

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6796082号
(P6796082)

(45) 発行日 令和2年12月2日(2020.12.2)

(24) 登録日 令和2年11月17日(2020.11.17)

(51) Int.Cl.

F I

A 6 1 K	8/19	(2006.01)	A 6 1 K	8/19
A 6 1 K	8/81	(2006.01)	A 6 1 K	8/81
A 6 1 K	8/88	(2006.01)	A 6 1 K	8/88
A 6 1 K	8/85	(2006.01)	A 6 1 K	8/85
A 6 1 Q	19/00	(2006.01)	A 6 1 Q	19/00

請求項の数 11 (全 16 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2017-559068 (P2017-559068)
(86) (22) 出願日	平成28年6月28日 (2016.6.28)
(65) 公表番号	特表2018-519267 (P2018-519267A)
(43) 公表日	平成30年7月19日 (2018.7.19)
(86) 国際出願番号	PCT/KR2016/006882
(87) 国際公開番号	W02017/003149
(87) 国際公開日	平成29年1月5日 (2017.1.5)
審査請求日	平成31年2月27日 (2019.2.27)
(31) 優先権主張番号	10-2015-0092868
(32) 優先日	平成27年6月30日 (2015.6.30)
(33) 優先権主張国・地域又は機関	韓国 (KR)
(31) 優先権主張番号	10-2016-0080232
(32) 優先日	平成28年6月27日 (2016.6.27)
(33) 優先権主張国・地域又は機関	韓国 (KR)

(73) 特許権者	506213681
	アモーレパシフィック コーポレーション
	AMOREPACIFIC CORPORATION
	大韓民国 ソウル特別市 龍山区 漢江大路 100
	100, Hangang-daero,
	Yongsan-gu, Seoul,
	Republic of Korea
(74) 代理人	100145403
	弁理士 山尾 憲人
(74) 代理人	100150500
	弁理士 森本 靖

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 翡翠の粉末粒子が多孔性高分子に含浸された複合粉体、これを含む化粧品組成物及びこの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

翡翠 (Jade) の粉末粒子が多孔性高分子に含浸 (Impregnation) された複合粉体であって、

上記翡翠の粉末が、全複合粉体の重量に対して50～90重量%で含浸され、

上記翡翠の粉末粒子の粒度分布が、10000～20000 meshであり、

上記複合粉体の平均気孔サイズが、250～600nmであることを特徴とする複合粉体。

【請求項 2】

上記多孔性高分子が、ポリメチルメタクリレート[PMMA: poly-(methyl methacrylate)]、ポリビニルピロリドン[PVP: poly-(vinyl pyrrolidone)]、ポリカプロラクトン[PCL: poly-(caprolactone)]及びポリ-L-乳酸[PLLA: Poly-(L-Lactic Acid)] 群から選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項1に記載の複合粉体。

【請求項 3】

上記複合粉体の平均粒径が、5～20 μmであることを特徴とする請求項1に記載の複合粉体。

【請求項 4】

上記複合粉体の孔隙率が、40～85%であることを特徴とする請求項1に記載の複合粉体。

【請求項 5】

請求項 1 ないし請求項 4 のいずれか一項の複合粉体を含有化粧料組成物。

【請求項 6】

上記複合粉体が、全化粧料重量に対して 0.1 ~ 5.0 重量%含まれることを特徴とする請求項 5 に記載の化粧料組成物。

【請求項 7】

上記化粧料組成物が、化粧水、スキンローション、クリーム、セラム、エマルジョン、エッセンス、パウダー、ファンデーション、スプレー、日焼け止め、マスクパック、ジェルのいずれか一つの形態で剤形化されることを特徴とする請求項 5 に記載の化粧料組成物。

【請求項 8】

請求項 1 に記載の翡翠 (Jade) の粉末粒子が多孔性高分子に含浸された複合粉体の製造方法であって、

多孔性高分子溶液に翡翠の粉末を分散させた分散液を噴霧乾燥 (Spray Drying) して製造することを特徴とする、翡翠の粉末粒子が多孔性高分子に含浸された複合粉体の製造方法。

【請求項 9】

請求項 1 に記載の翡翠 (Jade) の粉末粒子が多孔性高分子に含浸された複合粉体の製造方法であって、

多孔性高分子溶液に翡翠の粉末を分散させた分散液を電気噴霧 (Electro-Spraying) して製造することを特徴とする、翡翠の粉末粒子が多孔性高分子に含浸された複合粉体の製造方法。

【請求項 10】

上記多孔性高分子溶液は、ポリメチルメタクリレート [PMMA: poly-(methyl methacrylate)]、ポリビニルピロリドン [PVP: poly-(vinyl pyrrolidone)]、ポリカプロラクトン [PCL: poly-(caprolactone)] 及びポリ-L-乳酸 [PLLA: Poly-(L-Lactic Acid)] 群から選ばれる 1 種以上の高分子を溶媒に溶解させたもので、

上記溶媒が、ジクロロメタンとヘキサノールの混合溶媒であることを特徴とする、請求項 8 または請求項 9 に記載の複合粉体の製造方法。

【請求項 11】

上記ジクロロメタンとヘキサノールの重量比が、9:1 ~ 7:3 であることを特徴とする請求項 10 に記載の複合粉体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本出願は、2015 年 6 月 30 日付け韓国特許出願第 10-2015-0092868 号と 2016 年 6 月 27 日付け韓国特許出願第 10-2016-0080232 号に基づいた優先権の利益を主張し、該韓国特許出願の文献に開示された全ての内容は本明細書の一部として含む。

【0002】

本発明は、翡翠の粉末と多孔性高分子の複合粉体に係り、より詳しくは、多孔性高分子を溶解した溶液に翡翠の粉末を分散させた分散液を単一工程 (One-step) で噴霧して製造される翡翠の粉末粒子が多孔性高分子に含浸された複合粉体 (Jade sphere)、これを含む化粧料組成物及びこの製造方法に関する。

