



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0023367
(43) 공개일자 2025년02월18일

- | | |
|---|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 8/25 (2006.01) A61K 8/02 (2006.01)
A61Q 1/12 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
A61K 8/25 (2013.01)
A61K 8/025 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2024-7040998</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2023년06월09일
심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2024년12월10일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/021631</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2023/243573
국제공개일자 2023년12월21일</p> <p>(30) 우선권주장
JP-P-2022-095198 2022년06월13일 일본(JP)
JP-P-2023-006655 2023년01월19일 일본(JP)</p> | <p>(71) 출원인
에이지씨 가부시킴가이샤
일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 1초메 5방 1고
에이지씨 에스아이테크 가부시킴가이샤
일본국 후쿠오카현 키타큐슈시 와카마츠쿠 키타미
나토마치13번1고</p> <p>(72) 발명자
아리미츠 신노스케
일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 1초메 5방 1고
에이지씨 가부시킴가이샤 나이
가타야마 하지메
일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 1초메 5방 1고
에이지씨 가부시킴가이샤 나이
(뒷면에 계속)</p> <p>(74) 대리인
특허법인코리아나</p> |
|---|---|

전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 화장료용 실리카 분말 및 화장료

(57) 요약

본 발명에 의하면, 비정질의 실리카 입자로 이루어지는 실리카 분말로서, 상기 실리카 입자의 평균 원형도가 0.75 이상이며, 상기 실리카 분말은, (1) 응집도가 60 % 이상, (2) 안식각과 붕괴각의 차각이 15 도 이하, 및 (3) 분산도가 50 % 이하 중 적어도 어느 하나의 조건을 만족하는, 화장료용 실리카 분말이 제공된다.

(52) CPC특허분류

A61Q 1/12 (2013.01)

C01B 33/12 (2013.01)

A61K 2800/412 (2013.01)

C01P 2004/51 (2013.01)

C01P 2006/12 (2013.01)

(72) 발명자

곤도 마사시

일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 1쵸메 5방 1고
에이지씨 가부시키키가이샤 나이

후쿠모토 고타

일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 1쵸메 5방 1고
에이지씨 가부시키키가이샤 나이

가모 히로미치

일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 1쵸메 5방 1고
에이지씨 가부시키키가이샤 나이

야마즈미 다이ске

일본 후쿠오카켄 기타큐슈시 와카마츠쿠 기타미나
토마치 13반 1고 에이지씨 에스아이테크 가부시키키
가이샤 나이

명세서

청구범위

청구항 1

비정질의 실리카 입자로 이루어지는 실리카 분말로서,
 상기 실리카 입자의 평균 원형도가 0.75 이상이고,
 상기 실리카 분말은, 하기 (1) ~ (3) 중 적어도 어느 하나의 조건을 만족하는, 화장료용 실리카 분말.
 (1) 응집도가 60 % 이상
 (2) 안식각과 봉괴각의 차각이 15 도 이하
 (3) 분산도가 50 % 이하

청구항 2

제 1 항에 있어서,
 50 N 의 하중을 가했을 때의 응력 완화율이 18 % 이하인, 화장료용 실리카 분말.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,
 50 N 의 하중을 가했을 때의 전단 부착력이 2.0 kPa 이상인, 화장료용 실리카 분말.

청구항 4

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,
 비표면적이 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 미만인, 화장료용 실리카 분말.

청구항 5

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,
 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 50 % 입자경 (D_{50}) 이 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$ 이며,
 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 90 % 입자경 (D_{90}) 의 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서
 의 10 % 입자경 (D_{10}) 에 대한 비 (D_{90}/D_{10}) 가 $1.0 \sim 5.0$ 인, 화장료용 실리카 분말.

청구항 6

제 1 항 또는 제 2 항에 기재된 화장료용 실리카 분말을 포함하는, 화장료.

청구항 7

제 6 항에 있어서,
 추가로, 상기 화장료용 실리카 분말 이외의 실리카 분말을 1 종 이상 포함하는, 화장료.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 화장료용 실리카 분말 및 화장료에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 화장료는, 사용감이나 피부와의 스며듦을 조정하기 위해, PMMA (메타크릴산메틸에스테르) 입자나 나일론 입자,

실리콘 입자, 폴리우레탄 입자 등의, 매우 미세한 수지 입자 (마이크로플라스틱) 가 배합된다.

[0003] 마이크로플라스틱은 매우 미세하기 때문에, 하수 처리장에서의 제거가 어렵고, 하천, 해양, 연못 등으로 흘러 들어가 해양 생태계에 대한 영향을 미칠 우려가 있다. 또한, 마이크로플라스틱이 어패류에 축적되고, 이를 통해 인체에 대한 영향을 미칠 우려가 있다. 따라서, 화장료용 수지 입자의 대체로서, 환경 및 인체에 보다 친환경적인 소재의 개발이 요구되고 있다.

[0004] 환경 및 인체에 친환경적인 소재로서는, 실리카 (SiO_2) 를 주성분으로 하는 실리카 입자를 들 수 있고, 예를 들어 특허문헌 1 에는, 다공질 실리카 겔을 고온의 기체 중에 분산시켜 소성하여 무공질화함으로써 얻어진 단분산성의 무공질 구상 실리카를 3 ~ 70 중량% 배합한 화장품이 제안되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 일본 특허공보 제2921058호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 실리카 입자로 이루어지는 실리카 분말은 바슬바슬한 감촉이 강하여, 나일론 입자나 우레탄 입자와 같은 부드러운 입자로 이루어지는 분말에 느껴지는 촉촉한 감촉은 얻어지기 어렵다.

[0007] 그래서 본 발명은, 종래의 실리카 분말과는 상이한 새로운 감촉을 갖고, 화장료 중에 배합시킴으로써 촉촉한 감촉을 발현시킬 수 있는, 화장료용 실리카 분말을 제공하는 것을 과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명자들은 예의 검토한 결과, 실리카 분말이 특정한 조건을 만족함으로써 상기 문제점을 해결할 수 있는 것을 알아내고, 이에 기초하여 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

[0009] 즉, 본 발명은 하기에 관한 것이다.

[0010] <1> 비정질의 실리카 입자로 이루어지는 실리카 분말로서,

[0011] 상기 실리카 입자의 평균 원형도가 0.75 이상이고,

[0012] 상기 실리카 분말은, 하기 (1) ~ (3) 중 적어도 어느 하나의 조건을 만족하는, 화장료용 실리카 분말.

[0013] (1) 응집도가 60 % 이상

[0014] (2) 안식각과 봉괴각의 차각이 15 도 이하

[0015] (3) 분산도가 50 % 이하

[0016] <2> 50 N 의 하중을 가했을 때의 응력 완화율이 18 % 이하인, <1> 에 기재된 화장료용 실리카 분말.

[0017] <3> 50 N 의 하중을 가했을 때의 전단 부착력이 2.0 kPa 이상인, <1> 또는 <2> 에 기재된 화장료용 실리카 분말.

[0018] <4> 비표면적이 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 미만인, <1> ~ <3> 중 어느 하나에 기재된 화장료용 실리카 분말.

[0019] <5> 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 50 % 입자경 (D_{50}) 이 0.5 ~ 100 μm 이며,

[0020] 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 90 % 입자경 (D_{90}) 의 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 10 % 입자경 (D_{10}) 에 대한 비 (D_{90}/D_{10}) 가 1.0 ~ 5.0 인, <1> ~ <4> 중 어느 하나에 기재된 화장료용 실리카 분말.

[0021] <6> <1> ~ <5> 중 어느 하나에 기재된 화장료용 실리카 분말을 포함하는, 화장료.

[0022] <7> 추가로, 상기 화장료용 실리카 분말 이외의 실리카 분말을 1 종 이상 포함하는, <6> 에 기재된 화장료.

발명의 효과

[0023] 본 발명에 의하면, 화장료 중에 배합했을 때에 촉촉한 감촉을 발현시킬 수 있는, 화장료용 실리카 분말을 제공할 수 있다. 또한, 그러한 화장료용 실리카 분말을 포함하는 화장료를 제공할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0024] 이하, 본 발명에 대하여 설명하지만, 이하의 설명에 있어서의 예시에 의해 본 발명은 한정되지 않는다. 또한, 본 명세서에 있어서, 수치 범위를 나타내는 「～」는, 그 전후에 기재된 수치를 하한값 및 상한값으로서 포함하는 것을 의미한다.

[0025] <화장료용 실리카 분말>

[0026] 본 실시형태의 화장료용 실리카 분말은, 비정질의 실리카 입자로 이루어지는 실리카 분말로서, 그 실리카 입자의 평균 원형도가 0.75 이상이며, 실리카 분말은, 하기 (1) ~ (3) 중 적어도 어느 하나의 조건을 만족한다.

[0027] (1) 응집도가 60 % 이상

[0028] (2) 안식각과 봉피각의 차각이 15 도 이하

[0029] (3) 분산도가 50 % 이하

[0030] 여기서, 본 명세서에 있어서, 「분말」이란 개개의 입자의 집합체를 의미하는 용어로서 사용한다. 즉, 실리카 분말이란, 실리카 입자의 집합체를 의미한다.

[0031] 본 실시형태의 화장료용 실리카 분말 (이하, 간단히 실리카 분말이라고 칭한다) 을 구성하는 실리카 입자는, 비정질이다. 실리카 입자가 비정질임으로써, 화장품 용도에 사용 가능한 실리카 분말을 제공할 수 있다. 또한, 본 명세서에 있어서 비정질이란, 분말 X 선 회절법에 의해 결정을 나타내는 회절 피크가 확인되지 않는 것을 말한다.

[0032] 본 실시형태의 실리카 분말을 구성하는 실리카 입자는, 평균 원형도가 0.75 이상이다. 평균 원형도가 0.75 이상이면, 입자의 형상이 구상에 가까워지므로, 그 실리카 분말을 포함하는 화장료를 피부에 도포할 때의 발림성이 양호해질 수 있다. 평균 원형도는, 0.80 이상인 것이 바람직하고, 0.85 이상이 보다 바람직하고, 0.90 이상이 더욱 바람직하고, 0.95 이상이 특히 바람직하다. 평균 원형도의 상한은 특별히 한정되지 않고, 1 인 것이 가장 바람직하다. 그 평균 원형도는, 예를 들어 0.75 ~ 1 이다.

[0033] 또한, 원형도는, 입자 화상 해석 장치 (예를 들면, 말변사 제조, Morphologi4) 에 의해 얻어진 화상을, 상기 장치에 부속된 화상 해석 소프트웨어를 이용하여 입자의 면적과 둘레 길이를 구하고, 하기 식에 적용시켜 산출할 수 있다. 평균 원형도는, 20 개의 입자의 평균값을 구한 것이다.

[0034] 원형도 = 투영 면적이 동등한 원의 둘레 길이/입자의 둘레 길이

[0035] 투영 면적이 동등한 원의 둘레 길이 : 어떤 입자를 바로 위에서 관찰했을 때, 아래의 평면에 비친 입자의 그림자의 면적을 구하고, 이 면적과 동등한 원을 계산하여, 그 원의 윤곽의 길이

[0036] 입자의 둘레 길이 : 입자를 바로 위에서 관찰했을 때, 아래의 평면에 비친 입자의 그림자의 윤곽의 길이

[0037] 본 실시형태의 실리카 분말은, 이하의 (1) ~ (3) 중 적어도 어느 하나의 조건을 만족한다.

