



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0037417
(43) 공개일자 2025년03월17일

- | | |
|--|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 8/02 (2006.01) A61K 8/34 (2006.01)
A61K 8/73 (2006.01) A61Q 1/02 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
A61K 8/022 (2013.01)
A61K 8/027 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2024-7043430</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2023년06월01일
심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2024년12월30일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/020501</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2024/014166
국제공개일자 2024년01월18일</p> <p>(30) 우선권주장
JP-P-2022-112171 2022년07월13일 일본(JP)</p> | <p>(71) 출원인
가부시키가이샤 사노쇼우카이
일본국 530-0005 오사카후 오사카시 기타쿠 나카노시마 2-3-18 나카노시마 페스티벌 타워 19층
다이오 페이퍼 코퍼레이션
일본국 에히메켄 시코쿠쥬오시 미시마카미야쵸 2반 60고</p> <p>(72) 발명자
사사키 히로토
일본국 에히메켄 7990492 시코쿠쥬오시 미시마카미야쵸 5-1, 다이오 페이퍼 코퍼레이션 내
미도리카와 유토
일본국 카나가와켄 2330002 요코하마시 코난쿠 카미오오카니시 2쵸메 6-28, 그란즈 쿠라킬 3</p> <p>(74) 대리인
특허법인(유한) 대아</p> |
|--|---|

전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **고형분체 화장료**

(57) 요약

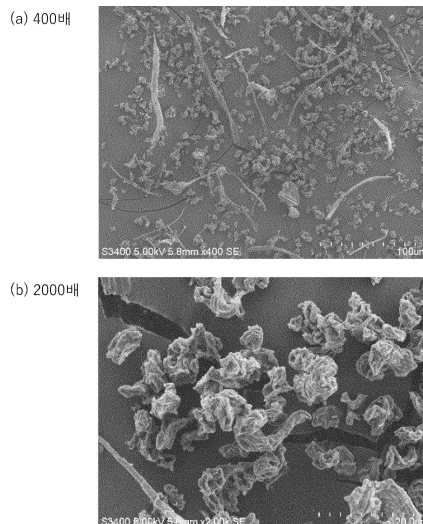
<과제>

충격에 대한 내성을 갖추는 동시에, 매끄러운 고형분체 화장료를 제공한다.

<해결 수단>

과제는, 평균 입자 직경이 1~25 μ m, 및 아스펙트비가 0.6~0.9인 셀룰로오스 분체를 포함하며, 상기 셀룰로오스 분체는, 첨가제 및 평균 섬유 폭이 1~500nm인 미세 섬유상 셀룰로오스를 포함하는 응집체인 것을 특징으로 하는 고형분체 화장료에 의해 해결된다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

A61K 8/345 (2013.01)

A61K 8/731 (2013.01)

A61Q 1/02 (2013.01)

A61K 2800/412 (2013.01)

A61K 2800/413 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

평균 입자 직경이 1~25 μ m, 및 아스펙트비가 0.6~0.9인 셀룰로오스 분체를 포함하며, 상기 셀룰로오스 분체는, 첨가제 및 평균 섬유 폭이 1~500nm인 미세 섬유상 셀룰로오스를 포함하는 응집체인, 것을 특징으로 하는 고형분체 화장료.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 셀룰로오스 분체는, 상기 미세 섬유상 셀룰로오스가 응집하여 형성된 것인, 고형분체 화장료.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 셀룰로오스 분체를 포함하는 분체를 60~99.9 질량%, 및 유분을 0.1~40 질량% 포함하는, 고형분체 화장료.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 첨가제가 글리세린인, 고형분체 화장료.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 셀룰로오스 분체는, 습도 50% 분위기 하에서의 수분율이 1~15%인, 고형분체 화장료.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 셀룰로오스 분체는, 벌크 비중이 0.5g/cm³ 이하인, 고형분체 화장료.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 셀룰로오스 분체는, 비표면적이 1.0m²/g 이상인, 고형분체 화장료.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 셀룰로오스 분체를 1~99 질량% 포함하는,
고형분체 화장료.

청구항 9

제1항에 있어서,
상기 셀룰로오스 분체는, 셀룰로오스의 펄프 점도가 1.0~7.0mPa·s가 되는 것인,
고형분체 화장료.

청구항 10

제1항에 있어서,
베이스 메이크업 화장료인,
고형분체 화장료.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 고형분체 화장료에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 종래에는 파운데이션, 아이섀도우 등의 고형분체 화장료는 용기에 화장료 조성물을 충전하고, 압축하여 고화시키는 프레스 성형법에 의해 제조되어 왔다. 고형분체 화장료는 유분의 배합량이 상대적으로 적기 때문에 분체 간의 결합력이 약하여 응집되기 어렵다. 따라서 프레스 압을 높여 성형하게 되는데, 이와 같이 제조된 성형품은 단단하고, 가루같은 감촉이 된다.

[0003] 이에 따라, 고형분체 화장료에서는 촉촉함이 있고 매끄러우며 부드러운 감촉을 얻을 수 있도록 실리콘 엘라스토머나 폴리우레탄과 같은 탄성이 있는 구형의 수지 분체를 사용하는 경우가 있다. 그러나 이 수지 분체를 많이 배합하면 고형분체 화장료가 성형성이 부족해지고, 충격에 의해 쉽게 깨지는 문제점이 있다. 이와 같이 매끄러움과 내충격성을 겸비한 고형분체 화장료를 제조하는 데에는 일정한 어려움이 있었다.

[0004] 특허문헌 1에서는, 평균 압괴강도 0.2~1kg/mm²의 아실화 타우린 다가금속염으로 구성된 유기 분체 30~90중량% 및 탄성률이 1~100kg/cm²인 피막 형성성 고분자를 사용함으로써 전술한 어려움을 해결하고자 하고 있다. 특허문헌 2에서는 보습성이 우수한 지용성 싼겨 추출물에 주목하여, 분체 화장료 중에 포함된 유제 내에 지용성 싼겨 추출물을 특정 비율로 배합한 분체 화장료를 제안하고 있다. 이 분체 화장료는 분말임에도 불구하고, 도포 시에 마찰이 느껴지지 않고 매끄러우며, 분말이 피부에 밀착되고, 도포 후 피부가 매끄럽고 부드러워진 것 같은 특유의 감촉을 얻을 수 있음과 동시에 낙하에 의한 파손이 경감되는 특징이 있다. 또한, 인용문헌 3에서는 셀룰로오스 과립을 함유하는 메이크업 화장료를 제안하고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 특개2002-80325호
(특허문헌 0002) 일본 공개특허공보 특개2021-98674호
(특허문헌 0003) 국제공개공보 제2018/194050호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 전술한 특허문헌 1 및 2에 기재된 기술은 모두 고흡분체 화장료에 포함된 분체가 아니라, 분체 이외의 성분, 예를 들어 피막 형성성 고분자나 지용성 짙겨 추출물에 주목하고 있으며, 이들 성분을 혼합함으로써 고흡분체 화장료에 내충격성이나 매끄러운 감촉을 부여하는 것으로 되어 있다. 이에 비해, 본 발명의 발명자는 분체에 주목하여, 고흡분체 화장료에 포함시킴으로써 내충격성이나 매끄러운 감촉을 얻을 수 있는 분체에 대한 연구를 진행해왔다.

과제의 해결 수단

[0007] 그리고 발명자 등은 부단한 연구 끝에, 셀룰로오스 분체를 포함하는 고흡분체 화장료라면 전술한 과제를 해결할 수 있음을 발견하고, 이를 기반으로 본 발명을 완성하였으며, 그 발명의 양태는 다음과 같다. 참고로, 인용문헌 3에 기재된 셀룰로오스 과립은 본 발명의 셀룰로오스 분체와는 상이한 것이다.

[0008] (제1 양태)

[0009] 평균 입자 직경이 1~25 μ m, 및 아스펙트비가 0.6~0.9인 셀룰로오스 분체를 포함하며,

[0010] 상기 셀룰로오스 분체는, 첨가제 및 평균 섬유 폭이 1~500nm인 미세 섬유상 셀룰로오스를 포함하는 응집체인,

[0011] 것을 특징으로 하는 고흡분체 화장료.

[0012] 전술한 고흡분체 화장료에 포함되는 셀룰로오스 분체는 미세 섬유상 셀룰로오스를 포함하는 것이다. 미세 섬유상 셀룰로오스는 그 이름에서 알 수 있듯이 가늘고 긴 섬유를 형성하는 것으로, 미세 섬유상 셀룰로오스를 포함하는 셀룰로오스 분체는 구형이 아니라 구형에서 왜곡된 형상을 가지고 있다. 상기 왜곡된 형상은 예를 들어, 전술한 아스펙트비 범위로 표현될 수 있다. 전술한 평균 입자 직경의 범위 및 아스펙트비의 범위 내에 있는 셀룰로오스 분체를 포함하는 고흡분체 화장료라면, 충격에 대한 내성(내충격성)과 매끄러움이나 촉촉함, 부드러운 감촉과 같은 사용감을 동시에 가질 수 있다. 상기 셀룰로오스 분체를 포함하는 고흡분체 화장료가 내충격성과 사용감을 양립할 수 있는 이유는 아마도 다음과 같은 이유에 기인한다고 사료된다.

[0013] 종래의 고흡분체 화장료의 단점인 단단함, 분진감(가루같은 느낌)을 개선하기 위해, 탄성 구형 입자의 배합이 검토되어 왔지만, 탄성 구형 입자는 부드럽고 구형의 회전 효과로 인해 촉촉한 감촉과 매끄러운 발림성을 얻을 수 있지만, 압축 성형될 때 탄성 변형이 일어나기 때문에 성형 후 압력이 해제되면 원래 상태로 돌아가려는 힘이 작용하여 성형이 어려워지며, 또한 성형 후의 내충격성도 떨어진다.

[0014] 이에 비해, 본 발명에서 사용되는 셀룰로오스 입자는 압축 시 소성 변형을 통해 입자들 간의 접촉 면적을 증가시킴으로써, 고흡분체 화장료의 성형성과 내충격성을 향상시키는 것으로 추측된다. 또한, 압력에 의한 변형이 없더라도 본 발명에서 사용하는 셀룰로오스 분체는 왜곡된 형상인 것도 포함하며, 게다가 일반적인 구형 입자보다 비표면적이 크고, 또한 분체가 비구형인 점에서 화장품의 성분과 혼합될 때 입자가 랜덤한 방향으로 배열되어 성분 간 접촉점이 증가함으로써, 내충격성에 대한 줄어드는 외부 힘에 의해, 파손이 줄어들 것으로 예상된다.

[0015] 또한, 미세 섬유상 셀룰로오스의 분산액을 그대로 건조하면, 섬유 간에 수소 결합에 의해 강고하게, 게다가 랜덤하게 결합된 입자가 형성된다. 반면, 건조 시에 미세 섬유상 셀룰로오스와 첨가제(예: 친수성 보습제)를 함유하는 셀룰로오스 분체는 첨가제가 셀룰로오스 섬유 간의 수소 결합 생성을 적절히 저해함으로써 부드러움이 추가되어 촉촉한 감촉을 얻을 수 있고, 또한 소성 변형을 통한 성형성 향상 효과도 얻을 수 있는 것으로 추측된다.

[0016] 제1 양태 외에도, 다음과 같은 양태가 바람직한 양태로 포함된다.

[0017] (제2 양태)

[0018] 상기 셀룰로오스 분체는, 상기 미세 섬유상 셀룰로오스가 응집하여 형성된 것인,

[0019] 제1 양태의 고흡분체 화장료.

[0020] (제3 양태)

[0021] 상기 셀룰로오스 분체를 포함하는 분체를 60~99.9질량%, 및 유분을 0.1~40질량% 포함하는,

- [0022] 제1 양태의 고흥분체 화장료.
- [0023] (제4 양태)
- [0024] 상기 첨가제가 글리세린인,
- [0025] 제1 양태의 고흥분체 화장료.
- [0026] (제5 양태)
- [0027] 상기 셀룰로오스 분체는, 습도 50% 분위기 하에서의 수분율이 1~15%인,
- [0028] 제1 양태의 고흥분체 화장료.
- [0029] (제6 양태)
- [0030] 상기 셀룰로오스 분체는, 벌크 비중이 $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 이하인,
- [0031] 제1 양태의 고흥분체 화장료.
- [0032] (제7 양태)
- [0033] 상기 셀룰로오스 분체는, 비표면적이 $1.0\text{m}^2/\text{g}$ 이상인,
- [0034] 제1 양태의 고흥분체 화장료.
- [0035] (제8 양태)
- [0036] 상기 셀룰로오스 분체를 1~99질량% 포함하는,
- [0037] 제1 양태의 고흥분체 화장료.
- [0038] (제9 양태)
- [0039] 상기 셀룰로오스 분체는, 셀룰로오스의 펄프 점도가 $1.0\sim 7.0\text{mPa}\cdot\text{s}$ 가 되는 것인,
- [0040] 제1 양태의 고흥분체 화장료.
- [0041] (제10 양태)
- [0042] 베이스 메이크업 화장료인,
- [0043] 제1 양태의 고흥분체 화장료.

발명의 효과

- [0044] 본 발명에 따르면, 충격에 대한 내성(내충격성)을 구비함과 동시에, 매끄러운 고흥분체 화장료가 제공된다.

