

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2014-0017041 (43) 공개일자 2014년02월11일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) A61K 8/29 (2006.01) A61K 8/02 (2006.01) A61P 17/14 (2006.01) A61Q 19/00 (2006.01)		(71) 출원인 경희대학교 산학협력단 경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732, 국제캠퍼스 내 (서천동, 경희대학교)
(21) 출원번호 10-2012-0080043		(72) 발명자 김준우 경기도 수원시 영통구 중부대로271번길 27-9 원천주공아파트 101동 102호(원천동, 주공아파트)
(22) 출원일자 2012년07월23일 심사청구일자 2012년07월23일		정석진 서울특별시 서초구 서초대로46길 62, 101동 1002호(서초동, 서초우방유헤) (뒷면에 계속)
(30) 우선권주장 1020120064539 2012년06월15일 대한민국(KR)		(74) 대리인 최관락, 송인호, 민영준

전체 청구항 수 : 총 10 항

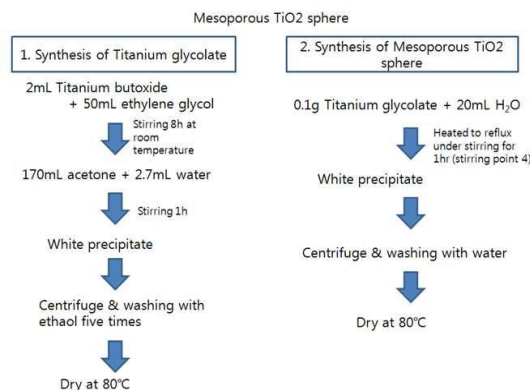
(54) 발명의 명칭 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법

(57) 요약

본 발명은 복합 기능을 갖는 자외선 차단제에 관한 것으로서, 본 발명에 따른 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법은 타이타늄 부톡사이드(Titanium butoxide)를 이용하여 타이타늄 글리콜산염(Titanium glycolate)을 생성하는 제1 단계; 및 상기 타이타늄 글리콜산염에 물을 첨가하여 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드(TiO₂)를 합성하는 제2 단계를 포함한다.

본 발명에 따르면 구형 모양의 메조다공체 TiO₂를 사용하여 높은 SPF를 가지면서 피부 노폐물 제거가 뛰어난 자외선 차단제를 제조할 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이지혜

경상북도 경산시 하양읍 대학로298길 20-7 101동
101호

안준혁

경기도 오산시 양산로398번길 58-5 늘푸른오스카
빌아파트 105동 303호 (양산동, 늘푸른오스카빌아
파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 0004869

부처명 중소기업청

연구사업명 산학연 공동 기술 개발 사업

연구과제명 2011 산학(복합기능성 화장품 성분이 함유된 메조다공체 복합소재의 개발)

기 여 율 1/1

주관기관 경희대학교 산학협력단

연구기간 2011.06.01 ~ 2012.07.31

특허청구의 범위

청구항 1

타이타늄 부톡사이드(Titanium butoxide)를 이용하여 타이타늄 글리콜산염(Titanium glycolate)를 생성하는 제 1 단계; 및

상기 타이타늄 글리콜산염에 물을 첨가하여 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드(TiO_2)를 합성하는 제2 단계를 포함하는 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 제1 단계는,

상기 타이타늄 부톡사이드를 에틸렌 글리콜산염(ethylene glycol)에 첨가하고,

일정 온도 하에서 상기 타이타늄 부톡사이드가 첨가된 에틸렌 글리콜산염을 교반하는 제1-1 단계;

상기 타이타늄 부톡사이드가 첨가된 에틸렌 글리콜산염에 아세톤(acetone)과 물을 첨가하고 교반하는 제1-2 단계;

상기 교반이 진행됨에 따라 백색 침전물이 생성된 후 세척하는 제1-3 단계; 및

상기 세척된 백색 침전물을 건조하는 제1-4 단계;를 포함하는 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 제1-3 단계에서 상기 백색 침전물은 에탄올(ethanol)에 의하여 세척되는 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 제1-2 단계에서 첨가된 물에 의하여 상기 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드의 기공이 형성되는 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 기공은 상기 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드의 외부 표면에 부착된 물이 밀도차에 의하여 상기 표면의 내측으로 침투하면서 형성되는 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드(TiO_2)와 Anatase상 타이타늄 디옥사이드(TiO_2)를 혼합하는 제3 단계를 더 포함하는 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드(TiO_2)는 전체 혼합물에 대하여 45 중량 퍼센트 내지 55 중량 퍼센트가

혼합되는 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 다공성 구형 타이타늄 다이옥사이드의 BET 표면적은 $197 \text{ m}^2/\text{g}$ 내지 $217 \text{ m}^2/\text{g}$ 인 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법.

청구항 9

제1항에 의하여 제조되는 타이타늄 다이옥사이드와 ANATASE 상 타이타늄 다이옥사이드의 혼합에 의하여 형성되는 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 따라 제조된 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체.

명 세 서

기술 분야

[0001] 본 발명은 복합 기능을 갖는 자외선 차단제에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 환경오염에 따른 오존층이 점점 파괴되면서 자외선이 지구에 도달하는 양이 증가하고 있으나 경제성장으로 인한 여가시간의 증가로 인해 옥외활동이 많아지면서 피부암 등 자외선으로 인한 질병이 증가하고 있다. 최근 노화방지과 자외선의 인과관계가 밝혀지면서 선행 시장이 꾸준히 성장하고 있으며, 미래 유망시장으로 주목 받고 있다.