[0038] (1) 응집도가 60 % 이상

[0039] (2) 안식각과 봉피각의 차각이 15 도 이하

[0040] (3) 분산도가 50 % 이하

[0041] 본 실시형태의 실리카 분말이, 상기 조건 (1) ~ (3) 중 적어도 어느 하나를 만족함으로써, 부드럽고, 촉촉한 감촉을 나타내기 때문에, 화장료에 배합했을 때에 있어서도 우수한 촉촉감을 발현시킬 수 있다.

[0042] 여기서, 본 실시형태의 실리카 분말의 응집도가 60 % 이상 (조건 (1)) 이면, 실리카 입자간의 상호 작용이 크고, 입자끼리의 부착성이 향상됨으로써, 피부 위에서 퍼 발랐을 때에, 부드럽고, 촉촉한 감촉이 얻어진다. 응집도는, 65 % 이상이 바람직하고, 70 % 이상이 보다 바람직하고, 75 % 이상이 더욱 바람직하고, 80 % 이

상이 특히 바람직하다. 또한, 응집도의 상한은 특별히 한정되지 않고, 100 % 가 바람직하다. 그 응집도는 예를 들어 60 ~ 100 % 이다.

[0043] 응집도는, 파우더 테스터 (예를 들어, 호소카와 미크론사 제조, 형번 PT-X) 에 의해 측정할 수 있고, 구체적으로는, 파우더 테스터의 진동대에, 위로부터 눈 크기가 250 μm 인 체, 눈 크기 150 μm 인 체, 눈 크기 75 μm 인 체를 순서대로 세트하고, 상단의 체 (눈 크기가 250 μm) 위에 분말을 2.0 g 얹고, 1.0 mm 의 진동 폭으로 90 초간 진동시켜, 각 체 위에 잔존한 분말의 질량을 측정하고, 하기 식에 기초하여 응집도를 산출한다.

[0044] 응집도 (%) = $\{(A+B \times 3/5 + C \times 1/5)/2\} \times 100$

[0045] A : 상단 체 위의 분말의 질량, B : 중단 체 위의 분말의 질량, C : 하단 체 위의 분말의 질량

[0046] 또한, 본 실시형태의 실리카 분말의 안식각과 붕괴각의 차각이 15 도 이하 (조건 (2)) 이면, 실리카 입자간의 상호 작용이 크기 때문에, 부착성이 향상되어, 부드럽고, 축축한 감촉이 얻어진다. 그 차각은, 바람직하게는 14 도 이하, 보다 바람직하게는 13 도 이하, 더욱 바람직하게는 12 도 이하, 특히 바람직하게는 11 도 이하, 가장 바람직하게는 10 도 이하이다. 또한, 그 차각은, 0 도 이상이 바람직하고, 0.5 도 이상이 보다 바람직하고, 1 도 이상이 더욱 바람직하다. 그 차각은, 예를 들어 0 ~ 15 도이다.

[0047] 여기서, 안식각과 붕괴각에 대하여 설명한다.

[0048] 안식각이란, 일정한 높이의 깔때기로부터 분말을 낙하시켜, 자발적으로 무너지지 않고 안정을 유지할 때에, 형성하는 원추 형상의 산의 사면과 수평면이 이루는 각도를 말한다.

[0049] 본 실시형태의 실리카 분말의 안식각은, 20 도 이상인 것이 바람직하다. 안식각이 20 도 이상임으로써, 피부 위에 실리카 분말을 도포했을 때에 균일하게 퍼지게 할 수 있다. 안식각은 22 도 이상이 보다 바람직하고, 25 도 이상이 더욱 바람직하고, 30 도 이상이 특히 바람직하다. 또한, 발림성 용이함의 관점에서, 안식각은, 80 도 이하가 바람직하고, 75 도 이하가 보다 바람직하고, 70 도 이하가 더욱 바람직하다. 그 안식각은, 바람직하게는 20 ~ 80 도이다.

[0050] 또한, 붕괴각이란, 안식각의 측정으로 형성한 원추상의 산에 규정의 충격을 가하여, 원추의 일부를 붕괴시켰을 때의 원추의 모선과 수평면이 이루는 각도를 말한다.

[0051] 본 실시형태의 실리카 분말의 붕괴각은, 20 도 이상인 것이 바람직하다. 붕괴각이 20 도 이상임으로써, 실리카 입자끼리의 부착성이 매우 높아, 우수한 축축감이 얻어진다. 붕괴각은 22 도 이상이 보다 바람직하고, 25 도 이상이 더욱 바람직하고, 30 도 이상이 특히 바람직하다. 또한, 붕괴각은, 70 도 이하가 바람직하고, 65 도 이하가 보다 바람직하고, 60 도 이하가 더욱 바람직하다. 그 붕괴각은, 바람직하게는 20 ~ 70 도이다.

[0052] 안식각 및 붕괴각의 측정은, 파우더 테스터 (예를 들어, 호소카와 미크론사 제조, 형번 PT-X) 를 사용하여 측정할 수 있다.

[0053] 구체적으로는, 직경 80 mm 의 계측대를 수평하게 설치하고, 계측대의 상방에 눈 크기 1.7 mm 의 체 및 깔때기 (예를 들어, 스테인리스제, 상측 개구 직경 70 mm, 하측 개구 직경 7 mm, 경사각 63 도, 계측대로부터 깔때기의 하측 개구부까지의 높이는 7.5 cm) 를 설치한다. 분말 250 mL 를 체에 가만히 넣은 후, 체를 진폭 1.5 mm 로 진동시키고, 체 및 깔때기를 통해 계측대에 낙하시켜, 분말을 원추 형상으로 퇴적시킨다. 이어서, 원추 형상을 바로 옆에서 사진 촬영하고, 원추의 모선과 수평면 사이의 각도를 1 회 측정하여, 안식각으로 한다. 붕괴각은, 안식각을 측정한 분말에 대하여, 장치 부속의 자동 쇼커에 의해 동일한 충격을 3 회 부여한 후, 시료의 원추 형상을 바로 옆에서 사진 촬영하고, 원추의 모선과 수평면 사이의 각도를 1 회 측정하여, 붕괴각으로 한다.

[0054] 또한, 본 실시형태의 실리카 분말은, 분산도가 50 % 이하 (조건 (3)) 임으로써, 실리카 입자간의 상호 작용이 커져, 부착성이 향상되어, 축축한 감촉이 얻어진다. 분산도는 45 % 이하인 것이 바람직하고, 40 % 이하가 보다 바람직하고, 35 % 이하가 더욱 바람직하고, 30 % 이하가 특히 바람직하다. 또, 실리카 분말의 분산도는, 0 % 이상이 바람직하고, 1 % 이상이 보다 바람직하다. 그 분산도는, 예를 들어 0 ~ 50 % 이다.

[0055] 여기서, 분산도 (%) 란, 일정량의 실리카 분말을 측정대를 향하여 낙하시켰을 때의, 낙하 전의 분말의 질량과 측정대 위에 낙하되지 않고 비산된 질량의 비율이다. 분산도 (%) 는 파우더 테스터 (예를 들어, 호소카와 미크론사 제조, 형번 PT-X) 를 사용하여 측정할 수 있다. 구체적으로는, 파우더 테스터의 분산도 측정 유닛

의 최상부에 분말 10 g 을 얹고, 그 분산도 측정 유닛으로부터 60 cm 하부에 둔 직경 100 mm 의 위치 글래스 위에 분말을 낙하시킨다. 위치 글래스 위에 쌓인 분말의 질량을 칭량하고, 하기 식에 의해 분산도를 구한다.

[0056] 분산도 (%) = {(낙하 전의 분말의 질량 (g)-위치 글래스에 쌓인 분말의 질량 (g))/낙하 전의 분말의 질량 (g)} × 100

[0057] 본 실시형태의 실리카 분말은, 상기 (1) ~ (3) 중 어느 1 개의 조건만을 만족해도 되고, 상기 (1) ~ (3) 중 어느 2 개의 조건을 만족해도 되며, 상기 (1) ~ (3) 의 모든 조건을 만족해도 된다. 이들 중에서도, 실리카 입자끼리의 부착성을 향상시켜, 촉촉감을 보다 높이는 관점에서, 상기 (1) ~ (3) 의 모든 조건을 만족하는 것이 바람직하다.

[0058] 또, 상기 (1) ~ (3) 중 어느 1 개 혹은 2 개의 조건만을 만족하는 경우에 있어서는, 촉촉감 향상의 효과가 가장 현저하게 나타나는 점에서, 조건 (1) 을 만족하고 있는 것이 특히 바람직하다.

[0059] (50 % 입자경 (D_{50}))

[0060] 실리카 분말의 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 50 % 입자경 (D_{50}) 은, 0.5 ~ 100 μm 인 것이 바람직하다. 본 실시형태의 실리카 분말의 50 % 입자경 (D_{50}) 이 0.5 μm 이상이면, 실리카 입자의 2 차 응집을 억제할 수 있어, 화장료 중에서 양호한 분산이 얻어지기 쉬워진다. D_{50} 은, 0.7 μm 이상인 것이 보다 바람직하고, 0.9 μm 이상이 더욱 바람직하고, 1.0 μm 이상이 특히 바람직하다.

[0061] 또한, D_{50} 이 100 μm 이하이면, 실리카 입자가 지나치게 크지 않으므로, 화장료에 배합했을 때의 사용감이 향상된다. D_{50} 은, 50 μm 이하인 것이 보다 바람직하고, 20 μm 이하가 더욱 바람직하고, 15 μm 이하가 특히 바람직하다.

[0062] 또, 실리카 분말의 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 90 % 입자경 (D_{90}) 의, 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 10 % 입자경 (D_{10}) 에 대한 비 (D_{90}/D_{10}) 가 1.0 ~ 5.0 인 것이 바람직하다. 본 실시형태의 실리카 분말의 D_{90}/D_{10} 이 상기 범위 내이면, 조대 입자의 저감 및 미소 입자에 의한 비표면적 증가가 억제되기 때문에, 피부 위에 도포했을 때에 양호한 감촉이 얻어진다. D_{90}/D_{10} 은, 4.5 이하인 것이 보다 바람직하고, 4.0 이하가 더욱 바람직하고, 3.5 이하가 특히 바람직하다. 또, D_{90}/D_{10} 은, 1.1 이상이 보다 바람직하고, 1.2 이상이 더욱 바람직하고, 1.5 이상이 특히 바람직하다.

[0063] 또한, 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 10 % 입자경 (D_{10}), 50 % 입자경 (D_{50}) 및 90 % 입자경 (D_{90}) 은, 전기적 검지법에 의한 입도 분포 측정 장치 (예를 들면, 베크만·쿨터사 제조, Multisizer4e) 를 이용하여 산출할 수 있다.

[0064] (전단 부착력)

[0065] 본 실시형태의 실리카 분말은, 50 N 의 하중을 가했을 때의 전단 부착력이 2.0 kPa 이상인 것이 바람직하다.

[0066] 전단 부착력은 실리카 입자끼리의 부착성을 나타내고, 전단 부착력이 클수록 부착성이 강하여, 실리카 분말을 화장료에 배합했을 때의 촉촉감이 향상된다. 전단 부착력이 2.0 kPa 이상임으로써, 촉촉감이 강하게 느껴진다. 실리카 분말의 전단 부착력은, 2.2 kPa 이상이 보다 바람직하고, 2.4 kPa 이상이 더욱 바람직하고, 2.6 kPa 이상이 특히 바람직하다. 또한, 전단 부착력은, 5.0 kPa 이하가 바람직하고, 4.5 kPa 이하가 보다 바람직하고, 4.0 kPa 이하가 더욱 바람직하다. 즉, 실리카 분말의 전단 부착력은 2.0 ~ 5.0 kPa 의 범위가 바람직하다.