도면의 간단한 설명

- [0045] 도 1은 셀룰로오스 분체 A의 SEM 이미지이다.
- 도 2는 셀룰로오스 분체 B의 SEM 이미지이다.
- 도 3은 셀룰로오스 분체 C의 SEM 이미지이다.
- 도 4는 셀룰로오스 분체 D의 SEM 이미지이다.
- 도 5는 실리콘 분체의 SEM 이미지이다.
- 도 6은 실리카 분체의 SEM 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0046] 다음으로, 발명을 실시하기 위한 형태를 설명한다. 참고로, 본 실시형태는 본 발명의 일례이다. 본 발명의 범위는 본 실시형태의 범위에 한정되지 않는다.
- [0047] 본 형태의 고흥분체 화장료는, 평균 입자 직경이 $1\sim 25\mu\text{m}$ 이고, 또한 아스펙트비가 $0.6\sim 0.9$ 인 셀룰로오스 분체

를 포함하며, 상기 셀룰로오스 분체는 첨가제 및 평균 섬유 폭이 1~500nm인 미세 섬유상 셀룰로오스를 포함하는 응집체인 것을 특징으로 한다. 상기 고휘분체 화장료의 조성을 하기에 설명한다.

- [0048] (미세 섬유상 셀룰로오스)
- [0049] 본 형태의 고휘분체 화장료에 포함되는 셀룰로오스 분체는 미세 섬유상 셀룰로오스(「CNF」라고도 함)를 포함하는 것으로, 이 미세 섬유상 셀룰로오스는 원료 펄프를 해섬(미세화)하여 얻을 수 있다.
- [0050] 미세 섬유상 셀룰로오스의 원료 펄프로는, 예를 들어, 활엽수, 침엽수 등을 원료로 하는 목재 펄프, 짚·바가스·면·마·인피(靱皮)섬유 등을 원료로 하는 비목재 펄프, 회수된 폐지, 손상된 종이를 원료로 하는 폐지 펄프(DIP) 등의 중에서 1종 또는 2종 이상을 선택하여 사용할 수 있다.
- [0051] 단, 불순물의 혼입을 가능한 한 회피하고, 셀룰로오스 성분 중에서도 알칼리에 불용성인 α-셀룰로오스를 고배합으로 얻을 수 있다는 점에서, 비목재 펄프나 고지 펄프보다 목재 펄프를 사용하는 것이 바람직하다. 알칼리로 처리함으로써 알칼리에 가용인 성분을 제거할 수 있고, 셀룰로오스의 순도를 높일 수 있다.
- [0052] 목재 펄프로는, 예를 들어, 활엽수 크라프트 펄프(LKP), 침엽수 크라프트 펄프(NKP) 등의 화학 펄프, 기계 펄프(TMP) 등의 중에서 1종 또는 2종 이상을 선택하여 사용할 수 있다.
- [0053] 활엽수 크라프트 펄프는, 활엽수 표백 크라프트 펄프일 수도 있고, 활엽수 비표백 크라프트 펄프일 수도 있으며, 활엽수 반표백 크라프트 펄프일 수도 있다. 마찬가지로, 침엽수 크라프트 펄프는, 침엽수 표백 크라프트 펄프일 수도 있고, 침엽수 비표백 크라프트 펄프일 수도 있으며, 침엽수 반표백 크라프트 펄프일 수도 있다.
- [0054] 기계 펄프로는, 예를 들어, 스톤 그라운드 펄프(SGP), 가압 스톤 그라운드 펄프(PGW), 리파이너 그라운드 펄프(RGP), 케미 그라운드 펄프(CGP), 서모 그라운드 펄프(TGP), 그라운드 펄프(GP), 서모 메카니컬 펄프(TMP), 케미 서모 메카니컬 펄프(CTMP), 리파이너 메카니컬 펄프(RMP), 표백 서모 메카니컬 펄프(BTMP) 등의 중에서 1종 또는 2종 이상을 선택하여 사용할 수 있다. 단, 전술한 셀룰로오스 이외의 불순물의 혼입을 피하기 위해, 특히 활엽수 크라프트 펄프(LKP), 침엽수 크라프트 펄프(NKP) 등의 화학 펄프를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0055] 미세 섬유상 셀룰로오스의 해섬에 앞서, 화학적 방법으로 전처리하는 것도 가능하다. 화학적 방법에 의한 전처리로는, 예를 들어, 산에 의한 다당의 가수분해(산 처리), 효소에 의한 다당의 가수분해(효소 처리), 알칼리에 의한 다당의 팽윤(알칼리 처리), 산화제에 의한 다당의 산화(산화 처리), 환원제에 의한 다당의 환원(환원 처리) 등을 예시할 수 있다.
- [0056] 해섬에 앞서 알칼리 처리를 하면, 펄프가 갖는 헤미셀룰로오스나 셀룰로오스의 수산기가 일부 해리되어 분자가 음이온화되고, 이로 인해 분자 내 및 분자 간 수소 결합이 약화되어 해섬 시 셀룰로오스 섬유의 분산이 촉진된다.
- [0057] 알칼리 처리에 사용하는 알칼리로는, 예를 들어, 수산화나트륨, 수산화리튬, 수산화칼륨, 암모니아 수용액, 수산화테트라메틸암모늄, 수산화테트라에틸암모늄, 수산화테트라부틸암모늄, 수산화벤질트리메틸암모늄 등의 유기알칼리 등을 사용할 수 있다. 단, 제조 비용의 관점에서 수산화나트륨을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0058] 해섬에 앞서 효소 처리나 산 처리, 산화 처리를 실시하면, 미세 섬유상 셀룰로오스의 보수도(保水度)를 낮추고 결정화도를 높일 수 있으며, 또한 균질성을 향상시킬 수 있다. 이러한 점에서, 미세 섬유상 셀룰로오스의 보수도가 낮으면 탈수가 용이해져 미세 섬유상 셀룰로오스의 분산액(이하, 「슬러리」라고도 함)의 탈수성이 향상된다.
- [0059] 원료 펄프를 효소 처리나 산 처리, 산화 처리하면, 펄프가 가지는 헤미셀룰로오스나 셀룰로오스의 비정질 영역이 분해된다. 비정질 영역을 분해해 두면, 펄프를 미세화 처리하는 데 필요한 에너지를 줄일 수 있고, 셀룰로오스 섬유의 균질성이나 분산성을 향상시킬 수 있다. 셀룰로오스 섬유가 균질성 및 분산성이 우수하면, 미세 섬유상 셀룰로오스로부터 제조된 셀룰로오스 분체는 입자 직경의 변동이 적고, 균질한 것이 될 경향을 보인다. 셀룰로오스 분체의 입자 직경 변동이 클 경우, 셀룰로오스 분체가 고휘분체 화장료 내에서 충분히 분산되지 않고, 편재해 버릴 우려가 있다. 따라서, 펄프가 가지는 헤미셀룰로오스나 셀룰로오스의 비정질 영역의 분해 정도는 중요한 요인 중 하나이다. 단, 전처리는 미세 섬유상 셀룰로오스의 아스펙트비를 감소시키고, 원하는 평균 입자 직경에서 벗어난 셀룰로오스 분체가 제조될 가능성도 있으므로 과도한 전처리는 피하는 것이 바람직하다.
- [0060] 원료 펄프의 해섬은, 예를 들어, 비터, 고압 호모게나이저, 고압 균질화 장치 등의 호모게나이저, 그라인더, 마쇄기 등의 맷돌식 마찰기, 단축 혼련기, 다축 혼련기, 니더 리파이너, 제트밀 등을 사용하여 원료 펄프를 고해

(卽解)함으로써 수행할 수 있다. 단, 리파이너나 제트밀을 사용하여 수행하는 것이 바람직하다.

- [0061] 원료 펄프의 해섬은, 얻어진 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 직경, 평균 섬유 길이, 보수도, 결정화도, 섬유 직경 분포의 변동 계수, 유사 입도 분포 곡선의 피크값, 펄프 점도, 분산액(슬러리)의 B형 점도가 이하에 나타낸 바와 같은 원하는 값 또는 평가에 도달하도록 수행하는 것이 바람직하다.
- [0062] 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 직경(평균 섬유 폭, 단섬유의 직경 평균)은 바람직하게는 1~500nm, 보다 바람직하게는 3~500nm, 특히 바람직하게는 10~100nm이다. 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 직경이 1nm를 하회하면, 미세 섬유상 셀룰로오스를 슬러리로 했을 때 고점도가 되어, 미세 섬유상 셀룰로오스를 건조하여 셀룰로오스 분체를 제조하기 어려울 뿐만 아니라, 제조 방법에 따라서는 셀룰로오스가 용해되어 섬유 형태를 유지하지 못할 우려가 있다.
- [0063] 한편, 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 직경이 500nm를 상회하면, 셀룰로오스 분체의 평균 입자 직경이 커져버려, 형태도 보다 막대형이나 편평형 같은 왜곡된 형태가 되어, 해당 셀룰로오스 분체를 포함하는 고형분체 화장료에서 거친 느낌이나 이물감을 느끼기 쉬울 우려가 있다.
- [0064] 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 직경은, 예를 들어, 원료 펄프의 선정, 전처리, 해섬 등을 통해 조정할 수 있다.
- [0065] 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 직경의 측정 방법은 다음과 같다.
- [0066] 우선, 고형분 농도 0.01~0.1질량%의 미세 섬유상 셀룰로오스 수분산액(슬러리) 100ml를 테플론(등록상표)제 멤브레인 필터로 여과하고, 에탄올 100ml로 1회, t-부탄올 20ml로 3회 용매 치환한다. 이후, 동결 건조한 뒤 오스뮴 코팅하여 시료로 사용한다. 이 시료에 대하여, 구성하는 섬유의 폭에 따라 3000배~30000배 중 적절한 배율로 전자현미경(SEM) 이미지를 관찰한다. 구체적으로, 관찰 이미지에 두 개의 대각선을 긋고, 대각선 교점을 지나는 직선을 임의로 세 개 그린다. 그런 다음, 이 세 개의 직선과 교차하는 총 100개의 섬유 폭을 육안으로 계측한다. 그리고, 계측치의 중위 직경을 평균 섬유 직경으로 한다.
- [0067] 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 길이(단섬유의 길이 평균)는 바람직하게는 0.3~200 μ m, 보다 바람직하게는 0.4~200 μ m, 특히 바람직하게는 0.5~200 μ m이다. 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 길이가 0.3 μ m를 하회하면, 섬유 간의 응집이 불충분하여 원하는 평균 입자 직경을 가진 셀룰로오스 분체를 제조하기 어려워지고, 입자 직경이 작은 셀룰로오스 분체 또는 응집된 다발 형태의 입자가 다수 생성될 우려가 있다.
- [0068] 한편, 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 길이가 200 μ m를 상회하면 다양한 형태의 분체로 되기 쉬워져, 입자 형태의 불균일성 및 입자 크기의 불균일성의 원인이 된다.
- [0069] 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 길이는, 예를 들어, 원료 펄프의 선정, 전처리, 해섬 등을 통해 조정할 수 있다.
- [0070] 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 길이 측정 방법은 평균 섬유 직경의 경우와 마찬가지로, 각 섬유의 길이를 육안으로 계측한다. 계측치의 중위 길이를 평균 섬유 길이로 한다.
- [0071] 미세 섬유상 셀룰로오스의 아스펙트비는 바람직하게는 50~200000, 보다 바람직하게는 50~10000이다. 상기 아스펙트비가 50을 하회하면 원하는 평균 입자 직경의 셀룰로오스 분체를 얻기 어렵다. 반면, 상기 아스펙트비가 200000을 상회하면 셀룰로오스 분체의 원형도가 작게 되어버려 고형분체 화장료의 매끄러움이 저하될 우려가 있다.
- [0072] 미세 섬유상 셀룰로오스의 결정화도는 하한이 50 이상인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 60 이상, 특히 바람직하게는 70 이상이고, 상한은 100 이하인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 95 이하, 특히 바람직하게는 90 이하이다. 동 결정화도가 50 미만이면, 셀룰로오스 분체의 강도가 작아져, 충격 저항성이 우수한 고형분체 화장료로 되지 않을 경우가 있다.
- [0073] 미세 섬유상 셀룰로오스의 보수도는 화학적 변성 처리를 하지 않는 경우라면, 바람직하게는 500% 이하, 보다 바람직하게는 300%~480%이다. 미세 섬유상 셀룰로오스의 보수도가 300%를 하회하면, 원하는 크기의 미세 섬유상 셀룰로오스까지 충분히 해섬되지 않아, 결과적으로 원하는 형태와 크기의 입자를 얻지 못할 우려가 있다.
- [0074] 한편, 미세 섬유상 셀룰로오스의 보수도가 500%를 상회하면, 미세 섬유상 셀룰로오스 자체의 보수력이 높아져 미세 섬유상 셀룰로오스의 건조 공정에 많은 시간이 소요된다.

