

펄 안료의 입도분포에 미치는 분쇄시간 및 바인더의 영향

소태섭[†] · 고두진 · 노희수 · 김상범 · 김태원 · 김중희

한국화장품(주) 기술개발연구소

The Influence of Grinding Time & Binder on the Particle Size Distribution of the Pearl Pigments

Tae-Sup So[†], Du-Jin Go, Hee-Su Ro, Sang-Bum Kim, Tae-Won Kim, and Joong-Hoi Kim

Hankook Cosmetic Co. Ltd., R&D Center, 36-1, Samjeong-dong, Ojeong-gu, Bucheon, Gyeonggi-do 421-808, Korea

요약: 메이크업 제품에 있어서 특히 아이섀도우나 블러셔와 같은 포인트 메이크업 제품의 제조시 화사함이나 광택을 부여하기 위하여 사용되는 펄 안료에 대하여 분쇄시간에 따른 입도분포 변화와 결합제로 사용되는 바인더의 영향에 따른 입도분포의 변화에 대하여 검토하였다. 고속 회전형 믹시기를 사용하였으며 레이저 회절·산란법을 이용하여 입도분포를 측정하였다. 평균경 5 μm 의 펄 안료인 경우 120 s간 분쇄하였을시 4.6 μm 로 입자경의 변화 폭이 작지만, 45 μm 인 경우 27 μm 로 현저히 작아지며 그에 따라 분래의 광택감도 떨어지는 것을 확인할 수 있었다. 바인더의 경우, raw material의 입자사이즈에 따라 분쇄시간과의 상관성을 확인하였으며, 바인더 함량에 따라 입자간의 응집에 의하여 발생하는 분립체의 입도분포의 변화에 대해서도 고찰하였다.

Abstract: For pearl pigments used for splendor or gloss effect of make-up products, especially point make-up products like eye-shadow and blusher, we studied the variation of particle size distribution by the grinding time and by the binder used as a binding agent. In this study, high speed mixer was used and the particle size distribution was measured by using the light scattering method. In case of pearl pigments, its median diameter of 5 μm , the particle size was reduced to 4.6 μm when it was ground for 120 s. When it was applied for the pearl pigment of 45 μm , the particle size was reduced to 27 μm . We confirmed that the latter was reduced more largely and the original gloss was reduced too. For the binder, we studied the correlation between particle size of raw material and grinding time. We also investigated the effects of the binder contents on the variation of particle size distribution of products by aggregation of particles.

Keywords: particle size distribution, pearl pigments, binder, grinding time, size reduction

1. 서 론

화장품의 메이크업 제품에 있어서 특히 아이섀도우나 블러셔와 같은 포인트 메이크업에 사용되는 원료들 가운데 주를 이루는 것은 크게 체질안료와 착색안료, 펄 안료 그리고 바인더로 나뉘어 진다. 체질안료는 탈크와 마이카, 카올린 등과 같이 사용감적인 측면과 이산화티탄과 나이론파우더와 같은 자외선 차단이나 피지흡착 등의 기능적인 측면에서 사용되며 충전제의 역할도 하는 것은 익히 알고 있는 바이다[1]. 착색안료도 유·무기안료로 나뉘며 종류 및 기능 또한 다양한 것을 알 수 있다[2]. 펄 안료의 경우 천연진주, 옥시염화비스무스, 운모티탄계, 산화철처

리 운모티탄계 등 지속적인 발전을 계속하면서 고풍택의 펄 안료가 계속 출현하고 있다[3]. 최근 들어서는 피부굴절률과 유사한 굴절률을 가진 알루미늄과 실리카 등으로 피복 처리된 고기능성 펄 안료의 경우도 소개되고 있다[4,5]. 운모티탄계의 펄 안료는 마이카의 기체에 피복된 이산화티탄의 두께에 따라 색상의 차이가 있으며 기체의 입자사이즈나 종류에 따라 광택성의 차이를 나타낸다. 펄 안료는 1960년대부터 인공적으로 생산되기 시작하면서 1980년대부터 본격적으로 사용되어져 왔으며 근래들어 특히 개성있는 자기연출을 위하여 화사함이나 광택감 있는 메이크업 제품을 선호하는 소비자의 니즈가 증가하였다.

