

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. <sup>6</sup> C09C 1/30 A61K 7/00	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2005년06월16일 10-0421597 2004년02월24일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-1998-0706214	(65) 공개번호	10-1999-0082481
(22) 출원일자	1998년08월11일	(43) 공개일자	1999년11월25일
번역문 제출일자	1998년08월11일		
(86) 국제출원번호	PCT/EP1997/000202	(87) 국제공개번호	WO 1997/30126
국제출원일자	1997년01월15일	국제공개일자	1997년08월21일

(81) 지정국

국내특허 : 아일랜드, 알바니아, 오스트레일리아, 보스니아 헤르체고비나, 바르바도스, 불가리아, 브라질, 캐나다, 중국, 쿠바, 체코, 에스토니아, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬란드, 일본,

AP ARIPO특허 : 케냐, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 케냐,

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 오스트리아, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 핀란드, 영국,

(30) 우선권주장                    9602797.4                    1996년02월12일                    영국(GB)

(73) 특허권자                    크로스필드 리미티드  
영국 더블유에이5 1에이비 체쉬어 와링톤 बैं크 웨이

(72) 발명자                    베인즈, 파멜라  
영국 더블유에이5 2큐엘 체셔 와링톤 펜케쓰 위티코움 로드 11

스태니어, 피터, 윌리엄  
영국 씨더블유11 9이에스 체셔 샌드배치 엘위쓰 그레이지 웨이 66

(74) 대리인                    김영  
   주성민

심사관 : 이동욱

(54) 입자형태의 무기재료

요약

본 화장용 조성물은 사용 조건하에, 습윤 체 분석으로 측정될 때 5 중량% 미만, 바람직하게는 2 중량% 미만, 가장 바람직하게는 1 중량% 미만이 45 마이크론을 넘는 입자 크기로 부서지는, 과립 형태의 무기 재료를 포함한다.

명세서

기술분야

본 발명은 화장용 조성물에 유용한 입자 형태의 무기 재료에 관한 것이다. 본 발명은 가장 구체적으로는 각질 제거 및(또는) 마사지 및(또는) 클렌징 재료에 관한 것이다. 또한, 본 발명은 상기 무기 재료를 함유하는 화장용 조성물에 관한 것이다.

## 배경기술

피부 각질 제거 및 클렌징은 전신 미용의 본질적인 요소이다. 각질 제거 조성물은 당 기술 분야에 잘 알려져 있다. 그러한 조성물은 연마에 의해 표피로부터 잔류 메이크업 및 죽은 세포를 제거하여 모공이 막히는 것을 예방한다. 이것은 상기 조성물 중에 현탁된 연마 입자에 의해 이루어진다.

과거에는 2 종의 미립자 연마제, 탄산칼슘 및 살구씨의 내과피가 사용되었다. 최근, 이러한 연마제는 고유한 서걱거리는 느낌 (grittiness)을 가지며, 따라서 화장용 제제를 사용하는 동안 사라질 수 있는 초기 피부 촉감을 갖는 연마제를 제조하는 것이 바람직하다고 인식되었다.

그러하여, EP-A-670,712호에는 0.03 내지 3 mm 범위의 입자 크기를 갖는 미립자 각질 제거제를 포함하는 각질 제거 조성물이 개시되어 있는데, 이 미립자 재료는 0.01 내지 0.2 마이크로 범위의 초기 입자 크기를 갖는 응집된 실리카를 포함하고, 부서지기 쉬우며, 조성물의 사용 조건하에서 40 마이크로 미만의 평균 크기를 갖는 입자로 부서진다.

실리카 응집물 중 한 가지 유형만이 본 명세서에 개시되어 있고, 시덴트 (Sident) 22S 응집물로서 기재된다.

본 명세서에는, 현탁된 연마제의 고유한 서걱거림이 없는 연마제가 개시되어 있다. 40 마이크로 미만의 평균 크기를 갖는 입자는 서걱거림이 느껴지지 않으며, 평균 입자 크기는 박피제 입자가 부서진 후 40 μm 미만으로 될 것임이 추가로 개시되어 있다.

서걱거림이 감소되기는 하였지만, 입자는 사용자에게 여전히 피부상의 잔재로서 느껴짐이 발견되었다.

입자가 부서짐에 따른 바람직한 특성은 피부에 크림과 같은 매끄러운 비누 거품 및 온화한 클렌징의 효과가 사용한 사람에게 의해 인지된다는 것이다. EP-A-670,712호에 개시된 바와 같은 실리카 응집물의 용도는 이러한 효과를 나타내지 않는데, 실리카 응집물이 완전히 부서지지 않아서, 보다 작은 입자를 제공할 수 있는 증점 효과가 생성된 비누 거품에 발휘될 수 없기 때문임이 알려져 왔다.

그러므로, 필요한 각질 제거가 이루어지는 동안, 더 이상 감지되지 않는 수준으로 점진적으로 부서지는 각질 제거 입자가 요구된다. 또한, 그러한 각질 제거 입자는 화장용 조성물 중에서 부서질 때 크림과 같은 매끄러운 비누 거품을 내는 것이 바람직하다.

### <시험 및 정의>

#### i) 오일 흡수력

오일 흡수력은 ASTM 스파툴라 러브-아웃 (rub-out) 방법에 의해 결정하였다 (American Society of Test Material Standards D, 281).

