

## Air Jet Mill 공법과 PMMA의 단분산성이 프레스드 파우더의 밀착성 및 발림성 향상에 대한 연구

송상훈<sup>†</sup> · 홍경우 · 한종섭 · 김경섭 · 박선규

LG생활건강 기술연구원 화장품연구소  
(2017년 1월 25일 접수, 2017년 2월 7일 수정, 2017년 2월 8일 채택)

### A Study on the Improvement of Skin-affinity and Spreadability in the Pressed Powder using Air Jet Mill Process and Mono-dispersed PMMA

Sang Hoon Song<sup>†</sup>, Kyong Woo Hong, Jong Seob Han, Kyong Seob Kim, and Sun Gwoo Park

LG Household & Healthcare Ltd., R&D Center, Cosmetics Research Institute, 175 Gajeong-ro,  
Yuseong-gu, Daejeon 34114, Korea

(Received January 25, 2017; Revised February 7, 2017; Accepted February 8, 2017)

**요약:** 베이스메이크업 중의 하나인 프레스드 파우더는 주요 품질 속성으로 밀착성과 발림성이다. 일반적으로 메이크업 화장품에서 밀착성을 향상시키면 반대속성인 발림성이 저하되기 때문에 밀착성과 발림성을 동시에 충족시키는데 한계가 있었다. 본 연구에서는 두 가지 주요 속성을 만족시키기 위해서 air jet mill 공정을 시도하였고, lauroyl lysine (LL)과 sodium cocoyl glutamate (SCG)의 혼합물로 습식 코팅 처리한 sericite를 적용하여 밀착성을 향상시켰다. 또한, 분산성이 단분산성을 이루고 있는 polymethyl methacrylate (PMMA)와 diphenyl dimethicone/ vinyl diphenyl dimethicone/ silsesquioxane crosspolymer (DDVDDSC)를 적용하여 발림성을 향상시켜 서로 양립하기 어려운 두 가지 품질 속성을 모두 만족시켰다. air jet mill 공정은 제약, 식품 산업에서 주로 적용되고 있으며 화장품 분야에서는 파우더 소재 가공을 위해 사용되고 있는 공법이다. 본 연구에서는 air jet mill 공정을 제조 공정단계에서 접목시켜 최적의 입경인 6.8  $\mu\text{m}$ 의 화장료를 완성할 수 있었다. 그리고, EDS 매핑으로 Ti 원소가 화장품에서 전체적으로 고르게 분포하고 있음을 확인하였고, SEM 분석을 통하여 판상 입자의 모서리 부분이 둥글게 가공처리 됨을 확인하였다. 이는 화장 도구를 이용하여 화장료를 취하여 피부에 도포할 때, 발림성이 향상되는 효과를 줄 수 있다고 판단된다. 피부 친화성이 우수한 LL과 저자극이면서 코코넛에서 유래한 SCG를 습식 코팅하여 sericite의 밀착성을 더욱 향상시켰다. 그리고, PMMA의 분산성과 형태가 발림성에 미치는 영향을 평가하기 위해서 SEM을 분석하였다. 유사한 형태를 갖는 구형 및 진구형에서도 분포도가 균일하고 단분산상일 때 발림성 효과가 더욱 증가하는 것으로 나타났다. PMMA의 단분산성과 입경에 따른 발림성을 동마찰계수 측정으로 확인하였고, 최적의 함량을 결정하였다. 그리고, 실리콘 러버 파우더 종류에 따른 발림성과 경도, 낙하안정성 등을 확인하여 DDVDDSC를 결정하였다. 최종적으로 PMMA의 단분산성과 실리콘 러버 파우더가 발림성에 영향을 끼치는 것을 알 수 있었다. 이와 같은 화장료는 적절한 경도를 갖으면서도 낙하안정성이 우수하며, 경시에 따른 안정성도 우수하였다. 본 연구 결과를 통해 본 논문에서 제시하는 프레스드 파우더의 밀착성과 발림성을 향상시킬 수 있는 한 가지 방법으로 활용될 수 있을 것이라 판단된다.

**Abstract:** The key quality attributes of the pressed powder, one of base makeup products, are skin-affinity and spreadability. In general, there was a limit to meet skin-affinity and spreadability simultaneously, which are opposite attributes each other. In this study, air jet mill process was tried to satisfy two main properties. Skin-affinity was improved by a wet coating of sericite with a mixture of lauroyl lysine (LL) and sodium cocoyl glutamate (SCG). The