[0067] 전단 부착력은, 분체층 전단력 측정 장치 (예를 들면, 나노시즈사 제조, 형번 NS-S500) 를 이용하여, JIS Z 8835 : 2016 에 준하여, 이하의 조건으로 측정하고, 각 수직 응력 (x 축) 에 따른 전단 응력 (y 축) 을 플롯한 파괴 포락선 (YL) 을 얻는다. YL 과 y 축의 교점으로부터, 전단 부착력이 얻어진다.

[0068] 조건 : 셀 내경 43 mm, 압입 간극 0.2 mm, 압입 속도 0.2 mm/초, 응력 완화 시간 100 초, 전단 속도 10 $\mu\text{m}/\text{초}$, 수직 하중 50 N

[0069] (응력 완화율)

- [0070] 응력 완화율은 실리카 분말이 하중에 의해 압밀되었을 때의, 실리카 입자 재배열의 정도이다. 응력 완화율이 작을수록, 실리카 입자간의 상호 작용이 커진다. 이로써, 실리카 입자끼리의 부착성이 향상되어, 축축감이 얻어진다.
- [0071] 본 실시형태의 실리카 분말은, 50 N 의 하중을 가했을 때의 응력 완화율이 18 % 이하인 것이 바람직하다. 응력 완화율이 18 % 이하이면, 축축한 감촉이 충분히 얻어진다. 실리카 분말의 응력 완화율은, 17 % 이하가 보다 바람직하고, 16 % 이하가 더욱 바람직하며, 15 % 이하가 특히 바람직하다. 또한, 응력 완화율의 하한은 특별히 한정되지 않고, 1 % 이상이 바람직하고, 3 % 이상이 보다 바람직하다. 즉, 실리카 분말의 응력 완화율은 1 ~ 18 % 의 범위가 바람직하다.
- [0072] 응력 완화율은, 분체층 전단력 측정 장치 (예를 들면, 나노시즈사 제조, 형번 NS-S500) 에 의해 측정할 수 있다.
- [0073] 구체적으로는, 분체층에 부하하는 수직 하중을 50 N 으로 하고, 예비 압밀시의 분체층 상면의 최대 수직 하중 a, 응력 완화 100 초 후의 분체층 상면의 수직 하중 b 로부터, 다음 식을 이용하여 전단 개시시의 수직 응력에 대한 응력 완화율 (%) 을 산출할 수 있다.
- [0074]
$$\text{응력 완화율 (\%)} = (1 - b/a) \times 100$$
- [0075] (정마찰 계수)
- [0076] 본 실시형태의 실리카 분말은, 정마찰 계수가 0.50 이상인 것이 바람직하다. 정마찰 계수가 0.50 이상이면, 피부에 바르기 시작했을 때의 저항과 축축한 감촉을 양립시킬 수 있다. 정마찰 계수는, 0.51 이상이 보다 바람직하고, 0.53 이상이 더욱 바람직하고, 0.54 이상이 특히 바람직하다. 또, 바르기 시작했을 때의 저항을 억제하는 관점에서, 정마찰 계수는 1.00 이하가 바람직하고, 0.95 이하가 보다 바람직하고, 0.90 이하가 더욱 바람직하다. 즉, 실리카 분말의 정마찰 계수는 0.50 ~ 1.00 의 범위가 바람직하다.
- [0077] 또한, 동마찰 계수는, 정·동마찰 측정기 (예를 들어, 트리니티 라보사 제조의 「TL201Tt」 를 사용하여 측정할 수 있다. 구체적으로는, 접촉자는 우레탄제 의사 손가락으로 하고, 하중은 30 gf 로 하고, 주사 거리는 40 mm 로 하고, 주사 속도는 10 mm/sec 로 하고, 도포 기관은 인공 피혁 사프라레 (예를 들면, 이데아텍스 재팬 주식회사 제조) 로 하고, 실리카 분말의 도포량은 단위면적당 부피 용적을 $0.8 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 로 하여 마찰 계수를 측정한다. 얻어지는 마찰 계수 중, 0 msec 내지 1,000 msec 의 범위의 최대값을 정마찰 계수로 한다.
- [0078] (동마찰 계수)
- [0079] 본 실시형태의 실리카 분말은, 동마찰 계수가 0.30 이상인 것이 바람직하다. 동마찰 계수가 0.30 이상이면, 축축한 감촉을 유지한 채로 피부 위에 퍼 바를 수 있다. 동마찰 계수는, 0.33 이상이 보다 바람직하고, 0.35 이상이 더욱 바람직하고, 0.36 이상이 특히 바람직하다. 또한, 퍼 바르기 용이함의 관점에서, 동마찰 계수는 0.80 이하가 바람직하고, 0.75 이하가 보다 바람직하고, 0.70 이하가 더욱 바람직하다. 즉, 실리카 분말의 동마찰 계수는 0.30 ~ 0.80 의 범위가 바람직하다.
- [0080] 정마찰 계수는, 상기 정·동마찰 측정기에 의해 측정할 수 있다. 구체적으로는, 상기와 동일한 방법으로 마찰 계수를 측정하고, 얻어진 마찰 계수 중, 1,000 msec 내지 4,000 msec 의 범위의 평균값을 동마찰 계수로 한다.
- [0081] (느슨한 부피 밀도)
- [0082] 본 실시형태의 실리카 분말은, 느슨한 부피 밀도가 $0.45 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이상 $0.85 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이하인 것이 바람직하다. 느슨한 부피 밀도란, 용기 내에 분말을 가만히 충전한 상태에서 측정한 부피 밀도를 말한다. 가만히 충전된 분말은, 입자간에 많은 간극이 존재하고 있는 상태가 된다. 느슨한 부피 밀도가 상기 범위 내이면, 실리카 입자간의 상호 작용이 크기 때문에 간극이 많아, 하중에 대한 변화율이 커지기 때문에, 축축감을 얻기 쉬워진다. 느슨한 부피 밀도는, $0.47 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이상 $0.83 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이하인 것이 보다 바람직하고, $0.49 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이상 $0.81 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이하가 더욱 바람직하고, $0.51 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이상 $0.79 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이하가 특히 바람직하다.
- [0083] (다진 부피 밀도)
- [0084] 본 실시형태의 실리카 분말은, 다진 부피 밀도가 $1.0 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이상 $1.5 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이하인 것이 바람직하다. 다진

부피 밀도란, 분말이 가만히 충전된 용기에 일정한 진동을 부여함으로써 입자간의 간극을 메우고, 재충전한 후에 측정된 부피 밀도를 말한다. 다진 부피 밀도가 상기 범위 내이면 입자가 압밀된다고 할 수 있다. 다진 부피 밀도는, 1.02 g/cm^3 이상 1.40 g/cm^3 이하인 것이 보다 바람직하고, 1.04 g/cm^3 이상 1.35 g/cm^3 이하가 더욱 바람직하고, 1.05 g/cm^3 이상 1.30 g/cm^3 이하가 특히 바람직하다.

[0085] 또한, 느슨한 부피 밀도 및 다진 부피 밀도는, 파우더 테스터 (예를 들면, 호소카와 미크론사 제조, 형번 PT-X)에 의해서 측정할 수 있다.

[0086] 구체적으로는, 실리카 분말을 가만히 전용 컵에 붓고, 전용 컵 입구로부터 실리카 분말이 넘칠 때까지 충전시킨 후, 전용 컵으로부터 넘친 분말을 부속의 블레이드로 표면 부분을 평미레질하고, 컵도 포함하여 질량을 측정한다. 이 값으로부터, 미리 측정한 컵의 질량을 빼서 실리카 분말의 질량을 구하고, 이것을 컵의 내용적으로 나눈 값을 느슨한 부피 밀도로 한다.

[0087] 다음으로, 상기 전용 컵에 캡을 끼우고, 파우더 테스터의 태핑 홀더에 설치한 후, 실리카 분말을 추가로 충전시키고, 캡 위에 캡 커버를 장착한다. 이어서 이것을 180 회 태핑한다. 태핑 종료 후, 캡 및 캡 커버를 분리하고, 부속의 블레이드로 전용 컵의 표면 부분을 평미레질하고, 컵도 포함하여 질량을 측정한다. 이 값으로부터, 미리 측정한 컵의 질량을 빼서 실리카 분말의 질량을 구하고, 이것을 컵의 내용적으로 나눈 값을 다진 부피 밀도로 한다.

[0088] (압축도)

[0089] 압축도는, 분말에 하중을 가하지 않는 상태에서부터 설정 하중을 가한 상태까지의 분말의 체적의 감소율이다.

[0090] 본 실시형태의 실리카 분말은, 압축도가 37 % 이상인 것이 바람직하다. 압축도가 37 % 이상이면, 피부 위에 도포할 때에 하중에 따라 실리카 분말이 압밀되기 때문에, 촉촉한 감촉을 느낄 수 있다. 압축도는 38 % 이상이 보다 바람직하고, 39 % 이상이 더욱 바람직하고, 39.5 % 이상이 특히 바람직하다. 또한, 압축도는 70 % 이하가 바람직하고, 65 % 이하가 보다 바람직하고, 60 % 이하가 더욱 바람직하고, 55 % 이하가 특히 바람직하다. 즉, 실리카 분말의 압축도는 37 ~ 70 % 의 범위가 바람직하다.

[0091] 압축도는, 상기 느슨한 부피 밀도와 다진 부피 밀도의 값을 사용하여, 하기 식에 의해 구해진다.

[0092] 압축도 (%) = {(다진 부피 밀도-느슨한 부피 밀도)/다진 부피 밀도} × 100

[0093] (비표면적)

[0094] 본 실시형태의 실리카 분말은, 질소 흡착법에 기초하여 구해지는 비표면적이 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 미만인 것이 바람직하다.

실리카 분말의 비표면적이 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 미만이면, 실리카 입자의 실란올기가 저감됨으로써, 실리카 입자간의 부착성이 향상되기 때문에, 실리카 분말을 화장료에 배합했을 때의 촉촉한 감촉이 향상된다.

[0095] 실리카 분말의 비표면적은 작을수록 보다 우수한 촉촉감을 부여할 수 있기 때문에, $4.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 이하인 것이 보다 바람직하고, $4 \text{ m}^2/\text{g}$ 이하가 더욱 바람직하고, $3 \text{ m}^2/\text{g}$ 이하가 특히 바람직하고, $2 \text{ m}^2/\text{g}$ 이하가 가장 바람직하다.

또한, 하한은 특별히 한정되지 않지만, 비표면적은 $0.1 \text{ m}^2/\text{g}$ 이상이 바람직하다. 즉, 실리카 분말의 비표면적은 $0.1 \text{ m}^2/\text{g}$ 이상 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 미만인 것이 바람직하다.

[0096] 또한, 비표면적은 질소 흡착법에 의해 흡착 등온선을 얻은 후, BET 의 이론을 이용하여 산출할 수 있다.

[0097] (세공 용적)

[0098] 본 실시형태의 실리카 분말의 세공 용적은, $0.1 \text{ cm}^3/\text{g}$ 미만인 것이 바람직하다. 여기서, 세공 용적이란, 세공 직경이 1 ~ 100 nm 인 세공에서 유래하는 세공 용적을 의미한다. 소성에 의해 실리카 성분을 용해시키고, 무공질화함으로써 비표면적을 저하시키기 때문에, 세공 용적은 $0.1 \text{ cm}^3/\text{g}$ 미만인 것이 바람직하다.