【背景技術】

【0003】

有機粉体と無機粉体の結合体のように、2 種以上の粉体が結合された複合粉体を製造する際に、母体となる粉体粒子 (A) を製造した後、その表面を別の粉体粒子 (B) がコーティングする工程を通じて製造する方法が一般的であるが、このような技術は、2 段階の製造工程によって手続きが複雑なだけでなく、2 種以上の粉体それぞれの特性がともに発揮できない問題点があった。一方、粉末化方法の中で噴霧乾燥工程と電気噴霧工程を適

10

20

30

40

50

用して複合粉体を製造すれば、母体となる粉体粒子（Ａ）内部の間に別の粉体粒子（Ｂ）が均一に分散されて浸透しながら単一工程で顆粒粉末を製造できる差がある。

【０００４】

噴霧乾燥（Spray Drying）技術は、原料粉末、溶媒及びバインダーなどによって構成される溶解状態の物質をノズルや回転ディスクなどの噴霧部で噴霧し、熱風で瞬間的に乾燥する方法である。より具体的に説明すれば、噴霧乾燥は溶液（Solution）、エマルジョン（Emulsion）、分散液（Dispersion）、懸濁液（Suspension）、スラリー（Slurry）などの液状原料を微粒化し、表面積を増加して受熱面積を大きくした後、熱風気流と直接接触することによって、瞬間的に乾燥され液状原料から直ぐ粒状の製品を得る技術であって、乾燥粉末化が単一段階でなされる特徴がある。

10

【０００５】

したがって、製品が熱に接触される時間が数秒内であって製品の物性に比較的に少ない影響を及ぼすという長所と、生産された製品の取り扱いが容易である、などの理由によりファインセラミックス、粉乳、医薬品、食品類、染料及び顔料などを製造する際に、天然抽出物などを乾燥して顆粒を得るために幅広く使われている。

【０００６】

韓国公開特許出願第２００２－００９１７７９号には、樹脂に対する分散性、充填性に優れたセラミックス粉末を製造するために、原料粉末を含むスラリーを噴霧して液滴を形成した後、乾燥してセラミックス顆粒粉を得る噴霧乾燥工程について公知されており、韓国公開特許出願第２０１４－０１１０４３９号には、噴霧乾燥工法を利用して一定の粒度を有する球状の窒化ホウ素粉末を製造する方法が公知されている。

20

【０００７】

一方、電気噴霧（Electro-Spraying）技術は、ある程度の電気伝導度と粘度を持つ高分子溶液などを毛細管に注入した後、静電気力を加えて微細粒子を製造する方法である。一般に、垂直に位置したノズルを通じて高分子溶液を噴射させれば、ノズルの先端には重力と高分子溶液の表面張力が均衡を成して半球状の滴を形成して吊られるようになる。このとき、電場が加えられると、この半球状の滴の表面に電荷または双極子配向が空気層と溶液の界面に誘導され、このような電荷や双極子の反発力で表面張力とは反対の力が発生される。したがって、ノズル先端の半球状表面はテイラコーン（Taylor cone）と呼ばれる円錐型表面に増えることになり、電荷や双極子らの反発力が表面張力を克服できるような力以上になれば、荷電された高分子溶液がテイラコーンから放出される。このとき、粘度の低い高分子溶液の場合は、表面張力によって微細な滴として噴射されるようになる。電気噴霧もまた噴霧乾燥と同様に粉末化が単一段階からなる。

30

【０００８】

電気噴霧は、装置の形態と構造が簡単で、製作が容易であり、発生された粒子が単分散分布を持つだけでなく、数十ナノから数百マイクロまで多様な大きさの粒子を製造するに有用であり、薄膜付着や金属表面へのコーティング、タンパク質と生化学物質などの質量分析や構造解釈などの分野で広く利用されてきた。

【０００９】

最近では、薬物伝達分野で薬物を含む粒子生成に適用しようとする研究が進められていて、韓国登録特許第１０－１４７１２８０号には難溶性薬物の体内吸収率を向上させるために、難溶性物質を有機溶媒に溶解した後、界面活性剤を分散して製造された難溶性物質溶液を電気噴霧して超微粒子難溶性物質のナノ粉体を製造する方法が公知されている。

40

【００１０】

本発明者らは、上記噴霧乾燥及び電気噴霧技術が、単一工程で液状原料を顆粒化することができ、顆粒の粒度を調節し易いだけでなく、球状の粒子を製造できる点に着目して、噴霧乾燥及び電気噴霧工程を利用して多孔性高分子に無定形の荒い翡翠の粉末粒子を均一に含浸させる技術である本発明に至るようになった。

【先行技術文献】

50

【特許文献】

【0011】

【特許文献1】韓国登録特許第10-1015386号「噴霧乾燥器(Spray Dryer)」

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

翡翠の粉末粒子は、皮膚保湿や美白効果などを目的として化粧料組成物に含まれる技術が公知されているが、剤形化して皮膚に塗布すると、その表面が荒いから使用感を低下することになる。また、翡翠の粉末粒子が固まることによって白濁現象が発生し、メーキャ

10

【課題を解決するための手段】

【0013】

このような問題点を解決するために、本発明では多孔性高分子を溶解した溶液に翡翠の粉末を分散した後、噴霧乾燥(Spray Drying)または電気噴霧(Electro-Spraying)の単一工程(One-step)で分散液を噴霧することにより、翡翠の粉末粒子を多孔性高分子に均一に含浸(Imprregnation)させた複合粉体(以下、翡翠の含浸粉体、Jade sphere)、これを含む化粧料組成物及びこの製造方法を開示する。

【0014】

20

上記翡翠の粉末の粒子は、10000~20000meshで、全体複合粉体の重量に対し10~90重量%、好ましくは50~90重量%で含浸されてもよい。

【0015】

上記多孔性高分子は、ポリメチルメタクリレート[PMMA:poly-(methyl methacrylate)]、ポリビニルピロリドン[PVP:poly-(vinyl pyrrolidone)]、ポリカプロラクトン[PCL:poly-(caprolactone)]及びポリ-L-乳酸[PLLA:Poly-(L-Lactic Acid)]群から選ばれることが望ましい。

【発明の効果】

【0016】

30

本発明の翡翠の粉末粒子を多孔性高分子に均一に含浸させた翡翠の含浸粉体(Jade sphere)を化粧料組成物として剤形化すれば、翡翠の粉末が単独で含まれた化粧料より翡翠の粉末のブルーライト遮断効果と、多孔性高分子の皮脂吸着力による化粧持続性が向上する。