<sup>†</sup> 주 저자 (e-mail: shsong@lgcare.com)  
call: 042)860-8643

application of mono-dispersed polymethyl methacrylate (PMMA) and diphenyl dimethicone/vinyl diphenyl dimethicone/silsesquioxane crosspolymer (DDVDDSC) improved both qualities. Air jet mill process has been mainly applied in the pharmaceutical and food industries, and is a method used for processing powder materials in cosmetic field. In this study, we were able to complete makeup cosmetics with an optimum particle size  $6.8 \mu\text{m}$  by combining the air jet mill process at the manufacturing stage. It was confirmed that the Ti element was uniformly distributed throughout the cosmetics by EDS mapping, and that the corners of the tabular grains were rounded by SEM analysis. It is considered that this can provide an effect of improving the spreadability when the cosmetic is applied to the skin by using a makeup tool. LL with excellent skin compatibility and SCG derived from coconut with little skin irritation were wet coated to further enhance the adhesion of sericite. SEM images were analyzed to evaluate effect of the dispersion and uniformity of PMMA on spreadability. With the spherical shapes of similar size, it was found that the spreading effect was further increased when the distribution was homogeneously mono-dispersed. The dispersion and spreadability of PMMA were confirmed by measuring the kinetic friction and optimal content was determined. The silicone rubber powder, DDVDDSC, was confirmed by evaluating the hardness, spreading value, and drop test. Finally, it was found that the dispersion of PMMA and silicone rubber powder affected spreadability. Such makeup cosmetics have excellent stability in drop test while having appropriate hardness, and good stability over time. Taken together, it is concluded that air jet mill process can be utilized as a method to improve skin-affinity and spreadability of the pressed powder.

**Keywords:** cosmetic, skin-affinity, spreadability, air jet mill, pressed powder

## 1. 서 론

일반적으로 색조 화장품은 분체, 오일 및 물의 3성분을 주된 구성요소로 한다. 색조화장료는 사용목적에 따라 파운데이션, 프레스트 파우더, 파우더 파운데이션, 페이스파우더 등의 베이스 메이크업(base makeup)과 립스틱, 아이라이너, 아이섀도, 마스크라 등의 포인트 메이크업(point makeup)으로 구분할 수 있다. 베이스 메이크업의 하나인 프레스트 파우더는 기본적으로 얼굴 전체를 대상으로 하기 때문에 커버력, 밀착력, 발림성, 고운 입자감, 입자간의 뭉침 현상으로 발생하는 화장 들뜸 현상 등 고려해야 할 기본 속성이 있다. 특히, 밀착력과 발림성은 색조 화장품에서 중요한 품질 속성이지만 이 두 가지 속성은 서로 트레이드 오프(trade off) 관계에 있는 속성이다. 즉, 밀착성을 향상시키고자 하면 발림성이 저하되고 아주 잘 발리도록 하려면 밀착성이 부족하게 되는 반대 속성이 부각될 수 있다. 따라서 본 연구에서는 서로 양립하기 어려운 속성을 지니고 있는 밀착성과 발림성을 동시에 모두 만족시키는 제형을 연구하게 되었다. 프레스트 파우더에서 발림성을 향상시키기 위해서 구상 파우더를 좀 더 많이 배합하게 되는데, 구상 파우더의 함량을 증가시키면 성형성이 저하되거나 낙하안정성이 떨어져서 제품의 품질력이 저하되는 단점이 있다. 또한, 마이카(mica), 세리사이트(sericite) 등의 판상의 입자와 구상

파우더를 적절한 비율로서 혼합 사용하여 발림성을 향상시키는 연구가 보고되었다. 하지만, 판상과 구상의 비율을 적절히 조절하지 못할 경우에는 가루날림 현상이 심하게 되어 화장료를 취할 때 가루가 날려 피부나 옷 등에 오염될 가능성이 있으며 발림성이 향상되어 밀착성이 저하되는 단점을 내포하고 있다. 그리고 판상 입자의 aspect ratio (widthness / thickness)가 높은 분체를 적용하여 피부 밀착성을 향상시키는 방법도 알려져 있다. 밀착성을 향상시키는 연구는 피부 친화성이 우수한 에스테르계 오일을 적용하거나, 마그네슘 미리스테이트(magnesium myristate), 마그네슘 스테아레이트(magnesium stearate), 징크 미리스테이트(zinc myristate) 또는 징크 스테아레이트(zinc stearate) 등의 금속염 분체를 적용하는 등의 시도가 이루어지고 있다. 상기 방법으로 밀착성은 향상될 수 있지만, 에스테르계 오일 또는 금속염 분체를 과량으로 배합하게 될 때 나타나는 그레이징(greasing) 현상 및 케이킹(caking) 현상 등이 대두될 수 있다. 파우더류 색조 화장품 조성에서는 일반적인 화장 순서에 따르면 마지막 화장 단계에 행해지는 제품이기 때문에 밀착성은 주요 속성이 된다. 프레스트 파우더에서는 성형성을 확보해야 제품의 형태가 되기 때문에 성형에 필요한 오일 바인더를 사용한다. 이러한 오일 바인더로서 페이스트 형태의 오일과 왁스 등을 적용하는 방법도 연구되고 있으나, 이를 과량으로 적용하게 되면 제형 표면에서 오일의 뭉

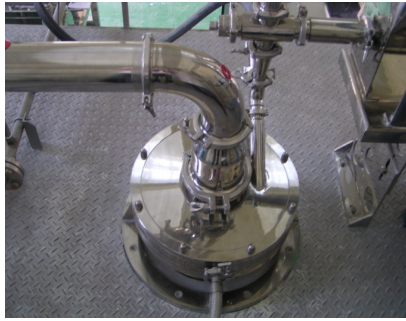


Figure 1. The photograph of air jet mill.