[0003] 자외선으로부터 피부를 보호하기 위한 자외선 차단제에는 무기계 자외선 차단제와 유기계 자외선 차단제 등의 종류가 있다. 유기계 자외선 차단제의 경우 발림성이 뛰어나고, 높은 자외선 차단지수를 가지지만, 피부에 자극을 주며, 파장범위가 좁다. 무기계 자외선 차단제의 경우, 넓은 파장범위의 자외선을 차단하고, 피부상의 안전성을 가지고 있다. 그러나 이러한 무기계 자외선 차단제의 경우 뭉치기도하고 분산성이 낮아서 이로 인해 백탁 현상이 나타나며, 피부산화가 일어난다. 따라서 이러한 단점을 보완하는 자외선 차단제의 개발이 필요한 실정이다.

[0004] 한편, 기능성 화장품의 종류에는 피부의 주름개선에 도움을 주는 화장품, 미백에 도움을 주는 화장품, 그리고 자외선으로 피부를 보호하는데 도움이 되는 화장품이 있다. 요즘에는 한가지 기능을 가진 기능성 화장품이 아닌 복합적인 기능을 하는 화장품 시장이 발전하고 있다. 국내에서도 안티에이징 성분이 함유된 선행 및 미백/주름/자외선차단 2중기능이 함유된 자외선 차단제가 많이 출시되고 있으나, 피지제거기능 등 노폐물 제거 기능을 함유한 자외선 차단제에 대한 연구는 전무한 실정이다.

[0005] 종래에는 남성을 위한 주름/미백 기능성 화장품이나, 고분자 콘주게이션을 이용한 비파괴형 피부흡수 증진기술을 통하여 주름개선 및 피부에 탄력을 부여하는 기능을 갖는 화장품 등이 출시된 바 있다. 이와 같이 많은 기능을 함유한 화장품이 개발 및 상용화되어 왔으나, 자외선 차단 및 노폐물제거 기능효과가 있는 제품들은 상용화된 바 없다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 소비자들의 SPF지수와 PA지수에 대한 요구에 부합하면서도 노폐물 흡수 기능을 갖는 새로운 구조의 화장품용 다기능성 복합체를 제조하는 방법을 제공한다.

[0007] 또한 본 발명은 노폐물 흡수 기능을 갖는 새로운 구조의 화장품용 다기능성 복합체의 자외선 차단기능을 더욱 보완할 수 있는 제조 방법을 제공한다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명에 따른 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 제조방법은 타이타늄 부톡사이드(Titanium butoxide)를 이용하여 타이타늄 글리콜산염(Titanium glycolate)를 생성하는 제1 단계; 및 상기 타이타늄 글리콜산염에 물을 첨가하여 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드(TiO_2)를 합성하는 제2 단계를 포함한다.

[0009] 또한 상기 제1 단계는, 상기 타이타늄 부톡사이드를 에틸렌 글리콜산염(ethylene glycol)에 첨가하고, 일정 온도 하에서 상기 타이타늄 부톡사이드가 첨가된 에틸렌 글리콜산염을 교반하는 제1-1 단계; 상기 타이타늄 부톡사이드가 첨가된 에틸렌 글리콜산염에 아세톤(acetone)과 물을 첨가하고 교반하는 제1-2 단계; 상기 교반이 진행됨에 따라 백색 침전물이 생성된 후 세척하는 제1-3 단계; 및 상기 세척된 백색 침전물을 건조하는 제1-4 단계;를 포함할 수 있다.

[0010] 나아가 상기 제1-3 단계에서 상기 백색 침전물은 에탄올(ethanol)에 의하여 세척될 수 있다.

[0011] 또한 상기 제1-2 단계에서 첨가된 물에 의하여 상기 다공성 구형 타이타늄 다이옥사이드의 기공이 형성될 수 있다.

[0012] 나아가 상기 기공은 상기 다공성 구형 타이타늄 다이옥사이드의 외부 표면에 부착된 물이 밀도차에 의하여 상기 표면의 내측으로 침투하면서 형성될 수 있다.

[0013] 또한 상기 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드(TiO_2)와 Anatase상 타이타늄 디옥사이드(TiO_2)를 혼합하는 제3 단계를 더 포함할 수 있다.

[0014] 나아가 상기 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드(TiO_2)는 전체 혼합물에 대하여 질량%로 45% 내지 55%가 혼합될 수 있다.

[0015] 또한 상기 다공성 구형 타이타늄 다이옥사이드의 BET 표면적은 $197 \text{ m}^2/\text{g}$ 내지 $217 \text{ m}^2/\text{g}$ 일 수 있다.

[0016] 한편, 본 발명에 따른 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체는 제1항에 의하여 제조되는 타이타늄 다이옥사이드와 anatase 상 타이타늄 다이옥사이드의 혼합에 의하여 형성된다.

[0017] 다른 한편, 본 발명에 따른 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체는 제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 따라 제조된다.