시험은 아마씨 오일과 실리카를 뺏뺏한 퍼티(putty)같은 페이스트가 형성되고 스파툴라로 잘려질 때 부서지거나 분리되지 않을 때까지 매끄러운 표면 상에서 스파툴라를 사용하여 문질러서 혼합하는 원리를 기초로 한다. 사용된 오일의 부피를 하기 식에 대입한다.

$$\text{오일 흡수력} = [\text{오일 흡수량 (cm}^3\text{)} \times 100] / [\text{실리카 시료의 중량 (g)}]$$

$$= \text{오일 (cm}^3\text{)} / \text{실리카 100 g}$$

#### ii) 중량 평균 입자 크기

응집되기 전 수불용성 미립자의 중량 평균 입자 크기는 MS15 시료 표시 단위를 갖는 맬버른 마스터사이저 (Malvern Mastersizer) 모델 X (Worcester shire Malvern 소재의 맬버른 인스트루먼트 (Malvern Instruments) 제품)를 사용하여 결정하였다. 이 기구는 저장도 He/Ne 레이저를 이용하는 프라운호퍼 (Fraunhofer) 회절의 원리를 사용한다. 수불용성 미립자를 물 중에서 7 분 동안 초음파로 분산시켜 수성 현탁액을 형성한 다음, 기구의 작동 안내서에 개설되어 있는 탐지계 중의 45 mm 렌즈를 이용하는 측정 방법을 수행하기 전에 기계적으로 교반하였다.

맬버른 입자 크기 측정기 (Malvern Particle Sizer)로 수불용성 미립자의 중량 입자 크기를 측정한다. 중량 평균 입자 크기 ( $d_{50}$ ) 또는 50 백분위수, 10 백분위수 ( $d_{10}$ ) 및 90 백분위수 ( $d_{90}$ )는 이 기구에 의해 산출된 데이터로부터 쉽게 얻어진다.

#### iii) 과립의 강도

EP-A-670,712호에는 무수 분말 상태의 응집물 강도를 측정하는 시험이 기재되어 있다. 이 시험은 화장용 조성물이 사용되는 경우, 우세한 조건을 나타내지 않으며 과립은 수성계 중에서 부서진다.

따라서, 물의 존재하에 수행되고, 과립이 제어된 탈응집이 되도록 하는 보다 대표적인 시험을 개발할 필요가 있었다.

과립 붕괴 특성화는 마이크로손 (Microson) XL2020 소니케이터 프로그램 가능한 초음파 액체 프로세서 (New York Farmingdale 소재의 미소닉스 인크. (Misonix Inc.)에서 제조하며, 영국에서는 Avon 소재의 랩케어 시스템 리미티드 (Labcaire Systems Ltd)에서 공급함)를 사용하여 수행하였다.

마이크로손 XL2020 소니케이터 초음파 프로세서는 20 KHz 변환기로 최대 550 와트 출력을 가지며, 3/4 인치 탭핑된 호른이 장착되어 있다. 이 프로세서는 다양하게 진폭이 제어되고 전력 출력과 경과 시간이 표시되는 펄스 싸이클 타이머를 포함하는 마이크로 프로세서 제어 디지털 타이머를 갖는다.

압전기 변환기는 20 KHz의 주파수에서 전기 에너지를 기계적 에너지로 변환시킨다. 압전기 결정체의 진동이 전송되어, 에너지를 처리될 액체 중으로 방사하는 티타늄 붕괴호른에 의해 집중된다. 강한 음파에 의해 발생하는 현미경적인 증기 기포의 형성 및 붕괴인, 캐비테이션(cavitation)으로 공지된 현상은 전단 및 인열 작용을 발생시킨다. 거의 모든 활동도는 탐침 팁의 정면에서만 일어난다.

발전기는 20 KHz에서 고압 펄스의 에너지를 제공하고, 점도 및 온도와 같은 변화하는 적재 조건에 순응한다. 이것은 임피던스 변화를 감지하고, 자동적으로 탐침 팁에 대해 전력을 증가시키거나 감소시킨다.

3/4 인치 탐침은 25 내지 500 ml 부피를 처리하는 중간 강도 호른이다. 탐침의 팁에서 최대 진폭은 60 마이크론이다. 그리하여, 출력 제어 조절점 10에서 작동하는 소니케이터 프로세서는 탐침의 팁에서 60 마이크론의 진폭 (팁의 방사상 정면의 최고 진폭에 대한 피크)을 갖는다.

따라서, 출력 제어 노브(knob) (또는 진폭 조절 노브)와 탐침의 팁에서의 진폭 사이에는 직선 관계가 있고, 즉 제어 노브 조절점 당 6 마이크론의 진폭이다. 발전기는 에너지를 끌어내어 주어진 출력 제어 조절점에 대해 팁에서 일정한 진폭을 유지시킨다. 이것은 출력 전력 미터 (%) 상에 표시되며, 와트로 나타낸 에너지이다 (즉, 출력 = %/100×이용가능한 550 와트 = 전달된 x 와트).

심포지움 [9th Annual Technical Symposium of the Ultrasonic Industry Association, entitled "Application of Ultrasonic Processors (Power vs Intensity in Sonification)"]에서 발표된 미스터 에스 벌리너 (Mr S Berliner, 히트 시스템즈-울트라소닉스 인크. (Heat Systems-Ultrasonics Inc.) 기술 서비스의 디렉터)의 논문은 이 실험 기술에 연관된 원리에 대한 보다 상세한 정보를 제공한다.

<방법>

250 ml 파이렉스 비이커를 절연시키고, 중앙에 3/4 인치 구멍이 있는 마개를 끼워 초음파 탐침을 설치하고, 측면에 1/8 인치 구멍을 뚫어 온도 탐침을 설치한다.

