

화장품용 분체의 분쇄방식에 따른 특성연구

심승보^{1*}

The Study of Characteristics of Cosmetic Powder by Using Various Grinding mill

Shim Seung Bo^{1*}

요 약 파우더류 화장품의 제조 시 사용되어지는 분쇄기 중 스크린밀, 핀밀, 제트밀을 이용하여, 대표적인 화장품용 안료(탈크, 마이카, 나이론파우더, 실리카, 이산화티탄)를 분쇄하여 각 안료들의 분쇄 특징과 분쇄기의 특성에 대한 연구를 수행하였다. 또한 분쇄평가를 위해 산화철을 흔적물질로써 사용하여 실험하여 CIE LAB의 변화로써 평가하였다. 스크린밀과 핀밀의 분쇄는 박편상 분체에서는 중횡단면의 분쇄 중 종단분쇄가 더 많이 발생하고 제트밀에서는 중횡단면의 분쇄가 모두 발생하는 것으로 사료되고 구상파우더인 나이론파우더와 실리카의 경우, 1차 입자화 혹은, 역으로 정전기적 인력에 의한 약한 응집이 나타나지만, 제트밀에서는 분쇄압력 2bar의 조건 이상에서는 나이론파우더의 합일 혹은 변형이 발생하고, 실리카는 심한 파쇄가 발생하였고, 이산화티탄은 모든 분쇄기에서 1차입자화가 되었다. 분쇄에 따른 산화철의 색상변화는 핀밀이 가장 우수한 결과를 보였다.

이들 결과로부터 실질적인 제품 제조 공정에서는 박편상 및 침상 원료의 사전처리 이용에는 제트밀을 이용하고, 색상 발현을 위한 분쇄, 즉 조색은 스크린밀과 핀밀을 이용하는 것이 좋을 것으로 판단된다. 또한 산업적인 공정조건을 고려하면, 스크린밀은 4회 분쇄 시, 핀밀은 2회 분쇄 시, 제트밀은 1bar의 분쇄압력 조건 하에서 전반적인 분쇄효율이 우수한 것으로 사료된다.

Abstract By Using various grinding mill in powder cosmetics manufacturing process; screen mill and pin mill, jet mill, properties of the powder and grinding mills were studied; talc, mica, nylon powder, silica, titanium dioxide. Besides, the experiments for evaluation of grinding were performed by using iron oxides those are tracers.

In powders of plate shape, they were grinded more vertically than horizontally at the screen mill and pin mill, although were all grinded vertically and horizontally at the jet mill. The spheric powders became the primary particles or aggregation by electrostatic interaction at the screen mill and pin mill. But, at the jet mill, they resulted the agglomeration or transformation or damage up to 2bar. Titanium dioxides became the primary particles by all grinding mill.

Pin mill has an excellent result in experiments which is a change of the tone of color by grinding.

From these results, suggest that the jet mill is used to pre-treat of powders of plate shape in practical cosmetic manufacturing process, and the screen mill and pin mill are used to match the color of powder cosmetics. If industrial process condition is taken into consideration, suggest that 4times of grinding is excellent on grinding effect by the screen mill, and twice grinding by the pin mill and grind air pressure of 1bar by the jet mill.

Key Words : Grinding Mill, Cosmetic Powder, Jet Mill, Pin Mill, Screen Mill, Particle size

1. 서론

파우더류 화장품은 예로부터 이용되어 온 메이크업 화

장품의 일종으로, 얼굴의 색상을 변화시켜 매력적으로 보이게 하거나 기미나 주근깨 등의 결점 은폐 등을 목적으로 사용되어져 왔다. 또한 땀과 피지에 의해 번들거리는 유분기를 제거하고, 화장지속성을 유지하는 것이 주목적이기도 하다. 이러한 파우더류 화장품에 있어서, 무엇보다

¹퓨엔코스텍

*교신저자 : 심승보(sfumato72@hanmail.net)

다도 중요한 요건은 사용성이라고 할 수 있는데, 파우더류 화장품의 사용성은 분체의 부착성, 퍼짐성, 흡습성 등의 복합작용으로 나타나며, 일반적으로 소비자가 느끼는 사용감을 말한다. 이러한 사용성은 제품 내에서 원료들의 입자 크기나 입자형상, 또한 배합비율 등에 의해 결정되어지며, 분체의 크기나 형상이 제품의 부착성이나 매끄러움성에 영향을 미친다. 따라서 사용되는 분체들의 응집을 해소하거나 거친 입자들을 적절히 분쇄하는 것이 사용성의 측면에서 중요하다. 또한 화장품에 사용되는 무기착색 안료는 서로 간의 인력이 강하여 제품 내에서 응집되어 있기 때문에, 혼합만으로는 색상표현 및 균일한 분산이 부족하므로 분쇄의 개념은 메이크업 화장품의 품질 면에서 특히 중요하다고 할 수 있다.