침 등으로 인하여 화장 도구를 이용하여 제품을 취할 때 픽업(pick-up)이 되지 않을 수도 있다. 위와 같은 단점을 극복하고자 바인더로서 오일 이외에 점증제나 휘발성 솔벤트 등을 혼합하는 방법이 시도되고 있으나, 이 경우에는 파우더 부분과 오일 바인더 부분간의 상용성 문제로 인해 제형화에 어려움이 있고, 사용감을 저하시키는 단점이 존재한다[3].

Air jet mill 공정은 주로 식품, 의약품, 전자소재 등에서 이용되는 공정으로 압축 공기를 이용하여 분쇄 및 해쇄하는 공법이다. 즉, 고속으로 압축된 공기와 함께 시료를 밀링 존(milling zone)에 투입시켜 내부의 제트 노즐(jet nozzle)에 의해서 고회전의 트랙(track) 운동을 하면서 고압, 고속의 에어(air)에 의한 분쇄가 이루어지는 장비를 말한다. Air jet mill 공정은 일반 건식 장비에서 문제되는 기계적인 마찰이 없고, 발열현상이 없이 분쇄가 이루어지며 습식 공정에서 필요로 하는 분무 건조(spray dryer) 장비를 필요로 하지 않기 때문에 공정 단순화 및 설비 투자 감소 효과 등의 장점이 있다. 일반적으로 air jet mill 장비는 수평형 방식과 수직형 방식의 두 가지 형태가 있다. 본 연구에서 사용된 수평형 air jet mill의 간단한 원리와 모식도를 Figure 2에 표시하였다. 이를 간단히 설명하자면, 수평형 방식은 빗변 분쇄 방식으로 강한 고압의 공기가 노즐을 통과하여 grinding zone으로 유입되게 되면 입자간 상호충돌을 일으켜 분쇄가 되는 형태로서, 생산능력이 크며 미분쇄가 용이한 장점이 있다. Figure 1을 통해 수평형 air jet mill 기기를 표시하였다. 수직형 방식은 대향충돌 방식으로 장비 내부에 분급기 설치가 가능하여 입도 조절이 용이하여 초미분 분쇄가 가능하다. 그리고 수평형 방식에 비해 생산 능력이 작은 것이 특징이다. Air jet mill 공정은 제약, 식품, 세라믹 산업에서 널

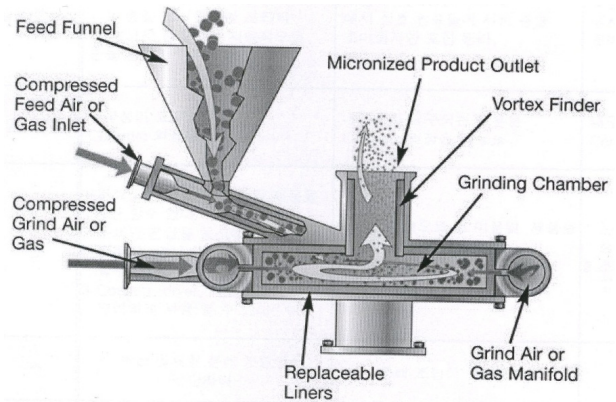


Figure 2. The principle and scheme of spiral air jet mill.

리 사용되고 있다. 예를 들어, 제약 분야에서는 특정 성분에 대해 평균 입경 조절과 protein과 polymer의 complex화 시켜 drug load와 조절이 용이한 방출에 대한 연구가 실행되고 있고[6], 주입시키는 공기 압력의 세기, 원료의 공급되는 속도, 노즐의 각도 등의 다양한 공정 조건을 변화시켜 목표하는 품질의 제약 성분을 마이크로 단위로 분쇄하여 그 효과를 보고하였다[5]. 화장품 분야에서는 파우더 제품에 주로 사용되고 있는 탈크(talc), 실리카(silica)를 air jet mill 가공 처리하여 물리기계적 성질과 가공 처리하기 위한 조건 등을 연구한 사례가 있다[9,10]. 또한, 미분 실크 입자(silk particle)의 air jet mill 가공 조건과 표면 에너지, 비표면적 등을 확인하는 실험도 진행된 바 있다[7].

## 2. 재료 및 실험방법

### 2.1. 실험재료

본 연구에서 사용된 견운모(sericite)는 중국산 소재를 입수하고 평균입경( $8.2 \mu\text{m}$ ,  $12.6 \mu\text{m}$ ,  $16.3 \mu\text{m}$ )을 입도 분석기(particle size analysis, PSA, Mastersizer 2000, Malvern, England)를 이용하여 측정하였다. 실험에 사용한 PMMA는 4가지 종류를 사용하였다. PMMA는 서로 유사한 입경을 갖고 있는 것으로 하여 평균입경에 따른 실험 요소는 배제하기 위함이었다. 사용된 PMMA (PMMA MP 2700, Soken chemical & engineering, Japan/ Artpearl K7P, Negami chemical industrial, Japan/ GMX 0810, Aica kogyo, Japan/ SunPMMA-S, Sunjin chemical, Korea)은 비다공성(non-porous)의 원료