절연시킨 비이커 중에 최종 중량 200 g으로 얻는데 필요한 양으로 21 °C의 일정한 온도에서 유지된 탈이온수와 무기 과립을 칭량해 넣는다. 자기 교반기 바아를 비이커 중에 넣고, 비이커를 온도 센서가 장착된 자기 교반기 열판 (스테인레스강철 PT-100 온도 센서 열판 및 rpm 속도 교반기가 장착된 Heidolph MR3003 자기 교반기 열판, Manchester 소재의 오름 사이언티픽 (Orme Scientific)으로부터 입수) 상에 위치시킨다. 비이커 내용물을 조절점 3 (약 300 rpm)에서 교반하고, 초음파 탐침을 액체 중으로 5/8 인치 깊이까지 담그고, 온도 센서를 액체 중으로 삽입하여 계속적으로 온도를 모니터링한다.

소니케이터 울트라소닉 프로세서의 스위치를 켜고, 처리 시간 및 펄스 모드 상의 정보를 필요에 따라 프로그램한다.

온도 프로필을 면밀히 모니터링하면서, 출력 제어 노브를 목적하는 진폭 조절점으로 돌려서 캐비테이션을 계에 도입한다. 팁에서 진폭을 유지하는데 필요한 % 전력 출력도 또한 조절점에 따라 기록한다.

캐비테이션 처리가 완료되면, 교반기의 스위치를 끄고 자기 교반기 바아를 제거한다. 스파툴라로 수동 교반을 계속하여 분산을 유지한다.

+ 45 마이크론 습윤 체 시험 방법

무기 입자 분산액을 45 마이크론 체를 통해 붓는다. 비이커 중의 어떠한 잔사든 초기 물의 양의 절반을 사용하여 체를 통해 세척한다. 이어서, 체를 105 °C의 오븐 중에서 일정한 중량으로 건조시킨다. 45 마이크론 체의 상부에 남아있는 잔사를 칭량하고, 무기 과립의 초기 중량의 백분율로 표시한다. 체에 보유된 양이 많을수록 과립의 응집물 강도가 강해지고, 부서시키기 가 더욱 어려워진다. 최적 생성물은 체에 잔류하는 잔사를 남기지 않을 것이다.

과립은 화장용 조성물 중에서 만족스럽게 부서짐이 밝혀져 왔는데, 조절점 10 (60 마이크론의 진폭)에서 7 분 동안 초음파 분해한 후 + 45 마이크론 체 상에 5 중량% 미만, 바람직하게는 2 중량% 미만, 가장 바람직하게는 1 중량% 미만의 잔사를 남길 것이다.

iv) 체 분석에 의한 입자 크기 분포

과립 조성물의 실제 입자 크기 분포를 정확하게 측정하는 것은 체 분석을 사용하여 수행한다.

시료 100 g을 과립의 입자 크기 범위에 해당되는 약 50 마이크론 간격의 일련의 BS 체의 상부 체 상에 위치시킨다. 체는 가장 고운 것이 일련의 체 중의 최하부에, 가장 굵은 것이 최상부에 배열된다. 체를 기계적 진동기, 예를 들면, 인클리노(Inclino) 기계적 체 진탕기 (파스칼 엔지니어링 코. 리미티드 (Pascal Engineering Co. Ltd.)) 중에 위치시키고, 뚜껑을 덮고 10 분 동안 진탕한다. 각각의 체 분획을 정확히 칭량하고, 결과를 계산한다.

$$\text{잔사 (\%)} = [\text{잔사의 중량} \times 100] / [\text{시료의 중량}]$$

v) BET 표면적

표면적은 소르티 (Sorpty) 1750 장치 (이탈리아의 카를로 에르바 캄페니 (Carlo Erba Company)에서 공급)로 단일점 방법을 사용하면서, 브루나우어 (Brunauer), 에메트 (Emmett) 및 텔러 (Teller) (BET)의 표준 질소 흡착 방법을 사용하여 결정한다. 시료는 측정하기 전에 270 °C에서 1 시간 동안 진공하에 기체를 제거하였다.

<발명의 일반적 설명>

본 발명의 첫째 목적은 60 마이크론의 진폭으로 7 분 동안 초음파 분해한 후 5 중량% 미만, 바람직하게는 2 중량% 미만, 가장 바람직하게는 1 중량% 미만의 잔사가 45 마이크론 체 상에 잔류하는 과립 강도를 갖는 과립 형태의 무기 재료를 제공하는 것이다.

바람직하게는, 무기 재료는 95 중량% 이상의 무정형 실리카를 포함한다. 더욱 바람직하게는, 무기 재료는 95 중량% 이상의 무정형 실리카 응집물을 포함한다.

보다 바람직하게는, 과립 형태의 무기 재료는 95 중량% 이상의 수불용성 미립자를 포함하고, 5 내지 90 %의 수불용성 미립자는 20 마이크론 미만의 중량 평균 입자 크기 및 90 내지 145 cm<sup>3</sup>/100 g의 오일 흡수력을 가지며, 무정형 실리카, 알루미늄, 탄산칼슘, 인산이칼슘, 삼염기인산칼슘, 불용성 메타인산나트륨, 피로인산칼슘, 히드록시아파타이트, 펠라이트, 제올라이트, 탄산마그네슘, 경석으로 구성된 군으로부터 선택되는 수불용성 미립자 재료로 만들어지고, 5 내지 90 %의 수불용성 미립자는 20 마이크론 미만의 중량 평균 입자 크기 및 150 내지 190 cm<sup>3</sup>/100 g의 오일 흡수력을 갖는 무정형 실리카로 만들어진다.