[0099] 실리카 분말의 세공 용적은, $0.08 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하인 것이 보다 바람직하고, $0.06 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하가 더욱 바람직하고, $0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하가 특히 바람직하다. 실리카 분말의 세공 용적의 하한값은 특별히 한정되지 않지만, $0 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이상인 것이 바람직하고, $0.001 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이상이 보다 바람직하고, $0.005 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이상이 더욱 바람직하다. 즉,

실리카 분말의 세공 용적은 $0 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이상 $0.1 \text{ cm}^3/\text{g}$ 미만인 것이 바람직하다.

[0100] 또한, 세공 용적은, 질소 흡착법에 의해 BJH 법을 사용하여 산출할 수 있다.

[0101] (입자 강도)

[0102] 또한, 본 실시형태의 실리카 분말은, 입자 강도가 10 MPa 이상인 것이 바람직하다. 입자 강도가 10 MPa 이상이면, 실리카 분말을 구성하는 입자가 붕괴되기 어려운 강도를 가지므로, 화장료 배합시의 감촉이 양호해진다.

[0103] 실리카 분말의 입자 강도는, 15 MPa 이상인 것이 보다 바람직하고, 20 MPa 이상이 더 바람직하며, 25 MPa 이상이 특히 바람직하고, 특별히 상한은 한정되지 않는다.

[0104] 또한, 실리카 분말의 입자 강도는, 미소 압축 시험기 (예를 들면, 주식회사 시마즈 제작소 제조, MCT-510) 를 이용하여 측정할 수 있다. 본 실시형태에 있어서, 입자 강도는, 40 개의 실리카 입자의 압축 강도를 측정하고, 그 평균값에 의해 구한다.

[0105] (나트륨 농도)

[0106] 본 실시형태의 실리카 분말은, 나트륨을 1 ~ 300 ppm 의 농도로 포함하고 있어도 된다. 나트륨을 상기 범위 내의 농도로 포함함으로써, 결정화를 억제하면서, 고온에서의 소성이 가능해진다. 나트륨 농도는 2 ppm 이상인 것이 바람직하고, 3 ppm 이상이 보다 바람직하고, 10 ppm 이상이 더욱 바람직하다. 또한, 나트륨의 농도는 200 ppm 이하인 것이 바람직하고, 200 ppm 미만이 보다 바람직하고, 150 ppm 이하가 더욱 바람직하고, 100 ppm 이하가 특히 바람직하고, 50 ppm 이하가 가장 바람직하다.

[0107] 본 실시형태의 실리카 분말을 구성하는 실리카 입자는, 본 발명의 효과를 방해하지 않는 범위에 있어서, 나트륨 이외의 불순물 원소를 포함하고 있어도 된다. 다른 불순물 원소로는, 예를 들면 Mg, Ca, Al, Fe, Ti 등을 들 수 있다.

[0108] 다른 불순물 원소의 각 농도는, 500 ppm 이하인 것이 바람직하고, 300 ppm 이하가 보다 바람직하고, 100 ppm 이하가 더욱 바람직하다.

[0109] 나트륨 및 다른 불순물 원소의 농도는, 실리카 분말에 과염소산과 불산을 더하여 강열하고 주성분의 규소를 제거한 후에 유도 결합 플라즈마 (ICP) 발광 분석으로 측정할 수 있다.

[0110] (흡유량)

[0111] 본 실시형태의 실리카 분말을 구성하는 실리카 입자는, 무공질 입자인 것이 바람직하다. 다공질 입자이면, 흡유량이 커져, 실리카 입자간의 부착성이 저감됨으로써, 촉촉한 감촉이 감소할 우려가 있다. 구체적으로는, 실리카 분말의 흡유량은, 100 ml/100 g 이하인 것이 바람직하고, 70 ml/100 g 이하인 것이 보다 바람직하며, 50 ml/100 g 이하인 것이 가장 바람직하다. 하한값은 특별히 한정되지 않지만, 흡유량을 20 ml/100 g 이하로 하는 것은 실질적으로 곤란하다.

[0112] 흡유량의 측정은, JIS K5101-13-2 : 2004 에 따라 끓인 아마인유를 사용하는 것이 바람직하다.

[0113] <화장료용 실리카 분말의 제조 방법>

[0114] 본 실시형태의 실리카 분말은, 예를 들어 구상의 실리카 전구체를 형성하고, 그 실리카 전구체를 열처리함으로써 얻어진다.

[0115] 실리카 전구체는, 제조에 의해 얻어도 되고, 시판품을 사용해도 된다. 실리카 전구체의 제조 방법으로는, 예를 들면, 습식법, 조립 (造粒) 법 등을 들 수 있다.

[0116] 습식법이란, 실리카원으로서 액체인 것을 사용하고, 이것을 겔화시킴으로써 구상의 실리카 입자의 원료를 얻는 공정을 포함하는 방식을 가리킨다. 조립법은, 실리카 미립자를 사용하고 바인더 등을 사용하여 구형으로 성형하는 방법이다. 이들 중에서도, 입도 분포를 제어하는 것이 가능하고 구상 입자를 만드는 것이 가능한 습식법을 사용함으로써, 구상의 실리카 입자를 형성할 수 있으므로, 분쇄 등에 의해 입자의 형상을 조절할 필요가 없고, 그 결과, 비표면적이 작은 입자가 얻어진다. 또, 습식법은, 평균 입자경에 대하여 대폭 작은 입자가 생성되기 어렵고, 소성 후에 비표면적이 작아지기 쉬운 경향이 있다. 또, 습식법에서는, 실리카원의 불순물을 조정함으로써, 티탄 등의 불순물 원소의 양을 조절할 수 있고, 또한 전술한 불순물 원소를 입자 중에 균일하

게 분산시킨 상태로 할 수 있다.

- [0117] 습식법으로는, 예를 들어, 분무법, 에멀션·겔화법 등을 들 수 있다. 에멀션·겔화법으로는, 예를 들어, 실리카 전구체를 포함하는 분산상과 연속상을 유화(乳化)하고, 얻어진 에멀션을 겔화하여 구상의 실리카 전구체를 얻는다. 유화 방법으로는, 실리카 전구체를 포함하는 분산상을 연속상에 미소 구멍부 또는 다공질막을 통하여 공급하여 에멀션을 제조하는 방법이 바람직하다. 이로써, 균일한 액적 직경의 에멀션을 제작하여, 결과적으로 균일한 입자경의 실리카 입자로 이루어지는 실리카 분말이 얻어진다. 여기서, 유화시의 교반 속도를 조정함으로써, 실리카 입자의 입자경을 조정할 수 있다.
- [0118] 이러한 유화 방법으로는, 마이크로 믹서법이나 막 유화법을 사용할 수 있다. 예를 들어, 마이크로 믹서법은 국제 공개 제2013/062105호에 개시되어 있다.
- [0119] 습식법에 의해 얻어지는 실리카 전구체는, 다공질인 것이 바람직하다. 다공질의 실리카 전구체임으로써, 실리카 전구체를 소성하여 실리카 입자를 얻을 때에, 무공질의 원료를 분쇄한 것을 소성하여 만드는 실리카 입자에 비해, 실리카 입자의 형상이나, 분말의 입도 분포 등이 제어된 것을 얻는 것이 용이해진다. 또, 다공질의 실리카 전구체는, 가열에 의해, 내부의 세공 구조를 구성하는 수 nm ~ 수 10 nm 의 1 차 입자가 용융되어 비표면적이 저하되고, 또한 세공이 메워져 간다. 나트륨이 존재하면 용점이 내려가는 것도 알려져 있다.
- [0120] 여기서, 실리카 전구체가 다공질이라는 것은, 실리카 전구체 중에 구멍이 균등하게 분포하고 있는 것을 말한다.
- [0121] 습식법에 의해 얻어지는 실리카 전구체의 세공 용적은, 0.05 ~ 2.2 ml/g 인 것이 바람직하다. 실리카 전구체의 세공 용적이 0.05 ml/g 이상이면, 소성시에 실리카 입자가 충분히 수축하여, 비표면적을 작게 할 수 있다. 또한, 실리카 전구체의 세공 용적이 2.2 ml/g 이하이면, 소성 전의 주입 부피 밀도가 지나치게 커지는 것을 억제하여, 생산성을 향상시킬 수 있다. 실리카 전구체의 세공 용적은, 0.1 ~ 2.2 ml/g 이 보다 바람직하고, 0.3 ~ 2.2 ml/g 이 보다 바람직하고, 0.3 ~ 1.8 ml/g 이 더욱 바람직하고, 0.6 ~ 1.8 ml/g 이 특히 바람직하고, 0.7 ~ 1.5 ml/g 이 가장 바람직하다.
- [0122] 세공 용적은, 상기한 동일한 방법으로 측정할 수 있다.
- [0123] 습식법에 의해 얻어지는 실리카 전구체의 강열 감량은, 5.0 ~ 15.0 질량% 인 것이 바람직하다. 강열 감량은, 실리카 전구체에 부착되어 있는 부착수와, 실리카 전구체에 포함되는 실란올기의 축합에 의해 발생하는 물의 총합으로 되어 있고, 실리카 전구체가 적당한 실란올기를 가짐으로써, 소성시에 축합이 진행되어, 실란올기가 줄어들기 쉬워진다. 실란올기가 감소함으로써, 실리카 입자가 대전하여, 실리카 입자간의 상호 작용이 증대한다. 강열 감량이 지나치게 많으면, 소성시의 수율이 저하되어, 생산성이 악화될 우려가 있기 때문에, 실리카 전구체의 강열 감량은, 15.0 질량% 이하가 바람직하고, 13.0 질량% 이하가 보다 바람직하고, 12.0 질량% 이하가 가장 바람직하다. 강열 감량이 지나치게 적으면, 소성시에 실란올기가 잔류하기 쉬워지기 때문에, 실리카 전구체의 강열 감량은 5.0 질량% 이상이 바람직하고, 6.0 질량% 이상이 보다 바람직하고, 7.0 질량% 이상이 가장 바람직하다.
- [0124] 여기서, 강열 감량은, JIS K 0067 (1992) 에 준거하여, 실리카 전구체 1 g 을 850 °C 에서 0.5 시간 가열 건조했을 때의 질량 감량으로서 구한다.
- [0125] 습식법에 의해 얻어지는 실리카 전구체의 평균 세공 직경은, 1.0 ~ 50.0 nm 인 것이 바람직하다. 평균 세공 직경이 1.0 nm 이상이면 실리카 입자 내부까지 균질하게 무공질화할 수 있다. 평균 세공 직경이 50.0 nm 이하이면 소성에 의해 세공을 남기지 않고 실리카 입자를 치밀화(저비표면적화) 할 수 있으므로, 축축한 감촉이 얻어진다. 평균 세공 직경은 2.0 ~ 40.0 nm 가 보다 바람직하고, 3.0 ~ 30.0 nm 가 더욱 바람직하고, 4.0 ~ 20.0 nm 가 특히 바람직하다.
- [0126] 평균 세공 직경은, 비표면적·세공 분포 측정 장치(예를 들면, 마이크로트랙·벨사 제조 「BELSORP-miniII」, 마이크로메리틱사 제조 「트라이스타 II」 등)를 사용한 질소 흡착법에 기초하는 BET 법에 의해 구해진다.
- [0127] 또한 습식법에 의해 얻어지는 실리카 전구체는, 230 °C 에서 12 시간 건조했을 때의 질량의 감소율이 10 % 이하인 것이 바람직하다. 이러한 질량의 감소율이 10 % 이하이면, 실리카 전구체를 그 입자끼리가 접한 상태에서 소성했을 때에 입자끼리의 소결이 일어나기 어려워, 구상의 실리카 분말이 얻어지기 쉽다.
- [0128] 이러한 질량의 감소율은, 9 % 이하인 것이 보다 바람직하고, 8 % 이하가 더욱 바람직하고, 6 % 이하가 특히 바람직하고, 또한, 230 °C 에서 12 시간 건조해도 질량 변화가 없는 것이 바람직하기 때문에, 하한은 특별히 한

정되지 않는다.