발명의 효과

[0018] 본 발명에 따르면 구형 모양의 메조다공체 TiO_2 를 사용하여 높은 SPF를 가지면서 피부 노폐물 제거가 뛰어난 자외선 차단제를 제조할 수 있다.

[0019] 또한 본 발명에 따르면 노폐물 제거를 위한 별도의 필링젤이 필요 없어 비용과 시간을 줄일 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 타이타늄 글리콜산염 및 생성된 타이타늄 글리콜산염으로부터 다공성 구형 TiO_2 를 합성하는 프로세스를 설명하는 순서도이다.

도 2는 본 실시예와 비교예 1의 X선 회절에 의한 피크치를 비교하는 그래프이다.

도 3은 본 실시예에 따른 X선 회절에 따른 피크치를 나타내는 그래프이다.

도 4a 내지 도 4c는 비교예에 따른 TiO_2 의 입자를 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 확대한 사진이다.

도 5a 내지 도 5c는 본 실시예에 따른 다공성 구형 TiO_2 의 입자를 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 확대한 사진이다.

도 6a 내지 도 6c는 본 실시예에 따른 다공성 구형 TiO_2 의 입자를 투사전자현미경(TEM)을 이용하여 확대한 사진

이다.

도 7은 본 실시예 및 비교예에 따른 TiO_2 의 자외선 흡수율을 나타내는 그래프이다.

도 8은 본 실시예 및 비교예에 따른 TiO_2 의 자외선 반사율을 나타내는 그래프이다.

도 9는 본 실시예 및 비교예에 따른 TiO_2 의 노폐물 흡착율을 나타내는 그래프이다.

도 10은 본 실시예와 비교예에 따른 TiO_2 를 비율별로 혼합하여 자외선 흡수율을 측정한 결과를 나타내는 그래프이다.

도 11은 본 실시예와 비교예에 따른 TiO_2 를 비율별로 혼합하여 자외선 반사율을 측정한 결과를 나타내는 그래프이다.

도 12는 본 실시예와 비교예에 따른 TiO_2 를 비율별로 혼합하여 노폐물 흡착율을 측정한 결과를 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 설명한다. 특별한 정의나 언급이 없는 경우에 본 설명에 사용하는 방향을 표시하는 용어는 도면에 표시된 상태를 기준으로 한다.

[0022] <실시예 1>

[0023] 도 1을 참조하여 본 실시예에 따른 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체와 그 제조방법을 설명한다. 도 1은 타이타늄 글리콜산염 및 생성된 타이타늄 글리콜산염으로부터 다공성 구형 TiO_2 를 합성하는 프로세스를 설명하는 순서도이다.

[0024] 본 실시예에 따른 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드(Mesoporous TiO_2 sphere)를 제조하는 방법은 크게 두 가지 단계로 구분된다. 먼저 타이타늄글리콜산염(Titanium glycolate)을 생성하고, 생성된 타이타늄 글리콜산염으로부터 다공성 구형 디옥사이드(Mesoporous TiO_2 sphere)를 합성한다.

[0025] 합성에 사용된 시약은 다음과 같다. Ti Source로는 Titanium butoxide(97%)를 사용하였고, 이 시료의 안정화를 위해 Ethylene glycol(99.9%)를 사용하였다. 용매(solvent)로는 Acetone(99.5%)를 사용하였고, washing과정에는 Ethanol(95.0%)과 물(water)이 사용되었다. 합성하는 상세한 과정은 다음과 같다.

[0026] 도 1을 참조하여 설명하면, 먼저 50mL ethylene glycol을 튜브에 담고 2 mL의 Titanium butoxide를 첨가한 후 실온에서 8시간동안 교반 시켜준다. 여기에 170 mL acetone과 2.7 mL의 water를 첨가한 후 1시간 교반 시켜준다. 백색 침전물이 생성되면, 3000 rpm에서 원심분리(centrifuge)를 하면서 에탄올(ethanol)로 세척한다. 마지막으로 남은 침전물을 80°에서 건조시키면 타이타늄 글리콜산염(Titanium glycolate)이 만들어 진다.

[0027] 다음으로 생성된 타이타늄 0.1g당 에 20 mL의 H_2O 를 첨가한 후 1시간동안 100°에서 교반하면서 환류(reflux)를 시킨다. 백색 침전물이 만들어지면 3500 rpm에서 원심분리(centrifuge)하면서 물(water)로 세척한다. 남은 침전물을 80°에서 건조하여 최종 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드(Mesoporous TiO_2 sphere)를 합성한다.

[0028] <비교예>

[0029] 한편, 이에 대한 비교예로는 일반적인 anatase상이 형성된 타이타늄 디옥사이드를 채택하였다. 즉, 본 실시예 1에 따른 다기능성 복합체가 자외선 차단제로서의 특성에 적합한지에 대하여 알아보기 위해 상용되고 있는 자외선 차단제에 사용되는 anatase상 디옥사이드를 비교예로 하여 이하의 비교실험을 진행하였다.