- [0075] 미세 섬유상 셀룰로오스의 보수도는, 예를 들어, 원료 펄프의 선정, 전처리, 해섬 등을 통해 조정할 수 있다.
- [0076] 미세 섬유상 셀룰로오스의 보수도는 JAPAN TAPPI No. 26 (2000)에 준거하여 측정된 값이다.
- [0077] 미세 섬유상 셀룰로오스의 펄프 점도는 바람직하게는 1.0~7.0mPa·s, 보다 바람직하게는 1.5~6.5mPa·s, 특히 바람직하게는 2.0~6.0mPa·s이다. 또한, 셀룰로오스 분체에 사용된 미세 섬유상 셀룰로오스의 중합도는 바람직하게는 150~1250, 보다 바람직하게는 250~1150이다. 펄프 점도는 셀룰로오스를 구리 에틸렌디아민 용액에 용해시킨 후의 용해액의 점도로, 펄프 점도가 클수록 셀룰로오스의 중합도가 크다는 것을 나타내고 있다. 또한, 펄프 점도는 셀룰로오스 섬유의 강도·강성에 관련된다. 중합도가 너무 높으면 경질의 셀룰로오스 분체가 되어 첨가제를 혼합해도 거친 느낌이 있는 고휘분체 화장료가 되어 버린다. 반면, 중합도가 너무 낮으면 섬유 자체의 강도도 낮고, 본 발명에서 사용되는 셀룰로오스 분체에 필요한 소성력이 과도해져 화장품 그 자체의 성형성 제어가 어렵게 된다. 미세 섬유상 셀룰로오스의 중합도는, 예를 들어, 원료 펄프의 선정, 전처리, 해섬 등을 통해 조정할 수 있다. 펄프 점도가 전술한 범위 내에 있으면, 입자가 양호한 소성을 가지며, 내충격성과 매끄러움을 갖춘 고휘분체 화장료가 된다.
- [0078] 해섬하여 얻어진 미세 섬유상 셀룰로오스는 필요에 따라 수계 매질 중에 분산하여 분산액(슬러리)으로 둘 수 있다. 수계 매질은 전량이 물인 것이 특히 바람직하다(수용액). 단, 수계 매질은 일부가 물과 상용성을 가지는 다른 액체여도 무방하다. 다른 액체로는 예를 들어, 탄소수 3 이하의 저급 알코올류 등을 사용할 수 있다.
- [0079] 미세 섬유상 셀룰로오스의 분산액(슬러리, 고휘분 기준 2.0질량%)은 B형 점도를 바람직하게는 400mPa·s~100000mPa·s, 보다 바람직하게는 500~50000mPa·s로 유지하는 것이 좋다. 분산액의 B형 점도가 전술한 범위 내에 있으면, 건조 공정에서 건조 장치로의 슬러리 공급이 막힘없이 원활하게 진행할 수 있다.
- [0080] 미세 섬유상 셀룰로오스 분산액의 B형 점도는 JIS-Z8803(2011)의 「액체의 점도 측정 방법」에 준거하여 측정된 값이다. B형 점도는 분산액을 교반할 때의 저항 토크로, 점도가 높을수록 교반에 필요한 에너지가 많게 됨을 의미한다.
- [0081] 셀룰로오스 섬유의 해섬은 아래에 제시된 해섬 장치·방법으로 수행할 수 있다. 상기 해섬은 예를 들어, 고압 호모게나이저, 고압 균질화 장치 등의 호모게나이저, 그라인더, 마쇄기 등의 맷돌식 마찰기, 코니컬 리파이너, 디스크 리파이너 등의 리파이너, 각종 박테리아 등 중에서 1종 또는 2종 이상의 수단을 선택하여 사용할 수 있다. 단, 셀룰로오스 섬유의 해섬은 수류, 특히 고압 수류로 미세화하는 장치·방법을 사용하는 것이 바람직하다. 이러한 장치·방법을 사용하면, 얻어진 미세 섬유상 셀룰로오스의 크기 균일성, 분산 균일성이 매우 높아지게 된다. 이에 비해, 예를 들어, 회전하는 슯돌 사이에서 마쇄하는 그라인더를 사용하면, 셀룰로오스 섬유를 균일하게 미세화하기 어려우며, 경우에 따라서는 일부 풀리지 않는 섬유 덩어리가 남아버릴 우려가 있다.
- [0082] 셀룰로오스 섬유의 해섬에 사용하는 그라인더로는, 예를 들어, 마스코산교 주식회사의 마스코로이더 등을 들 수 있다. 또한, 고압 수류를 이용해 미세화하는 장치로는, 예를 들어, 주식회사 스키노머신의 스타버스트(등록상표)나, 요시다기계 흥업주식회사의 나노베이터\Nanovater(등록상표) 등을 들 수 있다. 아울러, 셀룰로오스 섬유의 해섬에 사용하는 고속 회전식 호모게나이저로는, 엠테크닉사 제품의 크레아믹스-11S 등을 들 수 있다.
- [0083] 본 실시형태의 고휘분체 화장료는 셀룰로오스 분체를 포함하는 것이지만, 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y를 포함하는 것이어도 무방하다. 본 명세서에서는, 셀룰로오스 분체와 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y를 포함하는 개념으로 단순히 「분체」, 「셀룰로오스 분체를 포함하는 분체」 등으로 부르는 경우가 있다.
- [0084] (셀룰로오스 분체)
- [0085] 본 실시형태의 셀룰로오스 분체는 미세 섬유상 셀룰로오스를 건조하여 형성된 응집체이지만, 미시적으로 보면, 미세 섬유상 셀룰로오스가 단체(單體)인 채로 건조되어 형성된 것(예를 들어 말하면, 하나의 실이 실 내부에서 얽혀 형성된 것 또는 바싹 말라 형성된 것)도 있으며, 미세 섬유상 셀룰로오스 복수 개가 건조 시 응집되어 응집체를 이룬 것도 있다. 미세 섬유상 셀룰로오스는 원료 펄프로부터 제조된 것이며, 건조되면 섬유에 주름이 생기고 수축하므로, 형성된 셀룰로오스 분체는, 표현하기 어렵지만, 요철이 있는 형태, 예를 들어, 바싹 말라버린 미세 섬유상 셀룰로오스가 응집된 형태, 금평당(金平糖)의 형상, 1장 또는 2장 이상의 반지(半紙) 등의 용지를 구겨서 동그랗게 말아 형성한 것과 같은 형상으로 되어 있다. 또한, 셀룰로오스 분체는 백색, 담황색, 크림색, 연주황색 또는 이들 색상의 혼합색을 나타낸다. 특히 백색 또는 담황색의 셀룰로오스 분체라면 고휘분체 화장료

의 일 조성물로도 눈에 띄지 않아 바람직하다.

- [0086] 본 실시형태의 셀룰로오스 분체는, 미세 섬유상 셀룰로오스를 바람직하게는 50질량% 이상, 보다 바람직하게는 60질량% 이상, 더욱 바람직하게는 70질량% 이상 함유하며, 상한은 100질량%를 함유하여도 좋다. 셀룰로오스 분체에 포함된 미세 섬유상 셀룰로오스의 질량 백분율이 50질량%를 하회하면, 셀룰로오스 분체가 원하는 평균 입자 직경과 아스펙트비가 되지 않을 우려가 있다.
- [0087] 또한, 셀룰로오스 분체는 표면에 형성된 미세한 주름으로 인해 표면에 요철이 형성되어 있어, 외부에서 조사된 빛이 상기 요철에 의해 다양한 각도로 난반사된다. 따라서, 해당 셀룰로오스 분체의 표면은 광택감이 부족하여, 해당 셀룰로오스 분체를 함유하는 고형분체 화장료는 번들거림이 억제된 상태가 된다.
- [0088] 더욱이, 본 실시형태의 셀룰로오스 분체는 예를 들어 건조시켜 제조된 것이므로, 바삭 말라서 주름이 생긴 미세 섬유상 셀룰로오스가 복수 겹쳐 표면에 요철이 형성되는 경우가 있다. 미세 섬유상 셀룰로오스의 바삭 말리는 방법은 다양하며, 형성된 셀룰로오스 분체는 건조된 미세 섬유상 셀룰로오스가 단수(單數)로 이루어진 형태 또는 복수가 응집된 형태의 입자가 된다.
- [0089] 본 실시형태의 고형분체 화장료에 포함된 셀룰로오스 분체는 평균 입자 직경이 바람직하게는 1~25 μm , 보다 바람직하게는 2~24 μm , 더욱 바람직하게는 3~23 μm 이며, 또한 아스펙트비는 바람직하게는 0.6~0.90, 보다 바람직하게는 0.6~0.85이다. 셀룰로오스 분체의 평균 입자 직경과 아스펙트비가 전술한 범위에 있다면, 고형분체 화장료는 내충격성과 매끄러움을 구비한 것이 된다. 내충격성과 매끄러움을 동시에 달성하기 위해서는 평균 입자 직경, 아스펙트비의 양쪽 값이 모두 전술한 범위 내에 있는 것이 바람직하며, 둘 중 어느 하나라도 전술한 범위를 벗어나는 것은 바람직하지 않다. 예를 들어, 셀룰로오스 분체의 평균 입자 직경이 전술한 범위 내에 있더라도, 아스펙트비가 전술한 범위를 초과할 경우, 고형분체 화장료의 내충격성이 손상될 우려가 있다. 또한, 셀룰로오스 분체의 아스펙트비가 전술한 범위 내에 있더라도, 평균 입자 직경이 전술한 범위를 초과할 경우, 고형분체 화장료의 매끄러움이 손상될 우려가 있다. 아울러, 셀룰로오스 분체의 아스펙트비란 셀룰로오스 분체의 단축 직경을 동일 셀룰로오스 분체의 장축 직경으로 나눈 값이다.
- [0090] 셀룰로오스 분체의 습도 50% 분위기 하에서의 수분율은 바람직하게는 1~15%, 보다 바람직하게는 3~10%이다. 셀룰로오스 분체의 수분율이 전술한 범위에 있을 경우, 고형분체 화장료의 내충격성이 더욱 우수해진다. 셀룰로오스 분체의 수분율은 셀룰로오스 분체의 원료인 미세 섬유상 셀룰로오스 분산액에서의 미세 섬유상 셀룰로오스의 농도나 건조 시간, 미세 섬유상 셀룰로오스의 평균 섬유 폭 등에 의해 조정할 수 있다. 그러나, 후술하는 건조 방법에 따르면 셀룰로오스 분체의 수분율을 전술한 범위의 하한보다 작게 조정하는 것은 어려운 경우가 있다. 또한, 셀룰로오스 분체의 수분율이 전술한 범위를 초과할 경우, 장기간 사용으로 인해 고형분체 화장료가 변질되어 버릴 우려가 있다.
- [0091] 셀룰로오스 분체의 벌크 비중(부피 비중)은 0.5g/cm³ 이하, 바람직하게는 0.1~0.5g/cm³, 보다 바람직하게는 0.1~0.4g/cm³이다. 셀룰로오스 분체의 벌크 비중이 0.5g/cm³를 초과하면, 고형분체 화장료의 부착감(부착감이란 고형분체 화장료가 피부 등 도포 대상에 충분히 부착되어 있는 감각을 말함)이 부족해지고, 또한 촉촉함도 느끼기 어려워지며, 고형분체 화장료를 퍼프에 채취하기 어려워진다.
- [0092] 셀룰로오스 분체의 원형도는 바람직하게는 0.5~0.9, 보다 바람직하게는 0.6~0.85이다. 셀룰로오스 분체의 원형도가 전술한 범위에 있으면, 내충격성과 매끄러움이 우수한 고형분체 화장료가 된다. 상기 원형도가 0.5 미만이면 매끄러움이 저하되고, 0.9를 초과하면 내충격성이 저하될 우려가 있다.
- [0093] 아스펙트비 및 원형도는 말번·파날리티컬(Malvern Panalytical)사의 물폴로기(Morphologi) 4를 사용하여 측정할 수 있다. 시료가 되는 분체 3~5mm³를 샘플 카트리지에 채취하고, 분산 유닛을 이용하여 유리판 위에 분산한 후, 정적 이미지 해석법에 의해 입자 카운트 수 20,000의 분석으로 얻어진 수치이다.
- [0094] 셀룰로오스 분체의 압축 강도:10% 강도는 바람직하게는 5MPa 이하, 보다 바람직하게는 0.5~5MPa이다. 셀룰로오스 분체의 압축 강도가 5MPa를 초과하면, 딱딱하거나 거친 느낌이 들고, 매끄러움이 부족한 상태가 된다.
- [0095] 셀룰로오스 분체의 비표면적은 바람직하게는 1.0m²/g 이상, 보다 바람직하게는 1.0~10m²/g, 더욱 바람직하게는 1.5~8m²/g이다. 상기 비표면적이 1.0m²/g 미만이면, 셀룰로오스 분체의 표면에 요철이 적은 형상으로 되어 있어 고형분체 화장료의 부착성이 떨어지고, 건조하거나 분진이 두드러지게 된다.