또한 보다 바람직하게는, 무기 재료는 95 중량% 이상의 수불용성 미립자를 포함하고, 5 내지 90 %의 수불용성 미립자는 20 마이크론 미만의 중량 평균 입자 크기 및 90 내지 145 cm<sup>3</sup>/100 g의 오일 흡수력을 가지며, 알루미늄, 탄산칼슘, 인산이칼슘, 삼염기인산칼슘, 불용성 메타인산나트륨, 피로인산칼슘, 히드록시아파타이트, 펠라이트, 제올라이트, 탄산마그네슘, 경석으로 구성된 군으로부터 선택되는 수불용성 미립자 재료로 만들어지고, 5 내지 90 %의 수불용성 미립자는 20 마이크론 미만의 중량 평균 입자 크기 및 130 내지 190 cm<sup>3</sup>/100 g의 오일 흡수력을 갖는 무정형 실리카로 만들어진다.

바람직하게는, 무기 재료는 체 분석으로 측정할 때 95 %가 1000 마이크론 미만이고, 95 %가 45 마이크론을 넘는 입자 크기를 갖는다.

과립 형태의 무기 재료는 임의의 응집 또는 압축 기술에 의해 제조할 수 있다.

응집은 예를 들면, 팬 조립, 건식 로울러 압축, 압출 성형, 분사 조립 또는 회전 디스크 조립에 의해 성취될 수 있다.

응집을 팬 조립기 중에서 수행하는 경우, 본 발명의 생성물에 대한 물:고체 비율은 바람직하게는 1.0:1 내지 1.25:1이다. 이 비율은 정확한 강도의 응집물을 성취시키는데 중요한데, 이보다 낮으면 재료가 분말로 남아있고, 이보다 높으면 페이스 트가 형성되기 때문이다. 이 방법을 사용하여 응집물을 건조시킬 필요가 있다. 이러한 건조는 여러 가지 방식, 예를 들면, 오븐 또는 유동층 중에서 수행할 수 있다. 이 건조 단계 동안, 필요한 정도의 강도로 응집물로 만든다.

일단 압축되면, 응집물은 생성물 사용시에 목적하는 입자 크기 범위에 따라 크기가 감소된다.

응집물의 다공성 특징에 기인하여, 그들은 안료, 방향제, 향료 또는 다른 화장용 성분과 같은 화장용 이점을 주는 물질에 대해 전달 비히클로서 작용하는 것이 가능하다. 그러한 물질은 재료의 공극 내에 함유될 수 있다.

착색 과립이 필요한 경우, 적절한 착색 안료, 예를 들면, 등록 상표 코스메닐 (Cosmenyl)의 안료 분산액, 등록 상표 호스타퍼 (Hostaperm)인 안료 분말, 코스메틱 핑크 (Cosmetic Pink) RC 01 (D & C Red No 30, 헤켈스트 (Hoechst)에서 공급) 또는 울트라마린 그레이드 (Ultramarine Grade 54, 홀리데이 피그먼트즈 (Holiday Pigments)에서 공급)를 과립의 강도에 영향을 주지 않으면서 과립 조성물에 가할 수 있다.

본 발명의 둘째 목적은 그러한 과립 형태의 무기 재료를 포함하는 화장용 조성물을 제공하는 것이다.

화장용 조성물을 예를 들어 피부에 손 마사지하여 사용하는 경우, 발생하는 전단력 및 파쇄력은 과립 형태의 무기 재료 입자가 단기간 경과 후에, 전형적으로는 10 내지 25 초 후에, 바람직하게는 20 초가 되기 전에 더 이상 느껴질 수 없는 정도로 부서지게 한다.

본 발명의 셋째 목적은 과립 형태의 무기 재료가 화장용 조성물을 사용하는 조건하에 습윤 체 분석으로 측정될 때 5 중량% 미만, 바람직하게는 2 중량% 미만, 가장 바람직하게는 1 중량% 미만이 45 미크론을 넘는 입자 크기로 부서지는 것을 특징으로 하는, 과립 형태의 무기 재료를 포함하는 화장용 조성물을 제공하는 것이다.

바람직하게는, 화장용 조성물은 액체, 에멀션 또는 다중 에멀션 형태이다. 고체 대 액체 비율 및 액체상의 점도를 적절하게 조절함으로써, 조성물은 고점도 페이스트 또는 겔로부터 저점도 액체로 임의의 물질 형태를 취할 수 있다.

본 발명의 화장용 조성물에 있어서, 과립 형태의 무기 재료의 함량은 1 내지 20 중량%, 바람직하게는 1 내지 10 중량%, 보다 바람직하게는 3 내지 10 중량%, 더욱 바람직하게는 3 내지 5 중량%이다.

본 발명의 화장용 조성물은 생성물의 최종 용도에 따라 1종 이상의 첨가 성분을 함유할 수 있고, 대표적인 최종 용도는 개인용 세정 제품, 예를 들면, 샤워겔, 세안제 및 샴푸이다.

클렌징 조성물은 바람직하게는 음이온성, 비이온성, 양쪽성 및 썬비터이온성 계면 활성제로부터 선택된 1종 이상의 계면 활성제 및 그의 혼합물도 또한 포함한다. 계면 활성제는 총량의 1 내지 50 중량%, 바람직하게는 약 2 내지 30 중량%로 존재할 수 있다.