분체의 분쇄는 주로 기계적, 역학적인 외력에 의해 고체상 원료를 세분화하여 입경의 감소와 그 표면적의 증가를 가져오는, 더 미소한 분체를 얻는 단위조작으로서, 고체상 물질이 세분화되어 일정한 입도분포를 갖게 하거나, 유동성을 부여하여 취급이 용이하게 함과 동시에, 반응이나 물질 이동에 관여하는 고체표면의 증가에 의해서 반응속도, 물질이동속도를 증대시키고, 또 그 밖의 성질 예를 들면, 피복성과 균일성 및 성형성 등을 개선시킬 수 있는 조작[1] 이다. 일반적으로 제분이나 안료제조, 광석 처리 등의 조작에 널리 이용되어 왔으며, 인류에 있어서 가장 오래된 단위조작의 하나이다. 또한 본질적으로 새로운 표면을 형성하기 위하여 기존의 물리 화학적 결합을 파괴하는 것을 의미하는 것으로 어떠한 방법으로도든 입자의 표면 에너지를 감소시키면 입자의 응집과 파괴된 표면의 재결합이 방지되어 분쇄 효율을 향상시키[2]기 때문에 제반산업에서 분체의 분쇄를 위한 연구를 진행하며, 그 효율을 높이기 위하여, 분쇄기를 선정하는 경우, 원료의 크기와 특성 분쇄 후의 입자크기, 입도분포, 분쇄온도 등과 같은 품질 요소와 소음, 분진, 제조원가 등과 같은 부가적인 요소들도 함께 고려하여야 한다[3].

메이크업 화장품의 분쇄에 관한 연구는 기초연구보다는 오히려 실제 경험과 다른 산업에서의 유사성에서 수집되는 원리에 의해 발전되었다. 실제, 분쇄에 관한 연구는 주로 광물과 제분에서 분쇄 에너지와 분쇄기의 효율 등을 연관짓는 방향으로 연구가 진행되어 왔으며[4], 화장품에 대한 분쇄는 연구나 보고는 없다. 다만, 메이크업 화장품에 사용되는 분체는 입자간의 응집력이 비교적 약하여 1차 입자로 존재하고, 입자크기가 작은 것들이 균일한 화장막을 형성한다는 연구, 탈크 등의 점토광물류 분체에 관한 특성에 대한 연구[5], 탈크나 세리사이트 등 각각의 화장품용 분체에 관한 특성 연구[6][7] 등이 연구된 바 있다. 특히 메이크업 화장품에서의 적절한 사용성을

부여하기 위해서는 분체의 입도와 형상의 계수에 따른 상관관계의 선행연구가 수행되어야 하지만, 현재까지 파우더류 화장품에 대한 사용성에 관한 연구가 부족한 실정이다. 또한 파우더류 화장품에서 분체의 입도에 반비례하여 사용성이 향상되지는 않으며, 적당한 사용성을 위해 파우더류 화장품의 입도와 형상을 예측할 수 있는 연구가 필요하지만, 아직까지 이에 대한 선행 연구가 부족하다. 이에 파우더류 화장품에서의 분쇄방법을 검토하고, 대표되는 파우더류 화장품 원료를 선정, 원료에 따른 분쇄 특성과 각 분쇄기에 따른 분쇄 특징을 비교하여 고찰해 봄으로써 파우더류 화장품 제조 시 가장 적당한 분쇄 방법에 대한 가이드 라인을 제시하고자 한다.

2. 실험

파우더류 화장품에서 포괄적으로 사용되는 체질안료와 백색안료 가운데, 몇 가지를 선정하였다. 선정된 안료들을 이용하여, 파우더류 화장품의 제조 시의 분쇄기 및 그 분쇄 방법을 다르게 하여 각 특징에 관한 고찰을 위한 다음과 같은 실험을 진행하였다.

2.1 실험 방법

각 실험원료로 선정된 안료들(탈크, 마이카, 나이론과 우더, 실리카, 이산화티탄)을 각각 스크린밀(아토마이저), 핀밀, 제트밀을 이용하여 분쇄하였고, 스크린밀과 핀밀은 총 10회분쇄하여, 각 1회 분쇄마다 샘플을 채취하여 입도분포, 밀도 및 입자모양을 측정하여 결과를 도출하였다. 제트밀은 분쇄기압의 변화로써 분쇄의 강도를 조절하였다. 모든 실험의 시료채취 방법은 사분법 시료채취방법에 의하였고, 각 실험의 반복횟수는 3회이고 모든 결과값은 3회 측정의 평균값이다.

단, 분쇄평가를 위한 실험은 무기착색안료의 분산율 척도로 하였는데, 이 실험은 실험원료 가운데 탈크를 선정하여 혼적물질로써 산화철을 사용하였다[8]. 탈크에 산화철을 혼입하여 앞의 다른 실험들의 방법과 동일하게 수행하였다.

2.1.1 입도분포 측정

사용된 입도분포측정장치는 Mastersizer 2000 (Marvern, 영국)이며, 측정 시 사용된 분산 펌프는 Hydro2000MU를 사용하였다. 입도분포를 측정 시 pump speed는 2250rpm, sonication은 1분으로 측정 전에 실행하는 조건으로 하였다. 각 샘플은 5회 측정하여 평균을

산출하였다. 실험반복 횟수는 3회이므로 각각을 다시 평균하여 데이터를 기록하였다.

2.1.2. 겉보기 밀도

충전 겉보기 밀도(packed bulk density, tapped b. d.)를 측정하였다. 다짐법을 이용하여, 시료를 3g 취하여 총 400회 일정하게 다진 후 부피를 측정하여 밀도를 계산하였다. 측정은 3회 반복하여 평균을 구하였다.

2.1.3 입자모양

입도형상 관찰은 SEM(RJ LEE PSEM-75, RJ Lee Instruments Ltd.)을 이용하여 1000배율로 촬영하였고, 촬영을 위한 시료의 전처리인 gold coating(Ion coater PESU-1200, Para Enterprise)을 시행하였다.