[0030] <실시예 2 내지 4>

[0031] 한편, 실시예 2 내지 4는 효과적인 자외선 차단 성능과 노폐물 흡착 성능을 확인하기 위한 것으로서, 실시예 1에 따른 타이타늄 디옥사이드와 일반적인 anatase상 타이타늄 디옥사이드를 혼합한 비율에 따라 구분하였다. 실시예 2는 타이타늄 디옥사이드 70%와 일반적인 anatase상 타이타늄 디옥사이드 30%로 혼합되었고, 실시예 3은 타이타늄 디옥사이드 50%와 일반적인 anatase상 타이타늄 디옥사이드 50%로 혼합되었으며, 실시예 4는 타이타늄 디옥사이드 30%와 일반적인 anatase상 타이타늄 디옥사이드 70%로 혼합되었다.

- [0032] 이하에서는 본 실시예에 따른 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드의 자외선 차단 기능과 노폐물 흡착 기능을 확인하기 위한 비교 및/또는 비교실험의 결과를 설명한다.
- [0033] <비교실험 1>
- [0034] 도 2 및 도 3을 참조하여 비교실험 1을 설명한다. 도 2는 본 실시예와 비교예 1의 X선 회절에 의한 피크치를 비교하는 그래프이고, 도 3은 본 실시예에 따른 X선 회절에 따른 피크치를 나타내는 그래프이다.
- [0035] 비교실험 1은 실시예 1과 비교예의 자외선 차단기능을 확인하기 위한 것으로서, XRD peak를 통해 형성된 결정성을 확인하였다. 일반적으로 anatase상 타이타늄 디옥사이드는 2θ 가 25.2° (101), 37.5° (004), 47.5° (200), 53.8° (105), 54.9° (211), 63.0° (204)에서 peak가 형성된다. 도 2에 도시된 바와 같이 비교예의 경우 2θ 가 25.2° (101), 37.5° (004), 47.5° (200), 53.8° (105), 54.9° (211), 63.0° (204)에서 피크치가 관찰됨으로써 anatase상이 만들어졌다는 것을 알 수 있었다. 실시예 1에 따른 구형의 타이타늄 디옥사이드는 (101), (004), (200), (105), (204), (116), (215)면이 나타나며, $2\theta = 25.28^\circ$ 에서 주피크인 (101)면 회절피크가 관찰되어 이로써 anatase상이 만들어졌다는 것을 알 수 있다. 그러나 실시예 1에 따른 타이타늄 디옥사이드의 경우 도 3에서 확인해 볼 수 있는 바와 같이 anatase상이 만들어 졌으나 피크가 broad하게 나타난 것으로 보아 결정성이 낮은 anatase상으로 볼 수 있다.
- [0036] <비교실험 2>
- [0037] 도 4a 내지 도 6c를 참조하여 실시예 1과 비교예에 따른 타이타늄 디옥사이드의 입자 크기와 표면 형태를 확인하기 위한 실험 결과를 설명한다. 도 4a 내지 도 4c는 비교예에 따른 타이타늄 디옥사이드(TiO_2)의 입자를 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 확대한 사진이고, 도 5a 내지 도 5c는 실시예 1에 따른 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드의 입자를 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 확대한 사진이며, 도 6a 내지 도 6c는 실시예 1에 따른 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드의 입자를 투사전자현미경(TEM)을 이용하여 확대한 사진이다.
- [0038] 비교실험 2는 주사전자현미경(SEM) 및 투사전자현미경(TEM)을 통한 실시예 1과 비교예의 표면 형태를 관찰하여 노폐물 흡수능을 확인하는 방식으로 수행되었다.
- [0039] 도 4a 내지 도 4c에 도시된 바와 같이 비교예에 따른 타이타늄 디옥사이드의 경우 입자가 불규칙적인 클러스터 형태로 형성되어 있음을 확인할 수 있었다. 이는 입자 간에 응집이 일어나 뭉쳐진 것으로 생각된다. 모양이 불균일하고 입자들이 뭉쳐있을수록 표면적은 좁아지며, 표면적이 좁아짐에 따라 노폐물 흡수 능력도 크게 떨어지게 된다.
- [0040] 반면, 도 5a 내지 도 5c에 도시된 바와 같이 실시예 1에 따른 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드는 250~300nm 정도의 구형의 입자들이 모여 있는 형태를 확인할 수 있다. 또한 도 6a 내지 도 6c에 참조하여 설명하면 실시예 1에 따른 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드는 비교예와 같이 뭉쳐서 클러스터의 형태를 형성하고 있는 것이 아니라 수많은 기공이 만들어진 것을 확인할 수 있다. 이는 형성된 타이타늄 디옥사이드 셸(Shell)의 표면에 붙어 있는 H_2O 가 밀도차이에 의해 셸안으로 침투해 들어가면서 크랙을 만들게 되고, 이러한 크랙들에 의하여 기공이 형성되는 것으로 판단된다.
- [0041] <비교실험 3>
- [0042] 비교실험 3을 설명한다. 비교실험 3에서는 실시예 1과 비교예의 노폐물 흡수능을 비교하기 위하여 표면적 측정기(BET)를 통하여 표면적 및 포어 사이즈(pore size)를 비교하는 실험을 진행하였다.
- [0043] BET측정결과 비교예에 따른 타이타늄 디옥사이드의 경우, BET 표면적이 $8.7281 \text{ m}^2/\text{g}$, 포어 볼륨(pore volume)은 $0.045 \text{ cm}^3/\text{g}$, 포어 사이즈(pore size)는 20.9 nm로 측정되었다. 반면, 실시예 1에 따른 타이타늄 디옥사이드의 경우 BET 표면적이 $207 \text{ m}^2/\text{g}$, pore volume은 $0.35 \text{ cm}^3/\text{g}$, 포어 사이즈(pore size)는 6.7 nm로 측정되었다. 정상적인 경우 측정 오차 및 제조 공정 오차를 고려하면 다공성 구형 타이타늄 디옥사이드의 BET 표면적은 $197 \text{ m}^2/\text{g}$ 내지 $217 \text{ m}^2/\text{g}$ 내에서 형성될 수 있다. 이로써 비교예의 기공 사이즈가 크지만 표면적 및 기공 볼륨