물은 본 발명의 화장용 조성물의 또 다른 성분이며, 10 내지 90 중량%, 바람직하게는 20 내지 80 중량%, 보다 바람직하게는 40 내지 75 중량%로 존재할 수 있다.

본 발명의 화장용 조성물에 있어서, 1종 이상의 증점제 또는 현탁제는 과립 형태의 무기 재료가 조성물 전체에 안정하게 분산되어 잔존하는 정도로 함유되는 것이 바람직하다. 이러한 작용제는 그 특성에 따라 조성물 중에 총량의 0.1 내지 60 중량%로 존재할 수 있다.

본 발명의 화장용 조성물은 두발 또는 피부 화장용 조성물에서 통상적으로 발견되는 다른 성분도 또한 함유할 수 있다.

본 발명에 따른 조성물은 화장용 조성물, 예를 들면, 세안용 스크럽을 제조하는 통상의 방법에 의해 제조할 수 있다. 현탁액이 계면 활성 라멜라상 형성을 끝내는 경우라도, 미립자 재료는 분산 입자를 안정화시키는 라멜라상이 형성되기 전에 조성물 중에 혼합하여 성공적이고 안정하게 혼합하는 것이 바람직하다. 다른 방법으로는, 크림 및 페이스트에 대한 기본 조성물은 기본 성분에 증점제 또는 현탁제를 사용할 경우 이를 혼합한 후 미리 제조된 미립자 재료를 낮은 전단력으로 혼합함으로써 제조할 수 있다.

본 발명에 따른 조성물의 제조에 있어서, 모든 혼합 절차는 과립 형태의 무기 재료가 입자의 균열을 초래할 정도의 큰 힘을 받지 않는 충분히 낮은 전단력으로 행하는 것이 중요하다.

### 발명의 상세한 설명

하기 실시예를 들어 본 발명을 추가로 설명한다.

#### <실시예 1 (비교예)>

실리카 과립을 EP-A-670,712호에 따라 제조하였다. 고급 구조의 단일 실리카인 소르보실 (Sorbosil) TC15 (영국의 조세프 크로스필드 앤드 선즈 (Joseph Crosfield and Sons)로부터 입수)를 서먼 (Sirman) SV6 혼합기 (Wales Blaenau Ffestiniog 소재의 멧칼페 캐터링 이퀴프먼트 리미티드 (Metcalf Catering Equipment Ltd))를 사용하여 탈이온수로 200 g 분말 배치 크기, 실험실 규모로 응집시켰다.

이어서, 생성된 습윤 응집물을 150 °C 오븐에서 4 시간 동안 건조시키고, 조심스럽게 500 미크론 스크린을 통과시키고, 106 미크론 체로 걸러 입자 크기 분포를 조절하였다.

이 실리카는 하기 특성을 나타냈다.

소르보실 TC15\*

오일 흡수력 (cm<sup>3</sup>/100 g) 339

중량 평균 입자 크기 (미크론): D10 5.6

D50 12.9

D90 29.3

표면적 (m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>) 260

\* - 영국의 크로스필드 리미티드 (Crosfield Ltd)로부터 입수.

과립 조성물 강도 및 과쇄 특성화를 결정하기 위해, 응집된 실리카 과립을 '시험 및 정의'의 항목 iii)에 기재된 마이크로손 XL2020 소니케이터를 사용하여 초음파 분해하였다.

시험에 사용된 과립의 중량은 1 g이었고, 탈이온수를 가하여 최종 중량을 200 g으로 하였다. 초음파 프로세서는 시간 및 펄스 모드로 프로그램하여 팁에서 최대 진폭으로 7 분 동안 수행하였다. 프로세서는 30 초 동안 펄스를 주고, 20 초 동안 펄스를 끊도록 프로그램하여 열 증가를 최소로 하면서 총 프로세싱 시간을 7 분으로 수행하였다. 출력 제어 노브를 조절점 10으로 돌려 팁에서 60 마이크론의 최대 진폭으로 하고, 프로그램을 시작하였다. 분산액의 온도를 계속 모니터하여, 42 °C로 증가됨을 발견하였다.

캐비테이션이 완료되었을 때, 무기 입자 분산액을 45 마이크론 체를 통해 붓고, '시험 및 정의'의 항목 iii)에 기재된 일정한 중량으로 건조시켰다.

초음파 분해를 사용하지 않고 45 마이크론에 보유되는 습윤 체 잔사를 결정하기 위해, 응집물:물 동중량을 상기 기재된 바와 같이 사용하였다. 무기 입자 분산액을 스톱라로 교반하여 분산을 유지하고, 45 마이크론 체를 통해 직접 붓고, 탈이온수 100 cm<sup>3</sup>를 통해 세척하고, '시험 및 정의'의 항목 iii)에 기재된 일정한 중량으로 건조시켰다.

<실시에 2 (비교예)>

2종의 실리카, 고급 구조 소르보실 TC15 및 저급에 인접한 중급 구조 소르보실 AC77 (영국의 크로스필드 리미티드로부터 입수)을 1:1 중량비로 함께 혼합하고, 서면 SV6 혼합기 (Wales Blaenau Ffestiniog 소재의 멧갈페 캐터링 이퀴프먼트 리미티드에서 공급)를 사용하여 탈이온수 (물:고체 비율 1.33:1)로 200 g 분말 배치 크기, 실험실 규모로 응집시켰다.

이어서, 생성된 습윤 응집물을 150 °C 오븐 중에서 4 시간 동안 건조시키고, 조심스럽게 500 마이크론 스크린을 통과시키고, 106 마이크론 체로 걸러 입자 크기 분포를 조절하였다.