2.1.4 분쇄 파악

분쇄정도를 파악하기 위한 방법으로 앞의 3가지 평가를 위한 실험물질 단독 처리와는 달리 산화철을 혼적물질로 사용하여 분쇄를 평가하였다. 실험방법은 분쇄를 평가할 수 있는 혼적물질로써 산화철을 동일하게 일정량으로 탈크에 혼입하여 앞의 3가지 평가를 위한 실험방법과 동일하게 수행하여 각 샘플을 100kg/cm²의 압력으로 직사각형 알루미늄 접시에 성형하여 색차계(ND120, optical system:0/45, Nippon Denshoku)를 사용하여 그 표면색상을 측정하였다. 이때 사용된 광원은 D65 표준광원을 기준으로 하여 측색을 실시하였고, 3회 측색 후 평균을 산출하였다.

측색결과는 CIE LAB으로 표시하였고, 결과는 L*, a*, b*값으로 나타내었다.

2.2 실험 원료

탈크(Talc ; talc NA 400, 일신탈크), 마이카(mica ; mica E, yamaguchi), 나이론파우더(nylon powder ; SP-10, toray), 실리카(silica ; sunsphere H-52, ashahi glass), 이산화티탄(titanium dioxide ; titanium dioxide C47-051, sun chemical)를 사용하였다. 혼적물질로써 사용한 것은 산화철(iron oxide of yellow : Fe₂O₃.XH₂O, iron oxide of red : Fe₂O₃, iron oxide of black : FeO.Fe₂O₃, sun chemical)을 사용하였다. 모든 안료들은 제약용이나 화장품용 품질의 것을 사용하였다.

2.3 분쇄

분쇄기는 파우더류 화장품 제조시 가장 널리 사용되고 있는 스크린밀(Bantam mill-3, 대가파우더시스템, 한국),

핀밀(Impact pin mill 100UPZ, Hosokawa Alpine, 독일), 그리고 분체의 처리 및 분급에 사용되고 있는 제트밀(Spiral Jet Mill 100AS, Hosokawa Alpine, 독일)를 사용하였다.

각 실험원료는 스크린밀과 핀밀에서는 10회 분쇄되었으며, 매 분쇄시마다 시료를 채취하였다. 스크린밀의 분쇄조건은 공급기속도 22rpm, 해머 회전속도는 1036rpm으로 조작하여 0.7mm 스크린을 사용하였으며, 핀밀은 회전속도는 14000rpm으로 조작하였다. 제트밀은 분쇄압력을 1~5bar까지 각 1bar씩 상승시켜 분쇄하였고, 이때 공급압력은 각 분쇄압력보다 0.5bar 높게 설정하여 실험원료를 공급하였고 공급속도 및 노즐 개수 등의 다른 조건은 동일하게 수행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 입도분포 및 밀도, 입자형상 평가

3.1.1 탈크

본 실험을 수행한 결과, 탈크에서의 분쇄효과에 관하여, 스크린밀, 핀밀, 제트밀에서의 변화를 살펴보면, 입도 분포측정에 나타나는 스크린밀과 핀밀의 분쇄효율이 크게 다르지 않았고, 모든 입도분포의 결과에서 d(0.9)값의 변화가 가장 컸다. 스크린밀에서의 분쇄에서, 탈크는 d(0.1)값은 10회 분쇄동안 0.592 μ m 감소로 큰 입자 변화 없고, d(0.5)값과 최고값(mode)은 각각 3.767 μ m, 5.622 μ m의 입경감소로 작아지는 경향을 보였으며, d(0.9)에서는 9.504 μ m의 상당히 큰 폭의 입도감소 결과를 보였다. 이와 유사하게, 핀밀의 경우에서도, d(0.1)값은 10회 분쇄동안 0.744 μ m 감소로 큰 입자 변화 없고, d(0.5)값과 최고값(mode)은 각각 4.094 μ m, 6.040 μ m의 입도의 감소가, d(0.9)에서는 11.285 μ m의 입도의 감소가 나타났다. 이것은 분쇄시 물리적인 분쇄한계가 있기 때문에 같은 힘으로 작은 입도의 것들은 크게 분쇄되지 않고, 상대적으로 큰 힘을 받을 가능성이 높은 큰 입자들이 분쇄되었음을 알 수 있다.

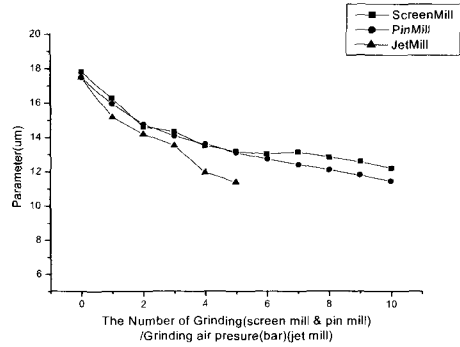
d(0.9)의 경우, 핀밀에서는 1회와 2회에서 각각 2.683 μ m, 2.356 μ m로, 3회의 1.123 μ m나 4회에서 1.020 μ m에 비하여 큰 폭으로 감소하는 결과를 보였다. 스크린밀에서는 1~4회까지의 분쇄 시 서로 비슷한 입도감소폭을 보인 반면, 핀밀에서는 위와 같이 2회까지가 가장 좋은 효율을 보이고 있는데, 이것으로 볼 때 핀밀이 적은 분쇄횟수에서 그 효율이 더 뛰어난 것을 알 수 있었다.