[0096] (첨가제)

[0097] 전술한 건조 과정을 거쳐 제조된 셀룰로오스 분체의 고흡분체 화장료의 조성물로의 분산성을 향상시키는 효과나, 또한 피부 건조를 방지하는 효과나 촉촉함을 부여하는 효과(에몰리언트 효과)를 부여하기 위해, 셀룰로오스 분체에 첨가제를 함유시킬 수 있다. 이러한 것은, 셀룰로오스 분체는 제조 후 방치될 경우, 상호 응집해버리는 경우가 있기 때문이다. 이는 셀룰로오스 분체를 구성하는 셀룰로오스 분자의 극성이 원인 중 하나로 여겨진다. 이로 인해, 고흡분체 화장료 내에서 셀룰로오스 분체가 전체적으로 분산되지 않고 편재해버리는 경우가 있다. 따라서, 셀룰로오스 분체에 첨가제를 함유시켜 줌으로써, 셀룰로오스 분체에서의 셀룰로오스 분자의 극성이 마스킹되어 셀룰로오스 분체가 상호 응집하기 어려워지고, 고흡분체 화장료 전체에 쉽게 분산된다. 본 발명에서의 첨가제는 셀룰로오스 분자의 극성을 마스킹할 수 있거나, 또는 건조 시에 물리적으로 셀룰로오스 섬유간의 강한 응집을 방지하는 것이면 좋으며, 셀룰로오스 섬유의 분산액과 사전에 혼합되는 점을 고려한다면 친수성 재료인 것이 바람직하며, OH기(수산기), CO기(카보닐기), COOH기(카르복시기)를 가지는 친수성 재료인 것이 보다 바람직하다. 본 형태의 셀룰로오스 분체는 친수성이므로, 친수성 재료인 상기 첨가제를 함유시킴으로써 셀룰로오스 분체의 수분율이 원하는 범위로 유지되고, 고흡분체 화장료가 내충격성이 우수한 것이 된다.

[0098] 첨가제로는 다가 알코올, 다당류, 수용성 고분자, 계면활성제로 이루어진 군으로부터 1종 또는 2종 이상 선택한 것을 사용할 수 있다. 셀룰로오스 분체에서 차지하는 첨가제의 함유율은 바람직하게는 1~49질량%, 보다 바람직하게는 2~48질량%로 설정하는 것이 좋다. 상기 함유율이 너무 높으면 셀룰로오스 분체가 끈적이거나 경량감이 사라지거나 하여 피부에 부착되는 느낌이 나빠진다. 한편, 상기 함유율이 너무 낮으면, 상기 분산 효과, 에몰리언트 효과가 동반되지 않을 가능성이 있다.

[0099] 첨가제로서, 다가 알코올로는 탄소수가 2~6이며 산소수가 2~3인 다가알코올을 들 수 있다. 구체적으로는 글리세린, 디글리세린, 프로필렌글리콜, 1,3-부틸렌글리콜, 1,2-펜탄디올, 디프로필렌글리콜, 1,2-헥산디올, 헵탄디올, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 1,3-프로판디올, 3-메틸-1,3-부탄디올 등을 사용할 수 있으나, 이들로 제한되는 것은 아니다. 특히, 글리세린이 점증성 및 복합 입자의 분산성 관점에서 바람직하다.

[0100] 다당류로는 키틴시드, 비검, 잔탄검, 히알루론산염 등을 사용할 수 있으나, 이들로 제한되는 것은 아니다. 특히, 히알루론산염 등이 점증성, 셀룰로오스 분체의 분산성 관점에서 바람직하다.

[0101] 수용성 고분자로는 폴리비닐알코올, 폴리비닐피롤리돈, 카르복시비닐폴리머, 폴리에틸렌글리콜, 포스포틸콜린기를 갖는 모노머를 구성 모노머로 하는 호모폴리머 또는 코폴리머, 당 잔기를 갖는 모노머를 구성 모노머로 하는 호모폴리머 또는 코폴리머, 아미노산 잔기를 갖는 모노머를 구성 모노머로 하는 호모폴리머 또는 코폴리머를 들 수 있다. 구체적으로는, (메타)아크릴산 알킬과 폴리메타크릴로일옥시에틸포스포틸콜린으로 이루어진 코폴리머, (메타)아크릴산 알킬과 메타크릴로일옥시에틸글루코사이드로 이루어진 코폴리머, (메타)아크릴산 알킬과 메타크릴로일-L-라이신으로 이루어진 코폴리머 등을 예로 들 수 있으나, 이들로 제한되는 것은 아니다. 특히, 폴리비닐피롤리돈이 점증성, 셀룰로오스 분체의 분산성 관점에서 바람직하다.

[0102] 계면활성제로는 음이온성 계면활성제, 양이온성 계면활성제, 양쪽성 계면활성제, 비이온성 계면활성제를 들 수 있다. 특히, 이온 결합의 영향을 배제하기 위해서는 비이온성 계면활성제가 바람직하다. 한편, 음이온성을 띠는 셀룰로오스 섬유에 대해서는 양이온성 계면활성제를 첨가하면, 분체 제조 시(건조 시)에 셀룰로오스 섬유를 과도하게 응집시켜버려 분체의 형상 제어가 어려워질 가능성이 있다.

[0103] 비이온성 계면활성제로는, 예를 들어 폴리옥시알킬렌알킬에테르, 글리세린알킬에테르, 글리세린지방산에스터, 폴리글리세린지방산에스터, 솔비탄지방산에스터 및 이들의 알킬렌글리콜 부가물, 폴리알킬렌글리콜지방산에스터, 폴리글리세린 변성 실리콘, 폴리에테르 변성 실리콘 등을 들 수 있다. 음이온성 계면활성제로는, 예를 들어 알킬인산염, 폴리옥시알킬렌알킬에테르인산염, 설펜산염, 알킬황산염, 폴리아스파라긴산염 등을 들 수 있다. 양이온성 계면활성제로는, 알킬아민염, 알킬트리메틸암모늄염 등을 들 수 있다. 양쪽성 계면활성제로는, 수소첨가레시틴, 카르보베타인형 양쪽성 계면활성제, 설포베타인형 양쪽성 계면활성제, 아미노산형 양쪽성 계면활성제 등을 들 수 있다.

[0104] (무기 미립자)

[0105] 셀룰로오스 분체에는 무기 미립자가 함유될 수 있다. 무기 미립자는 셀룰로오스 분체에 다양한 기능을 부여할 수 있으며, 예를 들어 금속계 무기 미립자는 입사광을 확산 반사하는 작용이 있어, 해당 무기 미립자를 셀룰로오스 분체에 함유시킴으로써 자외선 조사를 억제하는 효과나 도포부의 피부 번들거림 억제 효과를 기대할 수 있다.

- [0106] 셀룰로오스 분체에서 차지하는 무기 미립자의 함유율은 상한을 49질량%로 설정하는 것이 좋으며, 바람직하게는 45질량% 이하이고, 하한을 0질량%로 설정할 수 있으며, 바람직하게는 5질량% 이상으로 설정한다. 상기 함유율이 49질량%를 초과하면, 무기 미립자가 포함된 만큼 셀룰로오스 분체의 비중이 커져버려, 고품분체 화장료 내에서의 분산성이 손상될 우려가 있다. 반면, 동 함유율이 5질량% 이상이면, 입사광의 확산 반사 효과가 충분히 발휘된다.
- [0107] 무기 미립자의 1차 입자 직경은, 상한을 10 μ m로 설정하는 것이 좋으며, 바람직하게는 5 μ m 이하, 더욱 바람직하게는 1 μ m 이하인 것이 적합하다. 무기 미립자의 1차 입자 직경이 10 μ m를 상회하면, 무기 미립자가 미세 섬유상 셀룰로오스에 의해 담지되기 어려워진다. 무기 미립자의 1차 입자 직경은, 하한에 대해서는 특별히 제한되지 않으나, 1nm 인 것이 적합하며, 바람직하게는 2nm 이상, 더욱 바람직하게는 3nm 이상인 것이 좋다. 무기 입자의 1차 입자 직경이 1nm 이상이면, 무기 미립자를 셀룰로오스 분체를 제조하는 원료 슬러리에 혼합했을 때, 무기 미립자가 미세 섬유상 셀룰로오스에 분산되어 쉽게 엮히기 용이하다.
- [0108] 무기 미립자의 1차 입자 직경의 측정 방법은 전자현미경 관찰에 의해 수행할 수 있으며, 얻어진 입자 직경의 평균값을 측정값으로 한다.
- [0109] 무기 미립자는 그 자체로 물론 사용할 수 있지만, 친수 처리를 하면 셀룰로오스 분체를 제조하기 위한 원료 슬러리에 더 쉽게 적용할 수 있어 바람직하다. 친수 처리에 사용되는 표면 처리제는 무기 미립자의 표면 활성을 억제시켜 무기 미립자의 분산성을 향상시키며, 또한 투명성이나 마찰을 개선하는 효과를 갖는다. 무기 미립자의 표면 처리제로는 원료 슬러리에 분산 가능한 처리제라면 특별히 제한되지 않으나, 무수 규산 및 함수 규산을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0110] 무기 미립자는 특별히 제한되지 않으며 공지된 무기 미립자를 사용할 수 있다. 예를 들어, 티탄산 바륨, 티탄산 지르콘산 납, 탄화규소, 질화규소, 질화알루미늄, 알루미늄, 지르코니아, 지르콘, 산화티타늄, 산화아연, 산화철, 산화세륨 등을 들 수 있다. 자외선 조사 억제 효과나 피부 번들거림 억제 효과를 향상시키고자 할 경우, 산화티타늄, 산화아연, 산화철, 산화세륨으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상의 조합을 사용할 수 있다. 특히 무기 미립자가 산화티타늄일 경우는, 자외선 조사 억제 효과가 향상되므로 바람직하다.
- [0111] 셀룰로오스 분체에 포함할 수 있는 무기 미립자의 형상은 특별히 제한되지 않으나, 예를 들어 구상, 막대상, 바늘상, 방추상, 판상, 다각형상 등으로 설정할 수 있다.
- [0112] 무기 미립자는 셀룰로오스 분체 내에서의 미세 섬유상 셀룰로오스의 표면에 부착될 수도 있고, 미세 섬유상 셀룰로오스에 내포될 수도 있다. 무기 미립자가 미세 섬유상 셀룰로오스에 내포되어 있으면, 셀룰로오스 분체의 표면뿐만 아니라 내부에도 무기 미립자를 담지할 수 있어, 입사광이 다양한 각도에서 조사되더라도 확산 반사되기 때문에 바람직하다. 여기서 내포란, 무기 미립자의 표면 일부가 미세 섬유상 셀룰로오스로 덮여 있는 상태나, 또는 외부로부터 셀룰로오스 분체를 관찰했을 때, 무기 미립자가 미세 섬유상 셀룰로오스에 의해 덮여 외부에서 관찰할 수 없는 상태라고 말할 수 있다.
- [0113] 무기 미립자는 건조하기 전의 미세 섬유상 셀룰로오스 분산액에 첨가할 수 있으며, 균일하게 혼합하는 것이 좋다.
- [0114] 본 형태의 고품분체 화장료는 셀룰로오스 분체를 바람직하게는 1~99질량%, 보다 바람직하게는 3~60질량%, 더욱 바람직하게는 5~40질량% 포함하는 것이 좋다. 상기 셀룰로오스 분체의 함유량이 1질량% 미만이면, 고품분체 화장료의 내충격성이 부족하게 된다.
- [0115] (셀룰로오스 분체의 제조)
- [0116] 셀룰로오스 분체는 미세 섬유상 셀룰로오스를 건조 공정을 통해 건조함으로써 제조할 수 있다. 구체적으로는, 미세 섬유상 셀룰로오스 원료를 사용하여 동결건조하는 방법, 감압건조하는 방법, 가열건조하는 방법(예: 핫드라이에 의한 건조 방식), 분무건조하는 방법, 기타 본 실시형태의 셀룰로오스 분체 건조 방법인 분무식 동결·감압건조에 의한 방법을 통해 제조할 수 있다. 특히 가열건조 방법이나 분무건조 방법으로 제조된 셀룰로오스 분체는 평균 입자 직경이나 아스펙트비가 본 실시형태의 고품분체 화장료 조성물로서 적합하다.
- [0117] 가열건조하는 방법 중에서도 드럼 드라이 방식에 의한 셀룰로오스 분체 제조 방법에 의하면, 상대적으로 고농도 이거나 또는 유동성이 부족한 미세 섬유상 셀룰로오스이더라도, 응집하기 어렵고 분산이 용이한 건조체를 얻을 수 있다. 드럼 드라이 방식에 의한 셀룰로오스 분체의 제조는 일례로서 다음과 같이 행해진다.
- [0118] 미세 섬유상 셀룰로오스는 예를 들어 슬러리(수분산액) 상태로 드럼 드라이어에 공급하여 건조 처리를 수행할

수 있지만, 이 경우 미세 섬유상 셀룰로오스의 함유량(절건질량%)은 1질량% 이상, 바람직하게는 1.5질량%, 보다 바람직하게는 2.0질량%이다. 또한, 상기 함유량은 10질량% 이하, 바람직하게는 7질량%, 보다 바람직하게는 5질량%이다. 상기 함유량이 10질량%를 초과하면 슬러리의 점도가 너무 높아져 취급이 어려울 수 있다. 반면, 상기 함유량이 1질량% 미만이면 수분을 제거하는 데 많은 에너지와 시간이 소비되어 경제적이지 않다.