소르보실 AC77은 하기 특성을 나타냈다.

소르보실 AC77\*

오일 흡수력 (cm<sup>3</sup>/100 g) 129

중량 평균 입자 크기 (마이크론): D10 2.7

D50 8.1

D90 17.8

표면적 (m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>) 120

응집된 실리카의 과립 조성물 강도 및 분쇄 특성화는 실시예 1에 기재된 바와 같이 수행하였다.

<실시에 3 (본 발명)>

2종의 실리카, 저급에 인접한 중급 구조 소르보실 AC39\* 및 중급 구조 네오실 (Neosyl) AC\*를 3:1 중량비로 함께 혼합하였다. 생성된 실리카 혼합물을 서면 SV6 혼합기 (Wales Blaenau Ffestiniog 소재의 멧갈페 캐터링 이퀴프먼트 리미티드에서 공급)를 사용하여 탈이온수 (물:고체 비율 1.1:1)로 200 g 분말 배치 크기, 실험실 규모로 응집시켰다 (\* - 영국의 크로스필드 리미티드로부터 입수).

이어서, 생성된 습윤 응집물을 150 °C 오븐 중에서 4 시간 동안 건조시키고, 조심스럽게 500 마이크론 스크린을 통과시키고, 106 마이크론 체로 걸러 입자 크기 분포를 조절하였다.

실리카는 하기 특성을 나타냈다.

특성	소르보실 AC39 (*)	네오실 AC (*)
오일 흡수력 (g/100 g)	125	155
중량 평균 입자 크기 (마이크론) D <sub>10</sub>	3.2	3.7
D <sub>50</sub>	11.3	11.9
D <sub>90</sub>	31.7	38.1
* - 영국의 크로스필드 리미티드로부터 입수.		

응집된 실리카의 과립 조성물 강도 및 분쇄 특성화를 실시예 1에 기재된 바와 같이 수행하였다.

<실시예 4 (본 발명)>

실리카 2종, 중급 구조 네오실 AC\* 및 저급에 인접한 중급 구조 소르보실 AC35\*를 9:1 중량비로 함께 혼합하였다. 생성된 실리카 혼합물을 서면 SV6 혼합기 (Wales Blaenau Ffestiniog 소재의 멧갈페 캐터링 이퀴프먼트 리미티드에서 공급)를 사용하여 탈이온수 (물:고체 비율 1.25:1)로 200 g 분말 배치 크기, 실험실 규모로 응집시켰다 (\* - 영국의 크로스필드 리미티드로부터 입수).

이어서, 생성된 습윤 응집물을 150 °C 오븐 중에서 4 시간 동안 건조시키고, 조심스럽게 500 미크론 스크린을 통과시키고, 106 미크론 체로 걸러 입자 크기 분포를 조절하였다.

소르보실 AC35은 하기 특성을 나타냈다.

소르보실 AC35\*

오일 흡수력 (cm<sup>3</sup>/100 g) 100

중량 평균 입자 크기 (미크론): D10 1.6

D50 10.0

D90 29.7

<실시예 5 (본 발명)>

2종의 실리카, 저급에 인접한 중급 구조 소르보실 AC39\* 및 중급 구조 네오실 AC\*를 9:1 중량비로 함께 혼합하였다. 생성된 실리카 혼합물을 서면 SV6 혼합기 (Wales Blaenau Ffestiniog 소재의 멧갈페 캐터링 이퀴프먼트 리미티드 공급)를 사용하여 탈이온수 (물:고체 비율 1.1:1)로 200 g 분말 배치 크기, 실험실 규모로 응집시켰다 (\* - 영국의 조세프 크로스필드 & 선즈로부터 입수).

이어서, 생성된 습윤 응집물을 150 °C 오븐 중에서 4 시간 동안 건조시키고, 조심스럽게 500 미크론 스크린을 통과시키고, 106 미크론 체로 걸러 입자 크기 분포를 조절하였다.

<실시예 6 (본 발명)>

착색 응집물은 실시예 3과 동일한 실리카 조성 혼합물 97 %에 실리카 혼합물 중에 혼합된 3 % 울트라마린 블루 등급 (Ultramarine Blue Grade 54\*)을 가하여 제조하였다. 동일한 공정, 건조 및 입자 크기 조절은 실시예 3에 기재된 방법을 따랐다 (\* - 영국 험버사이드 (Humberside) 소재의 홀리데이 피그먼트즈 (Holliday Pigments)로부터 입수).

결과

45 미크론 체 상에 보유된 응집물 잔사 (%)의 결과는 다음과 같았다.

응집물 출처	초음파 분쇄 하지 않음	진폭 60 미크론에서 7 분간
실시예 1	95	57
실시예 2	91	40
실시예 3	79	0
실시예 4	88	1
실시예 5	90	0
실시예 6	95	0

WO 94/12151호에 따라 제조된 종래 기술의 실리카 과립은 너무 강하며 피부 상에서 느껴질 수 없는 미립자로 부서지지 않는다고 볼 수 있다. 이와 유사하게, 고급 구조 소르보실 TC15 실리카의 절반이 보다 저급 구조 실리카 소르보실 AC77로 대체된, 보다 약한 과립은 실시예 3 내지 6과 같이 최적 생성물이 완전히 부서지고, 피부 상에서 더 이상 느낄 수 없는 유형에 사용하기에는 여전히 너무 강하다.

<실시예 7 (본 발명, 세안용 스크럽)>

하기 수중유 (O/W) 에멀션은 실시예 1 내지 4에 따른 무기 재료를 사용하여 제조하였다.

