry, and Fragrance Association, Washinton D.C.(1991).
9. Patton T.C., "Pigment Handbook" John Wiley & Sons (1976).
10. Heinrich Zollinger, "Color Chemistry-Syntheses, properties and Applications of Organic Dyes and Pigments", Chapt.2, VCH Publishers, New York, NY(1987).
11. Elias Singer, "Fundamentals of paint, varnish and lacquer technology", 4th ed., The American Paint Journal Company, Washington(1957).
12. Gorow Baba, Color and appearence, J. Soc. Cosmet. Chem. Japan, 28(3), 215-222 (1994).
13. 納谷嘉信 著, 產業色彩學, (株)朝倉書店(1990).
14. 金公朱 編著, 色彩科學, 圖書出版 大光書林 (1986).
15. Son H.H., M/S Dissertation, Chungang Univ.,(1994).
16. Min J.H., Kim H.J., Cho J.H. and Seo T.S., KIChE academic conference at Chonbuk Univ.(1994).
17. Seisiro Ito., Coloring of titanium materials, 色材, 62(9), 536-542 (1989).
18. 清野 學著, 酸化チタン-物性と應用技術, 技報堂出版(日本)(1991).