스크린밀, 핀밀은 물리적 외력에 의한 것이고, 제트밀

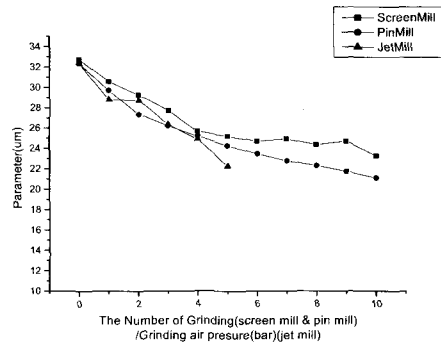
은 기류의 충돌이나 입자간 충돌이라는 분쇄방식의 차이가 있기 때문에 제트밀과의 객관적인 비교는 불가하나, 제트밀에서는 분쇄기압 3bar의 조건으로 처리하였을 때와 스크린밀 4회처리의 분쇄와 비교할 만하였다(그림 1,2). 그러나 실질적인 분쇄작업의 효율은 분쇄횟수를 고려하여 볼때 제트밀이 가장 우수한 것으로 판단된다. 탈크의 분쇄전 후의 입자형상을 비교하여 보면, 분쇄 전의 탈크는 물론이고 스크린밀과 핀밀에서의 분쇄 후의 탈크는 다소 거친 입자를 보이며, 탈크 분쇄 전의 모양에서 총형으로 쪼개진 모양을 볼 수 있다. 그러나 제트밀은 그림 3에서 볼 수 있듯이, 분쇄 후 입자 입경의 감소가 눈에 띄일 정도로 분쇄가 일어났고, 분쇄 후의 입자모양에서 종단분쇄보다는 횡단으로 분쇄가 일어난 것을 볼 수 있다. 또한 분쇄된 입자들의 모서리 부분이 분쇄 전이나 스크린밀과 핀밀에서의 분쇄 후의 모양과는 달리 다소 둥근 경향을 보이고 있다.

위와 같이, 탈크에서 입도의 감소가 최종적으로는 비슷한 정도로 나타난 것에 비해, 충전겔보기 밀도의 변화는 주목할 만하다. 그림 4에서 볼 수 있는 바와 같이, 스크린밀과 핀밀의 경우, 근소하게 증가하기는 하나 그 변화가 미미하지만, 제트밀에서는 큰 폭의 충전겔보기밀도의 감소가 발생하였다. 이것은 같은 횡수의 다짐의 결과로써 분쇄에 따른 부피의 증가함에 의해 충전 겔보기 밀도가 증가한 것을 의미하므로, 제트밀 처리 후의 탈크가 더 벌키하게 된 것으로 볼 수 있다.

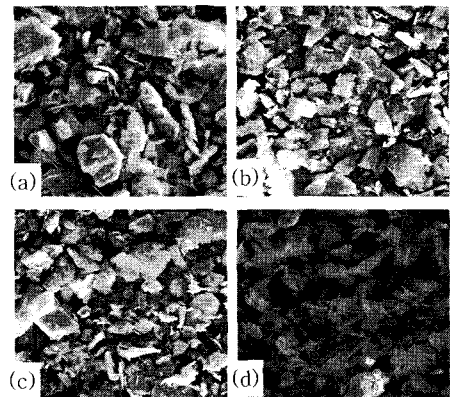
마이카의 경우, 스크린밀과 핀밀에서는 소폭의 입도감소가 있기는 하였으나 그 차이가 미미하였다. 스크린밀에서의 변화라 하면 $d(0.9)$ 에서 총10회 분쇄 시 총 $1.099\mu\text{m}$ 의 입도 감소에 그쳤으며, 같은 분쇄횟수에서 핀밀에 의한 분쇄 시 $d(0.9)$ 값이 $3.338\mu\text{m}$ 감소에 그쳤을 뿐이고, 그 외 값들의 변화도 미미한 것을 볼 수 있다. 다만 겔보기 밀도와 분쇄시의 특징을 고려하여 볼 때, 1차 입자화 되는 것으로 판단된다. 그러나 제트밀에서는 $d(0.9)$ 값이 분쇄압력이 1bar에서도 $20.357\mu\text{m}$ 의 큰 입도의 감소 결과가 보였다. 가장 큰 값의 변화를 보이는 $d(0.9)$ 의 변화를 그림 5에 나타내었다. 제트밀의 분쇄 후의 입자형상에서도 분쇄 전, 혹은 스크린밀이나 핀밀에 의한 분쇄보다 제트밀의 분쇄에서 입자의 감소가 현저히 나타나고, 탈크에서 보다 더 뚜렷하게 모서리가 둥근 경향을 나타냈다(그림 6).