를 선정하였다. 그리고, 실리콘 파우더로는 dimethicone / vinyl dimethicone crosspolymer, silica, isoceteth-10 (DVDCSI, Dow coming, USA), vinyl dimethicone / methicone silsesquioxane crosspolymer (VDMSC, Shin etsu, Japan), DDVDDSC (Shin etsu, Japan)을 사용하였다. 파우더의 성형성 확보와 낙하 안정성 등을 고려하여 사용한 오일은 hydrogenated polyisobutene (HP, NOF, Japan), phytostearyl / isostearyl / cetyl / stearyl / behenyl dimer dilinoleate (PICSBDD, Nippon fine chemical, Japan), dipentaerythrityl hexahydroxystearate / hexastearate / hexarosinate (DHHH, Nissin olilio, Japan)이다.

## 2.2. 실험기기

프레스드 파우더 제조를 위해서 헨셀 믹서(henschel mixer, Woowon, Korea)와 아토마이저(atomizer, Hosokawa micron, Japan)를 사용하였고, 경도 측정을 위해서 아스커 경도기(Asker CL 150, Asker, Japan)를 활용하였다. 또한, 입자 컨트롤과 제어를 위한 air jet mill (spiral type, JEM, Korea)은 main 압력을 10.0 kgf/cm<sup>2</sup>의 압력으로 고정하였고, ejector 압력은 6.0 kgf/cm<sup>2</sup>이며, liner 압력은 4.0 kgf/cm<sup>2</sup>으로 하였다. 그리고, screw feeder는 10 rpm, agitator 속도는 7 rpm 조건에서 실행하였다. 제조한 프레스드 파우더의 안정성 평가는 낙하 안정성을 시험하였다. 낙하 안정성은 제조한 시료의 3개를 취하여 3 mm 고무판 위에 약 70 cm 높이에서 자유 낙하시켜 파손되는 정도를 확인하여 안정성을 확인하였다. 평균 3회 이상 안정할 경우, 시료는 안정하다고 판단한다. 경시 안정성 확인을 위해서는 25 °C, 37 °C, 45 °C, 50 °C, cycle, 0 °C, -15 °C 조건의 항온 장비(micom system, LG, Korea)를 사용하여 시료의 안정성을 확인하였다.

## 2.3. 분석평가

Air jet mill 공정을 실시하여 기존의 방식과 동일 처방에 대해서 파우더 입자의 형태 변화 관찰과 PMMA의 형태학적 분석을 위해서 전자현미경(scanning electron microscope, SEM, S-4800, Hitachi, Japan)으로 분석을 실시하였고, Ti 원소의 분포도와 균일성을 확인하기 위해서 에너지 분산형 분석기(energy dispersive spectroscopy, EDS, EMAX E-2500, Horiba, Japan)를 활용하여 분석하였다. PMMA의 종류에 따른 발림성 평

가와 견운모를 모재로 한 코팅 물질의 함량에 따른 마찰력 평가를 위해 마찰력 측정기(friction test machine, TO-100 IC, Testone, Korea)를 사용하였다. 또한, air jet mill 공정과 기존 공정과의 입도 분포와 평균 입경 분석을 위해서 입도 분석기를 활용하였다.

## 2.4. 견운모 코팅 처리

견운모는 판상의 입자로 천연 광물 유래 원료이기 때문에 불순물이 함유될 수 있다. 따라서, 평균입경(8.2 μm, 12.6 μm, 16.3 μm)에 따른 중금속을 유도 결합 플라즈마 질량 분석기(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS, NexION 350, PerkinElmer instrument, USA)를 이용하여 안티몬(Sb), 납(Pb), 비소(As) 등이 기준에 적합한 소재를 입수하였다. 견운모를 온도 조절이 가능한 수조에 넣은 후, 견운모에 대해서 9 배수 해당하는 정제수를 넣은 후, 약 80-90 °C를 유지하면서 약 3 h 혼합하였다. 충분히 혼합된 것을 확인한 다음, 코팅 소재로서 라우로일 라이신(LL)과 코코넛에서 유래하여 순하고 여린 피부에도 자극성이 적은 소듐 코코일 글루타메이트(SCG)를 투입하여 약 30-40 min 거품이 생기지 않도록 유의하면서 분산하였다. 분산 완료한 용액을 전기 전도도 측정기(CARD Hitester 3244-60, Hioki, Japan)를 활용하여 700-750 μs/cm 이하가 되도록 수세(washing)한 다음 탈수하였다. 그리고, 항온 건조기(dry oven, SS-DO 135, 한백과학, Korea)에 시료를 넣고 약 100-110 °C 조건에서 건조감량이 1% 이하가 되도록 건조시켰다. 건조(dry) 공정 완료 후, 분쇄(atomizing) 공정을 거쳐 분말 형태의 소재를 얻었다. LL과 SCG의 함량에 따른 밀착성 평가는 운동마찰지수, 제형 적용 실험 등을 확인하여 코팅 비율을 결정하였다.