【0017】

また、荒い無定形の翡翠の粉末を球状の多孔性高分子の内部に含浸させることにより、塗り性、広がり性及び柔らかさが改善され、固まる現象を解消して白濁現象が防止されるし、白色度が改善される効果がある。

【図面の簡単な説明】

【0018】

40

【図1】本発明に適用される翡翠の粉末の走査電子顕微鏡(SEM)イメージである。

【図2】走査電子顕微鏡(SEM)イメージであって、(a)は本発明の翡翠の含浸粉体表面のイメージで、(b)は切断面のイメージである。

【図3】エネルギー分散型X線(EDX:Energy Dispersive X-ray)分析装置であって、定量及び定性分析したイメージであって、(a)は本発明の翡翠の含浸粉体表面のイメージで、(b)は翡翠の含浸粉体に含まれた各元素を可視化したイメージである。

【図4】本発明の翡翠の含浸粉体の可視光線領域帯別反射率(%)テストの結果である。

【図5】本発明の翡翠の含浸粉体の白色度(whiteness、%R)テストの結果である。

50

【図6】本発明の翡翠の含浸粉体の吸油量 (mL / g) テストの結果である。

【図7】本発明の翡翠の含浸粉体を含む剤形の可視光線領域帯別反射率 (%) テストの結果である。

【図8】本発明の翡翠の含浸粉体を含む剤形の白色度 (whiteness、%R) テストの結果である。

【発明を実施するための形態】

【0019】

本発明は、翡翠の粉末と多孔性高分子の複合粉体に係り、より詳しくは、多孔性高分子を溶解した溶液に翡翠の粉末を分散させた後、噴霧乾燥 (Spray Drying) または電気噴霧 (Electro-Spraying) の単一工程 (One-step) で分散液を噴霧することで翡翠の粉末粒子を多孔性高分子に均一に含浸 (Impregnation) させた複合粉体 (以下、翡翠の含浸粉体、Jade sphere)、これを含む化粧料組成物及びこの製造方法に関する。本発明における「含浸」の意味は、母体となる粉体粒子内部の間に別の粉体粒子が均一に分散して浸透された状態を意味することで、従来の粉体粒子表面を別の粉体粒子がコーティングしたり、粉体表面の気孔の間に担持された形態とは相違する。以下、本発明を詳しく説明する。

【0020】

翡翠 (Jade)

一般に、翡翠 (Jade) は硬玉 (Jadeite jade) と軟玉 (Nephrite jade) に分類されるが、軟玉は硬玉におけるナトリウム (Na) とアルミニウム (Al) の組成分とは違い、人体に有益な3つの鉱物、すなわち、カルシウム (Ca)、鉄 (Fe)、マグネシウム (Mg) を主成分としている。したがって、本発明に適用できる翡翠の粉末は、その種類に制限されることはないが、より好ましくは軟玉を使用する。

【0021】

また、本発明で使われる春川玉は、軟玉の一種として、江原道春川地域で生産される良質の軟玉 (Nephrite Jade) で、角閃石 (Amphibole) グループの透閃石 (Tremolite) と緑閃石 (Actinolite) の変種鉱物であるため、その組織が緻密且つ繊細であり、靱性の強い羊毛状組織を持つ鉱物である。

【0022】

本発明における翡翠は、研磨して粉末に加工されたものを使い、当業者が実施する通常の方法であって軟玉の粉末化方法には制限がない。ただし、本発明において、化粧料組成物として使用できる翡翠の粉末粒子の粒度分布は、10000 ~ 20000 mesh になるように加工することが望ましい。20000 mesh を超えると翡翠の粉末効果が微々たるものであり、10000 mesh 未満であると球状の翡翠の含浸粉体表面が荒くなって、皮膚へ適用する際に使用感が低下するためである。

【0023】

多孔性高分子 (Porous Polymer)

本発明において、上記翡翠の粉末粒子が含浸される多孔性高分子は、オイル吸油力と皮脂吸着力を持つ球状 (Sphere) 粉末状であって、例えば、ポリメチルメタクリレート [PMMA: poly (methyl methacrylate)] を適用したが、この他にもポリビニルピロリドン [PVP: poly (vinyl pyrrolidone)]、ポリカプロラクトン [PCL: poly (caprolactone)] 及びポリ-L-乳酸 [PLLA: Poly (L-Lactic Acid)] 群から選ばれることができ、これに制限されないことは勿論である。

【0024】

このような多孔性高分子は粒子の形が球状であるため、様々な化粧料剤形の製造時に配合し易いし、皮膚の上で球状微粒子がローリング (Rolling) されることで皮膚へ塗布する際に塗り性などの使用感が優れており、球状表面の特性である光散乱を利用した皮膚のてかり防止効果と化粧持続性の向上効果によって、通常の皮脂コントロールのため

の基礎化粧品と皮膚トーンを補正するためのメーキャップ製品に多く使われる。

【0025】

翡翠の含浸粉体

本発明の翡翠の含浸粉体、すなわち翡翠の粉末粒子が多孔性高分子に均一に含浸された複合粉体において、翡翠の粉末含量は全翡翠の含浸粉体重量に対して10～90重量%で含浸されてもよく、より好ましくは50～90重量%で含浸されてもよい。また、翡翠の含浸粉体の平均粒径は5～20 μm であってもよい。このような特徴は、翡翠の粉末による効果と皮膚への適用時の使用感において化粧料として適用することに適切である。

【0026】

本発明は、翡翠の粉末を多孔性高分子溶液に分散した多孔性高分子分散液を噴霧乾燥 (Spray Drying) または電気噴霧 (Electro-Spraying) して単一工程 (One-step) で翡翠の含浸粉体を製造することであって、翡翠の粉末を多孔性高分子の内部に均一に含浸させることができる。このとき、多孔性高分子の超撥水性を実現するために乳化剤は排除することが望ましい。従来、乳化重合のような方法で生産される多孔性粉体は、乳化剤の使用が不可避であったが、その後の乳化剤の完全除去が不可能であったため皮膚への刺激があり、皮膚の油分だけではなく水分も吸収するので、皮膚が乾燥する問題点があった。しかし、本発明によれば、乳化剤による皮膚刺激がなく、超撥水性を実現して油分のみを選択的に吸収して化粧持続力を高めることができる。