이 적기 때문에 흡착능력이 적을 것으로 판단된다. 또한 표면적이 비교적 많이 큰 실시예 1이 더 많은 기공(mesopore)을 형성하는 것으로 판단된다.

[0044] <비교실험 4>

[0045] 도 7을 참조하여 실시예 1과 비교예에 따른 타이타늄 다이옥사이드의 UV 실험에 대한 흡수율 및 반사율 분석실험 결과를 설명한다. 도 7은 본 실시예 및 비교예에 따른 TiO₂의 자외선 반사율을 나타내는 그래프이다.

[0046] 보통 빛을 차단하는 자외선 차단제의 능력을 확인할 때에는 흡수와 반사, 투과율을 측정한다. 자외선 차단제의 경우 흡수와 반사를 많이 하고, 투과율은 적은 자외선 차단제가 가장 좋은 자외선 차단을 한다고 볼 수 있다. 그 중 반사율이 가장 중요하다고 판단되는데 이는 무기 자외선 차단제의 경우 유기자외선 차단제와는 다르게 빛을 반사시켜 자외선을 차단하기 때문이다.

[0047] 또한, UV의 종류에는 UV-A, UV-B, UV-C 세가지가 있다. UV-A는 피부의 진피층 깊숙이 도달하며 주름을 발생시키며, UV-B는 피부의 표피층까지 도달하여 일광화상을 일으킨다. SPF는 UV-B의 차단능력만을 나타내는 것이고, PA 지수는 UV-A의 차단능력을 나타내므로 이 둘을 높이는 것이 중요하다. 얼마나 UV를 반사시키는지 알아보기 위해 실시예 1과 비교예에 따른 자외선 차단제의 반사율을 측정하여 보았다.

[0048] 도 7에 도시된 바와 같이 반사율 면에서는 비교예에 따른 타이타늄 다이옥사이드가 더 높은 효율을 보인다. 비교예의 경우 360 nm이전의 파장에서는 10 nm차이로 일정하게 반사율이 차이 나지만, 360 nm이후의 자외선 영역에서는 기하급수적으로 반사율이 증가한다. 즉, 자외선 흡수 영역에서는 기존의 일반적인 anatase상 타이타늄 다이옥사이드가 실시예 1보다 높은 흡수율 및 반사율을 보인다.

[0049] <비교실험 5>

[0050] 도 8을 참조하여 실시예 1과 비교예에 따른 타이타늄 다이옥사이드의 열중량분석(TGA) 실험결과를 설명한다. 도 9는 본 실시예 및 비교예에 따른 TiO₂의 노폐물 흡착율을 나타내는 그래프이다.

[0051] 비교실험 5에서는 노폐물 흡수능을 비교 평가하기 위하여 실시예 1과 비교예에 대하여 자외선 차단 능력에 노폐물 제거 능력을 비교평가하기 위하여 TGA를 통한 글리세린 흡착실험을 실시하였다. 피부 노폐물은 몸속, 특히 허벅지, 엉덩이, 무릎, 얼굴, 팔에 많이 나타나는 현상으로 수분과 지방, 노폐물이 묻쳐있는 상태를 말한다. 정상적인 피부 표면에 막을 형성하여 피부를 보호하고 유, 수분의 균형을 맞춰 주지만, 번들거리며 넓은 모공을 갖게 하며, 블랙헤드와 여드름의 원인이 된다.

[0052] 한편, 피부 노폐물과 가장 흡사하다고 생각된 글리세린을 사용하여 시료에 흡착실험을 하였다. 에탄올(Ethanol)과 글리세린(Glycerine)을 7:3의 비율로 혼합한 뒤에 TGA를 통해 흡착 실험을 한 결과이다. 점도가 높은 글리세린을 기화시켜 밀어주면서 시료에 흡착시키기 위해 Ethanol을 넣어주었다.

[0053] 도 8에 도시된 바와 같이 비교예에 따른 타이타늄 다이옥사이드는 0.000815mol의 흡착율을 보이며, 실시예 1에 따른 타이타늄 다이옥사이드는 0.011971mol의 흡착율을 보이고 있다. 오차범위는 0.02~0.03사이이다. 결과적으로 실시예 1의 타이타늄 다이옥사이드는 비교예에 따른 타이타늄 다이옥사이드에 비하여 14.7배의 흡착율을 보이는 것을 알 수 있었으며, 노폐물 흡수능에 큰 차이가 있음을 알 수 있다.