## 2.5. 프레스드 파우더 제조와 물성 측정

프레스드 파우더는 분체부와 오일부로 구성되는데, 본 연구에서 사용한 분체부는 탈크, LL 및 SCG 코팅 처리한 견운모, PMMA, 실리콘 구상 파우더, 미립 자외선 차단제, 색소 등으로 구성했으며, 오일부는 방부능력이 있는 에몰리언트와 페이스트상의 에스터 오일, 페닐기가 말단에 치환되어 있는 실리콘 오일 등으로 구성했다. 제조 방법은 우선 분체부를 헨셀 믹서에 투입한 후 고속(800-1,200 rpm)으로 약 5 min 동안 혼합

**Table 1.** The Physical Properties and Characteristics of Various Processing Methods

	Henschel + AT (A)	Henschel + AJM 1 (B)	Henschel + AJM 2 (C)	Henschel + AT + AJM 1 (D)	Henschel + AT + AJM 2 (E)
Hardness	35-42	37-43	38-42	39-46	40-45
Drop test (times)	4	4	4	6	6
Average diameter ( $\mu\text{m}$ )	7.9	7.0	6.3	6.9	6.2

\* Henschel: henschel mixer, AT: atomizer, AJM: air jet mill

한 뒤, 저속(400-600 rpm)으로 서서히 교반하면서 오일 부를 분사(spray) 형태로 분사하였다. 그리고, 헨셀 믹서 상에서 고속(800-1,200 rpm)으로 약 3 min 동안 혼합한 다음, 아토마이저(atomizer)를 이용하여 2회 분쇄한 후 30 메쉬(mesh)로 여과하였다. 상기 일련의 제조 공정을 통한 반제품을 약 30-50 kgf/cm<sup>2</sup>의 압력에서 1 내지 3 s 동안 성형하였다. 성형한 프레스드 파우더의 3개를 취하여 경도를 측정하였고, 3개를 더 취하여 낙하안정성을 확인하였다.

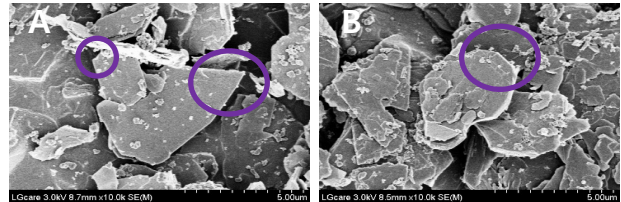
## 2.6. 동마찰력 측정

각 조건 및 실험에 따른 동마찰력 측정은 시료 0.2 g을 취하여 동마찰력 기기 probe 위에 올린 다음, 인조 피부부를 테스트기 위에 설치하여 측정하였다. 측정 길이는 2.5 cm로 하였고, 운동 마찰 지수와 최대 하중(N) 값이 표시되며, 측정되는 동안의 운동 마찰력이 그래프로 표현되도록 하여 상대적인 비교를 하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. Air Jet Mill 공정의 효과 및 효능

동일 처방에 대하여 기존 공정과 air jet mill 공정의 물성과 안정성, 평균 입경 등이 어떻게 달라지는지 확인하였다(Table 1). 기존 공정(헨셀믹서 + 아토마이저)을 기준으로 해서 비교했을 때, 아토마이저 공정 없이 air jet mill 1회(실험 B)의 경우 평균 입경이 약 7.0  $\mu\text{m}$ , 경도는 약 37-43으로 나타났다. air jet mill 2회(실험 C)의 경우에는 평균 입경이 약 6.3  $\mu\text{m}$ , 경도는 약 38-42이며 기존 공정에서 추가적으로 air jet mill 공정을 실시하여 다음과 같은 결과를 얻었다. 추가적으로 실시한 air jet mill 1회(실험 D)는 평균입경에서는 아토마이저 공정 없이 실시한 실험 B와 유사한 결과를 보였으며, 낙하안정성은 39-46으로 약 5 정도의 정도 상승효



**Figure 3.** The SEM photograph of previous processing method (A), air jet mill method (B).

과를 나타냈다. 또한, 기존 공정에서 추가적으로 실시한 air jet mill 2회(실험 E)는 평균 입경이 6.2  $\mu\text{m}$ , 낙하안정성은 6회로 확인되었다. 이러한 결과를 토대로 확인할 수 있는 사실은 air jet mill 공정 1회와 2회는 평균 입경이 유의적으로 감소하는 것과 아토마이저 공정 없이 충분한 분쇄효과를 나타내는 것을 확인할 수 있었다. 또한, 기존 공정에 추가적으로 air jet mill 공정을 실시할 경우, 경도는 약 5-6 정도 상승하며 낙하안정성도 4회에서 6회로 상승한다는 사실이다. 이는 평균 입경을 더 작게 만드는 분쇄 효과가 증명되며 안정성을 향상시키는 것을 확인할 수 있었다.