【0027】

また、多孔性高分子溶液は、ポリメチルメタクリレート (PMMA) をジクロロメタン (DCM) とヘキサノール (Hexanol) の混合溶媒に溶解し、ジクロロメタン (DCM) とヘキサノール (Hexanol) の混合比 (重量比) は9:1～7:3の範囲内で選択することができる。ヘキサノールは多孔性高分子のポア (Pore) を形成する役割をするので、ヘキサノールの割合が全溶媒の10重量%未満であれば、ポアのサイズが小さすぎるし、30重量%以上であれば、ポアのサイズが大きすぎて適合しない。

【0028】

本発明における翡翠の含浸粉体は、製造工程条件によって気孔特性の制御が可能である。制御できる気孔特性としては、平均気孔サイズ、孔隙率及び全ての気孔の面積などがある。具体的に、平均気孔サイズは15～800nm、より好ましくは250～600nmであってもよく、孔隙率は40～85%、より好ましくは50～75%であってもよい。また、全ての気孔の面積は1～100 m^2/g 、より好ましくは5～80 m^2/g である。

【0029】

このような特徴を持つ翡翠の含浸粉体は、その気孔サイズ及び孔隙率によって吸油量の増大効果を引き起こすことができる。吸油量は後述する水銀の浸透体積 (Intrusion Volume) で説明可能である。本発明による翡翠の含浸粉体の水銀浸透体積は0.5～5 cm^3/g の範囲で測定され、この値は高い信頼水準で吸油量として見做されることがある。

【0030】

従来の多孔性高分子は、単一大きさのメソポーラス (Mesoporous) 構造によって比表面積が相対的に大きいものの、平均気孔サイズと孔隙率が低いことに対し、本発明の翡翠の含浸粉体の場合は、マルチポーラス (Multiporous, Micro+Meso+Macro) 構造によってポアチャンネル (Pore Channel) が形成され、毛細管現象によってオイルを吸油することにもっと有利である。

【0031】

化粧料組成物

上記翡翠の含浸粉体は、化粧料組成物として適用することが可能であり、このとき、上記翡翠の含浸粉体は全化粧料重量に対して0.1～5.0重量%含むことが望ましい。翡翠の粉末の含量が多すぎると、化粧原料固有の性質や軟性、及び皮膚へ適用する時の使用感が低下するだけでなく、翡翠が高価であるため製品単価が上昇する問題点が発生する。

一方、翡翠の粉末の含量が少なければ、翡翠の粉末による効果を期待できないので好ましくない。

【0032】

また、本発明の化粧料組成物には、翡翠の粉末の他に皮膚しわの改善、皮膚美白改善、皮膚弾力改善、顔面垂れ改善、皮膚保湿改善、皮膚つや改善、皮膚老化防止（例えば、光老化による皮膚しわ形成及び皮膚硬化抑制）、クマ改善及び皮膚角質改善のような皮膚を改善するための機能性添加物や紫外線を遮断するための機能性添加物または一般的な化粧料組成物に含まれる成分がさらに含まれてもよい。

【0033】

上記皮膚改善のための機能性添加物として、水溶性ビタミン、脂溶性ビタミン、高分子ペプチド、高分子多糖、スフィンゴ脂質、天然抽出物及び醗酵物質から選べた成分を含むことができる。また、紫外線を遮断するための機能性添加物として、二酸化チタン（ TiO_2 ：Titanium dioxide）、酸化亜鉛（ ZnO ：Zinc oxide）、酸化セリウム（ CeO_2 ：Cerium oxide）のような無機粉体をさらに含むことができる。さらに、上記機能性添加物と共に必要に応じて一般的な化粧料組成物に含まれる成分を配合することができる。

【0034】

他に含まれる配合成分としては、油脂成分、保湿剤、エモリアント剤、界面活性剤、有機及び無機顔料、有機粉体、紫外線吸収剤、防腐剤、殺菌剤、酸化防止剤、植物抽出物、pH調整剤、アルコール、色素、香料、血行促進剤、冷感剤、制汗剤、精製水などを挙げられるが、これに制限しないことは勿論である。

【0035】

上記翡翠の含浸粉体が含まれた化粧料組成物を化粧水、スキンローション、クリーム、セラム、エマルジョン、エッセンス、パウダー、ファンデーション、スプレー、日焼け止め、マスクパック、ジェルのいずれか一つの形態、より好ましくは、マスクパック、シートパック、睡眠パック、ウォッシュオフパック、ピールオフパックなどで剤形化することができるが、剤形において特別に限定されことなく、目的によって適宜選択して変更することができる。

【0036】

以下、本発明を実施例及び図面によってより詳しく説明する。しかし、本発明は、下記実施例によって限定されることはなく、本発明の技術的思想範囲内で様々な変形または修正することができることは、この分野における通常の知識を有する者には明白である。

【0037】

下記実施例1及び実施例2を製造するために、次の[表1]を用意した。

【0038】

【表1】

翡翠の粉末（春川玉）	玉山家製造
ポリメチルメタクリレート（PMMA、poly（methyl methacrylate））	LG PMMA製造
ジクロロメタン（DCM、Dichloromethane anhydrous）	Sigma-Aldrich製造、純度＞99.8%
ヘキサノール（Hexanol、1-hexanol）	Sigma-Aldrich製造、純度＞99%

【0039】

<実施例1>

上記[表1]を用意し、下記噴霧乾燥の方法によって翡翠の含浸粉体（以下、Jade Sphere）を製造した。

【 0 0 4 0 】

噴霧乾燥 (S p r a y - D r y i n g)