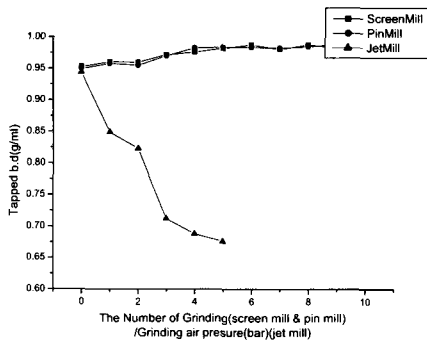
[그림 1] 분쇄에 따른 탈크의 입도분포 변화 - Mode값



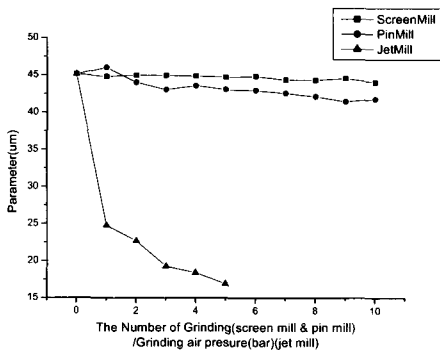
[그림 2] 분쇄에 따른 탈크의 입도분포 변화 - $d(0.9)$ 값



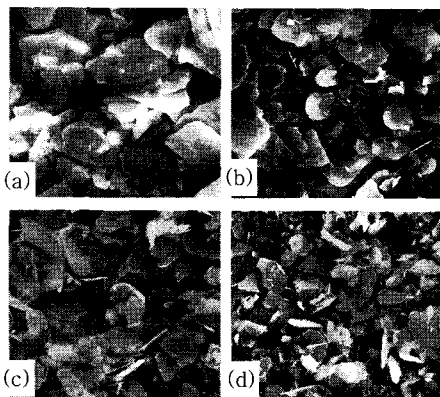
[그림 3] (a)탈크의 SEM($\times 1000$), (b)스크린밀 4회 분쇄 후 탈크의 SEM($\times 1000$), (c)핀밀 4회 분쇄 후 탈크의 SEM($\times 1000$), (d)제트밀(분쇄압력 3bar)처리 후 탈크의 SEM($\times 1000$)



[그림 4] 탈크의 충전 겉보기 밀도 변화



[그림 5] 분쇄에 따른 마이카의 입도분포 변화 - d(0.9)값

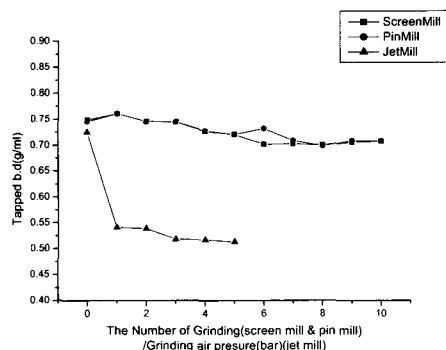


[그림 6] (a)마이카의 SEM($\times 1000$), (b)핀밀 4회 분쇄 후 마이카의 SEM($\times 1000$), (c)제트밀(분쇄압력 1bar) 처리 후 마이카의 SEM($\times 1000$), (d)제트밀(분쇄압력 3bar) 처리 후 마이카의 SEM($\times 1000$)

3.1.2 마이카

탈크는 모스경도가 1인 반면, 마이카는 2.8이므로 같은 박편상이라 할지라도 종단분쇄는 탈크가 더 수월할

것으로 생각된다. 때문에 탈크에서는 종단분쇄와 횡단분쇄가 스크린밀, 핀밀, 제트밀의 모든 분쇄기에서 조금씩 비슷한 정도로 발생하였지만, 마이카의 경우, 주로 종단 분쇄가 수월하게 일어날 것으로 예상되는 물리적 외력에 의한 스크린밀과 핀밀에서는 거의 분쇄가 일어나지 않았던 반면, 제트밀에서는 기류에 의한, 즉 종단 및 횡단 분쇄의 가능성이 높아진 기류 충돌이나 입자간 충돌에 의한 분쇄방식으로 결합력이 약한 횡단면의 분쇄가 많이 발생하는 것으로 보인다. 충전겉보기밀도는 탈크에서와 비슷한 결과를 보이고 있는데, 스크린밀이나 핀밀과는 달리, 분쇄압력 1bar조건에서 급격한 충전겉보기밀도 감소가 있고 난 후, 점차적인 감소를 보이고 있다(그림 7). 이것 또한, 탈크에서의 충전겉보기 밀도의 변화의 이유와 비슷하게 생각된다. 즉, 분쇄압력이 증가할수록 시료가 별키해졌기 때문에 동일한 다짐횟수에서의 부피증가로 충전겉보기밀도가 증가된 것으로 사료된다.



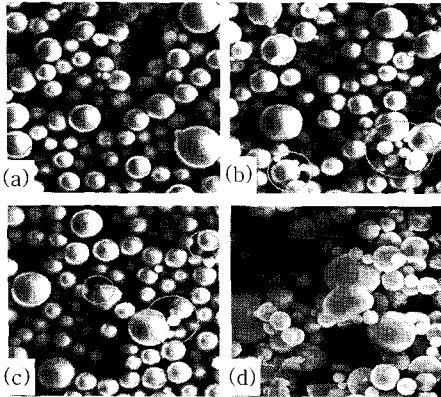
[그림 7] 마이카의 충전겉보기밀도 변화

3.1.3. 나이론파우더

나이론파우더에서, 스크린밀과 핀밀 그리고 제트밀의 모든 분쇄기기를 통한 분쇄에서도 입도의 감소는 발생하지 않았으며, 오히려 스크린밀<핀밀<제트밀의 순으로 d(0.1)값의 입도증가 추세가 나타났는데. 이것은 입자간의 응집으로 SEM에 의한 관찰에서도 볼 수 있었다. 분쇄전의 나이론파우더로써 각각의 입자가 따로 떨어져 있고 입자간의 거리가 어느 정도 있음을 확인할 수 있는 반면, 스크린밀과 핀밀을 이용한 분쇄에서는 응집형태를 볼 수 있었다(그림8).