그리고 화장품 분체류 제품은 여러 종류의 파우더로 구성되어져 있으며 이들을 제품의 형태로 유지하기 위해 사용되는 바인더의 기능은 중요하다. 특히 바인더 함량에

[†] 주 저자 (e-mail: sts120@ihkcos.co.kr)

따라 컬러나 레올로지와 같은 특성들은 달라지기도 한다. 또한 바인더의 함량에 의해 입자간의 응집이나 부착에 의해서 발생하는 분립체의 사이즈 변화에 따라 제품의 물성이나 안전성에 있어서 큰 비중을 차지한다. 결합제의 기능을 가진 바인더의 경우 사용하는 오일이나 첨가제, 배합비 등 각 사마다 제품의 물성이나 특성에 따라 차이가 있으며 끊임없는 연구가 진행되고 있다[6,7]. 최근에는 바인더에 미백, 주름개선, 항산화 등의 피부생리활성제를 배합한 스킨 케어적인 기능을 갖춘 것도 소개되고 있다 [8]. 그리고 일반적으로 분체류의 메이크업 제품을 제조할 때 사용되는 기기는 체질안료 및 펄 안료, 색소, 바인더 등을 혼합·분산하는 역할을 하지만, 고속의 회전으로 인한 원료의 분쇄 및 파쇄 작용도 하는 것을 알 수 있다 [9,10].

본 연구에서는 분체 메이크업 제품 제조 시 분쇄시간에 따른 펄 안료의 입도분포 변화와 파우더의 결합제로 사용되고 있는 바인더의 투입전과 투입 후 그리고 바인더 함량에 따른 입도분포의 상관성에 대해 비교 연구한 것을 보고하고자 한다.

2. 본 론

2.1. 시료 및 기기

본 연구에 사용된 펄 안료로는 Engelhard사제 flamenco satin pearl 3500 ($D_{50}=5.0 \mu\text{m}$), flamenco super pearl 120C ($D_{50}=22.2 \mu\text{m}$), flamenco ultra sparkle 4500 ($D_{50}=43.0 \mu\text{m}$), cloisonne blue 626C ($D_{50}=22.0 \mu\text{m}$)이며, 파우더 결합제로 사용되는 바인더는 trioctanoin 50%, diisostearyl malate 30%, squalane 20%의 혼합물로 구성되어 있다. 사용된 기기로는 입도분석기로 레이저 회절 산란법을 이용한 Malvern사제 mastersizer microplus로 측정하였으며, 분쇄기로는 High speed mixer FM-909T(한일전기사제)를 사용하였다.

2.2. 실험방법

펄 안료의 분쇄시간에 따른 입도분포의 변화를 알아보기 위하여 raw material의 평균경이 각각 $5 \mu\text{m}$, $22 \mu\text{m}$, $43 \mu\text{m}$ 인 펄 안료 일정량을 취하여 30 s, 60 s, 120 s의 시간으로 각각 분쇄시킨 후 분쇄시간에 따라 소량 샘플링하였다. 샘플링은 4분할법에 따라 하였다. 또한, 바인더의 함량과 투입전후의 입도분포 변화를 알아보기 위하여 바인더의 함량을 5%, 10%, 15%, 20%로 변화시키고, 바인더 투입전 채성물의 입도분포와 바인더를 투입하고 60 s간 혼합·분쇄한 후의 채성물의 입도분포를 각각 측정하였다. 채성물의 입도측정을 위하여 일정량의 시료를 순수에 분산시키고 외부 초음파 분산기 US-150((주)일본정기제작소제)으로 외부에서 미리 3 min간 분산시켰다.