[0119] 드럼 드라이 방식에 의한 건조 처리에 사용하는 드럼 드라이어는 공지된 것일 수 있다. 예를 들어, 존슨 보일러 사 제품의 「존밀더 JM-T형」을 사용할 수 있다. 드럼 드라이어로는 내부 회전식 드럼 드라이어를 적합하게 사용할 수 있다. 내부 회전식 드럼 드라이어를 사용하면 부드러운 건조 처리가 이루어지며, 비표면적이 상대적으로 작은 건조체가 된다. 건조 처리는 상압 하에서 수행할 수 있다.

[0120] 드럼 드라이어의 운전 조건에 대해서는, 드럼 내면의 표면 온도가 80~200℃, 바람직하게는 90~190℃이다. 이러한 표면 온도라면, 강한 응집력을 가진 건조체를 얻을 수 있다. 상기 표면 온도가 200℃를 초과하면 미세 섬유상 셀룰로오스 섬유의 일부가 열변성을 일으킬 우려가 있다. 반면, 상기 표면 온도가 80℃ 미만이면 수분 제거에 과도한 시간이 소요될 뿐만 아니라, 수분이 매우 높은 입자가 된다. 또한, 드럼 드라이어의 회전 속도는 드럼의 내경 및 슬러리 투입량에 따라 다르지만, 예를 들어 0.5rpm 이상 2rpm 이하로 설정할 수 있다. 드럼 드라이어로 건조하는 시간은 슬러리의 투입량에 따라 다르지만, 1초~60초 정도면 충분히 건조되며, 이를 초과하는 시간 동안 건조해도 건조체의 수분 함유량은 더 이상 감소하지 않는다.

[0121] 분무 건조 방식으로 셀룰로오스 분체를 제조할 때 사용할 수 있는 장치로는 스프레이 드라이 장치(프리스사 제조 「P-260」)를 예로 들 수 있다. 미세 섬유상 셀룰로오스의 슬러리를 상기 스프레이 드라이 장치에 공급함으로써 셀룰로오스 분체를 제조할 수 있다. 상기 스프레이 드라이 장치는 예를 들어 이류체 노즐 방식으로, 90형 노즐 2개를 장착한 것을 사용할 수 있다. 분무 건조의 조건은, 예를 들어 미세 섬유상 셀룰로오스 슬러리를 20kg/h로 하며, 건조 공기의 입구 온도를 200℃, 출구 온도를 100℃, 분무 공기압을 0.6MPa로 할 수 있지만, 이에 제한되지 않는다.

[0122] 전술한 첨가제를 포함하는 셀룰로오스 분체를 제조하는 경우는, 제조 원료인 미세 섬유상 셀룰로오스 슬러리에 상기 첨가제를 혼합하여 혼합물을 만들고, 이 혼합물을 가열 건조 방법이나 분무 건조에 의한 방법으로 사용하는 건조 장치(예: 드럼 드라이어 또는 스프레이 드라이 장치)에 공급하는 것이 좋다.

[0123] (유분)

[0124] 본 실시형태의 고흡분체 화장료는 유분(油分)을 포함할 수 있다. 상기 고흡분체 화장료에 유분이 포함됨으로써 성형성이 향상되고, 내충격성이 우수한 제품이 될 수 있지만, 상기 고흡분체 화장료는 셀룰로오스 분체를 함유하고 있기 때문에, 종래 화장료보다 적은 유분량으로도 양호한 내충격성을 얻을 수 있다.

[0125] 유분으로는, 예를 들어 동물유, 식물유, 합성유 등 기원이나, 고흡유, 반고형유, 액체유, 휘발성유 등 성질에 관계없이 모두 사용할 수 있다.

[0126] 유분으로는, 예를 들어 탄화수소류, 유지류, 왁스류, 경화유류, 에스터유류, 지방산류, 실리콘유류, 불소계유류, 라놀린 유도체류, 지용성 자외선 흡수제 등 중에서 선택된 1종 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

[0127] 보다 구체적으로, 예를 들어, 유동 파라핀, 스쿠알란, 바세린, 파라핀 왁스, 세레신 왁스, 마이크로크리스탈린 왁스, 목랍, 몬탄 왁스 등의 탄화수소류; 올리브유, 피마자유, 호호바유, 명크유, 마카다미아넛유 등의 유지류; 밀랍, 라놀린, 카르나우바 왁스, 캔데릴라 왁스, 경랍 등의 왁스류; 이소스테아린산 이소스테아릴, 세틸이소옥타네이트, 미리스틴산 이소프로필, 팔미틴산 이소프로필, 미리스틴산 옥틸도데실, 트리옥탄산 글리세릴, 트리베헨산 글리세릴, 로진산 펜타에리트리톨 에스터, 말산 디이소스테아릴, 다이머 디리놀산 디리놀레일, 디옥탄산 네오헨틸글리콜 등의 에스터류; 저중합도 디메틸폴리실록산, 고중합도 디메틸폴리실록산, 메틸페닐폴리실록산, (디메티콘/비닐디메티콘) 크로스폴리머 등의 가교 실리콘과 용제로 이루어진 실리콘 젤, 불소 변성 실리콘 등의 실리콘류; 퍼플루오로폴리에테르, 퍼플루오로데칸, 퍼플루오로옥탄 등의 불소계유체류; 라놀린, 아세트산 라놀린, 라놀린 지방산 이소프로필, 라놀린 알코올 등의 라놀린 유도체류; 이소스테아린산 솔비탄, 세스퀴이소스테아린산 솔비탄, 이소스테아린산 폴리글리세릴-2, 디이소스테아린산 폴리글리세릴-2 등의 HLB 값 8 이하의 친유성 계면활성제류; 메톡시시남산 에틸헥실, 디메틸 PABA 에틸헥실, 디에틸아미노히드록시벤조일 안식향산 헥실, 에틸헥실트리아존, 비스에틸헥실옥시페놀메톡시페닐트리아진 등의 지용성 자외선 흡수제류 등 중에서 1종 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다 또한 이들 중 말산 디이소스테아릴, 다이머 디리놀산 디리놀레일 등의 25℃에서 점도가 1,000~50,000mPa·s인 고점도 에스터유, 세스퀴이소스테아린산 솔비탄, 디이소스테아린산 폴리

글리세릴-2 등의 친유성 계면활성제로부터 선택된 1종 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 경우 성형성 및 촉촉한 감촉이 더욱 우수해진다.

[0128] 본 실시형태의 고형분체 화장료 중 유분의 함유량은 바람직하게는 0.1~40질량%, 보다 바람직하게는 0.1~25질량%, 특히 바람직하게는 1~15질량%이다. 유분의 함유량이 0.1질량%를 하회하면 성형성이 저하될 우려가 있다. 반면, 해당 유분의 함유량이 40질량%를 상회하면 스펀지 등의 화장용 퍼프로의 채취가 나빠지며, 화장료를 피부에 펴 바르기 어려워진다. 본 실시형태의 고형분체 화장료는 셀룰로오스 분체를 포함하기 때문에, 통상적인 유분량보다 적은 유분량으로 성형성을 유지할 수 있어 퍼프로에 잘 묻어나며 피부에 펴 바르기 쉬운 화장료가 될 수 있다.

[0129] (기타 분체 Y)

[0130] 본 형태의 고형분체 화장료에는 전술한 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y를 배합할 수 있다. 상기 분체 Y를 포함하면 화장막의 끈적임을 더 효과적으로 억제할 수 있으며, 또한, 본 실시형태의 고형분체 화장료를 베이스 메이크업 화장료로 사용하는 경우, 커버력과 마무리감을 원하는 수준으로 조정할 수 있게 된다. 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y는 평균 입자 직경이 0.01~200 μ m로 된 것이다.

[0131] 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y는 예를 들어, 구상, 판상, 방추상, 바늘상 등의 형상, 입자 직경, 다공질, 무공질 등의 입자 구조 등에 의해 제한되지 않는다. 또한, 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y는 무기 착색 안료, 무기 체질 안료, 무기 미립자 분체, 광휘성 분체, 유기 체질 안료, 유기 착색 안료로부터 선택된 1종 또는 2종 이상의 조합으로 구성될 수 있다.

[0132] 상기 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y로는 구체적으로는, 예를 들어, 산화티타늄, 산화아연, 산화지르코늄, 벤가라(적색산화철), 황색산화철, 흑색산화철, 카본블랙, 수산화크롬, 감청, 군청 등의 무기 착색 안료; 마이카(운모), 세리사이트, 탭크, 카올린, 합성 금운모, 무수 규산(실리카), 탄산마그네슘, 탄산칼슘, 수산화알루미늄, 알루미늄, 규산알루미늄, 규산마그네슘, 규산알루미늄마그네슘, 탄화규소, 황산바륨, 규산칼슘, 제올라이트, 소성 황산칼슘(소성 석고), 인산칼슘, 하이드록시아파타이트, 질화붕소 등의 무기 체질 안료; 평균 1차 입자 직경이 100nm 이하인 산화티타늄, 산화아연, 산화세륨 등의 무기 미립자 분체; 옥시염화비스무트, 운모티타늄, 산화철 피복 운모, 산화철 피복 운모티타늄, 유기안료 피복 운모티타늄, 알루미늄 파우더 등의 광휘성 분체; 스테아린산마그네슘, 스테아린산아연, N-아실라이신, 폴리우레탄, 폴리스티렌, 나일론, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리메틸실세스퀴옥산 파우더, 오가노 폴리실록산 엘라스토머 파우더, 상기 셀룰로오스 분체 이외의 셀룰로오스, 결정 셀룰로오스, 폴리에틸렌, 가교 폴리메틸(메타)아크릴레이트, 폴리에스터, 스티렌과 아크릴산의 코폴리머, 벤조구아나민, 테트라플루오로에틸렌, 아세트산셀룰로오스 등의 유기 체질 안료; 적색 201호, 적색 202호, 적색 204호, 적색 205호, 적색 220호, 적색 226호, 적색 228호, 적색 405호, 오렌지색 203호, 오렌지색 204호, 황색 205호, 황색 401호 및 청색 404호 등의 유기 안료, 적색 3호, 적색 104호, 적색 106호, 적색 227호, 적색 230호, 적색 401호, 적색 505호, 오렌지색 205호, 황색 4호, 황색 5호, 황색 202호, 황색 203호, 녹색 3호 및 청색 1호 등의 수용성 염료의 레이크류(지르코늄 레이크, 바륨 레이크, 알루미늄 레이크 등)와 천연 색소 및 이들 레이크류 등의 유기 착색 안료; 등으로부터 선택된 1종 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

[0133] 상기 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y는 사용감 및 화장 지속성 측면에서 표면 소수화 처리를 실시한 것이 바람직하다. 이러한 표면 소수화 처리로는 예를 들어, 메틸하이드로겐폴리실록산, (디메티콘/메티콘) 코폴리머 등의 실리콘에 의한 소성 처리, 스테아린산 등의 지방산 처리, 스테아린산알루미늄이나 스테아린산아연 등의 지방산 금속 비누 처리, 아실화 아미노산 처리, 아실화 아미노산(염)과 지방산(염)의 혼합 처리인 리포아미노산 처리, 퍼플루오로알킬인산염 등의 불소 처리, 트리메틸실란 등에 의한 실릴화 처리, 세바식산 이소스테아릴 등의 산성 에스터 처리 등 공지된 표면 소수화 처리를 사용할 수 있다.

[0134] 본 실시형태의 고형분체 화장료에서는 표면 소수화 처리된 무기 체질 안료를 함유하는 것이 화장 지속성 및 피부에의 부착성이나 발림 용이성 등의 사용감을 향상시키는 점에서 바람직하다. 표면 소수화 처리된 무기 체질 안료를 구성하는 바람직한 무기 체질 안료로는 체적 평균 입자 직경이 1~50 μ m인 판상 분체를 들 수 있다. 상기 판상 분체의 구체예로는 탭크, 세리사이트, 마이카, 합성 금운모, 질화붕소 등을 들 수 있다. 표면 소수화 처리된 무기 체질 안료의 표면 소수화 처리는 성형성, 촉촉함 및 화장 지속성이 우수하므로, 산성 에스터 처리, 아실화 아미노산 처리 또는 리포아미노산 처리가 바람직하다. 표면 소수화 처리의 바람직한 구체예로는 산성 에스터 처리인 세바식산 이소스테아릴 처리, 아실화 아미노산 처리인 스테아로일 글루타민산Al 처리, 리포아미노산 처리인 팔미토일프롤린 / 팔미토일글루타민산Mg / 팔미토일사르코신Na / 팔미틴산Al 복합 처리 등을 들 수 있다.