- [0129] 얻어진 실리카 전구체의 함수량이 많아, 230 ℃ 에서 12 시간 건조했을 때의 질량의 감소율이 10 % 를 초과할 때에는 10 % 이하가 될 때까지 건조시키는 것이 바람직하다. 건조 수단으로는, 예를 들어, 스프레이 드라이어, 건조기에 의한 정치 건조, 건조 공기의 통풍 처리 등을 들 수 있다.
- [0130] 실리카 전구체에 대한 열처리의 수단으로는 특별히 한정되지 않지만, 정치에 의한 열처리, 회전로에 의한 열처리, 분무 연소에 의한 열처리 등을 들 수 있다. 정치에 의한 열처리에는, 정치식의 전기로, 롤러 하스 킬른, 터널로로 분류되는 연속로 등을 사용할 수 있다. 회전로에 의한 열처리에는, 수평 회전로 (로터리 킬 른), 회전식 관상로 등을 사용할 수 있다. 이들 중에서도, 소성의 균일성의 관점에서, 연속로 혹은, 회전로 에 의한 열처리에 의해 소성하는 것이 바람직하다. 여기서, 열처리시의 온도를 조정함으로써, 실리카 분말 의 응집도, 안식각, 붕괴각, 분산도, 비표면적, 전단 부착력, 응력 완화율, 압축도, 마찰 계수 등을 조정할 수 있다.
- [0131] 열처리 온도는, 700 ℃ 이상인 것이 바람직하고, 800 ℃ 이상이 보다 바람직하고, 900 ℃ 이상이 더욱 바람직하 고, 1000 ℃ 이상이 특히 바람직하다. 또, 결정화를 억제하는 관점에서, 열처리 온도는 1600 ℃ 이하인 것 이 바람직하고, 1500 ℃ 이하가 보다 바람직하고, 1400 ℃ 이하가 더욱 바람직하다. 즉, 열처리 온도는, 700 ℃ 이상 1600 ℃ 이하인 것이 바람직하다.
- [0132] 소성 시간은, 사용하는 소성 장치나 소성 시간에 따라 적절히 조정하면 되지만, 예를 들어 0.5 ~ 50 시간으로 실시하는 것이 바람직하고, 1 ~ 10 시간이 보다 바람직하다.
- [0133] 소성시의 분위기는, 산소를 포함하는 분위기여도 되고, 산소를 포함하지 않는 분위기여도 된다. 습식법으로 실리카 전구체를 얻는 경우에는, 유화제 등의 유기물을 이용하는 경우가 많고, 실리카 전구체 중에 유기물이 잔 존하는 경우가 많다. 유기물을 포함하는 실리카 전구체를 소성하는 경우에, 산소가 적은 조건에서는 유기물 이 탄화되기 때문에, 착색의 원인이 된다. 따라서, 실리카 전구체가 유기물을 포함하는 경우에는, 바람직하 게는 산소를 포함하는 분위기, 보다 바람직하게는 대기 분위기하에서 소성을 실시한다.
- [0134] 또, 소성시에 있어서, 실리카 전구체를 입자끼리가 접하는 상태에서 소성하는 것이 바람직하다. 입자끼리가 접하는 상태에서 소성함으로써, 작은 용적으로 소성하는 것이 가능해지기 때문에, 예를 들어 실리카 전구체를 기체 중에 분산시켜 소성하는 경우와 비교하여 소성시의 온도 불균일이나 시간 불균일이 작아져, 품질이 일정한 실리카 입자가 얻어진다. 실리카 전구체를 기체 중에 분산시키는 분무 연소법에서는 화염 중앙부로부터 원 료 분체를 불어 넣는 경우에도, 동시에 불어 넣는 가스의 온도, 원료의 분산 상태, 화염을 통과하는 부분의 차 이에 의한 온도차, 화염을 통과하기까지의 시간의 차, 장치 내의 기류 (유속) 분포에 수반되는 냉각될 때까지의 시간, 이들 모두가 소성 조건의 편차로 이어진다. 실리카 전구체를 그 입자끼리가 접하는 상태에서 소성함 으로써 각 실리카 전구체에 있어서의 소성 조건을 균일하게 하여, 일정한 품질을 유지할 수 있다.
- [0135] 실리카 입자는, 소성 후에 입자끼리가 약하게 소결되어 있는 경우가 있으므로, 그 경우에는 해쇄를 실시해도 된 다. 해쇄는 본 발명의 효과를 저해하지 않도록, 평균 원형도나 비표면적을 유지하기 위해 입자의 평균 원형 도가 0.75 를 하회하지 않도록 실시하는 것이 바람직하다. 또한, 해쇄 처리에 의해 비표면적이 상승하지 않 는 것이 바람직하다. 해쇄 처리로 비표면적이 크게 증대하는 것은, 일부의 실리카 입자가 분쇄되고 있는 것 이나, 표면에 미세한 손괴가 생겨 미분이 발생하고 있는 것을 의미한다. 비표면적의 상승은, 실리카 분말을 화장료에 배합했을 때의 촉촉감의 저하로 이어지기 때문에 바람직하지 않다.
- [0136] 해쇄는, 예를 들어, 사이클론 밀, 제트 밀 등의 해쇄 장치를 사용하여 실시할 수 있고, 또한 진동체를 사용해도 해쇄가 가능하다.
- [0137] 소성에 의해 얻어진 실리카 입자는, 실란 커플링제로 표면 처리해도 된다. 이 공정에 의해, 실리카 분말을 구성하는 실리카 입자의 표면에 존재하는 실란올기와 실란 커플링제가 반응하고, 표면의 실란올기가 감소하여, 유중에서의 분산성을 향상시킬 수도 있다.
- [0138] 표면 처리의 조건은 특별히 제한은 없고, 일반적인 표면 처리 조건이면 되며, 습식 처리법이나 건식 처리법을 이용할 수 있다. 균일한 처리를 실시하는 관점에서, 습식 처리법이 바람직하다.
- [0139] 표면 처리에 사용하는 실란 커플링제로는, 아미노실란계 커플링제, 에폭시실란계 커플링제, 메르캅토실란계 커플링제, 실란계 커플링제, 오르가노실라잔 화합물 등을 들 수 있다. 이들은 1 종 또는 2 종 이상을 조합하 여 사용해도 된다.

- [0140] 구체적으로 표면 처리제로는, 아미노프로필메톡시실란, 아미노프로필트리에톡시실란, 우레이도프로필트리에톡시실란, N-페닐아미노프로필트리메톡시실란, N-2(아미노에틸)아미노프로필트리메톡시실란 등의 아미노실란계 커플링제, 글리시독시프로필트리메톡시실란, 글리시독시프로필트리에톡시실란, 글리시독시프로필메틸디에톡시실란, 글리시딜부틸트리메톡시실란, (3,4-에폭시시클로헥실)에틸트리메톡시실란 등의 에폭시실란계 커플링제, 메르캅토프로필트리메톡시실란, 메르캅토프로필트리에톡시실란 등의 메르캅토실란계 커플링제, 메틸트리메톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 옥타데실트리메톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 메타크릴옥시프로필트리메톡시실란, 이미다졸실란, 트리아진실란 등의 실란계 커플링제, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiCl}_3$, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_2$, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiCl}_3$, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$, $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiCl}_3$, $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$, $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_3\text{H}_7)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$, $\text{C}_7\text{F}_{15}\text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$, $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$, $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{-O-CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{-O-C}_3\text{H}_6\text{SiCl}_3$, $\text{C}_3\text{F}_7\text{-O-(CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{-O)}_2\text{-CF}(\text{CF}_3)\text{CONH-(CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 등의 불소 함유 실란 커플링제, 헥사메틸디실라잔, 헥사페닐디실라잔, 트리실라잔, 시클로트리실라잔, 1,1,3,3,5,5-헥사메틸시클로트리실라잔 등의 오르가노실라잔 화합물 등을 들 수 있다.
- [0141] 실란 커플링제의 처리량으로는, 실리카 입자 100 질량부에 대하여 0.01 질량부 이상인 것이 바람직하고, 0.02 질량부 이상이 보다 바람직하고, 0.10 질량부 이상이 더욱 바람직하고, 또 5 질량부 이하인 것이 바람직하고, 2 질량부 이하가 보다 바람직하다.
- [0142] 실란 커플링제로 처리하는 방법으로는, 예를 들어, 실리카 입자에 실란 커플링제를 스프레이하는 건식법이나, 실리카 입자를 용제에 분산시키고 나서 실란 커플링제를 첨가하여 반응시키는 습식법 등을 들 수 있다.
- [0143] 또한, 실리카 입자의 표면이 실란 커플링제로 처리되어 있는 것은 IR 에 의한 실란 커플링제의 치환기에 의한 피크의 검출에 의해 확인할 수 있다. 또, 실란 커플링제의 부착량은, 탄소량에 의해 측정할 수 있다.
- [0144] 실리카 분말은 상기의 방법에 의해 실리카 입자의 집합체로서 얻어진다. 또한, 상기에 의해 얻어지는 실리카 입자는 비정질이다.
- [0145] <화장료>
- [0146] 본 실시형태의 화장료는, 본 실시형태의 화장료용 실리카 분말을 포함한다. 상기 서술한 대로, 본 실시형태의 화장료용 실리카 분말은, 화장료 중에 배합시키면 촉촉한 감촉을 발현시킬 수 있기 때문에, 본 실시형태의 화장료는 촉촉한 감촉을 나타낸다.
- [0147] 본 실시형태의 화장료 중에 있어서의 본 실시형태의 화장료용 실리카 분말의 함유 비율은, 적절히 조정될 수 있다.
- [0148] 본 실시형태의 화장료는, 본 실시형태의 화장료용 실리카 분말 이외에, 일반적으로 화장료에 이용될 수 있는 다른 성분이 포함되어 있어도 된다. 다른 성분으로는, 예를 들어, 물, 유제 성분, 수산화성 유기 용제, UV 흡수제, 산화 방지제, 방부·항균제, 향료, 계면 활성제, 증점제, 무기 분체, 산, 알칼리, 당 등을 포함하고 있어도 된다. 본 실시형태에 관련된 화장료 중의, 이들의 다른 성분의 함유 비율은, 사용 목적에 따라 적절히 조정될 수 있다.
- [0149] 또한, 본 실시형태에 관련된 화장료는, 본 실시형태의 실리카 분말에 더하여, 본 실시형태의 실리카 분말 이외의 실리카 분말을 1 종 이상 포함하고 있어도 된다. 본 실시형태의 실리카 분말 이외의 실리카 분말을 포함함으로써, 수지에 가까운 감촉, 즉, 부드럽고, 촉촉한 감촉으로 조정할 수 있다.
- [0150] 본 실시형태의 실리카 분말 이외의 실리카 분말의 형상으로는, 진구상, 인편상, 판상, 별문상, 파쇄상인 것이 바람직하고, 진구상인 것이 보다 바람직하다.
- [0151] 본 실시형태에 관련된 화장료는, 배합이나 목적에 따라 임의의 적절한 성상이 될 수 있다. 이러한 성상으로는, 예를 들어 분상, 액상, 크림상, 젤상, 겔상, 스틱상 등을 들 수 있다.
- [0152] 본 실시형태에 관련된 화장료로는, 예를 들면, 화장용 하지, 파운데이션, 화장 크림, 선크림, 화장수, 유액, 미용액, 팩료, 세안료, 아이컬러, 립스틱, 립크림, 데오도란트, 제한제, 수계 젤 등을 들 수 있다.
- [0153] 실시예
- [0154] 이하, 본 발명을 실시예에 의해 상세하게 설명하지만, 본 발명은 이들에 한정되는 것은 아니다. 이하의 설

명에 있어서, 공통되는 성분은 동일한 것을 사용하고 있다.