그러나 스크린밀과 핀밀에서는 물리적인 분쇄 반복에 따른 입자 간의 정전기적 인력에 의한 강한 응집으로 보여지지만, 제트밀에서는 단순한 응집이 아닌 기류에 의한 입자간의 충돌에 의한 합일이 일어난 것으로 보여진다.

이러한 현상은 제트밀의 분쇄압력 5bar의 조건에서 분쇄 후의 SEM 촬영 결과인 그림 8의 (d)에서 더욱 잘 볼 수 있었다. 이와 같이, 제트밀에서는 일반적인 응집은 분쇄압력 2bar의 조건에서부터 관찰되었고, 기류에 의한 입자 간 충돌로 발생하는 입자의 합일로 나타나는 응집은 분쇄압력 3bar의 조건에서부터 관찰할 수 있었다.



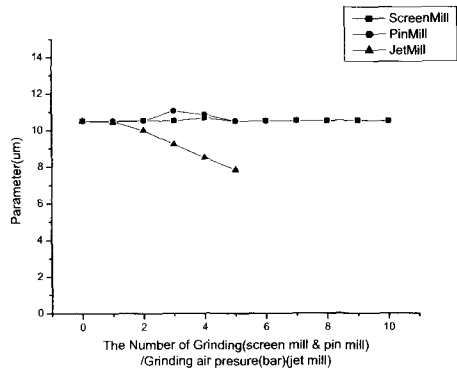
[그림 8] (a)나이론파우더의 SEM($\times 1000$), (b)스크린밀 2회 분쇄 후 나이론파우더의 SEM($\times 1000$), (c)핀밀 2회 분쇄 후 나이론파우더의 SEM($\times 1000$), (d)제트밀(분쇄압력 5bar) 처리 후 나이론파우더의 SEM($\times 1000$)

3.1.4 실리카

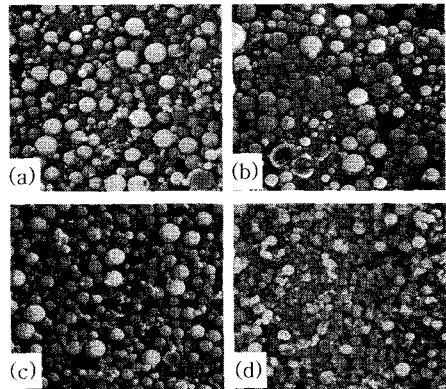
실리카의 경우에는 스크린밀, 핀밀에서는 입도분포의 변화에 따른 기준으로 판단하였을 때, 분쇄효과는 없었고, 나이론파우더와 같은 분쇄횟수의 증가에 따른 정전기적 인력에 의한 응집도 거의 나타나지 않았다. 그러나 그림 9에서 볼 수 있는 바와 같이, 제트밀에서는 $d(0.9)$ 값이 분쇄압력 1bar의 조건에서부터 조금씩 감소하여, 4bar에서는 다소 큰 폭의 입도감소가 일어났으며, 더불어 입자형상의 관찰 시 그 변화가 상당히 큰폭으로 발생한 것을 볼 수 있었다.

분쇄에 의한 입자형상의 변화를 비교하여 보면, 본래의 실리카의 입자형상과 비교하여, 스크린밀에서 3~4회 분쇄 이후와 핀밀에서의 1회 분쇄 이후에서 보여지는 바와 같이 간헐적으로 중공(中空)상 입자의 파쇄가 관찰되었고, 제트밀에서는 가장 약한 분쇄 압력조건인 1bar에서부터 중공상의 실리카 입자가 파쇄되는 것이 관찰되었다(그림10). 특히, 제트밀에서는 분쇄압력의 증가에 따라 중공상 입자의 파쇄가 심해지는 것이 관찰되었다. 비록 스크린밀과 핀밀에서도 분쇄횟수가 증가하면 중공상 입자의 파쇄가 더 많아지는 하였으나, 그림 10에서 보여지는 바와 같은 제트밀의 분쇄보다는 심하지 않았다. 그러

나 제트밀의 경우는 1bar의 조건에서부터 기류의 충돌과 입자 간의 충돌에 의한 파쇄가 일어났고, 5bar에서는 그림 10에서 볼 수 있는 바와 같이 매우 심한 파쇄가 발생하여 구형의 중공상 실리카 특징을 전혀 볼 수 없었다. 스크린밀과 핀밀에서는 분쇄횟수가 10회라고 할지라도 다소 미미하기는 하나, 중공상 입자의 분쇄에 의한 입도감소가 입도분포측정 시 거의 측정결과로써 보여지지 않았는데, 이는 파쇄된 입자의 수가 적고, 입자를 구로 인식하고 입도를 측정하는 입도분포측정장치의 기기 특성 때문에 입도에서는 그 변화가 나타나지 않은 것으로 사료된다.