성분 중량%

**상 A**

무기 재료 5.00

미네랄 오일 20.00

1급 알코올, 혼합물<sup>1</sup> 10.00

글리세릴 스테아레이트 SE 4.00

세테아레스-12 1.50

세테아레스-20 1.50

글리세릴 모노올레에이트 1.00

프로필파라벤 0.05

**상 B**

탈이온수 총량이 100 %가 되도록 가함

메틸파라벤 0.10

**상 C**

방향제 적량

<sup>1</sup>아크로폴 (Acropol) 35 (프랑스의 엑손 케미칼스 (Exxon Chemicals))

방법

1. 상 A의 성분을 기재된 순서로 가하고 1000 rpm에서 교반한다. 70 °C로 가열한다.
2. 상 B를 75 °C로 가열한다. 이 온도에서 상 B를 상 A에 1000 rpm에서 교반하면서 가한다. 균질해지면 40 °C로 냉각한다.
3. 상 C를 가하고, 저속 교반으로 완전히 혼합한다.

훈련된 패널리스트가 사용했을 때, 실시예 1 및 2는 거친 초기 피부 감촉을 가져왔고, 입자는 (손바닥을 서로 문질러서) 피부를 2 분 동안 문지른 후 서걱거리는 잔사를 남겼다. 비누 거품 효과는 감지되지 않았다. 손바닥을 서로 문지르는 이 기술을 후속하는 실시예 8 내지 10에 사용하여 응집물이 피부 상에서 부서지는 것을 평가하였다.

실시예 4는 양호한 초기 피부 감촉을 가져왔고, 이때 입자는 감지되고 25 초 내에 부서졌다. 크림과 같은 매끄러운 비누 거품이 생성되었다.

실시예 3은 양호한 초기 피부 감촉을 가져왔고, 이때 입자는 감지되고 17 초내에 부서졌다. 크림과 같은 매끄러운 비누 거품이 산뜻하고 말끔한 감촉을 남기면서 생성되었다.

<실시예 8 (본 발명, 샤워젤)>

하기 샤워젤 조성물은 실시예 3에 따른 응집물을 무기 재료로서 사용하여 제조하였다.

성분 중량%

나트륨 라우릴 에테르 술페이트<sup>2</sup> (27 %) 12.00

코카미도프로필 베타인<sup>3</sup> (30 %) 2.00

코코넛 디에탄올아미드<sup>4</sup> 1.00

무기 재료 5.00

염화나트륨 10.00

향류, 착색제, 보존제 적량

탈이온수 총량이 100 중량%가 되도록 가함

<sup>2</sup> 엠피콜 (Empicol) ESB3/M (알브라이트 & 윌슨 (Albright & Wilson))

<sup>3</sup> 엠피겐 (Empigen) BS/P (알브라이트 & 윌슨)

<sup>4</sup> 엠피란 (Empilan) CDE (알브라이트 & 윌슨)

방법:

1. 염 또는 다른 라멜라 상-형성 성분을 가열하지 않으면서 물 중에 용해시킨다.
2. 보존제를 가한다.
3. 미립자 재료를 혼합하면서 가한다.
4. 나트륨 라우릴 에테르 술페이트를 가한다.
5. 임의의 다른 구성 요소, 예를 들면, 불투명제, 필제, 착색제, 향류 등을 가한다.
6. 마지막으로, 코카미도프로필 베타인 및 코코넛 디에탄올아미드를 가한다.

실시에 3에 따른 응집물을 포함하는 샤워겔은 양호한 초기 피부 감촉을 가져왔고, 이때 입자는 감지되고 17 초 내에 부서졌다. 크립과 같은 매끄러운 비누 거품이 산뜻하고 말끔한 감촉을 남기면서 생성되었다.

<실시에 9 (본 발명, 샤워겔)>

하기 샤워겔 조성물은 실시예 5에 따른 응집물을 무기 재료로서 사용하여 제조하였다.

성분 중량%

나트륨 라우릴 에테르 술페이트<sup>2</sup> (70 %) 12.00

코카미도프로필 베타인<sup>3</sup> (30 %) 2.00

코코넛 디에탄올아미드<sup>4</sup> 1.00

무기 재료 5.00

무정형 실리카<sup>5</sup> 3.00

염화나트륨 5.00

향류, 착색제, 보존제 적량

탈이온수 총량이 100 중량%가 되도록 가함

<sup>2</sup> 엘판 (Elfan) NS 243S (아크조 (Akzo))

<sup>3</sup> 엠피젠 BS/P (알브라이트 & 윌슨)

<sup>4</sup> 엠필란 CDE (알브라이트 & 윌슨)

<sup>5</sup> D<sub>10</sub> 1.1 μm, D<sub>50</sub> 4.4 μm 및 D<sub>90</sub> 9.2 μm로 조절된 입자 크기 분포를 갖는 특허 제 WO 94/11302호에 따른 무정형 실리카 증점제 (영국의 조세프 크로스필드 & 선즈로부터 입수가가능함).

방법:

1. 염 또는 다른 라멜라 상-형성 성분을 물 중에 용해시키고, 약 70 °C로 가열한다.
2. 실리카 증점제를 완전하게 분산시킨다.
3. 보존제를 가한다.
4. 미립자 재료를 혼합하면서 가한다.
5. 나트륨 라우릴 에테르 술페이트를 가한다.
6. 약 50 °C로 냉각시키고, 임의의 다른 구성 요소, 예를 들면, 불투명제, 필제, 착색제, 향류 등을 가한다.
7. 마지막으로, 코카미도프로필 베타인 및 코코넛 디에탄올아미드를 가하고 실온으로 냉각시킨다.