Table 1. Comparison of Particle Size Distribution of Pearl Pigments for Grinding Time

	D_p (μm)	Grinding time (s)			
		Raw	30	60	120
Flamenco satin pearl 3500	D_{10}	1.87	1.87	1.79	1.62
	D_{50}	5.03	4.92	4.74	4.62
	D_{90}	9.80	9.55	8.91	8.90
	Span	1.58	1.56	1.50	1.57
Flamenco super pearl 120C	D_{10}	9.28	8.72	8.20	7.38
	D_{50}	22.17	20.75	19.39	17.47
	D_{90}	47.71	44.08	41.04	36.91
	Span	1.73	1.70	1.69	1.69
Flamenco ultra sparkle 1500	D_{10}	18.96	15.49	13.42	11.25
	D_{50}	43.02	36.48	32.49	27.69
	D_{90}	87.96	72.78	65.43	55.58
	Span	1.60	1.57	1.60	1.60
Cloisonne blue 626C	D_{10}	8.99	8.54	7.96	6.51
	D_{50}	21.42	20.57	19.25	17.11
	D_{90}	42.62	41.28	38.92	35.20
	Span	1.57	1.59	1.61	1.68

3. 결과 및 고찰

3.1. 분쇄시간에 따른 펄 안료의 입도분포 비교

펄 안료를 분쇄하기 위하여 고속 회전형 믹서를 사용하여 분쇄실험을 행하였으며, 회전수는 17,000 rpm으로 하였다. Table 1은 입자경이 각각 다른 펄 안료의 raw material과 분쇄시간에 따른 입자경의 변화를 나타낸다. 여기에서 D_{10} 은 중량기준 사하 10%경을 나타내고, D_{50} 은 중위경 또는 평균경을 나타내며 D_{90} 은 중량기준 사하 90%경을 나타낸다. Span은 입도분포의 폭을 나타내는 무차원 정수이다. Table 1에 나타낸 바와 같이 초기 raw material의 평균경이 $5.03 \mu\text{m}$ 인 flamenco satin pearl 3500인 경우 분쇄시간이 30 s일 때 평균경이 $4.92 \mu\text{m}$ 로 되며, 60 s일 때는 $4.74 \mu\text{m}$, 120 s일 때 $4.62 \mu\text{m}$ 로 size reduction의 변화가 $0.4 \mu\text{m}$ 정도인 것을 알 수 있으며, 초기 raw material의 평균경이 $22.2 \mu\text{m}$ 인 flamenco super pearl 120C에서는 분쇄시간이 30 s일 때 $20.8 \mu\text{m}$, 60 s일 때 $19.4 \mu\text{m}$, 120 s간 분쇄 시 평균경이 $17.5 \mu\text{m}$ 로 size reduction의 변화가 $4.7 \mu\text{m}$ 정도인 것을 알 수 있었다. Flamenco super pearl 120C의 입자경과 거의 같은 입자경을 가진 cloisonne blue 626C를 가지고 분쇄시간에 따른 입자경 비교 실험을 한 경우에서도 초기 raw material이 $21.42 \mu\text{m}$ 에서 120 s 분쇄시 $17.11 \mu\text{m}$ 로 flamenco