[그림 9] 분쇄에 따른 실리카의 입도분포 변화 - $d(0.9)$ 값

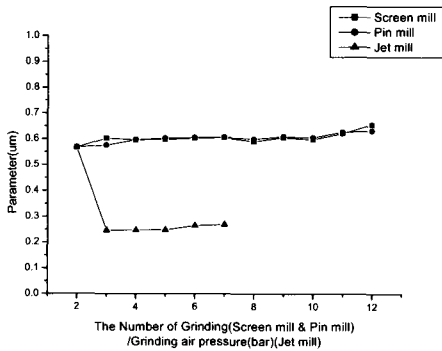


[그림 10] (a)실리카의 SEM($\times 1000$), (b)스크린밀 4회 분쇄 후 실리카의 SEM($\times 1000$), (c)핀밀 1회 분쇄 후 실리카의 SEM($\times 1000$), (d)제트밀(분쇄압력:5bar) 처리 후 실리카의 SEM($\times 1000$)

3.1.5 이산화티탄

이산화티탄의 경우, 큰 입도의 변화는 없었으나, 다만 $d(0.9)$ 값에서 응집이 약간 강해지는 경향이 스크린밀, 핀밀에서 약간 보였으며, 제트밀에서는 보다 잘 응집이 해

소되는 경향과 비교적 재응집이 일어나지 않은 것을 볼 수 있었다(그림 11).

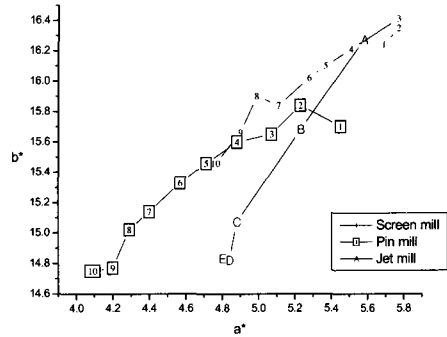


[그림 11] 분쇄에 따른 이산화티탄의 입도분포변화 - (0.9) 값

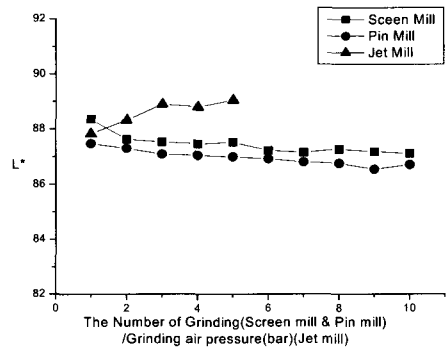
3.2 분쇄평가

분쇄평가를 분쇄 횟수 및 분쇄 조건에 따른 색상변화로써 나타내었고, 그에 따른 색상변화의 값을 CIE LAB 값으로 표현하였다. 그 경향에 대한 결과를 그림 12와 그림 13에 나타내었다. 스크린밀과 핀밀에서는 분쇄의 횟수가 많아질수록 점점 적색산화철, 황색산화철, 흑색산화철의 색소가 발현되면서 a^* , b^* , L^* 값이 모두 감소되는 추세를 보이고 있는데, 이는 색상이 점점 진해지고 채도가 낮아지며, 어두어짐을 의미한다. 그러나 제트밀에서는 a^* 와 b^* 값은 색소의 색상발현에 의한 것이 혼합됨에 따라 스크린밀이나 핀밀과 동일하게 색상이 진해지고 채도가 낮아지는 결과를 보이는 반면, 휘도는 스크린밀과 핀밀과는 다르게 점점 밝아지는 경향을 보이고 있다. 이것은 제트밀의 분쇄특성, 즉 벌키한 경향으로의 분쇄 특성을 고려하여 볼 때, 흑색산화철의 발현보다 제트밀 분쇄 특성의 영향으로 인한 탈크의 백색도의 증가가 더 크게 작용한 것으로 생각된다. 따라서 색상은 진해지고 채도가 낮아지나, 휘도는 증가하는 예상과는 다른 결과를 보였다.

분쇄기에 따른 색상의 발현을 비교한 결과, 그림 12와 그림 13에서 나타난 것 같이 스크린밀과 핀밀이 유사한 결과를 보이고는 있으나, 그림 12에서 스크린밀에서의 1회 분쇄 시와 핀밀에서의 1회 분쇄 시, 제트밀에서의 분쇄압력 1bar의 조건으로 분쇄한 결과를 각각 비교하여 보았을 때, 핀밀이 가장 색상발현이 잘 되는 것으로 평가되며, 핀밀의 4회 분쇄시의 a^* 와 b^* 값이 스크린밀 9회 분쇄 시와 비슷한 좌표에 위치하여 있음을 볼 수 있다. 따라서 색상발현이 가장 우수한 분쇄기는 핀밀인 것으로 나타났다.



[그림 12] 각 분쇄기의 분쇄에 따른 a^*/b^* 변화비교 그래프



[그림 13] 각 분쇄기의 분쇄에 따른 L^* 변화비교 그래프

4. 결론

본 연구를 통하여 파우더류 화장품에 사용되어지는 제질안료와 백색안료, 그 가운데에는 대표적인 입자형상을 가진 안료들에 대하여, 파우더류 화장품의 제조 시에 사용되는 분쇄기기 중 스크린밀과 핀밀 그리고 제트밀에 대한 분쇄특성을 고찰하였다.