### 3.2. Air Jet Mill 공정의 SEM 분석

기존 공정과 air jet mill 공정으로 제조한 시료에 대해서 입자 형태 변화를 SEM 분석을 통해서 관찰하였다(Figure 3). 기존 공정으로 제조한 시료의 판상 입자의 경우 모서리(edge) 부분이 날카롭고 각진 부분을 띠고 있는 반면, air jet mill 공정으로 제조한 시료의 판상 입자는 모서리 부분이 둥글게 처리된 것을 확인할 수 있었다. 이러한 사실은 모공 또는 주름 등에 판상 입자가 불규칙적으로 배열하게 되어 오히려 모공 또는 주름을 부각시킬 수 있는 한 가지 요인으로 판단된다. 또한, 불규칙하게 배열된 입자에 의해 발림성이 저하될 수 있거나 화장 들뜸 현상에도 영향을 미칠 것으로 예상된다.

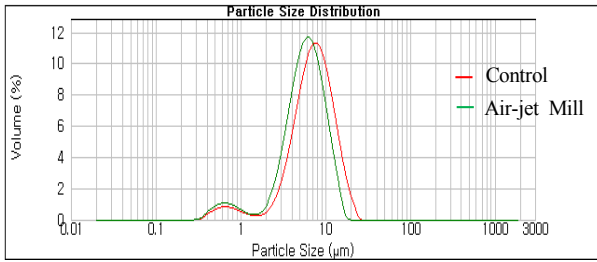


Figure 4. The particle size distribution of each processing method.

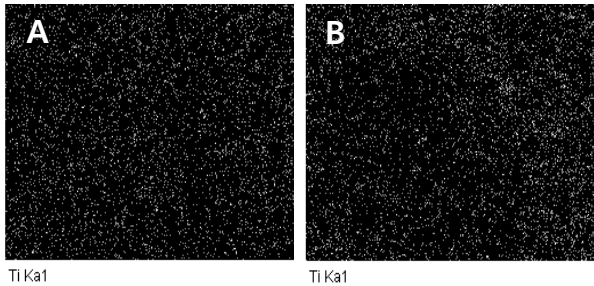


Figure 5. Ti mapping photograph analyzed by EDS applying each processing method (A: conventional method, B: air jet mill method).

### 3.3. Air Jet mill 공정의 PSA 및 EDS 분석

동일 처방을 토대로 기존 공정과 air jet mill 공정으로 제조한 시료에 대해서 입도 분포 분석(PSA)과 Ti 원소의 분포도 확인을 위해 에너지 분산형 분석기(EDS)를 활용하여 분석하였다. 기존 공정으로 제조한 시료의 평균 입경은 약  $7.9 \mu\text{m}$ 이며, air jet mill 공정으로 제조한 시료는 약  $6.3 \mu\text{m}$ 로 확인되었다(Figure 4). 그리고, Ti 분산성 정도를 분석한 EDS 결과에서 기존 공정보다 air jet mill 공정으로 제조한 시료가 보다 더 우수한 분산성을 보여줌을 확인하였다(Figure 5). 이는 air jet mill 공정이 기존 공정에 비해 보다 더 작은 입경을 제어할 수 있으며 분산성도 우수함을 알 수 있다.

### 3.4. 견운모의 LL 및 SCG 코팅 함량 결정

견운모의 평균 입경에 따른 밀착성과 안정성을 확인하여 최적 입경인  $12.6 \mu\text{m}$ 로 결정하였다. 밀착성과 촉촉한 사용감을 향상시키기 위해서 견운모에 LL 및 SCG으로 습식 코팅 처리하였다. 코팅 비율에 따른 운동 마찰 지수와 최대 하중을 확인하였고, 밀착성은 전문가 집단과 소비자 집단의 평가를 통해 확인하였다

Table 2. The Kinetic Friction Force and Physical Properties of Pressed Powder Containing Sericite Coated with LL and SCG

	A	B	C	D
LL : SCG	35-42	37-43	38-42	39-46
Kinetic friction index	0.9	0.6	0.7	0.6
Maximum load (N)	1.2	0.9	1.0	1.0
Skin affinity	4.2	4.5	3.7	3.6

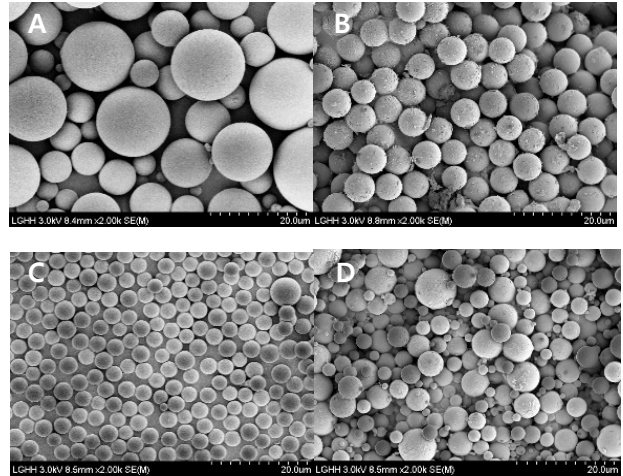


Figure 6. The SEM photographs of various PMMA used for experiment.