[0054] <비교실험 6>

[0055] 도 9를 참조하여 실시예 1 내지 4와 비교예에 따른 타이타늄 다이옥사이드의 자외선 차단 능력 평가실험 결과를 설명한다. 도 9는 본 실시예와 비교예에 따른 TiO₂를 비율별로 혼합하여 자외선 반사율을 측정한 결과를 나타내는 그래프이다.

[0056] 위와 같이 노폐물 흡수능은 실시예 1이 보다 나은 효율을 보이고 있는 반면 자외선 차단능 면에서는 비교예가 비교적 좋은 효율을 보이고 있다. 따라서 앞서 설명한 바와 같이 자외선 차단능과 노폐물 흡수능 양쪽 모두를 만족시키기 위하여 실시예 1과 비교예의 혼합하였으며, 그 혼합비율에 따라 실시예 2 내지 실시예 4로 구분하였다.

[0057] 비교실험 6에서는 실시예 1과, 실시예 1의 혼합비율이 각각 70%, 50%, 30%인 실시예 2 내지 4와, 비교예에 대하

여 각각 UV를 이용한 자외선 차단 능력 평가를 수행하였다.

[0058] 도 9에 도시된 바와 같이 200 nm부터 350 nm까지는 비슷하게 낮은 반사율을 보이는데 이 차이는 기계오차로 생각되며, 오차는 10%내외이다. 350 nm~ 400 nm범위는 UV-A 차단능을 나타내며 이는 비교예 4와 비교예 3의 경우 비슷한 반사율을 보이며 비교예 1은 반사율이 반으로 떨어지는 것을 알 수 있다.

[0059] 이러한 결과를 종합하면 비교예 3 및 비교예 4의 경우가 UV 차단면에서 보다 나은 특성을 보인다고 볼 수 있다.

[0060] <비교실험 7>

[0061] 도 10을 참조하여 실시예 1 내지 4와 비교예에 따른 타이타늄 다이옥사이드의 흡착실험 결과를 설명한다. 도 10은 본 실시예와 비교예에 따른 TiO_2 를 비율별로 혼합하여 노폐물 흡착율을 측정한 결과를 나타내는 그래프이다.

[0062] 본 실험에서는 실시예 1 내지 4와 비교예에 따른 타이타늄 다이옥사이드의 열중량분석(TGA)을 이용한 글리세린 흡착 능력 평가를 수행하였다.

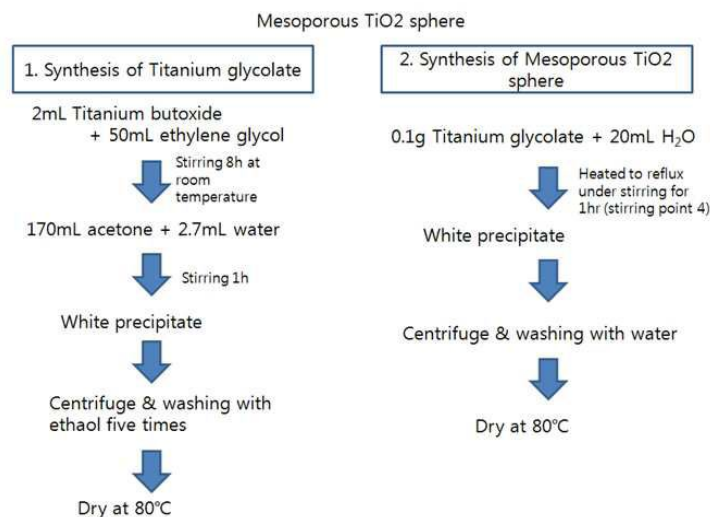
[0063] 최종적으로 원하는 재료는 자외선 차단이 높으면서 노폐물 흡착능력이 높은 재료이기 때문에 앞의 비교실험 6과 동일한 물질을 대상으로 글리세린을 사용하여 시료에 흡착실험을 하였다.

[0064] 측정 결과 실시예 1이 가장 높은 흡착 능력을 보였다. 다음으로는 실시예 1의 타이타늄 다이옥사이드의 혼합비율이 70%인 실시예 2가 0.7g 정도로 흡착 능력이 높은 것으로 나타났다. 실시예 3은 0.4g정도의 흡착능력을 보인다. 이는 포어 볼륨(pore volume)과 표면적이 큰 실시예 1의 혼합비율에 따른 결과라고 할 수 있다. 즉, 자외선 차단능은 비교예, 실시예 4, 실시예 3 순으로 뛰어나다고 할 수 있으며, 노폐물 흡착능은 실시예 1, 실시예 2, 실시예 3 순으로 뛰어나다고 할 수 있다. 이로서 흡착능이 뛰어나면서 자외선 차단능력이 높은 실시예 3의 경우가 자외선 차단제 재료에 적합하다고 할 수 있다. 다만 제조 공차나 실험 오차를 고려하면, 실시예 1의 혼합비율이 45% 내지 55%의 비율로 혼합되는 것이 바람직하다.