- [0135] 상기 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y 중에서도, 특히 구형의 무기 분체 및 유기 분체, 예를 들어 구형 실리카, 폴리우레탄, 폴리스티렌, 나일론, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리메틸실세스퀴옥산 파우더, 오가노 폴리실록산 엘라스토퍼 파우더, 상기 셀룰로오스 분체 이외의 셀룰로오스, 결정 셀룰로오스, 아세트산셀룰로오스 등을 사용하면 모공·잔주름 등의 요철을 효과적으로 감출 수 있어 바람직한 마무리감을 얻을 수 있다.
- [0136] 상기 셀룰로오스 분체를 포함하는 분체(즉, 셀룰로오스 분체와 셀룰로오스 분체 이외의 분체 Y를 합한 것)의 함유량은 고흥분체 화장료 전체 질량에 대해 바람직하게는 60~99.9질량%, 보다 바람직하게는 70~99질량%, 특히 바람직하게는 80~95질량%이다. 상기 셀룰로오스 분체를 포함하는 분체의 함유량이 60질량% 미만일 경우, 스펀지 등의 화장용 퍼프에 묻어나기 어렵고, 형성된 화장막도 끈적이는 경향이 있다.
- [0137] 본 실시형태의 고흥분체 화장료가 판상의 무기 체질 안료를 포함하는 경우, 상기 판상의 무기 체질 안료의 함유량은 고흥분체 화장료 전체 질량에 대해 바람직하게는 1~95질량%, 보다 바람직하게는 5~90질량%, 특히 바람직하게는 10~85질량%이다. 여기서 판상이라 함은 특별히 제한되지 않으나, 예를 들어 SEM(주사 전자 현미경)을 사용하여 입자를 관찰하고 각 단면의 두께와 길이를 측정 한 후, 각 아스펙트비(길이/두께)를 계산하여 아스펙트비가 5 이상이 되는 입자 형태를 의미한다. 판상의 무기 체질 안료의 함유량이 적을 경우는, 부착성(피부에 부착되는 정도)이 부족한 경향이 있다. 반면에, 판상의 무기 체질 안료가 다량으로 함유되면 성형성이나 낙하 강도가 저하될 우려가 있었다. 그러나 본 실시형태의 고흥분체 화장료에서는 판상의 무기 체질 안료를, 예를 들어 70질량%를 초과하여 배합하더라도 성형성·낙하 강도 모두 우수한 제품이 될 수 있다.
- [0138] 본 실시형태의 고흥분체 화장료가 구상의 무기 분체 및/또는 유기 분체를 포함하는 경우, 상기 구상의 무기 분체 및/또는 유기 분체의 함유량은 고흥분체 화장료 전체 질량에 대해 바람직하게는 1~40질량%, 보다 바람직하게는 3~35질량%, 특히 바람직하게는 5~30질량%이다. 여기서 구상이라 함은, 예를 들어 전술한 정적 이미지 해석법에 의해 얻어진 원형도가 0.8~1인 형상을 말한다. 상기 함유량이 과도하게 적은 경우는, 요철 숨김 효과가 부족하며, 과도하게 많은 경우는, 성형성이 저하된다.
- [0139] (보습제)
- [0140] 본 실시형태의 고흥분체 화장료에는 보습제를 배합할 수 있다. 보습제로는, 예를 들어 다가 알코올류, 당류, 당 알코올류, 아미노산류, 펩타이드류, 수용성 고분자류 등 중에서 1종 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 또한, 보습제로는, 예를 들어 글리세린, 디글리세린, 프로필렌글리콜, 1,3-부틸렌글리콜, 1,2-펜탄디올, 디프로필렌글리콜, 1,3-프로판디올, 1,2-헥산디올, 헵탄디올, 1,2-옥탄디올, 에틸헥실글리세린, 자일리톨, 솔비톨, 말티톨, 콘드로이틴 황산, 히알루론산, 콜라겐, 젯산 나트륨, dl-피롤리돈카르복시산염, 이자요이바라 추출물, 서양뿔풀 추출물, 메를로트 추출물 등을 배합할 수 있다.
- [0141] (기타)
- [0142] 본 실시형태의 고흥분체 화장료에는 상술한 분체, 유분, 보습제에 더하여, 예를 들어 수용성 자외선 흡수제, 방부·항균제, 향료, 산화 방지제, pH 조정제, 킬레이트제, 청량제, 항염증제, 피부 미용 성분, 비타민류, 아미노산류, 핵산, 포집 화합물 등의 일반적인 화장료에 배합되는 각종 성분을 배합할 수 있다.
- [0143] (용도 등)
- [0144] 본 실시형태의 고흥분체 화장료는, 예를 들어 프레스트 파우더(고형 백분), 파우더 파운데이션, 수건(水乾) 양용 파운데이션, 수 전용 케이크 파운데이션, 파우더 아이섀도우, 볼터치, 페이스 컬러, 눈썹 연필 등의 메이크업 화장료로 사용하기에 특히 우수하다.
- [0145] **실시예**
- [0146] 다음으로 수행한 각종 시험 결과를 나타낸다. 시험예 및 참고예에 사용한 셀룰로오스 분체, 실리콘 분체, 실리카 분체는 다음과 같이 얻었다. 참고로, 미세 섬유상 셀룰로오스로는 다이오제지 주식회사 제조 제품 「ELLEX(등록상표)-S」를, 글리세린으로는 후지필름 와코준야쿠 주식회사 특급 제품을 각각 사용하였다.
- [0147] (셀룰로오스 분체 A)
- [0148] 미세 섬유상 셀룰로오스를 고흥분 기준으로 70질량%, 글리세린을 30질량%가 되도록 혼합하여 농도 3.0%의 미세 섬유상 셀룰로오스 수분산액을 제조하였다. 상기 수분산액을 분무식 건조기(프리스사 「P-260」)를 사용하여 분무 건조시켜 셀룰로오스 분체 A를 얻었다. 셀룰로오스 분체 A의 평균 입자 직경은 13.5 μ m였다. 셀룰로오스 분체 A의 SEM 이미지는 도 1에 나타내었다.

- [0149] (셀룰로오스 분체 B)
- [0150] 미세 섬유상 셀룰로오스를 고품분 기준으로 70질량%, 글리세린을 30질량%가 되도록 물에 혼합하여 미세 섬유상 셀룰로오스 수분산액을 제조하였다. 상기 수분산액을 더블 드럼 드라이어(존슨 보일러 사의 「존밀더 JM-T형」)를 사용하여 드럼 회전수 3rpm, 드럼 표면 온도 135℃ 조건으로 건조시켜 건조체를 얻고, 상기 건조체에 대해 분쇄 가공을 수행하여 셀룰로오스 분체 B를 얻었다. 셀룰로오스 분체 B의 SEM 이미지는 도 2에 나타내었다.
- [0151] (셀룰로오스 분체 C)
- [0152] 셀룰로오스 분체 C로는 후지필름 와코준야쿠 주식회사 제품 「와코 1급 셀룰로오스, 분말, 38 μ m(400mesh) 통과」를 사용하였다. 참고로, 셀룰로오스 분체 C의 셀룰로오스 원료는 본 발명에 사용한 미세 섬유상 셀룰로오스가 아니다. 셀룰로오스 분체 C의 SEM 이미지는 도 3에 나타내었다.
- [0153] (셀룰로오스 분체 D)
- [0154] 셀룰로오스 분체 D로는 다이토카세이 공업 주식회사 제품 「CELLULOBEADS」를 사용하였다. 참고로, 셀룰로오스 분체 D의 셀룰로오스 원료는 본 발명에 사용한 미세 섬유상 셀룰로오스가 아니다. 셀룰로오스 분체 D의 SEM 이미지를 도 4에 나타내었다.
- [0155] (셀룰로오스 분체 E)
- [0156] 미세 섬유상 셀룰로오스를 고품분 기준으로 농도 3.0%가 되도록 물에 분산시켜 미세 섬유상 셀룰로오스 수분산액을 제조하였다. 첨가제는 첨가하지 않았다. 상기 수분산액을 분무식 건조기(프리스사 「P-260」)를 사용하여 분무 건조시켜 셀룰로오스 분체 E를 얻었다.
- [0157] (실리콘 분체)
- [0158] 실리콘 분체로는 신에츠카가쿠 공업 주식회사 제품 「KSP-100」을 사용하였다. 실리콘 분체의 SEM 이미지를 도 5에 나타내었다.
- [0159] (실리카 분체)
- [0160] 실리카 분체로는 닛키쇼쿠바이카세이 주식회사 제품 「CHIFFONSIL P-3R」을 사용하였다. 실리카 분체의 SEM 이미지를 도 6에 나타내었다.
- [0161] 얻어진 분체에 대해 물성을 측정하였다. 물성의 측정 항목은 표 1에 기재된 바와 같다. 물성의 측정 항목은 다음 절차에 따라 측정하였다.
- [0162] 벌크 비중(부피 비중)은 JIS-K-5101-12-1(2004)에 준거한 정치(靜置)법에 따라 측정하였다.
- [0163] 수분율은 가열 건조법으로 분체 5g을 24시간 정치하고, 건조 전 및 건조 후의 중량을 측정하였다. 보다 구체적으로는, 습도 50% 조건 하에서 24시간 이상 정치한 분체(즉, 건조 전 분체)를 사용하여, 온도 105℃에서 24시간 건조하고 건조 후 분체를 얻었으며, 건조 전 분체의 중량과 건조 후 분체의 중량으로부터 다음의 수식 [수식 1]을 통해 수분율을 산출하였다.
- [0164] [수식 1]
- [0165] (수분율(%)) = $\frac{[(\text{건조 전 분체의 중량}) - (\text{건조 후 분체의 중량})]}{(\text{건조 후 분체의 중량})} \times 100$
- [0166] 압축 강도는 JIS R1639-5 「과인 세라믹스 - 과립 특성의 측정 방법 - 제5부: 단일 과립 압괴 강도」를 참고하여, 주식회사 시마즈 제작소 제품, 미소 부품 강도 평가 장치 마이크로오토그래프 「MST-I」로 측정하였다.
- [0167] 비표면적(BET 다점법)은, 비표면적 측정 장치인 주식회사 시마즈 제작소 제품 「TriStar II 3020 N₂ 가스」를 사용하여 측정하였다.
- [0168] 원 환산 직경 누적 분포(개수 기준, 누적 50% 직경), 원 환산 직경 누적 분포(체적 기준, 누적 50% 직경), 아스펙트비, 원형도는, 스펙트리스 주식회사 제품 「몰폴로지(Morphologi) 4」를 사용하여 측정하였다.
- [0169] 모드 직경(최빈 직경), 메디안 직경(누적 50% 직경), 평균 입자 직경, 누적 10% 직경, 누적 90% 직경은, ISO-13320(2009)에 준거한 측정 장치, 구체적으로는 레이저 회절/산란식 입자 직경 분포 측정 장치(입도 분포) 「LA-960V2」를 사용하여, 셀룰로오스 분체에 부착된 수분을 제거하지 않고 건식 방법으로 측정하였다.
- [0170] 또한, 얻어진 셀룰로오스 분체 A~D 각각에 대해, 셀룰로오스의 펄프 점도와 셀룰로오스의 평균 중합도를 측정

하였다. 펄프 점도는 TAPPI T 230에 준거하여 측정된 값이다. 셀룰로오스의 평균 중합도는 JIS-K6726에 준거하여 측정된 점도 평균 중합도를 의미한다.

표 1

물성의 측정항목	단위	셀룰로오스 분체A	셀룰로오스 분체B	셀룰로오스 분체C	셀룰로오스 분체D	셀리클 분체	셀리카 분체
펠크 비중	g/cm ³	0.25	0.23	0.26	0.72	0.33	0.71
수분율	%	4.67	9.55	4.69	6.48	0.70	1.54
입축강도	10%강도 Mpa	3.82	0.85	2.75	26.37	0.82	1.17
비표면적 (BET다짐법)	m ² /g	2.07	0.97	1.53	0.39	2.03	0.88
원활산 직경 (개수기준, 누적50% 직경)	μm	6.45	15.00	10.50	10.80	4.64	2.70
원활산 직경 (체적기준, 누적50% 직경)	μm	17.00	49.30	34.30	12.50	5.98	15.30
아스펙트비		0.63	0.57	0.54	0.94	0.96	0.88
원형도		0.73	0.64	0.67	0.98	0.99	0.96
모드 직경(최빈 직경)	μm	10.8	48.3	24.4	16.3	-	8.2
메디안 직경(누적50% 직경)	μm	10.9	47.6	29.9	16.1	-	8.2
평균 입자 직경	μm	13.5	53.1	41.5	16.6	-	8.8
누적 10% 직경	μm	6.4	22.3	12.8	10.3	-	4.7
누적 90% 직경	μm	20.0	88.3	83.7	23.6	-	13.7
펠크 점도	mPa·s	2.9	2.4	2.3	2.0	-	-
평균 중합도		509	421	403	351	-	-

[0171]

[0172] (시험예 및 참고예)

[0173] 전술한 바와 같이 얻어진 분체를 표 2와 표 3에 기재된 배합 비율로 배합하였다. 구체적으로, 표 2의 시험예 1, 2 및 참고예 1~3에 대해서는, 성분 No.1~5의 분체 중 어느 하나와 성분 No.6~13의 성분을 혼합한 것을 샘플 밀(교유리츠 리코사 제품 「SK-M10」)을 사용하여 10,000rpm(눈금 50)으로 10초간 혼합하여 중간 생성물인 혼합물로 만들었다. 그 후, 성분 No.14~19의 성분을 사전에 균일하게 혼합한 것을 앞서 제조한 혼합물과 혼합하여 전술한 샘플 밀에서 추가로 30초간 혼합하여 시험예 1, 2 및 참고예 1~3용 분체 조성물을 각각 얻었다.