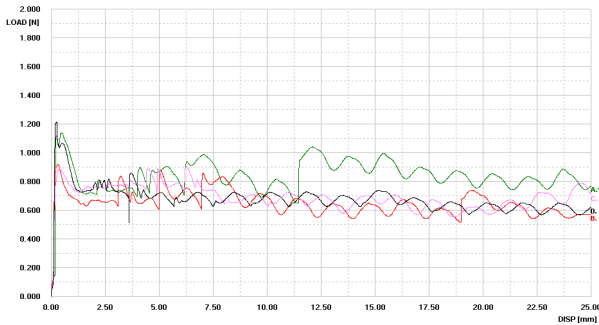
(Table 2). 밀착성 평가에서 우수한 평가를 받았고, 운동 마찰 지수가 0.6으로 낮고 최대 하중이 0.9로 낮게 나타난 LL : SCG의 비율인 1 : 5로 결정하여 상기 실험 방법에서 언급한 방법대로 코팅 처리하였다.

### 3.5. PMMA의 형상 분석 및 제형 적용 결과

유사한 평균 입경을 갖더라도 분산성에 따라 밀착성과 발림성이 달라질 수 있다는 가정을 세웠다. 따라서 단분산(mono-dispersed)과 다분산(multi-dispersed)에 따라 제형의 밀착성과 발림성에 미치는 영향을 확인하고자 PMMA의 입자 형태 및 분포도 확인을 위해 SEM을 분석하였다(Figure 6). PMMA 4종을 제형 내에 5 wt% 적용하여 분산 정도에 따른 동마찰력을 측정하여 Figure 7에 나타내었다. 시료 A와 D의 경우에는 단일 분포도가 아니라 다분산 형태를 띠고 있는 것으로 확인되었다. 반면, 시료 B와 C의 경우에는 단분산 형태를 갖고 있다. 동마찰력 측정 결과, 운동 마찰 지수가 0.33으로 낮고 최대 하중이 0.92로 적고 적정 경도를

**Table 3.** The Physical Properties and Spreadability of Pressed Powder Containing the Different Kinds of Silicone Powder

	Control	DVDCSI	VDMSC	DDVDDSC
Hardness	25-34	13-16	15-18	16-19
Drop test (times)	3	1	1	2
Spreadability	3.5	3.6	3.8	4.2

**Figure 7.** The kinetic friction force of the pressed powder applying the different kinds of PMMA.

유지하는 시료 B가 우수한 결과를 보였다. 따라서 PMMA의 단분산 형태를 갖고 있는 시료를 적용했을 때, 상대적으로 동마찰력 지수가 낮은 것으로 확인되었다. 이는 유사한 입경과 모양을 갖는 구상 분체 일지라도 분포도 즉, 단분산성 형태를 갖는 것을 적용할 때 밀착성과 발림성에 유리하게 작용한다는 것을 시사한다.

### 3.6. 실리콘 구상 분체에 따른 안정성 및 물성 평가

실리콘 구상 분체 종류에 따른 낙하 안정성과 경도 등을 확인하였다. 실리콘 구상 분체는 프레스드 파우더의 안정성에 영향을 주는 요소 중의 하나이다. 따라서, 동일 함량을 적용함에도 안정성이 달라지기 때문에 실리콘 구상 분체 종류의 선택이 중요할 수 있다. 실리콘 구상 파우더의 종류에 따른 프레스드 파우더의 물성 결과를 Table 3에 나타내었다. 본 실험에서 사용된 실리콘 구상 분체는 DVDCSI, VDMSC, DDVDDSC를 사용하였다. 실험 결과, DVDCSI와 VDMSC를 적용했을 때는 낙하 안정성이 1회 안정으로 제품 불합격 수준이며 경도는 약 13-18 수준으로 매우 낮게 측정되었다. 하지만, DDVDDSC를 적용한 시료는 적정 경도를 형성하였고, 낙하 안정성은 2회 수준으로 확인되었다.

**Table 4.** The Physical Properties and Spreadability of Pressed Powder Containing the Different Kinds of Oil Binder

	HP	PICSBDD	DHHH
Hardness	25-29	18-24	13-18
Drop test (times)	3	3	2
Greasing	Observed	No	No
Spreadability	3.6	4.0	3.8

### 3.7. 에스터 오일 종류에 따른 안정성 및 밀착성 평가

프레스드 파우더는 일정 압력으로 성형을 하여 사용하기 때문에 오일 바인더를 사용한다. 오일 바인더는 주로 실리콘 오일, 에스터 오일, 탄화수소계 오일 등이 주로 사용된다. 본 실험에서는 실리콘 오일과 페이스 트상(paste state)의 에스터 오일 3종을 적용하여 안정성과 밀착성을 향상시키고자 하였다. 사용한 오일은 HPPICSBDD, DHHH이다. 오일 바인더의 함량은 2.5% 적용하였고, 낙하 안정성과 경도 등의 결과를 Table 4에 나타내었다. HP를 적용한 시료에서는 그레이징 현상이 발생되었고 발림성 평가에서 낮은 평가를 받았다. PICSBDD와 DHHH를 적용한 실험에서는 그레이징 현상은 관찰되지 않았으며 적정 경도를 형성하였다. 낙하 안정성의 경우에는 DHHH를 적용한 시료에서는 평균 2회로 측정되어 다소 불안한 수준이다. PICSBDD를 적용했을 때, 낙하 안정성과 적정 경도 유지 및 밀착성 평가와 발림성 평가에서 우수하게 평가 되었다.