실시에 5에 따른 응집물을 포함하는 샴푸겔은 양호한 초기 피부 감촉을 가져왔고, 이때 입자는 감지되고 12 초 내에 부서졌다. 크림과 같은 매끄러운 비누 거품이 산뜻하고 말끔한 감촉을 남기면서 생성되었다.

<실시에 10 (본 발명, 세안용 겔)>

세안용 겔 조성물은 무기 재료로서 실시에 6에 따른 응집물을 사용하여 제조하였다.

성분 중량%

암모늄 라우릴 술페이트<sup>6</sup> (30 %) 50.00

코카미도프로필베타인 (30 %) 15.00

카르보머<sup>7</sup> 1.55

무기 재료 (실시에 6에 따른) 1.00

향류, 보존제 적량

물 총량이 100 중량%가 되도록 가함

<sup>6</sup> 엠피콜 AL30/T (알브라이트 & 윌슨)

<sup>7</sup> 카르보폴 울트레즈 (Carbopol Ultrez) 10 (비.에프. 굿리치 (B.F. Goodrich))

방법:

1. 카르보머를 물 중에 완전하게 분산시키고, 온도를 약 50 °C로 증가시키고 20 분 동안 혼합한다.
2. 가열을 멈추고, 보존제 및 향류를 가한다.
3. 계면 활성제를 가하고, 완전하게 혼합한다.
4. 마지막으로, 실온으로 냉각하고 무기 재료 중에 넣어 교반한다.

실시에 6에 따른 응집물을 포함하는 투명한 세안용 겔은 양호한 초기 피부 촉감을 가져왔고, 이때 투명한 기재 중의 착색된 가시 입자는 감지되고 20 초 내에 부서졌다. 크립과 같은 매끄러운 비누 거품이 산뜻하고 말끔한 감촉을 남기면서 생성되었다.

**(57) 청구의 범위**

**청구항 1.**

60 마이크론의 진폭으로 7 분 동안 초음파 분해한 후 45 마이크론 습윤 체 상에 5 중량% 미만의 잔사가 남는 과립 강도를 갖는, 과립 형태의 무기 재료.

**청구항 2.**

제1항에 있어서, 95 중량% 이상의 무정형 실리카를 포함하는 것을 특징으로 하는 무기 재료.

**청구항 3.**

제2항에 있어서, 95 중량% 이상의 무정형 실리카 응집물을 포함하는 것을 특징으로 하는 무기 재료.

**청구항 4.**

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 95 중량% 이상의 수불용성 미립자를 포함하고, 5 내지 90 %의 수불용성 미립자는 20 마이크론 미만의 중량 평균 입자 크기 및 90 내지 145 cm<sup>3</sup>/100 g의 오일 흡수력을 가지며, 무정형 실리카, 알루미늄, 탄산칼슘, 인산이칼슘, 삼염기인산칼슘, 불용성 메타인산나트륨, 피로인산칼슘, 히드록시아파타이트, 펠라이트, 제올라이트, 탄산마그네슘, 경석으로 구성된 군으로부터 선택되는 수불용성 미립자 재료로 만들어지고, 5 내지 90 %의 수불용성 미립자는 20 마이크론 미만의 중량 평균 입자 크기 및 150 내지 190 cm<sup>3</sup>/100 g의 오일 흡수력을 갖는 무정형 실리카로 만들어지는 것을 특징으로 하는 과립 형태의 무기 재료.

**청구항 5.**

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 95 중량% 이상의 수불용성 미립자를 포함하고, 5 내지 90 %의 수불용성 미립자는 20 마이크론 미만의 중량 평균 입자 크기 및 90 내지 145 cm<sup>3</sup>/100 g의 오일 흡수력을 가지며, 알루미늄, 탄산칼슘, 인산이칼슘, 삼염기인산칼슘, 불용성 메타인산나트륨, 피로인산칼슘, 히드록시아파타이트, 펠라이트, 제올라이트, 탄산마그네슘, 경석으로 구성된 군으로부터 선택되는 수불용성 미립자 재료로 만들어지고, 5 내지 90 %의 수불용성 미립자는 20 마이크론 미만의 중량 평균 입자 크기 및 130 내지 190 cm<sup>3</sup>/100 g의 오일 흡수력을 갖는 무정형 실리카로 만들어지는 것을 특징으로 하는 과립 형태의 무기 재료.

**청구항 6.**

제4항에 있어서, 체 분석으로 측정했을 때 95 %가 1000 마이크론 미만이고, 95 %가 45 마이크론을 넘는 입자 크기를 갖는 것을 특징으로 하는 과립 형태의 무기 재료.

**청구항 7.**

제5항에 있어서, 체 분석으로 측정했을 때 95 %가 1000 마이크론 미만이고, 95 %가 45 마이크론을 넘는 입자 크기를 갖는 것을 특징으로 하는 과립 형태의 무기 재료.

**청구항 8.**

제1항에 따른 무기 재료 1 내지 20 중량%를 포함하는 것을 특징으로 하는 화장용 조성물.

**청구항 9.**

과립 형태의 무기 재료가 화장용 조성물의 사용 조건하에, 습윤 체 분석으로 측정될 때 5 중량% 미만이 45 미크론을 넘는 입자 크기로 부서지는 것을 특징으로 하는, 과립 형태의 무기 재료를 포함하는 화장용 조성물.