[0174]

표 3의 시험예 3 및 참고예 4~7에 대해서는, 성분 No.1~4의 분체 중 어느 하나와 성분 No.5~13의 성분을 혼합한 것을 샘플 밀(교우리츠 리코사 제품 「SK-M10」)을 사용하여 10,000rpm(눈금 50)으로 10초간 혼합하여 중간 생성물인 혼합물로 만들었다. 그 후, 성분 No.14~19의 성분(참고예 7의 경우 성분 No.14~20의 성분)을 사전에 균일하게 혼합한 것을 앞서 제조한 혼합물과 혼합하여 전술한 샘플 밀에서 추가로 30초간 혼합하여 시험예 3 및 참고예 4~7용 분체 조성물을 각각 얻었다.

표 2

성분No.	성분 명칭	시험예 1	시험예 2	참고예 1	참고예 2	참고예 3
1	셀룰로오스 분체A	11.00				
2	셀룰로오스 분체B		11.00			
3	셀룰로오스 분체D ※1			11.00		
4	실리콘 분체 ※2				11.00	
5	실리카 분체 ※3					11.00
6	합성 금운모	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
7	질화 붕소	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
8	실리콘 피복 마이카	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
9	아실아미노산 피복 톨크 ※4	38.69	38.69	38.69	38.69	38.69
10	세바식산 이소스테아릴 피복 톨크 ※5	20.00	20.00	20.00	20.00	20.00
11	실리콘 피복 적색산화철	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
12	실리콘 피복 황색산화철	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
13	실리콘 피복 흑색산화철	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
14	(디메티콘/비닐디메티콘)크로스폴리머와 디메티콘의 25:75혼합물 ※6	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60
15	디메티콘(100mm ² /s)	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
16	이소스테아린산 이소스테아릴	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
17	세스퀴이소스테아린산 솔비탄	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
18	말산 디이소스테아릴	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
19	에틸헥실글리세린	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50
	합계	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

※1 상품명:다이토키카이 공업사 제 CELLULOBEADS D-10

※2 상품명:신에츠카가쿠 공업사 제 KSP-100

※3 상품명:닛키쇼쿠바이카세이사 제 CHIFFONSIL P-3R

※4 상품명:미요시카세이사 제 NAI-톨크 JA-46R

※5 상품명:미요시카세이사 제 HS-톨크 JA-46R

※6 상품명:신에츠카가쿠 공업사 제 KSG-16

[0175]

표 3

성분No.	성분명칭	시험예 3	참고예 4	참고예 5	참고예 6	참고예 7
1	셀룰로오스 분체A	11.00				
2	셀룰로오스 분체C		11.00			
3	셀룰로오스 분체D ※1			11.00		
4	셀룰로오스 분체E ※2				11.00	7.70
5	합성 금운모	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
6	질화 붕소	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
7	실리콘 피복 마이카	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
8	아실아미노산 피복 탭크 ※3					
9	실리콘 피복 탭크 ※4	44.64	44.64	44.64	44.64	44.64
10	세바식산 이소스테아릴 피복 탭크 ※5	20.00	20.00	20.00	20.00	20.00
11	실리콘 피복 적색산화철	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
12	실리콘 피복 황색산화철	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
13	실리콘 피복 흑색산화철	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
14	(디메티콘/비닐디메티콘)크로스폴리머와 디메티콘의 25:75혼합물 ※6	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18
15	디메티콘(100mm ² /s)	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12
16	이소스테아린산 이소스테아릴	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50
17	세스퀴이소스테아린산 솔비탄	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
18	말산 디이소스테아릴	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60
19	에틸헥실글리세린	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50
20	글리세린					3.30
	합계	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

- ※1 상품명 : 다이토카세이 공업사 제 CELLULOBEADS D-10
- ※2 셀룰로오스 분체E는, 첨가제를 혼합하지 않고, 미세섬유상 셀룰로오스만을 분무식건조기를 이용하여 제조한 것으로, 평균입자직경이 15 μ m로 된 것임
- ※3 상품명 : 미요시카세이사 제 NAI-탭크 JA-46R
- ※4 상품명 : 미요시카세이사 제 SA-탭크 JA-46R
- ※5 상품명 : 미요시카세이사 제 HS-탭크 JA-46R
- ※6 상품명 : 신에츠카가쿠 공업사 제 KSG-16

[0176]

[0177]

전술한 작업 절차로 얻어진 각 분체 조성물 각각을 직경 54mm ϕ 의 알루미늄제 금속 접시에 충전하고, 프레스기(산신세이키사 제품 반자동 프레스기 「SSPP(유압 실린더 직경 80mm ϕ)」)를 사용하여, 표 4에 기재된 프레스 압력으로 프레스 성형하여 시험예 1~3 및 참고예 1~7을 얻었다. 얻어진 시험예 1~3 및 참고예 1~7에 대해 경도를 측정하였다. 경도는 정하중식 눌림 경도계인 우에시마 제작소 제품 「올젠 경도계」를 사용하여, 부하하중 1파운드(=453.59g)의 조건에서 측정하였다. 경도 측정 결과를 표 4에 나타내었다.

표 4

성형 조건	시험예 1	시험예 2	참고예 1	참고예 2	참고예 3	시험예 3	참고예 4	참고예 5	참고예 6	참고예 7
프레스 압력(Mpa)	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	2.6	2.2	2.6	1.8	1.8
경도	27	31	26	47	29	19	26	27	27	30

[0178]

[0179] (성능 평가 시험)

[0180] 시험예 및 참고예에 대해 성능 평가 시험을 실시하였다. 성능 평가 시험의 시험 항목은 낙하 강도, 피프로의 채취 용이성, 피부 도포시의 매끄러움, 피부 도포시의 촉촉함, 피부에의 밀착 정도이다. 성능 평가 시험 결과를 표 5에 나타내었다.

표 5

평가항목	시험예 1	시험예 2	참고예 1	참고예 2	참고예 3	시험예 3	참고예 4	참고예 5	참고예 6	참고예 7
낙하강도	A(>11)	A(>11)	B(10)	D(4)	B(8)	B(8)	C(6)	D(3)	D(4)	B(10)
퍼프로의 채취 용이성	A	C	D	A	C	A	B	C	A	C
도포시의 매끄러움	A	B	A	A	A	A	A	A	B	B
도포시의 촉촉함	A	B	C	A	C	B	C	C	B	A
피부어의 밀착 정도	A	B	D	A	C	A	B	C	A	C

[0181]

[0182] 낙하 강도 시험은 다음 작업 절차에 따라 수행되었다.

[0183] (1) 수평으로 배치된 콘크리트 블록 평면 상방 30cm 높이에서, 시험예 또는 참고예를 해당 시험예 또는 참고예의 평면 부분을 수평으로 한 상태에서 자유 낙하시켜 콘크리트 블록 평면에 충돌시켰다.

[0184] (2) 전술한 (1)의 작업을 해당 시험예 또는 참고예가 파손될 때까지 반복하였다.

[0185] (3) 해당 시험예 또는 참고예가 파손된 시점까지의 전술한 (1) 및 (2)의 시행 횟수에 따라, 11회 이상인 경우를 판정 A, 8회 이상 10회 이하인 경우를 판정 B, 5회 이상 7회 이하인 경우를 판정 C, 4회 이하인 경우를 판정 D로 평가하였다. 표 5의 낙하 강도 표기에 대해, 예를 들어 10회 시행횟수에서 해당 시험예 또는 참고예가 파손된 경우는, 「B(10)」 등으로 표기하였다.

[0186] 퍼프로의 채취 용이성, 피부 도포시의 매끄러움, 피부 도포시의 촉촉함, 피부어의 밀착성 각각의 시험은 다음과

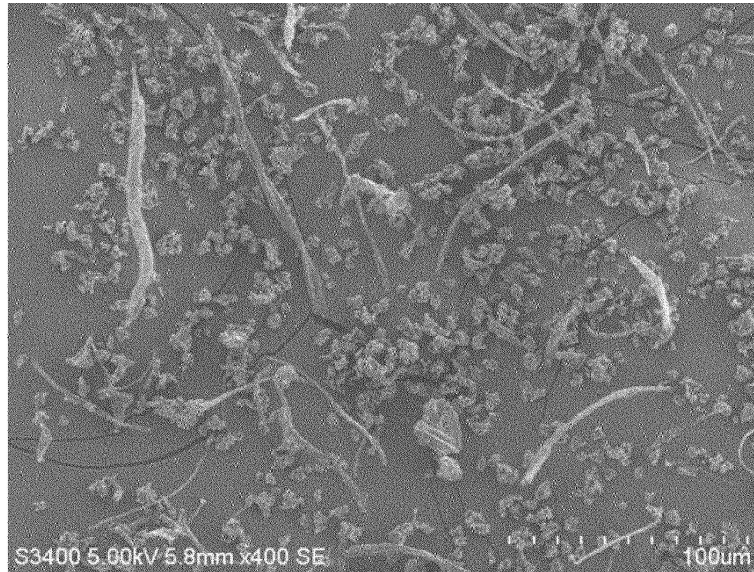
같이 수행되었다. 여성 전문 패널 10명이 시험에 및 참고예를 사용하고 평가하였다.

- [0187] 구체적으로는, 퍼프로의 채취 용이성, 피부 도포시의 매끄러움, 피부 도포시의 촉촉함, 피부에의 밀착성 각각에 대해, 좋다고 느낀 경우는 평점 2, 어느 쪽도 아니라고 느낀 경우는 평점 1, 나쁘다고 느낀 경우는 평점 0의 3 단계로 평가를 받았다. 얻어진 평점에서 평균 점수를 계산하고, 평균 점수가 1.5 이상이면 판정 A, 1.2 이상 1.5 미만이면 판정 B, 0.5 이상 1.2 미만이면 판정 C, 0.5 미만이면 판정 D로 평가하였다.
- [0188] 표 5의 결과로부터 다음이 밝혀졌다. 분체량(90질량%)과 유분 및 보습제의 합계량(10질량%)이 동일한 수준인 시험예 1, 2 및 참고예 1~3을 비교하면, 셀룰로오스 분체 A를 함유하는 시험예 1은 모든 항목에서 우수한 성능을 보인 반면, 시판 구상 셀룰로오스를 함유하는 참고예 1, 및 시판 구상 실리카를 함유하는 참고예 3은 퍼프로의 채취 용이성, 도포시의 촉촉함, 피부에의 밀착성 항목에서 크게 열등한 것으로 나타났다. 탄성 분체인 실리콘 엘라스토머를 함유하는 참고예 2는 촉촉함 등의 화장 성능이 시험예 1과 동등하였으나, 낙하 강도가 시험예 1보다 크게 열등하였다. 평균 입자 직경이 큰 셀룰로오스 분체 B를 함유하는 시험예 2는 낙하 강도에서 우수하였으나, 퍼프로의 채취 용이성, 도포시의 매끄러움, 도포시의 촉촉함, 피부에의 밀착성 항목에서는 시험예 1에 비해 다소 열등한 것으로 나타났다.
- [0189] 분체량(95.95질량%) 및 유분과 보습제의 합계량(4.05질량%)이 동일한 수준인 시험예 3과 참고예 4~7을 비교한 결과, 유분과 보습제의 합계량이 적은 경우에도 시험예 3은 모든 항목에서 우수한 성능을 보인 반면, 참고예 4~6은 모두 낙하 강도가 충분하지 않은 것으로 나타났다. 한편, 시판 셀룰로오스 분체 C를 함유하는 참고예 4는 낙하 강도가 열등하며, 촉촉함 등에서도 다소 열등한 것으로 평가되었다. 또한, 첨가제를 포함하지 않고 미세 섬유상 셀룰로오스를 원료로 제조된 셀룰로오스 입자 E를 함유하는 참고예 6은 낙하 강도가 낮고, 매끄러움 및 촉촉함 등에서도 다소 열등한 것으로 나타났다.
- [0190] 또한, 참고예 7은 첨가제를 포함하지 않고 미세 섬유상 셀룰로오스를 포함한 응집체로 이루어진 셀룰로오스 분체 E를 사용한 것이지만, 낙하 강도가 개선된 반면, 매끄러움과 피부에의 밀착성에서 열등한 결과를 보였다. 참고로, 참고예 7에 포함된 글리세린은 전술한 중간 생성물인 혼합물에 보습제의 일 성분으로 추가된 것으로, 응집체를 구성하는 요소는 아니다.
- [0191] **산업상 이용 가능성**
- [0192] 본 발명은 하층, 페이스 파우더, 파운데이션, 베이스 메이크업 화장품 등의 화장품료 이용 가능하다.