## 4. 결 론

본 연구에서는 기존의 일반적인 공정이 아닌 air jet mill 공정을 적용하여 프레스드 파우더의 입자 제어가 가능한지 확인하였고, 판상 입자의 형태 변화를 관찰하였다. Air jet mill 공정으로 제조한 프레스드 파우더는 기존의 공정보다 평균 입경이 더 작아졌으며, 판상 모서리 부분의 각진 형태가 둥글게 가공 처리된다는 것을 확인 하였다. 또한, Ti 원소의 분산성을 확인한 결과 기존 공정보다 air jet mill 공정이 분산성이 우수한 것으로 확인 되었다. 밀착성을 향상시키기 위해서 견운모를 선택하였고, 안정성과 경도 등을 확인했을 때, 적절한 평균 입경은 약 12.6  $\mu\text{m}$ 이었으며 코팅 물질의 코팅 비율을 결정하기 위해서 마찰력 지수와 최대 하중 등을 확인하였다. 그리고 유사한 평균 입경을 갖는

구상 분체에서 입자의 형태와 분산성이 발림성과 밀착성에 영향을 준다는 사실을 확인하였다. 단분산성이 다분산성에 비해서 발림성과 밀착성이 우수함을 확인하였다. 실리콘 구상 분체는 동일 함량을 적용 했을 때 성형성과 낙하 안정성이 우수한 DDVDDSC를 적용 했을 때, 발림성과 밀착성이 향상됨을 확인하였다. 오일 바인더로서 에스터 오일의 적용 실험에서는 그레이징 현상이 없고 적절한 정도를 유지하는 PICSBDD를 적용했을 때, 밀착성과 발림성이 우수하였다. 향후에는 air jet mill 공정이 미립 자외선 차단제가 많이 함유되는 유화 메이크업의 pigment base에서 어떠한 효과가 있는지 확인할 계획이며 파우더 메이크업에서는 티타늄 디옥사이드와 징크 옥사이드 등의 무기 자외선 차단 분체의 분산성을 향상 시킬 수 있는지 확인할 계획이다. 본 연구를 진행하면서 발림성의 한 가지 방법으로 마찰력 지수를 평가하고 이를 응용한 것에서 의의가 있다고 평가한다. 향후에도 사용감 평가와 상관관계가 있는 평가법을 설계한다면 제형 연구에 많은 도움이 될 것으로 사료된다. 본 연구를 통하여 air jet mill 공정의 효과와 의의를 확인하였으며, 발림성과 밀착성에 영향을 미칠 수 있는 여러 가지 요소를 확인하였다. 본 연구를 통해서, 질감이 매우 소프트한 제형을 완성할 수 있었으며, 프레스드 파우더에서 기본 품질 속성으로 중요한 요소인 밀착성과 발림성이 매우 향상된 제품을 설계할 수 있었다.

## Reference

1. U. S. Patent 7,704,517 (2010).
2. U. S. Patent 2004/0120913 A1 (2004).
3. Korea Patent 1020130034555 (2014).
4. S. palaniandy, K. A. M. Azizli, H. Hussin, and S. F. S. Hashim, Effect of operational parameters on the breakage mechanism of silica in jet mill, *Miner. Eng.*, **21**(5), 380 (2008).
5. N. Midoux, P. Hosek, L. Pailleres, and J. R. Authelin, Micronization of pharmaceutical substances in a spiral jet mill, *Powder Technol.*, **104**(2), 113 (1999).
6. H. Hoyer, W. Schlocker, K. Krum, and A. Bernkop-Schnurch, Preparation and evaluation of microparticles from thiolated polymers via air jet milling, *Eur. J. Pharm. Biopharm.*, **69**(2), 476 (2008).
7. R. Rajkhowa, A. Kafi, Q. T. Zhou, A. Kondor, D. A. V. Morton, and X. Wang, Relationship between processing, surface energy and bulk properties of ultrafine silk particles, *Powder Technol.*, **270**, 112 (2015).
8. S. Palaniandy and K. A. M. Azizli, Mechanochemical effects on talc during fine grinding process in a jet mill, *Int. J. Miner. Process*, **92**(1), 22 (2009).
9. S. Palaniandy, K. A. M. Azizli, H. Hussin, and S. F. S. Hashim, Mechanochemistry of silica on jet milling, *J. Mater. Process. Technol.*, **205**(1), 119 (2008).
10. L. Godet-Morand, A. Chamayou, and J. Dodds, Talc grinding in an opposed air jet mill; start-up, product quality and production rate optimization, *Powder Technol.*, **128**(2), 306 (2002).