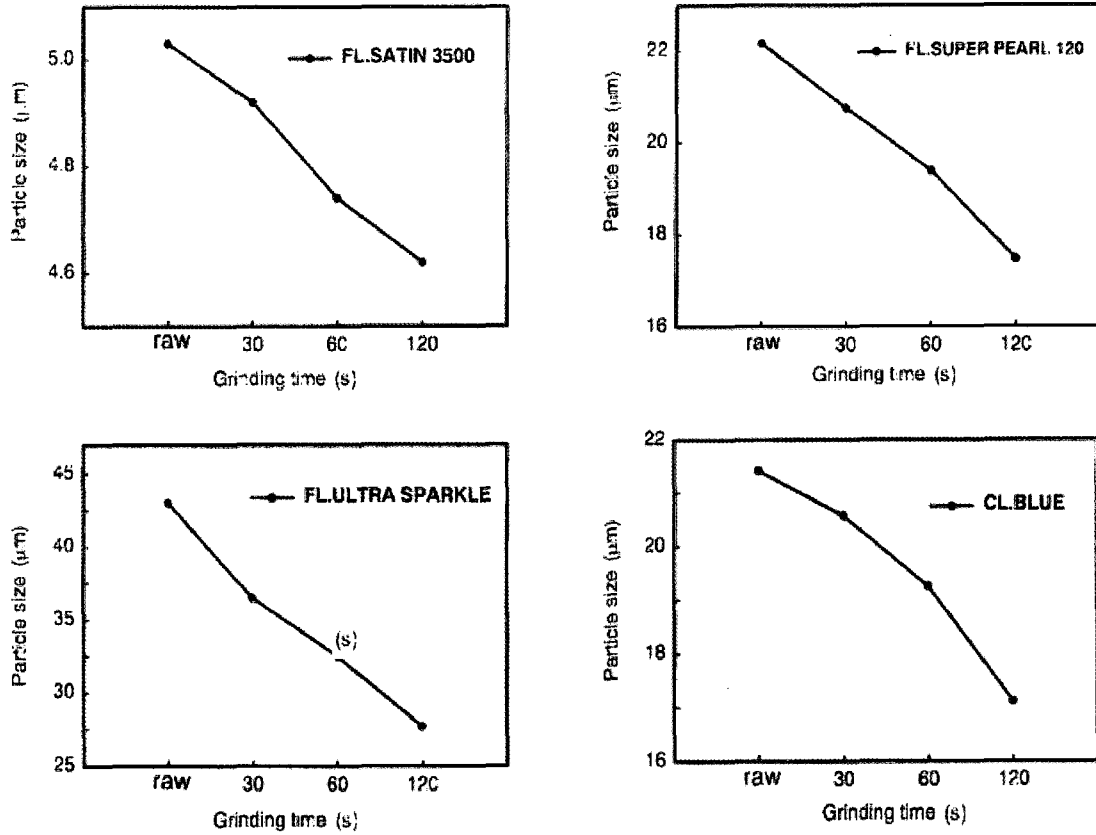


Figure 1. Particle size of pearl pigments as grinding time.

super pearl 120C와 거의 유사한 입도분포의 결과가 나타나는 것을 확인할 수 있었다. 일반적으로 입자경이 큰 flamenco ultra sparkle 1500인 경우 초기 raw material의 평균경이 43 μm에서 30 s 분쇄시 36.5 μm, 60 s일 때 32.5 μm, 120 s간 분쇄하였을 때 27.7 μm로 size reduction의 변화가 15.3 μm로 되었다. 또한, flamenco satin pearl 3500에 비해 분쇄시간이 길수록 입자경이 현저히 줄어드는 것을 알 수 있으며, flamenco super pearl 120C의 입자경과 유사한 정도까지 분쇄되는 것을 확인할 수 있었다. 입자의 분쇄에 있어서 분쇄속도론적인 측면에서 보면 이전의 많은 연구들에 의해 검토된 바 있지만 펄 안료의 분쇄한계에까지는 접근하지 않았으며 펄 안료에 대한 일반적인 분쇄시간에 따른 입자경의 변화 추이만을 살펴보았다[9,12-15].

본 연구에서 메이크업 제품에 있어서 광택이나 질감의 향상을 목적으로 사용되는 펄 안료의 분쇄시간에 따른 입도분포의 변화를 확인한 결과, 광택의 효과를 극대화하기 위하여 사용되는 입자경이 큰 펄 안료인 경우 제조공정 중 분산이나 분쇄공정의 시간이 길어질수록 펄 안료의 size reduction에 의하여 요구하는 펄 안료 본래의 기

능인 광택감이 감소하는 것을 확인할 수 있었다. 또한 펄 안료뿐만 아니라 다른 여러 종류의 체질안료나 착색안료의 분쇄시 생성되는 쇄성물의 입도분포를 이해한다면 제조시 소요되는 에너지나 코스트 절감의 한 방법이 될 것이다. Figure 1은 각각의 펄 안료의 분쇄시간에 따른 평균경의 변화를 나타낸다. Figure 1에 나타난 바와 같이 입자경이 감소하는 경향은 분쇄시간에 따라 거의 비례적으로 줄어드는 것을 알 수 있다. Figure 2는 펄 안료의 초기 raw material과 120 s 분쇄 후의 중량기준 빈도입도분포와 적산입도분포를 나타낸다. 펄 안료의 입자 크기가 클수록 size reduction의 변화폭이 큰 것을 알 수 있다.