[0155] 예 1 ~ 6 은 실시예이고, 예 7 ~ 9 는 비교예이며, 예 10 은 참고예이다.

[0156] (예 1)

[0157] 분산상으로서, 3 호 규산소다 (AGC 에스아이테크사 제조, 규산나트륨 수용액, $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ (몰비) = 3, SiO_2 농도 = 24 질량%) 를 30 g 사용하였다.

[0158] 연속상으로서, n-데칸 (토소 주식회사 제조, HC-250, $\text{C}_{10}\text{H}_{22}$) 에 미리 계면 활성제로서 모노올레산소르비탄 (산요 화성 주식회사 제조, 이오넷 S80) 을 0.7 질량% 용해시킨 것을 150 g 사용하였다.

[0159] 연속상인 계면 활성제가 함유된 n-데칸을 호모게나이저 (주식회사 마이크로테크·니치온 제조, 히스코트론, 제너레이터 샤프트 NS-30UG/20P) 로 교반하면서, 분산상인 3 호 규산소다를 더하여, 13,000 rpm 으로 5 분간 교반 유화하였다.

[0160] 얻어진 유화액을 쓰리원 모터로 교반하면서, 탄산 가스를 0.4 L/min 의 속도로 20 분간 불어 넣음으로써 실리카를 석출시켰다.

[0161] 그 후, 유상을 제거하여 얻은 실리카 겔을 함유하는 수상을 실온에서 교반하면서, 황산을 pH 2 가 될 때까지 첨가한 후, 온욕 80 °C 에서 1 시간 교반하여 잔류 데칸의 제거를 실시하였다. 잔류 용매 제거 후의 슬러리는, 나트륨 (Na) 량을 조정할 목적으로, 황산으로 pH 1 로 조정한 산성 탈염수를 40 ml/g- SiO_2 흘려보내 여과 세정을 실시하고, 추가로 80 °C 로 가온한 탈염수로 세액의 pH 가 5 이상이 될 때까지 여과 세정을 실시하였다. 얻어진 슬러리를 스프레이 드라이어 (일본 뷰키 주식회사 제조, 미니 스프레이 드라이어 B290) 로 건조하여, 실리카 전구체를 얻었다.

[0162] 얻어진 실리카 전구체를 알루미늄 도가니에 넣고, 전기로에서 1200 °C 에서 1 시간 가열 처리하였다. 또한, 가열 처리시의 열 이력을 파악하기 위해, 리퍼썬모 (세라믹 분말을 성형한 것으로, 열 이력에 따라서 정밀하게 수축한다) 를 동일한 전기로 내에 세팅하였다. 리퍼썬모의 지시 온도는 1200 °C 였다.

[0163] 가열 처리 후의 실리카 입자를 실온까지 냉각하고, 눈 크기 150 μm 의 스테인리스 체와 고무 주걱을 이용하여 조 (粗) 응집한 실리카 입자를 해쇄하면서 체 아래를 회수하여, 실리카 입자의 집합체인 예 1 의 실리카 분말을 얻었다.

[0164] (예 2)

[0165] 호모게나이저의 회전수를 10000 rpm 으로 변경한 것 이외에는, 예 1 과 동일한 조작으로 실리카 분말을 얻었다.

[0166] (예 3)

[0167] 호모게나이저의 회전수를 5000 rpm 으로 변경한 것 이외에는, 예 1 과 동일한 조작으로 실리카 분말을 얻었다.

[0168] (예 4)

[0169] 가열 처리 온도를 1165 °C 로 변경한 것 이외에는, 예 1 과 동일한 조작으로 실리카 분말을 얻었다.

[0170] (예 5)

[0171] 가열 처리 온도를 1090 °C 로 변경한 것 이외에는, 예 1 과 동일한 조작으로 실리카 분말을 얻었다.

[0172] (예 6)

[0173] 예 1 에서 얻어진 실리카 분말과, 다른 실리카 분말 (AGC 에스아이테크사 제조, 산스페어 NP-30) 을, 질량비 1 : 1 로 혼합하여, 실리카 분말을 얻었다.

[0174] (예 7)

[0175] 실리카 분말로서, AGC 에스아이테크사 제조의 산스페어 NP-20 을 준비하였다.

[0176] (예 8)

[0177] 실리카 분말로서, AGC 에스아이테크사 제조의 산스페어 NP-30 을 준비하였다.

[0178] (예 9)

- [0179] 실리카 분말로서, AGC 에스아이테크사 제조의 산스페어 NP-100 을 준비하였다.
- [0180] (예 10)
- [0181] 나일론 분말로서, 알케마 주식회사 제조 Orgasol 2002 EXD NAT COS 를 준비하였다.
- [0182] 예 1 ~ 예 9 의 실리카 분말에 대하여 분말 X 선 회절 측정을 실시한 결과, 모두 비정질의 실리카 입자에 의해 구성되어 있는 것을 알 수 있었다.
- [0183] 또한, 예 1 ~ 예 9 의 실리카 분말 및 예 10 의 나일론 분말에 대하여, 이하의 측정을 실시하였다. 결과를 표 1 에 나타낸다.
- [0184] <입자의 평균 원형도>
- [0185] 분말을 주사형 전자 현미경 (일본 전자 주식회사 제조, JCM-7000) 에 의해 촬영하고, 화상 해석 소프트웨어 (말번사 제조 입자 화상 해석 장치 「Morphologi4」 에 부착된 화상 해석 소프트웨어) 를 사용하여 입자의 면적과 둘레 길이를 구하고, 하기 식에 적용시켜 산출하였다. 20 개의 입자의 원형도의 평균값을 구한 것을 평균 원형도로 하였다.
- [0186] 원형도 = 투영 면적이 동등한 원의 둘레 길이/입자의 둘레 길이
- [0187] 투영 면적이 동등한 원의 둘레 길이 : 어떤 입자를 바로 위에서 관찰했을 때, 아래의 평면에 비친 입자의 그림자의 면적을 구하고, 이 면적과 동등한 원을 계산하여, 그 원의 윤곽의 길이
- [0188] 입자의 둘레 길이 : 입자를 바로 위에서 관찰했을 때, 아래의 평면에 비친 입자의 그림자의 윤곽의 길이
- [0189] <분말의 50 % 입자경 (D_{50}), 90 % 입자경 (D_{90}) 의 10 % 입자경 (D_{10}) 에 대한 비(D_{90}/D_{10})>
- [0190] 분말에 증류수를 더하여 0.05 질량% 슬러리로 한 후, 초음파 세정기에 의해 주파수 45 kHz 로 2 분간 처리하고, 전기적 감지법의 입도 분포 측정 장치 (베크만·콜터사 제조, Multisizer4e) 를 사용하여, 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 50 % 입자경 (D_{50}) 을 산출하였다 (설정 : 애퍼처 직경 50 μm , 유효 N 수 50,000, 커런트 800 μA , 게인 4, 교반 스피드 15, 전해액 아이소톤).
- [0191] 또한, 상기와 동일한 순서로, 체적 기준에 의한 누적 입도 분포에 있어서의 90 % 입자경 (D_{90}) 과 10 % 입자경 (D_{10}) 을 산출하고, 얻어진 값으로부터 D_{90} 의 D_{10} 에 대한 비 (D_{90}/D_{10}) 를 산출하였다.
- [0192] <분말의 비표면적>
- [0193] 분말을 230 $^{\circ}\text{C}$ 에서 감압 건조하여 수분을 완전히 제거하고, 시료로 하였다. 이 시료에 대하여, 마이크로메리틱사 제조의 자동 비표면적·세공 분포 측정 장치 「트라이스타 II」 로, 질소 가스를 사용하여 다점 BET 법에 의해 비표면적을 구하였다.
- [0194] <분말의 전단 부착력>
- [0195] 분체층 전단력 측정 장치 (나노시즈사 제조, NS-S500 형) 를 사용하여, JIS Z 8835 : 2016 에 준하여, 이하의 조건으로 측정하고, 각 수직 응력 (x 축) 에 따른 전단 응력 (y 축) 을 플롯한 파괴 포락선 (YL) 을 얻었다. YL 과 y 축의 교점으로부터, 전단 부착력을 구하였다.
- [0196] 조건 : 셀 내경 43 mm, 압입 간극 0.2 mm, 압입 속도 0.2 mm/초, 응력 완화 시간 100 초, 전단 속도 10 $\mu\text{m}/\text{초}$, 수직 하중 50 N
- [0197] <분말의 응력 완화율>
- [0198] 분체층 전단력 측정 장치 (나노시즈사 제조, NS-S500 형) 를 사용하여, 분체층에 부하하는 수직 하중을 50 N 으로 하고, 예비 압밀시의 분체층 상면의 최대 수직 하중 a, 응력 완화 100 초 후의 분체층 상면의 수직 하중 b 로부터, 다음 식을 사용하여 전단 개시시의 수직 응력에 대한 응력 완화율 (%) 을 산출하였다.
- [0199] 응력 완화율 (%) = $(1-b/a) \times 100$
- [0200] <분말의 느슨한 부피 밀도, 다진 부피 밀도, 응집도, 안식각, 붕괴각, 차각, 및 분산도>
- [0201] 호소카와 미크론사 제조 파우더 테스터 (형번 : PT-X) 를 사용하여 측정을 실시하였다.