1) PMMA 40 g を溶媒 (D C M : H e x a n o l = 9 : 1、w t %) 1 L に溶解させた。

2) 翡翠の粉末 40 g を PMMA 溶液に入れた後、均質器 (H o m o g e n i z e r) を使って分散させた。

3) 翡翠の粉末が分散された PMMA 溶液を下記 [表 2] の条件で噴霧乾燥した。

【 0 0 4 1 】

【 表 2 】

内部湿度	30%以上
内部温度	室温維持
内部圧力	20atm
Feed rate	20%
Aspirator	70%

10

4) 翡翠の粉末が分散された PMMA 溶液は、噴霧乾燥中に持続的に攪拌器で攪拌させた。

5) 噴霧乾燥された翡翠の粉末 / PMMA 複合粉体粒子を十分洗浄した後、凍結乾燥して残存溶媒を完全に取り除いた後得た。

20

【 0 0 4 2 】

< 実施例 2 >

上記 [表 1] を用意し、下記電気噴霧方法によって翡翠の含浸粉体 (以下、J a d e S p h e r e) を製造した。

【 0 0 4 3 】

電気噴霧 (E l e c t r o S p r a y i n g)

1) PMMA 0.4 g を溶媒 (D C M : H e x a n o l = 9 : 1、w t %) 10 mL に溶解させた。

2) 翡翠の粉末 0.4 g を PMMA 溶液に入れた後、超音波粉碎機 (S o n i c a t o r) を使って分散した。

30

3) 翡翠の粉末が分散された PMMA 溶液を下記 [表 3] の条件で電気噴霧した。

【 0 0 4 4 】

【 表 3 】

内部湿度	30%以上
内部温度	室温維持
距離	15cm
フィード速度	20%
電圧	10kV

40

4) 電気噴霧された翡翠の粉末 / PMMA 複合粉体粒子を十分洗浄した後、凍結乾燥して残存溶媒を完全に取り除いた後得た。

【 0 0 4 5 】

< 比較例 1 >

上記 [表 1] の翡翠の粉末を単独で適用した。

【 0 0 4 6 】

図 1 は、比較例 1 の翡翠の粉末の走査電子顕微鏡 (S E M) イメージで、図 2 は、このような翡翠の粉末が多孔性高分子であるポリメチルメタクリレート (P M M A) 粒子の内

50

部に均一に含浸された実施例 1 の翡翠の含浸粉体の表面 (a) 及び切断面 (b) の走査電子顕微鏡 (S E M) イメージである。図 1 に示すように、無定形の荒い構造を持つ粒子である翡翠の粉末を噴霧乾燥及び電気噴霧方式を適用して、図 2 のようにポリメチルメタクリレート (P M M A) 粒子の内部に均一に含浸させることが可能である。

【 0 0 4 7 】

図 3 は、エネルギー分散型 X 線 (E D X : E n e r g y D i s p e r s i v e X - r a y) 分析装置で定量及び定性分析したイメージであって、実施例 1 の翡翠の含浸粉体 (a) と翡翠の含浸粉体に含まれた各元素をポイントで可視化 (b) したイメージである。本発明で適用された春川玉の主な成分である、カルシウム (C a 、 R e d p o i n t) 、マグネシウム (M g 、 B l u e p o i n t) イオンを確認することができ、これにより翡翠の粉末がポリメチルメタクリレート (P M M A) 全体に均一に含浸されて分布されたことを確認することができる。

10

【 0 0 4 8 】

項目別テスト

以下では、噴霧乾燥方法で製造された翡翠の含浸粉体の項目別テストを行った。

【 0 0 4 9 】

< 実験例 1 > 反射率テスト

色差計 (C o l o r M a t e 、 S c i n c o c o , l t d . 、 韓国) を利用して実験対象の 3 6 0 ~ 7 4 0 n m 反射率スペクトルを測定した。そして、反射率を測定するために P C ソフトウェアである C o l o r M a s t e r を使用した。反射率を測定して該当領域での遮断率を計算した。

20

【 0 0 5 0 】

図 4 に示すように、比較例 1 の翡翠の粉末と、実施例 1 の翡翠の含浸粉体はいずれも可視光線領域帯 (3 8 0 ~ 7 1 0 n m) での反射率が高く表れているが、特に 3 8 0 n m より長波長領域からは実施例 1 の翡翠の含浸粉体が比較例 1 の翡翠の粉末より高い反射率を示した。特に、ブルーライト領域である 3 8 0 ~ 5 0 0 n m では、このような反射率の格差が大きいことから、実施例 1 の翡翠の含浸粉体が比較例 1 の翡翠の粉末より高いブルーライト遮断率を示すことを分かる。

【 0 0 5 1 】

< 実験例 2 > 白色度 (W h i t e n e s s 、 % R) テスト

30

白色度は色の白い度合を 1 次元的に表した値であって、上記反射率テストで全可視光線領域の X Y Z 色差値を元に次のような数式を用いて白色度指数を導き出した。

$$W I = Y + 8 0 0 (x_n - x) + 1 7 0 0 (y_n - y) < C I E W h i t e n e s s >$$

$$X_n = 0 . 3 1 0 1 、 Y_n = 0 . 3 1 6 2 (C / 2 ^ \circ) 、 X_n = 0 . 3 1 3 8 、 Y_n = 0 . 3 3 0 9 (C / 2 ^ \circ)$$

【 0 0 5 2 】

図 5 に示すように、実施例 1 の翡翠の含浸粉体の白色度が 9 4 % で比較例 1 の翡翠の粉末の白色度 8 4 % より白色度が 1 0 % 改善された結果を表す。

【 0 0 5 3 】

< 実験例 3 > 孔隙率測定テスト

40

実施例 1 の翡翠の含浸粉体の気孔特性を分析するために、水銀 (H g) 浸透法分析を行った。P o r o s i m e t e r (A u t o p o r e I V 9 5 0 0 、 M i c r o m e t r i c s 、 L o n d o n d e r r y 、 N H 、 U S A) を利用して水銀の浸透体積 (I n t r u s i o n V o l u m e) 、平均気孔大きさ (4 V / A 、 V : V o l u m e 、 A : a r e a) 及び孔隙率 (P o r o s i t y) を測定して [表 4] に示す。

【 0 0 5 4 】

【表 4】

総浸透体積	1. 6 7 9 7 mL / g
総孔面積	1 5. 1 2 5 m ² / g
平均孔直径 (4 V / A)	4 4 4. 2 nm
0. 2 0 psiaにおけるバルク密度	0. 3 8 3 2 g / mL
孔隙率	6 4. 3 7 %