3.2. 바인더 투입 전과 투입 후의 입도분포 비교

결합제로 사용되는 바인더의 투입여부에 따라 쇄성물의 입도분포 변화에 대하여 확인하고자 바인더(trioctanoin 50%, diisostearyl malate 30%, squalane 20%의 혼합물)를 가지고 쇄성물의 10 wt%의 함량으로 투입하여 실험하였다. Table 2는 바인더 투입 전과 투입 후의 입도분포 변화를 나타낸다. Table 2에 나타난 바와 같이 30 s간 분쇄한 쇄성물의 평균경이 18 μm에서 바인더 투입 후 다시

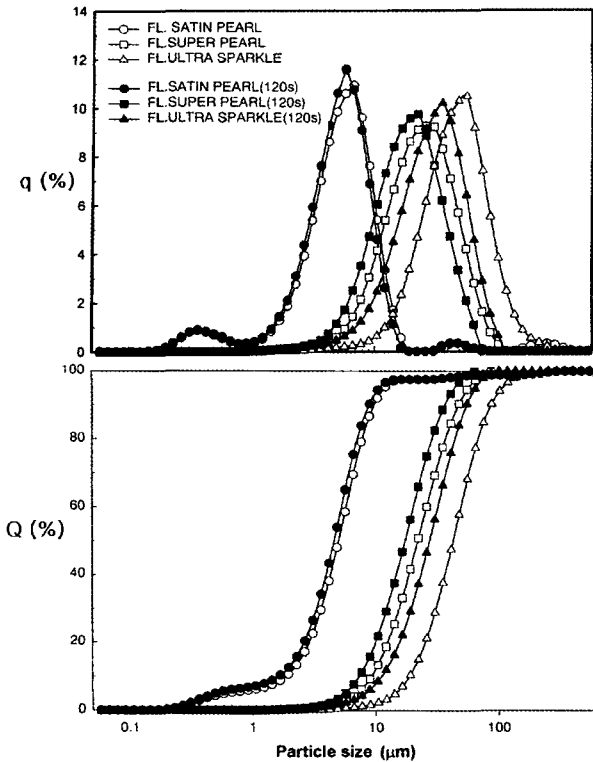


Figure 2. Particle size distribution of raw material and pearl pigments ground for 120 s.

60 s간 분쇄한 후에는 53 μm 이고, 60 s간 분쇄한 쇄성물의 평균경이 16.7 μm 에서 바인더 투입 후 다시 60 s간 분쇄 시 48 μm , 240 s간 분쇄한 쇄성물의 평균경이 15.7 μm 에서 바인더 투입 후 60 s간 분쇄한 후에는 39.4 μm 로 되었다. Figure 3은 바인더 투입 전과 투입 후의 분쇄시간에 따른 입자경의 변화를 나타낸다. 초기 분쇄시간을 30 s로 짧게 한 쇄성물과 초기 분쇄시간을 240 s로 하였을 경우를 비교해 보면, 바인더 투입 전에는 입자경의 차이가 많지 않지만 바인더 투입 후의 입자경에서는 초기 분쇄시간 30 s에 비해 240 s일 경우가 상대적으로 작아지는 것을 확인할 수 있었다. 이러한 현상은 입자사이에 따른 입자간의 응집이나 부착에 있어서 보고된 연구들로

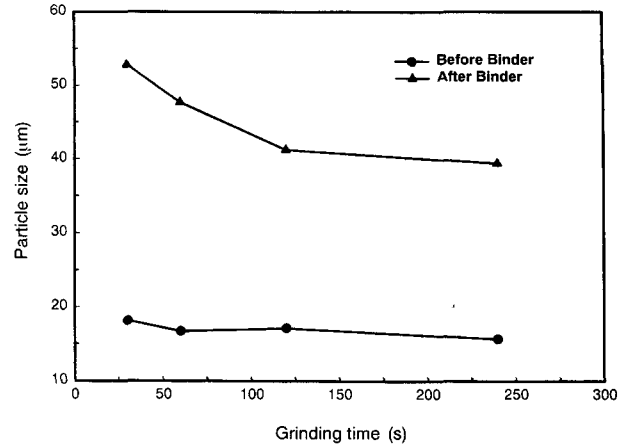


Figure 3. Comparison of particle size as grinding time on raw material (90 wt%) and binder (10 wt%).