- [0202] (느슨한 부피 밀도)
- [0203] 내용적 100 mL 의 전용 컵에 분말을 가만히 붓고, 컵으로부터 분말이 넘칠 때까지 충만시켰다. 컵으로부터 넘친 분말을 부속의 블레이드로 평미레질하고, 컵의 질량도 포함하여 질량을 측정한다. 이 값으로부터, 미리 측정한 컵의 질량을 빼서 분말의 질량을 구하고, 이것을 상기 컵의 내용적으로 나누어 느슨한 부피 밀도를 산출하였다.
- [0204] (다진 부피 밀도)
- [0205] 느슨한 부피 밀도의 측정 후, 상기 전용 컵에 캡을 끼우고, 파우더 테스터의 태핑 홀더에 설치한 후, 분말을 추가로 충만시키고, 캡 위에 캡 커버를 장착하였다. 이어서, 이것을 180 회 태핑하였다. 태핑 종료 후, 캡 및 캡 커버를 분리하고, 부속의 블레이드로 컵의 표면 부분을 평미레질하고, 상기 컵도 포함하여 질량을 측정하였다. 이 값으로부터, 미리 측정한 컵의 질량을 빼서 실리카 분말의 질량을 구하고, 이것을 상기 컵의 내용적으로 나누어 다진 부피 밀도를 산출하였다.
- [0206] (압축도)
- [0207] 상기 다진 부피 밀도 및 느슨한 부피 밀도의 값으로부터, 하기 식에 기초하여 압축도를 측정하였다.
- [0208]
$$\text{압축도 (\%)} = \{(\text{다진 부피 밀도} - \text{느슨한 부피 밀도}) / \text{다진 부피 밀도}\} \times 100$$
- [0209] (응집도)
- [0210] 파우더 테스터의 진동대에, 위로부터 눈 크기 250 μm 인 체, 눈 크기 150 μm 인 체, 눈 크기 75 μm 인 체를 순서대로 세트하고, 상단의 체 (눈 크기가 250 μm) 위에 분말을 2.0 g 얹고, 1.0 mm 의 진동 폭으로 90 초간 진동시켜, 각 체 위에 잔존한 분말의 질량을 측정하고, 하기 식에 기초하여 응집도를 산출하였다.
- [0211]
$$\text{응집도 (\%)} = \{(A+B \times 3/5 + C \times 1/5) / 2\} \times 100$$
- [0212] A : 상단 체 위의 분말의 질량, B : 중단 체 위의 분말의 질량, C : 하단 체 위의 분말의 질량
- [0213] (안식각)
- [0214] 직경 80 mm 의 계측대를 수평하게 설치하고, 계측대의 상방에 눈 크기 1.7 mm 의 체 및 깔때기 (스테인리스제, 상측 개구 직경 70 mm, 하측 개구 직경 7 mm, 경사각 63 도, 계측대로부터 깔때기의 하측 개구부까지의 높이는 7.5 cm) 를 설치하였다. 분말 250 mL 를 체에 가만히 넣은 후, 체를 진폭 1.5 mm 로 진동시키고, 체 및 깔때기를 통해 계측대에 낙하시켜, 분말을 원추 형상으로 퇴적시켰다. 이어서, 원추 형상을 바로 옆에서 사진 촬영하고, 원추의 모선과 수평면 사이의 각도를 측정하였다. 1 회의 측정의 수평균값을 안식각으로 하였다.
- [0215] (붕괴각)
- [0216] 안식각을 측정한 분말에 대하여, 장치 부속의 자동 쇼커에 의해 동일한 충격을 3 회 가한 후, 시료의 원추 형상을 바로 옆에서 사진 촬영하고, 원추의 모선과 수평면 사이의 각도를 측정하였다. 1 회의 측정의 수평균값을 붕괴각으로 하였다.
- [0217] (차각)
- [0218] 안식각과 붕괴각의 차각을 산출하였다.
- [0219] (분산도)
- [0220] 분산도 측정 유닛의 최상부에 분말 10 g 을 얹고, 분산도 측정 유닛으로부터 60 cm 하부에 둔 직경 100 mm 의 위치 글래스 위에 분말을 낙하시켰다. 위치 글래스 위에 쌓인 분말의 질량으로부터, 다음 식을 이용하여 분산도 (%) 를 계산하였다.
- [0221]
$$\text{분산도 (\%)} = \{(\text{낙하 전의 분말의 질량 (g)} - \text{위치 글래스에 쌓인 분말의 질량 (g)}) / \text{낙하 전의 분말의 질량 (g)}\} \times 100$$
- [0222] <분말의 마찰 특성 평가>
- [0223] (정마찰 계수)
- [0224] 정·동마찰 측정기 (트리니티 라보사 제조, TL201Tt 형) 를 사용하고, 접촉자는 우레탄제 의사 손가락으로

하고, 하중은 30 gf 로 하고, 주사 거리는 40 mm 로 하고, 주사 속도는 10 mm/sec 로 하고, 도포 기관은 인공 피혁 사프라레 (이데아텍스 재팬 주식회사 제조) 로 하고, 분말의 도포량은 단위면적당 부피 용적을 $0.8 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 로 하여 마찰 계수를 측정하였다. 얻어지는 마찰 계수 중, 0 msec 내지 1,000 msec 의 범위의 최대값을 정마찰 계수로 하였다.

[0225] (동마찰 계수)

[0226] 정·동마찰 측정기 (트리니티 라보사 제조, TL201Tt 형) 를 사용하여, 상기와 동일한 방법으로 마찰 계수를 측정하고, 얻어진 마찰 계수 중, 1,000 msec 내지 4,000 msec 의 범위의 평균값을 동마찰 계수로 하였다.

[0227] <감촉 평가>

[0228] (분말 : 예 1 ~ 10)

[0229] 상기에서 얻어진 예 1 ~ 10 의 분말의 감촉에 대하여, 하기의 순서에 따라, 5 명의 패널리스트에 의해 관능 평가를 실시하였다. 평가 결과는 표 1 에 나타낸다.

[0230] (순서)

[0231] 적량 (마이크로 스펙츨러 1 스푼 정도) 의 분말을 손등 혹은 전완 내측에 취하여, 손가락으로 스며들게 하였다. 이 때, 「촉촉감」 및 「부드러움」 에 대하여, 하기 기준에 의해 평가하였다. 각 항목의 평균점을 산출하여, 감촉을 평가하였다.

[0232] [촉촉감]

[0233] 5 점 : 촉촉

[0234] 1 점 : 드라이

[0235] [부드러움]

[0236] 5 점 : 부드러움

[0237] 1 점 : 딱딱함

표 1

		예 1	예 2	예 3	예 4	예 5	예 6	예 7	예 8	예 9	예 10
물성	평균 원형도	—									
	D ₁₀	μm	1.9	2.5	4.9	1.9	2.3	1.7	2.6	5.2	—
	D ₅₀	μm	3.7	4.1	9.7	3.6	3.9	3.1	4.4	9.6	11.7
	D ₉₀	μm	4.2	7.0	15.7	4.3	5.7	3.9	7.2	16.3	—
	D ₉₀ /D ₁₀	—	2.2	2.8	3.2	2.3	2.5	2.3	2.8	3.1	—
분체층 진단 시험	비표면적	m ² /g	1.2	0.8	0.4	2.3	4.0	16	32	46	—
	진단 부하력 (50N)	kPa	3.6	2.9	2.6	3.3	2.9	1.9	1.8	0.9	2.6
	응력 완화율 (50N)	%	14	11	9	12	11	26	31	19	30
	느슨한 부피 밀도	g/cm ³	0.51	0.55	0.75	0.53	0.53	0.59	0.59	0.81	0.3
	다진 부피 밀도	g/cm ³	1.09	1.12	1.24	1.07	1.08	0.89	0.94	1.16	0.5
파우더 테스트	압축도	%	53.3	50.8	39.9	52.6	51.4	33.7	36.9	30.7	39.2
	응집도	%	100	99.2	98	99.4	99.6	50	45.5	20.6	58.1
	안식각	deg(°)	42	32	41	39	41	44	32	44	46
	붕괴각	deg(°)	33	31	33	32	33	27	16	16	31
	차각	deg(°)	9	1	8	7	8	18	16	28	15
	분산도	%	3.9	3	11	4.1	5.2	65.7	58.8	55.5	28.4
	경마찰 계수	—	0.89	0.87	0.54	0.75	0.67	0.42	0.42	0.46	0.49
마찰 특성	동마찰 계수	—	0.7	0.63	0.38	0.56	0.49	0.25	0.23	0.19	0.25
	촉촉감	—	4.6	4.2	3.4	4.4	3.8	2.2	1.4	1.0	4.2
	부드러움	—	4.6	4.2	3.2	4.2	3.8	2.2	2.4	1.2	4.2

[0238]

[0239]

표 1 에 나타내는 결과로부터, 실시예인 예 1 ~ 6 의 실리카 분말은, 비교예와 비교하여 우수한 촉촉감과 부드러운 감촉을 나타내었다. 한편, 비교예인 예 7 ~ 9 의 실리카 분말은, 응집도가 60 % 미만이고, 안식각과 붕괴각의 차각이 15 도 초과이며, 분산도가 50 % 초과였기 때문에, 촉촉감과 부드러움에 관한 감촉이 열등하였다.

[0240]

<화장료>

[0241]

(파우더 파운데이션 : 예 11 ~ 18)

[0242]

하기 표 2 에 기재된 조성에 따라, 파우더 파운데이션을 조제하였다.

[0243]

(제조 방법)

[0244]

1) A 군을 칭량하고, 헨셀 믹서 (HANIL ELECTRIC CO., LTD 제조, 하닐 믹서, 형식 LM-110T) 로 균일해지도록

30 초로 3 회 혼합하였다.

2) B 군을 칭량하고, 스페큘러로 균일하게 혼합하였다.

3) B 군을, 혼합하여 균일해진 A 군에 첨가하고, 헨셀 믹서로 균일해지도록 30 초로 3 회 혼합함으로써 파우더 파운데이션을 얻었다.

표 2

		(배합량 : 질량%)									
		예 1.1	예 1.2	예 1.3	예 1.4	예 1.5	예 1.6	예 1.7	예 1.8		
A	스테아르산 Mg 처리 탱크 (※1)	62.19	62.19	62.19	62.19	62.19	62.19	62.19	62.19	62.19	
	스테아르산 Mg 처리 마이카 (※2)	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00	
	예 1의 입자	10.00	-	-	-	-	-	-	-	-	
	예 2의 입자	-	10.00	-	-	-	-	-	-	-	
	예 5의 입자	-	-	10.00	-	-	-	-	-	-	
	예 6의 입자	-	-	-	10.00	-	-	-	-	-	
	예 7의 입자	-	-	-	-	10.00	-	-	-	-	
	예 8의 입자	-	-	-	-	-	10.00	-	-	-	
	예 9의 입자	-	-	-	-	-	-	10.00	-	-	
	예 10의 입자	-	-	-	-	-	-	-	10.00	-	
B	스테아르산 Mg 처리 이산화티탄 (※3)	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	
	황색 산화철 (※4)	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	
	적색 산화철 (※5)	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	
	흑색 산화철 (※6)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	
	수산화디메틸 (키토필로클리세린/세바스산)포름산마의 혼합물 (※7)	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	
	에틸헥실클리세린과 카프릴산클리세릴의 혼합물 (※8)	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	
간속 평가	합계	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
	축축감	4.8	4.4	4.2	4.2	3.0	2.8	2.2	2.2	4.4	
	부드러움	4.4	4.4	3.8	4.2	3.6	3.4	2.2	2.2	4.4	

표 2 중의 (※1) ~ (※8) 은 이하와 동일하다.