上記「総浸透体積」は、単位グラム当たり浸透される水銀の量、「総孔面積」は円筒状の面積で表した全ての気孔の面積、「平均孔直径」は全ての気孔サイズの平均値、「0. 2 0 psiaにおけるバルク密度」は0. 2 0 psiaでサンプルの気孔を含んだ実際密度を意味する。

【0 0 5 5】

その結果、実施例 1 の翡翠の含浸粉体の場合、4 4 4. 2 nm の平均気孔大きさと 6 4. 3 7 % の高い孔隙率を確認することができた。

【0 0 5 6】

< 実験例 4 > 吸油量テスト

秤とペトリ皿 (P e t r i d i s h) を利用して実施例 1 の翡翠の含浸粉体を 1 g 測量した後、スポイトを利用して人体の皮脂と類似の物性を持つトリグリセリド (T r i g l y c e r i d e) オイルを落とし、実施例 1 の翡翠の含浸粉体がしっとり濡れるまで要された吸油量を測定した。この時、スパチュラ (S p a t u l a r) を利用してオイルがよく濡れるようにミキシングする。

【0 0 5 7】

図 6 に示すように、実施例 1 の翡翠の含浸粉体の吸油量は 1. 7 mL / g であって、上記 3. 孔隙率測定テストで水銀の浸透体積 (T o t a l I n t r u s i o n V o l u m e) 1. 6 7 9 7 mL / g ととても類似であり、これはすなわち吸油量測定結果の信頼性を立証する結果であって、また翡翠の粉末に比べて最大 5 倍以上吸油量が増加したことを確認することができる。これは実施例 1 の翡翠の含浸粉体が翡翠の粉末を 5 0 重量 % 含んでいるにもかかわらず、大きい気孔サイズと高い孔隙率を維持することで発生する効果である。

【0 0 5 8】

以下、上記実施例 1 で製造された翡翠の含浸粉体を次の [表 5] に記載された造成 (重量 %) によってエマルジョン形態 (マスクパック) で剤形化し、項目別テストを行った。

【0 0 5 9】

10

20

30

【表 5】

区分	成分	比較剤形例 1	比較剤形例 2	剤形例 1
油相パート	セテアリルアルコール	4. 0 0	4. 0 0	4. 0 0
	ステアリン酸	0. 5 0	0. 5 0	0. 5 0
	パルミチン酸	0. 5 0	0. 5 0	0. 5 0
	水添レシチン	1. 0 0	1. 0 0	1. 0 0
	ステアリン酸グリセリル	1. 5 0	1. 5 0	1. 5 0
	トリエチルヘキサノイン	3. 0 0	3. 0 0	3. 0 0
	ひまし油オゾケライト	4. 0 0	4. 0 0	4. 0 0
	トリシロキサン	2. 0 0	2. 0 0	2. 0 0
	ジメチコン	2. 0 0	2. 0 0	2. 0 0
水相パート	香料	適量	適量	適量
	精製水	適量	適量	適量
	エチレンジアミン四酢酸	0. 0 5	0. 0 5	0. 0 5
	グリセリン	4. 0 0	4. 0 0	4. 0 0
	プロパンジオール	1 0. 0 0	1 0. 0 0	1 0. 0 0
	その他増粘剤、中和剤	適量	適量	適量
	防腐剤	適量	適量	適量
	春川玉	0. 0 0	1. 0 0	0. 0 0
	J a d e S p h e r e	0. 0 0	0. 0 0	1. 0 0

10

20

【 0 0 6 0 】

< 実験例 5 > 使用性評価テスト

本発明の比較剤形例 1、2 及び剤形例 1 につき、25～35 歳の女性 30 名を対象にして 1 日 2 回ずつ 1 ヶ月間使わせた後、密着性、広がり性、柔らかさ、粒子の固まり、化粧持続性などの項目を比べることにより、化粧料としての使用性を 1～5 点まで評価させ、その結果を下記[表 6]に示す。

【 0 0 6 1 】

30

【表 6】

区分	密着性	広がり性	柔らかさ	粒子の固まり	化粧持続性
比較剤形例 1	5	5	5	1	3
比較剤形例 2	2	3	2	5	2
剤形例 1	4	4	5	2	5

40

上記[表 6]を見れば、春川玉粉末を含んだ比較剤形例 2 の場合は、翡翠の粉末を全然含まない比較剤形例 1 に比べて粒子が固まる現象が大きく、密着性、広がり性、柔らかさ及び化粧持続性の全項目に対して低い評価値を示す。一方、翡翠の含浸粉体を含んだ剤形例 1 では、春川玉粉末を含んだ比較剤形例 2 に比べて粒子の固まりが大きく減り、密着性、広がり性が改善され、柔らかさと化粧持続性が比較剤形例 1 と類似したり向上した水準と示された。

したがって、本発明の翡翠の含浸粉体は、球状で起因する柔らかさと、高い孔隙率による皮脂吸油で起因する化粧持続性でも優秀な結果を示す。また、翡翠の粉末を含む比較剤形例 2 の最大の問題点であった粒子の固まりを大きく改善して白濁現象を防止できることを確認した。

50

【 0 0 6 2 】

< 実験例 6 > 剤形の反射率テスト

上記比較剤形例 1、2 及び剤形例 1 の剤形の可視光線領域内の遮断率を測定するために、色差計 (Color Mate、Scinco co, ltd.、韓国) を利用して実験対象の 360 ~ 740 nm 反射率スペクトルを測定した。そして、反射率を測定するために PC ソフトウェアである Color Master を使用した。

【 0 0 6 3 】

図 7 に示すように、剤形化された比較剤形例 1、2 及び剤形例 1 はいずれも粉末状態の反射率テスト結果と類似に表れたが、特にブルーライト領域の短波長の光であるほど翡翠の含浸粉体を含んだ製造例 1 の反射率の格差が大きいことから、翡翠の含浸粉体を剤形化しても高いブルーライト遮断率を示すことが分かる。