부터 이해할 수가 있다[16-18]. 입자간 부착력은 분쇄시간이 길어질수록 입자사이에 대하여 증가하는 경향을 확인할 수 있었다. 이러한 경향은 실제로 제품에 적용하였을 경우 제품의 물성 특히 pressed type의 분백류에 있어서 경도의 증가를 초래하는 결과로 나타났다.

3.3. 바인더 함량에 따른 입도분포 비교

Table 3은 바인더의 함량에 따른 쇄성물의 입자경 변화에 대하여 나타내었다. Table 3에 나타낸 바와 같이 바인더를 투입하지 않은 초기 쇄성물의 평균경이 17 μm 에서 바인더/쇄성물의 함량비가 5%인 경우 24 μm , 10%인 경우에는 48 μm , 20%일 때 60 μm 로 나타났다. 바인더의 함량이 증가할수록 입자경이 증가하는 경향을 확인할 수 있었으며, 바인더 함량이 10%와 15%에서 경향의 차이가 다소 있는 것은 입도 분석 시의 오차에 의한 것인지는 명확하게 규명하지는 못하였다. 바인더 함량이 20% 이상일 경우 분체공학적인 측면에서 상의 변화, 즉 레올로지적 특성이 나타나기 때문에 생략하였다. 한편으로 타정타입의 제품에서는 바인더의 함량이나 종류에 따라서 제품의 hardness와 같은 물성에 미치는 영향이 크기 때문에 제품의 특성이나 성질에 따라 바인더 종류나 함량을 적절

Table 2. Comparison of Particle Size Distribution for Grinding Time as Before and After Treatment of Binder

Grinding time (s)	D_p (μm)	Before treatment of binder				After treatment of binder			
		D_{10}	D_{50}	D_{90}	Span	D_{10}	D_{50}	D_{90}	Span
30		6.14	18.2	39.7	1.85	21.6	52.8	137.0	2.19
60		6.26	16.7	37.4	1.83	18.7	47.7	128.0	2.29
120		5.53	17.1	37.4	1.86	17.2	41.2	95.3	1.89
240		4.57	15.7	36.3	2.03	15.8	39.4	99.4	2.12

Table 3. Comparison of Particle Size Distribution as Binder Concentration

Concentration(%) \ Particle size (μm)	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀	Span
0	6.26	17.0	37.4	1.83
5	7.73	23.9	47.6	1.67
10	18.7	47.7	130.0	2.29
15	22.5	45.0	76.7	1.26
20	31.5	60.0	108.0	1.28

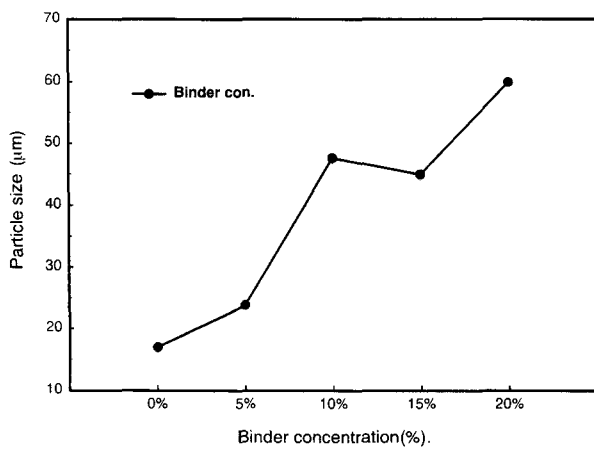


Figure 4. Comparison of particle size as binder concentration.

히 배합하는 것이 중요하다고 할 수 있다. Figure 4는 바인더의 함량에 따른 입도분포의 비교를 도시화하였다.