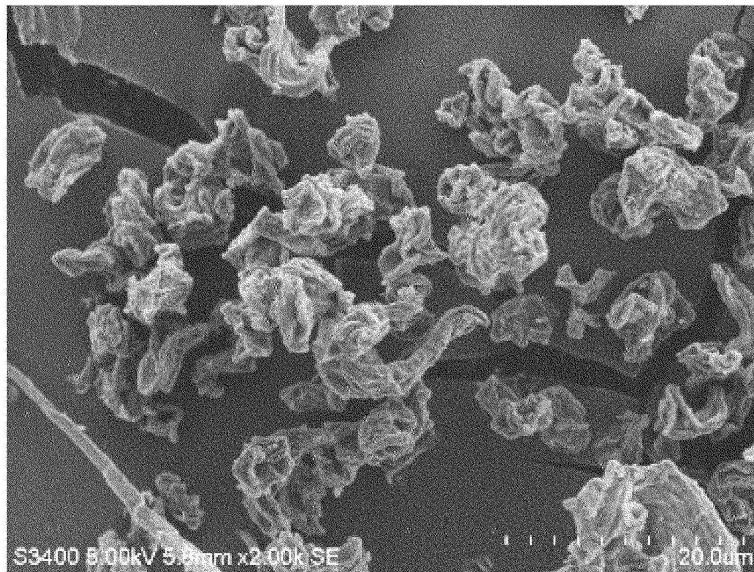
도면

도면1

(a) 400배

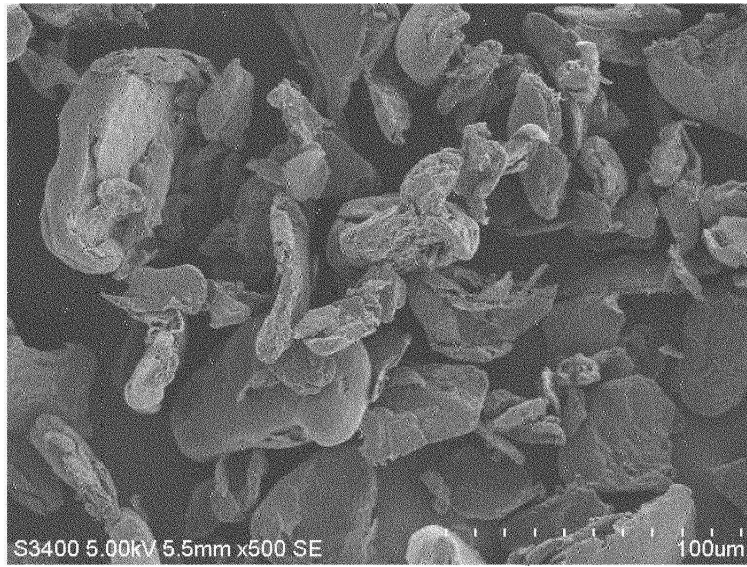


(b) 2000배

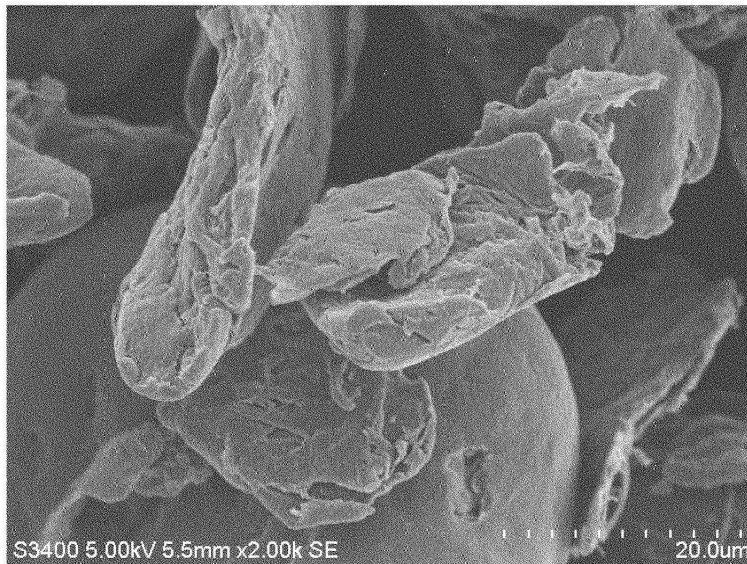


도면2

(a) 500배

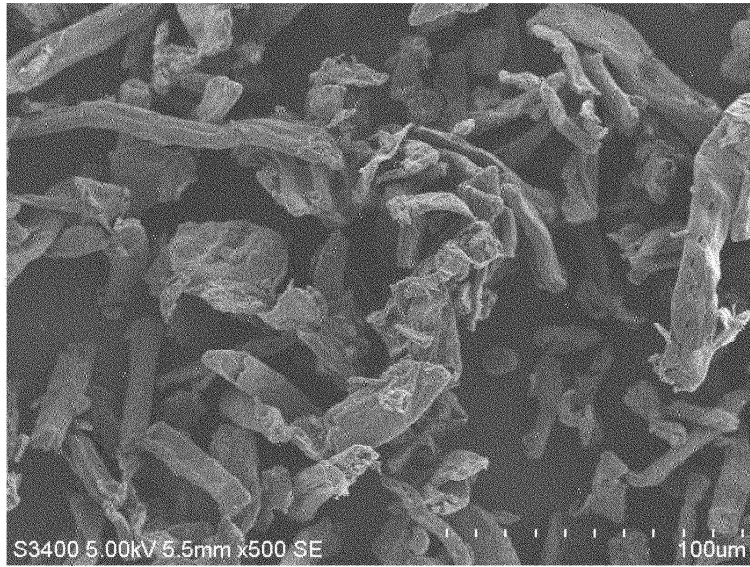


(b) 2000배

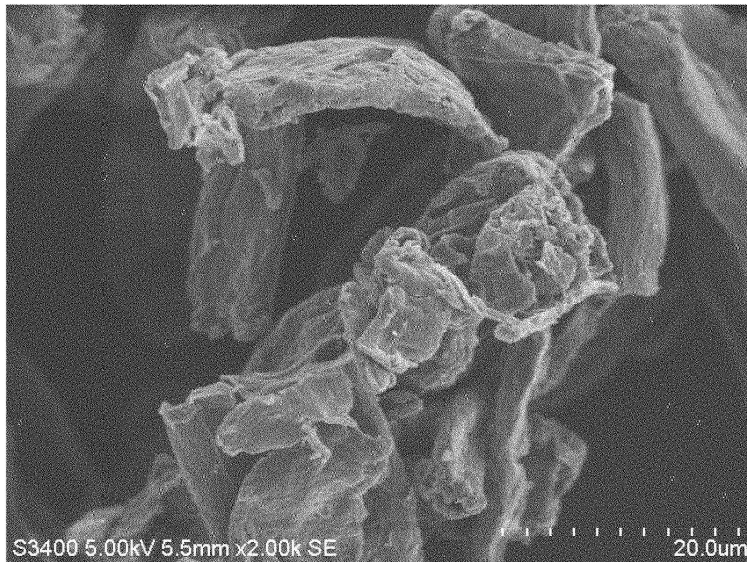


도면3

(a) 500배

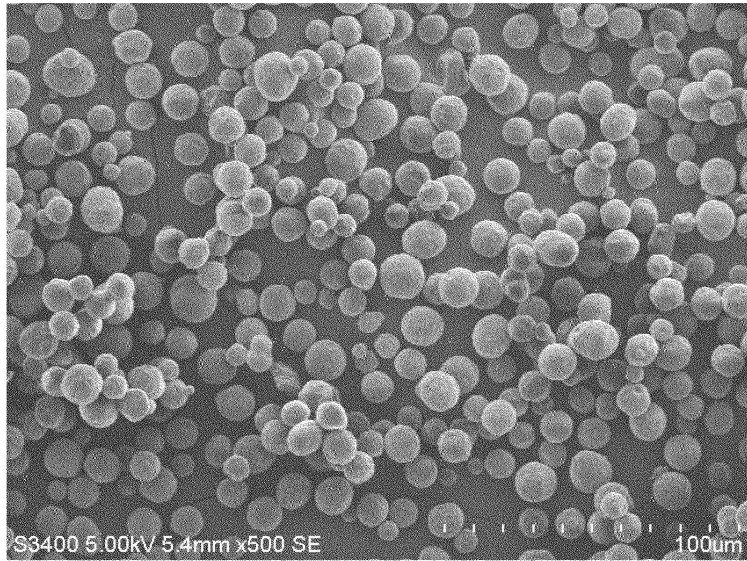


(b) 2000배

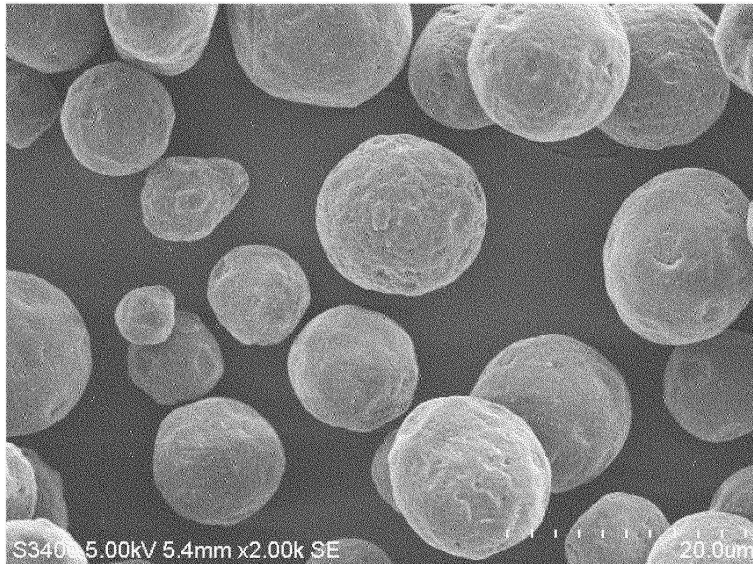


도면4

(a) 500배

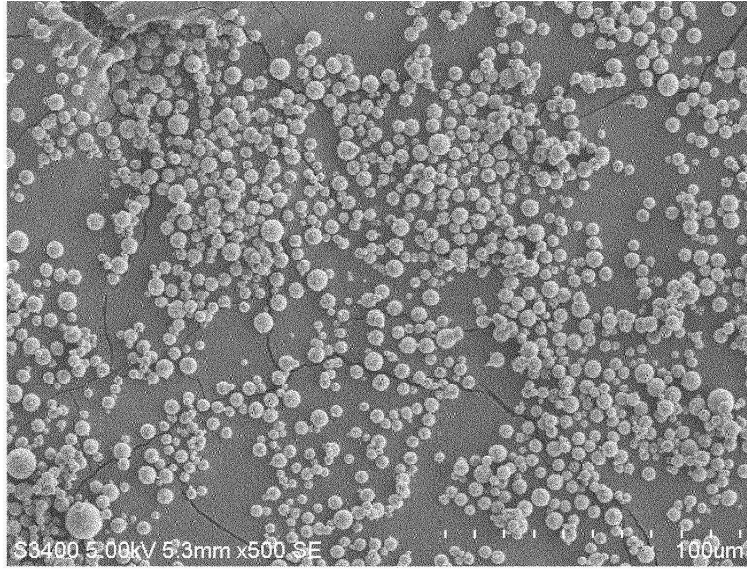


(b) 2000배

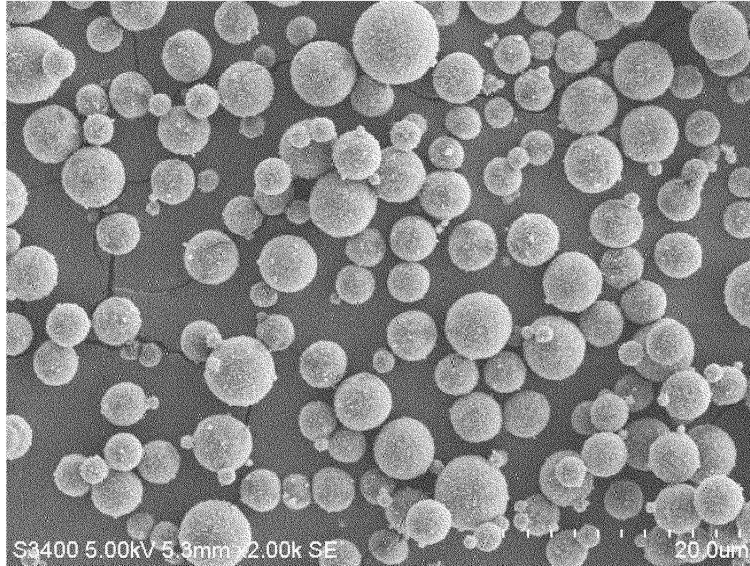


도면5

(a) 500배

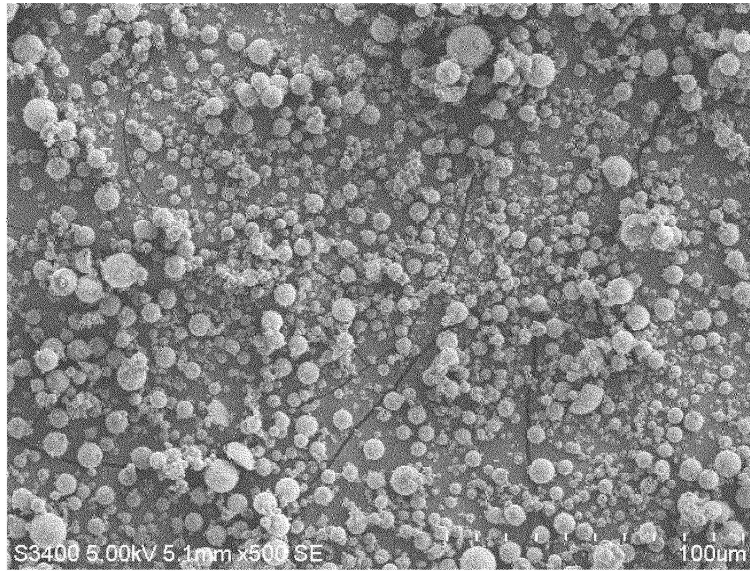


(b) 2000배



도면6

(a) 500배



(b) 2000배