스크린밀과 핀밀의 분쇄 결과, 박편상의 탈크에서는 입도분포의 감소와 입자형상의 중·횡단의 분쇄 및 마모가 관찰되었고, 좀 더 박편상의 특징이 강한 마이카는 스크린밀에서는 분쇄라기보다는 1차 입자화가, 핀밀에서는 미미한 분쇄와 1차 입자화가 일어난 것으로 판단된다. 그리고 구상파우더, 즉 나이론파우더와 실리카에서는 분쇄 횟수가 증가함에 따라 일부 미미한 파쇄가 관찰되기는 하나 비교적 구상형태를 유지함을 알 수 있었다. 또한 침상 백색안료인 이산화티탄은 분쇄보다는 1차 입자화되는 경향을 보였다. 이와 비교하여, 제트밀에서는 탈크와 마

이카의 입도분포변화와 입자형상에서 큰 변화를 보였다. 특히 마이카에서 입도분포변화가 상당히 큰 폭으로 발생하였으며, 분쇄 후의 입자형상에서도 모서리가 둥글고, 종단면뿐만 아니라 횡단면의 분쇄를 관찰할 수 있었다. 또한 충전겔보기밀도의 변화가 큰 폭으로 감소하는 결과를 보여 상당한 입도분포 감소와 비교적 더 많은 횡단면의 분쇄가 일어났음을 추측할 수 있었다. 또한, 구상의 나 이론파우더와 실리카를 변형 또는 파쇄하는 형태를 보였는데 이것은 분쇄압력이 커질수록 더 심하게 나타났다. 백색안료인 이산화티탄은 1차 입자화의 경향이 더욱 강하였다. 따라서 제트밀에서는 고유의 입자형상을 유지하여야 하는 안료의 처리에 적합하지 못한 것으로 나타났다.

분쇄에 따른 색상변화 관찰 결과, 스크린밀과 핀밀은 색상은 진해지고 채도와 휘도가 낮아지는 반면, 제트밀에서는 그 분쇄 특성상 색상과 채도의 경향은 같으나 휘도가 높아지는 결과를 보였다. 이 가운데 핀밀의 분쇄에 따른 색상발현이 가장 우수한 것으로 나타났다.

본 연구 결과를 종합하여 스크린밀과 핀밀, 그리고 제트밀을 이용하여 실질적인 제품 제조의 공정의 설계에 대한 제언을 하면,

- i) 박편상의 원료인 경우, 제트밀의 처리가 비교적 횡단면으로의 분쇄가 많이 일어나고, 침상의 원료인 경우도 1차 입자화에 비교적 효율적이다.
- ii) 반면, 제트밀의 처리에서 구상의 안료들은 입자형상의 변형 및 파쇄를 가져올 수 있음을 인지하여야 한다.
- iii) 따라서 제트밀의 사용은 조색 단계보다는 원료의 전처리와 1차 입자화에 크게 기여할 수 있다.
- iv) 산업적인 공정 조건(작업시간, 작업횟수, 입도감소폭 등)을 고려하였을 때, 스크린밀은 4회 분쇄, 핀밀은 2회 분쇄 시에, 제트밀은 1bar에서 전반적인 분쇄효율이 가장 우수하다고 판단된다.
- v) 색상발현에 있어서는 제트밀에서보다는 스크린밀과 핀밀에서 그 결과가 우수하였으며, 스크린밀과 핀밀에서는, 핀밀이 스크린밀보다 좀 더 색상발현이 좋았다. 따라서 응집해소 및 조색단계는 스크린밀이나 핀밀을 사용하는 것을 제안한다.

본 연구는 실질적인 파우더류화장품 제조 시, 효율적이고 특성에 맞는 분쇄방식을 제시하는 것에 의의를 두고 있다. 이러한 목적을 위하여 기본적인 각 안료별, 또한 각 분쇄기별의 분쇄특성을 연구하였다. 그 결과, 고찰된 것들이 실제적인 파우더류 화장품의 제조 시, 고려할 만한 결과라고 생각되며, 본 연구의 결과가 실제적인 안료

들의 분쇄 특성과 분쇄기의 특성을 이해하여 적용할 수 있기를 바란다.

그러나 본 연구와 함께, 본질적으로는 파우더의 이러한 분쇄 전후의 등마찰계수, 부착성 등의 직접적인 사용감에 관계된 연구와 더불어, 파우더의 형상과 표면의 형태와 실질적인 사용감에 관한 연구가 병행되어야 한다고 생각하며, 이것은 차후 더 수행하여야 할 과제일 것이다.

참고문헌

- [1] 최우식, 최근의 분쇄기술의 동향, (화학공업과기술 제 3권 제3호, 1985), p85-91
- [2] 정수복, 한정연, 채영배, 활석 분쇄에서의 조제의 영향, (한국지구시스템공학회지 Vol. 43, No. 2, 2006) p134-142
- [3] 서창훈, 이종원, 도재로, 장규섭, 분쇄방법에 따른 고려홍삼분말의 품질특성, (고려인삼학회지, Vol.26, No.2, 2002), p79-84
- [4] 鈴木福二, 화장품용점도광물류의 연구 개발 동향, (Fragrance Journal 1994-6), p16-20
- [5] 松枝明, 荻原毅, 탈크의 특성 및 응용, (Fragrance Journal 1994-6), p38-44
- [6] 官澤推一, 세리사이트의 특성 및 응용, (Fragrance Journal 1994-6), p51-56
- [7] 김운정, 김상배, 조성백, 초건연, 임공, 김일영, 최영준, 김택남, 진동밀에 의한 방해석의 분쇄특성연구, (한국지구시스템공학회지 Vol. 40, No. 5, 2003), p352-359
- [8] 이종욱, 송건용, 서동성, 유영창, 이현진, 강세훈, 화장품용 미분체 혼합공정에서의 분산특성연구(화학공학회지 제19호, 1993), p85-107

심 승 보 (Seung-bo Shim)

[정회원]



- 2000년 2월 : 숭실대학교 화학과 석사
- 현 퓨엔코스텍 연구실장
- 현 청운대학교 화장품학과 겸임교수

<관심분야>
화장품, 천연물, NT, BT