4. 결 론

메이크업 제품에 있어서 특히 아이섀도나 블러셔와 같은 포인트 메이크업 제품의 제조시 화사함이나 광택을 부여하기 위하여 사용되는 펄 안료에 대하여 분쇄시간에 따른 입도분포 변화와 결합제로 사용되는 바인더의 영향에 따른 입도분포의 변화에 대하여 검토하였다. 평균경 5 μm 의 펄 안료인 경우 120 s간 분쇄하였을시 4.6 μm 로 입자경의 변화 폭이 작지만, 45 μm 인 경우 27 μm 로 현저히 작아지며 그에 따라 본래의 광택감도 떨어지는 것을 확인할 수 있었다. 바인더의 경우, 바인더 투입 전 30 s간 쇄성물의 평균경이 18 μm 에서 바인더 투입 후 60 s간 분쇄하였을시 53 μm 로 변화하였으며 바인더 투입 전 240 s간 분쇄한 쇄성물의 평균경이 16 μm 에서 바인더 투입 후에는 41 μm 로 되었다. 바인더 함량의 경우에는 5%일 때 24 μm , 10%일 때 48 μm , 20%일 경우 60 μm 로 바인

더의 함량이 증가할수록 입자경이 커지는 것을 확인할 수 있었다.

참 고 문 헌

1. A. Sakai, Titanium dioxide for cosmetics, *Fragrance J.*, **31**, 4, 81 (2003).
2. A. Yasuo, *세라믹 분체 재료학*, 반도출판사, 103 (1994).
3. N. Mronga, V. Radtke, B. Baumann, and Y. Matsu-moto, *색재*, **68**, 7, 411 (1995).
4. K. Ogawa, Development of a functional pearl pig-ment that can provide a transparent and comfort-able finish and its application, *Fragrance J.*, **31**, 4, 17 (2003).
5. H. Sano and I. Shimazaki, The application of inter-ference color materials to the make-up functions of foundation, *Fragrance J.*, **30**, 4 (2002).
6. J. W. Lee, K. Y. Song, Y. C. Yoo, and S. H. Kang, Physical properties of powder mixture mixed with various oil contents in color cosmetics, *2nd ASCS Conference* (1995).
7. J. W. Lee, K. Y. Song, D. S. Suh, Y. C. Yoo, H. J. Lee, and S. H. Kang, A study of mixing charac-teristics for cosmetic fine powder, *화장품학회지*, **19**, 85 (1993).
8. A. Ohtera, Binder formula of skin care foundation, *Fragrance J.*, **31**, 4, 92 (2003).
9. J. Jimbo, Chemical engineering analysis of fine gri-nding phenomena and process, *Chem. Eng. Japan*, **25**, 117 (1992).
10. W. L. Macabe, J. C. Smith, and P. Harriot, Unit operation of chemical engineering (4th ed.) McGraw-Hill, New York, Chap. 27 (1984).
11. H. Sano and I. Shimazaki, The application of inter-ference color materials to the make-up functions of foundation, *Fragrance J.*, **30**, 4 (2002).
12. W. S. Choi, Improvement of grinding rate by com-posite grinding ball size for ultra-fine grinding mill, *Theory and Applications of Chemical Engineering*, **1(2)**, 871 (1995).
13. T. Tanaka, Determining the optimum diameter of grinding media used for ultrafine grinding mech-anism, *Advanced powder technology*, **6**, 2, 125 (1995).
14. C. L. Prasher, *Crushing and grinding handbook*, **37**, 84 (1987).
15. K. Kanda, S. Sano, and S. Yashima, A consider-

- ation of grinding limit based on fracture mechanics, *Powder Technology*, **48**, 263 (1986).
16. 遠藤禎行, 向阪保雄, 西江恭延, *화학공학 논문집*, **18**, 950 (1992), **19**, 55 (1993).
17. B. Vincent, Solid/liquid dispersion, *Academic Press*, pp. 149 (1987).
18. 關口 勳, 太田喜之, *분체공학회지*, **28**, 234 (1991).