(※1) 스테아르산 Mg 처리 탱크 : MST-1 TALC SX (다이토 화성 공업 주식회사)

(※2) 스테아르산 Mg 처리 마이카 : MST-2 SERICITE S (다이토 화성 공업 주식회사)

(※3) 스테아르산 Mg 처리 이산화티탄 : MST-1 TiO2 R250 (다이토 화성 공업 주식회사)

(※4) 황색 산화철 : SunPURO Yellow Iron Oxide : (SUNCHEMICAL)

(※5) 적색 산화철 : SunPURO Red Iron Oxide

- [0254] (※6) 흑색 산화철 : SunPURO Red Iron Oxide
- [0255] (※7) 숙신산디헥틸, (카프틸로일글리세린/세바스산) 코폴리머의 혼합물
- [0256] (※8) 에틸헥실글리세린과 카프틸산글리세릴의 혼합물 : NIKKOGUARD
- [0257] 상기에서 얻어진 각 파우더 파운데이션의 감촉에 대해서, 하기의 순서에 따라, 5 명의 패널리스트에 의해 관능 평가를 실시하였다.
- [0258] [순서]
- [0259] 적량 (마이크로 스페츨러 1 스푼 정도) 의 파우더 파운데이션을 손등 혹은 전완 내측에 취하여, 손가락으로 스며들게 하였다. 이 때, 「촉촉감」, 「부드러움」 및 「발림성의 양호함」에 대하여, 하기 기준에 의해 평가하였다. 각 항목의 평균점을 산출하여, 감촉을 평가하였다.
- [0260] [촉촉감]
- [0261] 5 점 : 촉촉
- [0262] 1 점 : 드라이
- [0263] [부드러움]
- [0264] 5 점 : 부드러움
- [0265] 1 점 : 딱딱함
- [0266] 「촉촉감」, 「부드러움」, 「발림성의 양호함」에 관하여, 예 11 ~ 14 의 파우더 파운데이션이, 예 15 ~ 17 에 비해, 예 18 의 파우더 파운데이션에 촉감이 가까웠다.
- [0267] 동일한 효과의 부여를 위해, 그 밖의 제제 (유화제 제제 포함한다), 예를 들어, 프레스트 파운데이션, 페이스 컬러 (아이섀도우, 치크), 페이스 파우더, 하이라이터, 아이브로우, 드라이 샴푸, 입욕제, 파우더의 테오도란트 등에도 본 실시형태의 실리카 분말을 배합할 수 있다.
- [0268] (수계 젤 : 예 19 ~ 21)
- [0269] 하기 표 3 에 기재된 조성에 따라, 수계 젤을 조제하였다.
- [0270] (제조 방법)
- [0271] 1) A 군에, 사전에 분산시킨 B 군을 투입하고, 균일해질 때까지 교반하여, 제 1 조성물을 얻었다.
- [0272] 2) 제 1 조성물을 교반하면서, C 군 수용액을 투입하고, 균일해질 때까지 교반을 계속하여, 제 2 조성물을 얻었다.
- [0273] 3) 제 2 조성물에 D 군을 투입하고, 균일해질 때까지 교반하여, 제 3 조성물을 얻었다.
- [0274] 4) 제 3 조성물에, E 군의 물 혹은 실리카 분산액을 투입하고, 균일해질 때까지 교반하여, 수계 젤을 얻었다.

표 3

		(배합량 : 질량%)		
	성분	예 19	예 20	예 21
A	물	67.7	67.7	67.7
	프로판디올 (※1)	10.0	10.0	10.0
B	물	14.7	14.7	14.7
	카보머 (※2)	0.3	0.3	0.3
C	물	0.9	0.9	0.9
	수산화 K (※3)	0.1	0.1	0.1
D	페녹시에탄올 (※4)	0.3	0.3	0.3
E	물	6.0	3.0	3.0
	예 2의 입자	—	3.0	—
	예 8의 입자	—	—	3.0

[0275]

- [0276] 표 3 중의 (※1) ~ (※4) 는 이하와 동일하다.
- [0277] (※1) 프로판디올 : ZEMEA Select 프로판디올 (DuPont Tate & Lyle Bio Products)
- [0278] (※2) 카보머 : Carbopol Ultrez 10 polymer (Lubrizol)
- [0279] (※3) 수산화 K : 수산화칼륨 (칸토 화학 주식회사)
- [0280] (※4) 페녹시에탄올 : 페녹시에탄올-S (윌카이치 합성 주식회사)
- [0281] 상기에서 얻어진 예 19 ~ 21 의 수계 젤에 대해서, 하기의 순서에 따라 1 명의 패널리스트에 의해 관능 평가를 실시하였다.
- [0282] [순서]
- [0283] 적량 (마이크로 스패츨러 1 스푼 정도) 의 수계 젤을 손등에 취하여, 손끝으로 스며들게 하였다.
- [0284] 관능 평가를 실시한 결과, 예 20 은, 예 19 및 예 21 과 비교하여 양호한 감촉이 얻어졌다.
- [0285] 동일한 효과의 부여를 위해, 그 밖의 제제 (유화제 제제 포함한다), 예컨대, 화장수, 미용액, 마스크, 필오프 타입의 팩, 붓 타입의 아이라이너나 아이브로우, 욱모제, 기피제, 유액, 젤크림, 페이스크림, 핸드크림, 바디크림, 선스크린, 화장 하지, 파운데이션, 컨실러, 마스카라, 클렌징 밀크, 클렌징 크림, 린스오프의 팩, 에나멜 트리트먼트, 린스, 헤어 트리트먼트, 컬러 트리트먼트, 정발료, 데오드란트 등에도, 본 실시형태의 실리카 분말을 배합할 수 있다.
- [0286] (립스틱 : 예 22 ~ 24)
- [0287] 하기 표 4 에 기재된 조성에 따라, 립스틱을 조제하였다.
- [0288] (제조 방법)
- [0289] 1) A 군을 칭량하고, 120 ℃ 에서 따뜻하게 데우면서, 디스퍼 믹서로 균일해질 때까지 교반하여, 제 1 조성물을 얻었다.
- [0290] 2) 제 1 조성물에 B 군을 투입하고, 디스퍼 믹서로 균일해질 때까지 교반을 계속하여, 제 2 조성물을 얻었다.
- [0291] 3) 제 2 조성물에 C 군을 투입하고, 균일해질 때까지 교반하여, 제 3 조성물을 얻었다.
- [0292] 4) 제 3 조성물을 립스틱의 용기에 흘려 넣고, 실온에서 5 분, -15 ℃ 에서 15 분 정치시킴으로써 립스틱을 얻었다.

표 4

성분	(배합량 : 질량%)			
	예 2 2	예 2 3	예 2 4	예 2 4
A	말산다이소스테아릴 (※1)	13.0	13.0	14.0
	수첨 폴리이소부텐 (※2)	12.5	12.5	13.5
	파라핀 (※3)	12.0	12.0	12.5
	벤조산알킬 (C12-15) (※4)	10.0	10.0	11.0
	숙신산디헥틸과 (카프틸로일글리세린/세바스산) 코폴리머의 혼합물 (※5)	9.0	9.0	9.0
	옥틸도데칸올 (※6)	6.0	6.0	6.5
	디리놀산다이소프로필 (※7)	6.0	6.0	6.5
	테트라에틸헥산산펜타에리트릴 (※8)	6.0	6.0	6.0
	테트라이소스테아르산펜타에리트릴 (※9)	6.0	6.0	6.0
	이소스테아르산폴리글리세릴-2 (※10)	4.5	4.5	4.5
	합성 왁스 (※11)	2.5	2.5	3.0
	마이크로크리스탈린 왁스 (※12)	1.8	1.8	1.8
	프로필파라벤 (※13)	0.1	0.1	0.1
	토코페롤 (※14)	0.1	0.1	0.1
B	백색 안료 페이스트 (산화티탄, 트리아이소스테아르산폴리글리세릴-2) (※15)	1.0	1.0	1.0
	적색 안료 페이스트 (트리아이소스테아르산폴리글리세릴-2, 적 202) (※16)	1.0	1.0	1.0
	적색 안료 페이스트 (적 226, 트리아이소스테아르산폴리글리세릴-2) (※17)	1.2	1.2	1.2
	황색 안료 페이스트 (트리아이소스테아르산폴리글리세릴-2, 황 4) (※18)	0.3	0.3	0.3
C	필 안료 (산화티탄 피복 마이카) (※19)	2.0	2.0	2.0
	예 2의 입자	5.0	—	—
	예 8의 입자	—	5.0	—

[0293]

[0294]

표 4 중의 (※1) ~ (※19) 는 이하와 동일하다.

[0295]

(※1) 말산다이소스테아릴 : 코스몰 222 (닛신 오일리오 그룹 주식회사)

[0296]

(※2) 수첨 폴리이소부텐 : 펄림 18 (니치유 주식회사)

[0297]

(※3) 파라핀 : Paraffin Wax-125 (일본 정랍 주식회사)

[0298]

(※4) 벤조산알킬 (C12-15) : 크로다몰 AB (크로다 재팬 주식회사)

[0299]

(※5) 숙신산디헥틸과 (카프틸로일글리세린/세바스산) 코폴리머의 혼합물 : LexFeel N5 MB (INOLEX, INC.)

[0300]

(※6) 옥틸도데칸올 : 리소놀 20SP (고급 알코올 공업 주식회사)

[0301]

(※7) 디리놀산다이소프로필 : KAK DADIP-R (고급 알코올 공업 주식회사)

[0302]

(※8) 테트라에틸헥산산펜타에리트릴 : 살라코스 5408 (닛신 오일리오 그룹 주식회사)

[0303]

(※9) 테트라이소스테아르산펜타에리트릴 : 살라코스 5418V (닛신 오일리오 그룹 주식회사)

[0304]

(※10) 이소스테아르산폴리글리세릴-2 : 코스몰 41V (닛신 오일리오 그룹 주식회사)

- [0305] (※11) 합성 왁스 : Microease 114S (MICRO Powders, INC.)
- [0306] (※12) 마이크로크리스탈린 왁스 : MULTIWAX W-445 (Sonneborn LLC)
- [0307] (※13) 프로필파라벤 : 맥킨스-P(C) (우에노 제약 주식회사)
- [0308] (※14) 토크페룰 : 토크페룰 100 (닛신 오일리오 그룹 주식회사)
- [0309] (※15) 백색 안료 페이스트 (산화티탄, 트리아소스테아르산폴리글리세릴-2) : DK-PGT PASTE Ti (다이토 화성 공업 주식회사)
- [0310] (※16) 적색 안료 페이스트 (트리아소스테아르산폴리글리세릴-2, 적 202) : DK-PGT PASTE R7 (다이토 화성 공업 주식회사)
- [0311] (※17) 적색 안료 페이스트 (적 226, 트리아소스테아르산폴리글리세릴-2) : 코스몰 43V (닛신 오일리오 그룹 주식회사) 에 30 wt% 가 되도록 DK D&C RED No.30 을 3 개 를 밀 (EXAKT, EXAKT Technologies, Inc.) 로 분산 시킨 것.
- [0312] (※18) 황색 안료 페이스트 (트리아소스테아르산폴리글리세릴-2, 황 4) : DK-PGT PASTE Y5L (다이토 화성 공업 주식회사)
- [0313] (※19) 펄 안료 : Sunpuro Fine white (SunChemical Corporation)
- [0314] 상기에서 얻어진 예 22 ~ 24 의 립스틱에 대해서, 하기의 순서에 따라 1 명의 패널리스트에 의해 관능 평가를 실시하였다.
- [0315] [순서]
- [0316] 립스틱을 입술에 도포하였다. 이 때, 발림성의 양호함을 평가하였다.
- [0317] 관능 평가의 결과, 립스틱의 발림성은 예 22, 23 의 립스틱이, 예 24 보다 양호하였다.
- [0318] 동일한 효과의 부여를 위해, 그 밖의 고체의 오일계 제제, 예를 들어, 파운데이션, 컨실러, 립, 아이라이너, 아이브로우, 스틱의 데오도란트, 스틱의 아이섀도우, 스틱의 미용액, 스틱의 하이라이터, 클렌징 밤, 정발료 등에도, 본 실시형태의 실리카 분말을 배합할 수 있다.
- [0319] 이상, 각종 실시형태에 대하여 설명했지만, 본 발명은 이러한 예에 한정되지 않는 것은 물론이다. 당업자라면, 특허 청구의 범위에 기재된 범주 내에 있어서, 각종 변경에 또는 수정예에 상도할 수 있는 것은 분명하며, 그것들에 대해서도 당연히 본 발명의 기술적 범위에 속하는 것으로 이해된다. 또, 발명의 취지를 일탈하지 않는 범위에 있어서, 상기 실시형태에 있어서의 각 구성 요소를 임의로 조합해도 된다.
- [0320] 또한, 본 출원은, 2022년 6월 13일 출원된 일본 특허출원 (일본 특허출원 2022-095198) 및 2023년 1월 19일 출원된 일본 특허출원 (일본 특허출원 2023-006655) 에 기초하는 것이고, 그 내용은 본 출원 중에 참조로서 원용된다.