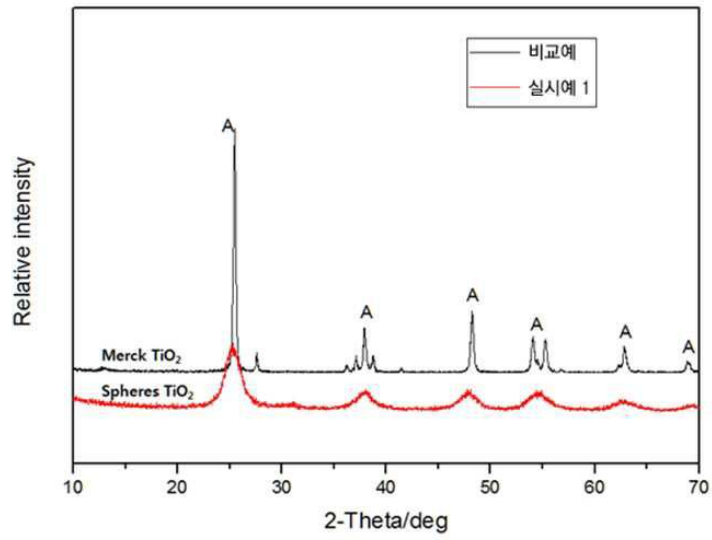
[0065] 이상 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 설명하였으나, 본 발명의 기술적 사상이 상술한 바람직한 실시예에 한정되는 것은 아니며, 특허청구범위에 구체화된 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범주에서 다양한 자외선 차단 및 피부노폐물 흡수 성능을 갖는 화장품용 다기능성 복합체 및 이를 제조하는 방법으로 구현될 수 있다