10

【 0 0 6 4 】

< 実験例 7 > 剤形の白色度 (Whiteness、% R) テスト

剤形の白色度は、色の白い度合を 1 次元的に表した値であって、上記剤形の反射率テストで全可視光線領域の XYZ 色差値を元に次のような数式を用いて白色度指数を導き出した。

【 0 0 6 5 】

$$WI = Y + 800(x_n - x) + 1700(y_n - y) < CIE Whiteness >$$

$$X_n = 0.3101, Y_n = 0.3162(C/2^\circ), X_n = 0.3138, Y_n = 0.3309(C/2^\circ)$$

20

【 0 0 6 6 】

図 8 に示すように、翡翠の粉末を含まない比較剤形例 1 に比べて翡翠の粉末または翡翠の含浸粉体を含んだ比較剤形例 2 及び剤形例 1 の白色度が有意的に向上したことが分かるし、微細ではあるが剤形例 1 の翡翠の含浸粉体の白色度が最も高い水準であることを確認した。

【 0 0 6 7 】

< 剤形例 2 >

以下、上記実施例 1 で製造された翡翠の含浸粉体を 0.1 重量% 含み、次の [表 7] に記載された造成 (重量%) によって通常的な方法で栄養化粧水を製造した。

【 0 0 6 8 】

30

【表 7】

成分	含量 (重量%)
精製水	残量
グリセリン	8.0
ブチレングリコール	4.0
ヒアルロン酸抽出物	5.0
β グルカン	7.0
カルボマー	0.1
グルコセラミド & 7, 8, 4'-トリヒドロキシイソフラボン	0.05
トリ (カプリル/カプリン酸) グリセリル	8.0
スクアラン	5.0
セテアシルグルコシド	1.5
ソルビタンステアレート	0.4
セテアシルアルコール	1.0
トリエタノールアミン	0.1
Jade Sphere	0.1

40

【 0 0 6 9 】

50

< 剤形例 3 >

以下、上記実施例 1 で製造された翡翠の含浸粉体を 3 . 0 重量 % 含み、次の[表 8]に記載された造成 (重量 %) によって通常的な方法で栄養クリームを製造した。

【 0 0 7 0 】

【表 8】

成分	含量 (重量%)
精製水	残量
グリセリン	3 . 0
ブチレングリコール	3 . 0
流動パラフィン	7 . 0
β グルカン	7 . 0
カルボマー	0 . 1
グルコセラミド& 7, 8, 4'-トリヒドロキシイソフラボン	3 . 0
トリ (カプリル/カプリン酸) グリセリル	3 . 0
スクアラン	5 . 0
セテアリルグルコシド	1 . 5
ソルビタンステアレート	0 . 4
ポリソルベート 6 0	1 . 2
トリエタノールアミン	0 . 1
J a d e S p h e r e	3 . 0

10

20

【 0 0 7 1 】

< 剤形例 4 >

以下、上記実施例 1 で製造された翡翠の含浸粉体を 5 . 0 重量 % 含み、次の[表 9]に記載された造成 (重量 %) によって通常的な方法でマッサージクリームを製造した。

【 0 0 7 2 】

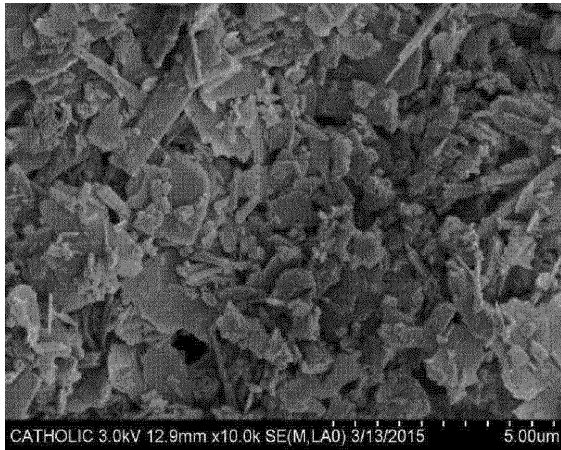
【表 9】

成分	含量 (重量%)
精製水	残量
グリセリン	8 . 0
ブチレングリコール	4 . 0
流動パラフィン	4 5 . 0
β グルカン	7 . 0
カルボマー	0 . 1
グルコセラミド& 7, 8, 4'-トリヒドロキシイソフラボン	1 . 0
トリ (カプリル/カプリン酸) グリセリル	3 . 0
蠟	4 . 0
セテアリルグルコシド	1 . 5
セスキオレイン酸ソルビタン	0 . 9
ワセリン	3 . 0
パラフィン	1 . 5
J a d e S p h e r e	5 . 0

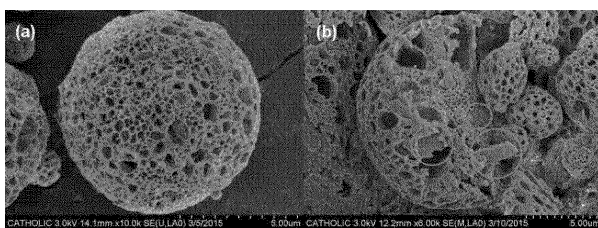
30

40

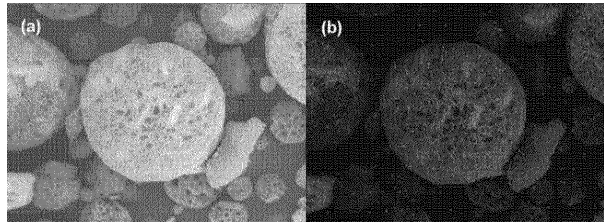
【図 1】



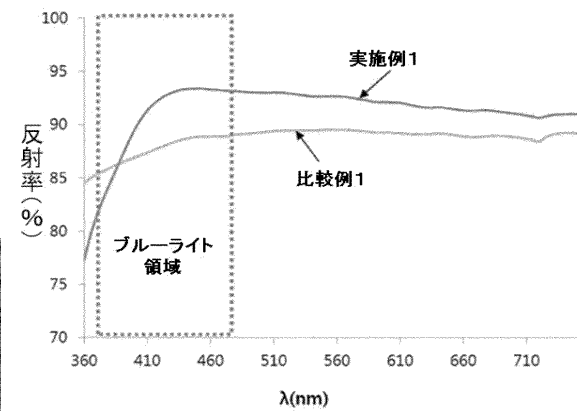
【図 2】



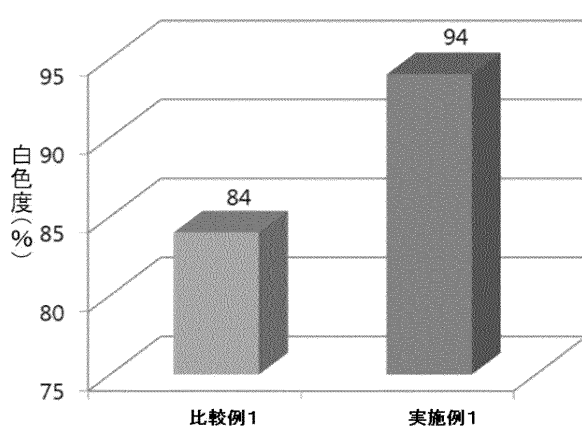
【図 3】



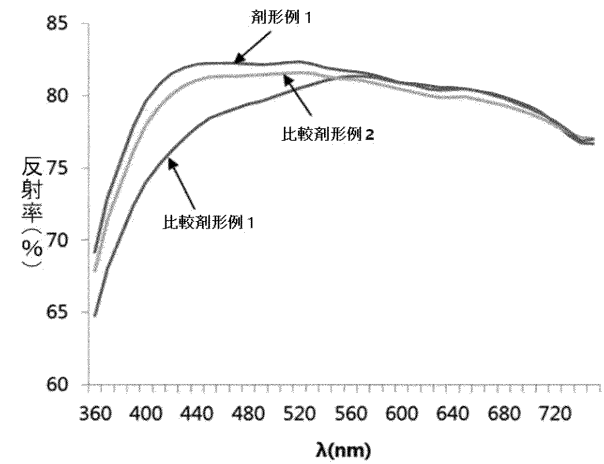
【図 4】



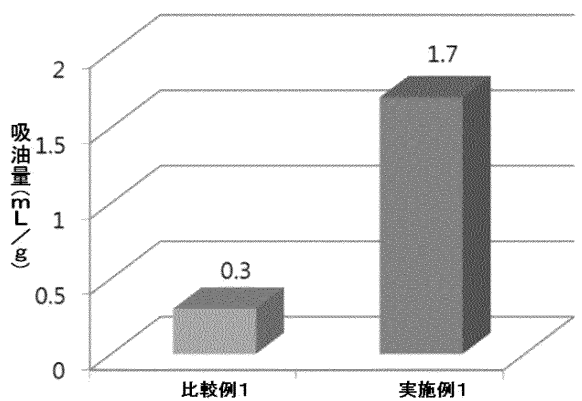
【図 5】



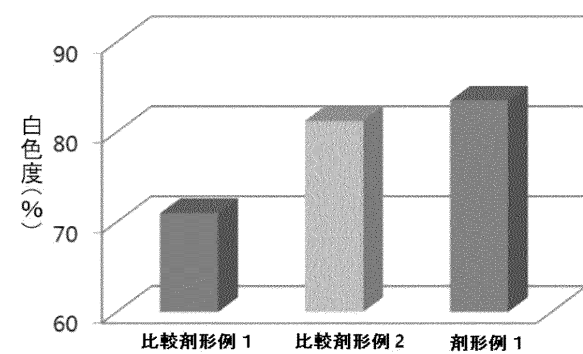
【図 7】



【図 6】



【図 8】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
A 6 1 Q	1/00	(2006.01)	A 6 1 Q 1/00
C 0 8 J	3/12	(2006.01)	C 0 8 J 3/12

前置審査

- (72)発明者 イ・ヒョンソク
大韓民国17074キョンギド、ヨンインシ、キフング、ヨングデロ1920番(ボラドン)
- (72)発明者 ペク・ドンヒョン
大韓民国14914キョンギド、シフンシ、ウンヘンロ243-17、102-1702(テヤドン、チョング・アパートメント)
- (72)発明者 チョ・ガヨン
大韓民国17074キョンギド、ヨンインシ、キフング、ヨングデロ1920番(ボラドン)
- (72)発明者 キム・ヒョンジュン
大韓民国17074キョンギド、ヨンインシ、キフング、ヨングデロ1920番(ボラドン)
- (72)発明者 チョン・ヘジン
大韓民国17074キョンギド、ヨンインシ、キフング、ヨングデロ1920番(ボラドン)
- (72)発明者 チャン・ドンヒョク
大韓民国17074キョンギド、ヨンインシ、キフング、ヨングデロ1920番(ボラドン)
- (72)発明者 キム・ヨンジン
大韓民国17074キョンギド、ヨンインシ、キフング、ヨングデロ1920番(ボラドン)
- (72)発明者 クォン・イギョン
大韓民国17074キョンギド、ヨンインシ、キフング、ヨングデロ1920番(ボラドン)
- (72)発明者 イ・ジョンファン
大韓民国17074キョンギド、ヨンインシ、キフング、ヨングデロ1920番(ボラドン)
- (72)発明者 チェ・ソンウク
大韓民国14613キョンギド、プチョンシ、ウォンミグ、チュンドンロ108番、112-1102(チュンドン、パリス・カウンティ)

審査官 ▲高▼ 美葉子

- (56)参考文献 特開2008-239897(JP,A)
特開2010-185028(JP,A)
国際公開第2007/069694(WO,A1)
特開2011-057889(JP,A)
特開2011-020948(JP,A)
特開2001-226247(JP,A)
特開2000-169525(JP,A)
特表2002-542318(JP,A)
特開昭57-098205(JP,A)
欧州特許出願公開第01217035(EP,A1)
特表2018-509420(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A 6 1 K	8 / 0 0 - 8 / 9 9
A 6 1 Q	1 / 0 0 - 9 0 / 0 0
C 0 8 J	3 / 1 2
C 0 8 J	9 / 3 6

C A p l u s / M E D L I N E / K O S M E T / B I O S I S (S T N)