도면

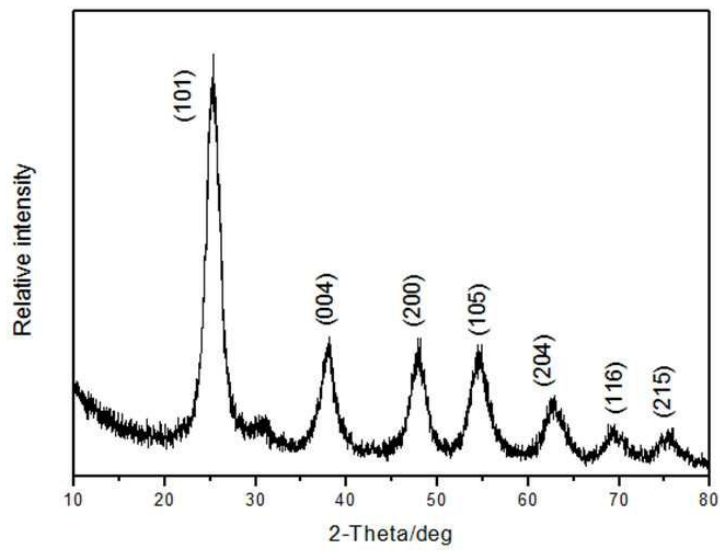
도면1



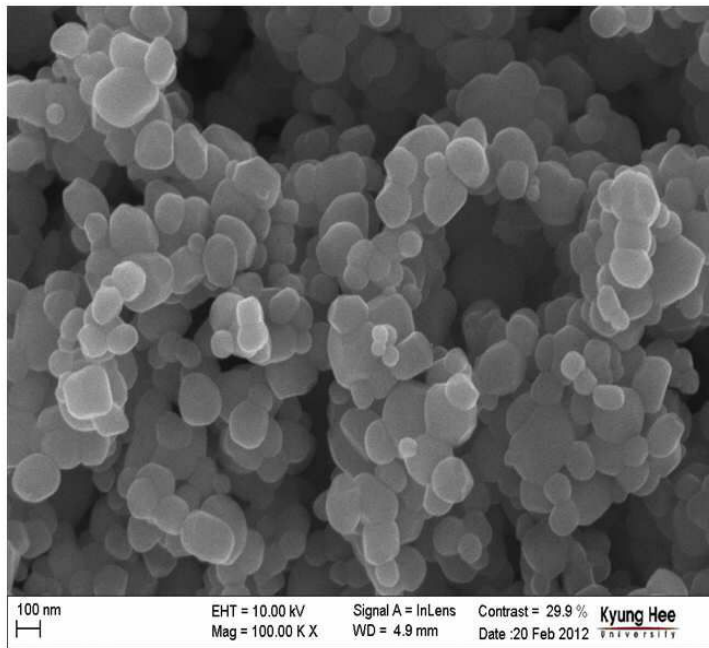
도면2



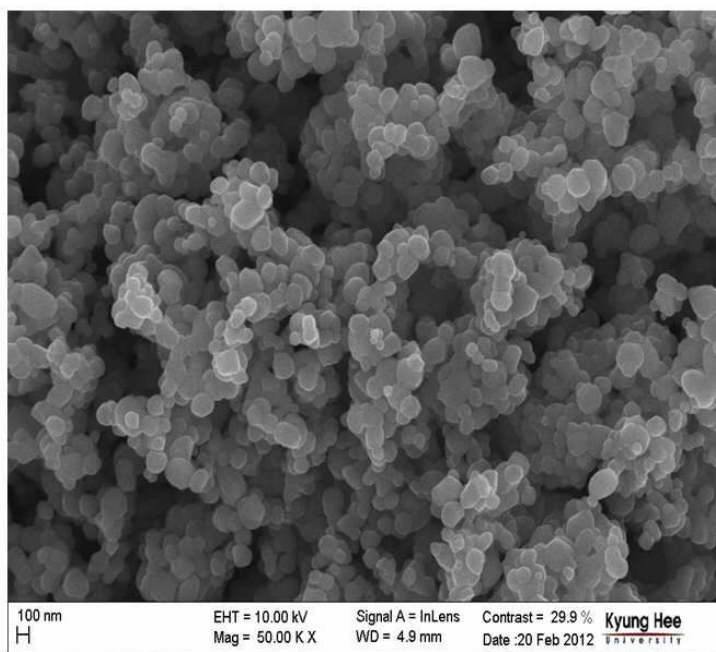
도면3



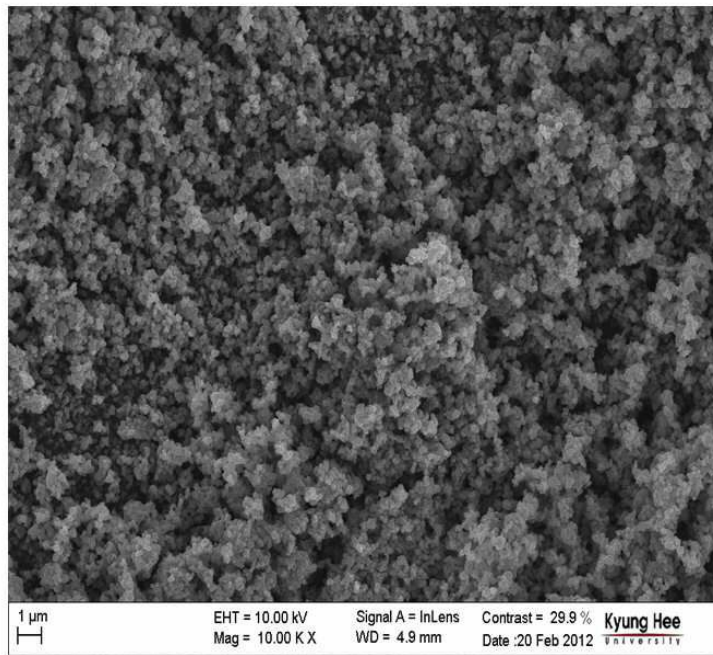
도면4a



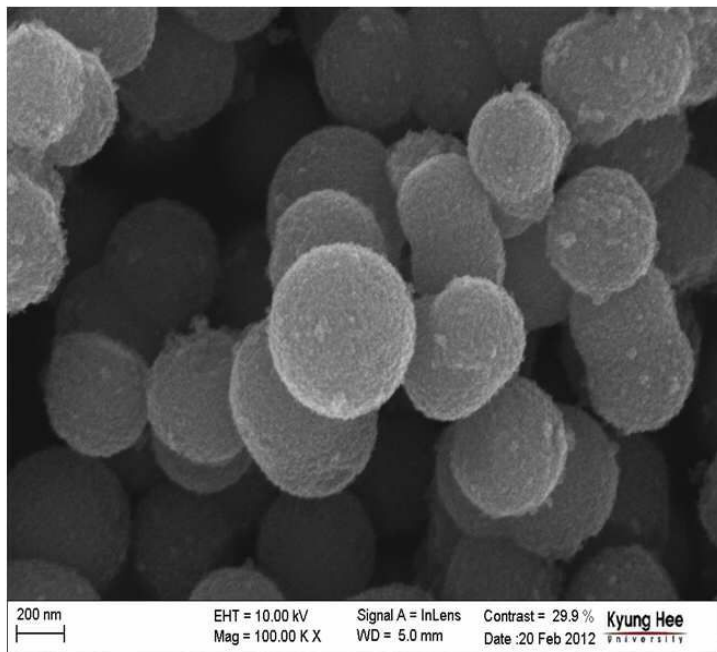
도면4b



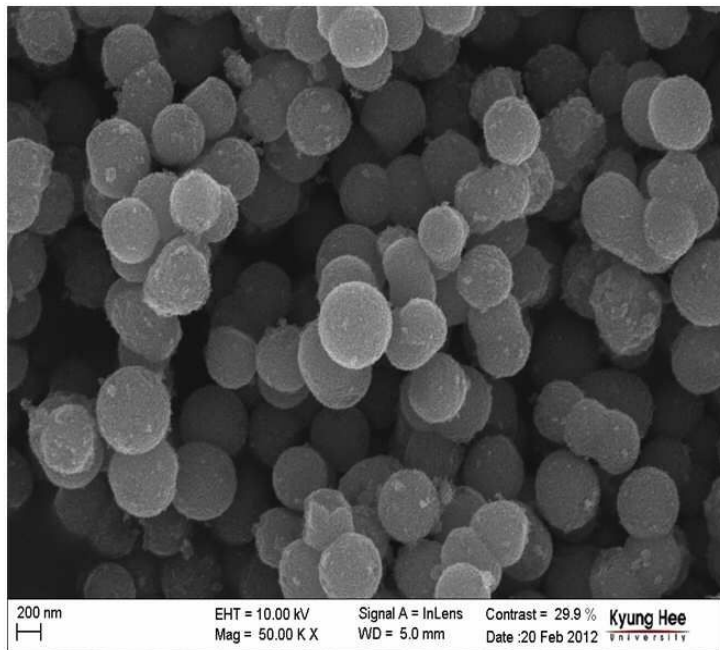
도면4c



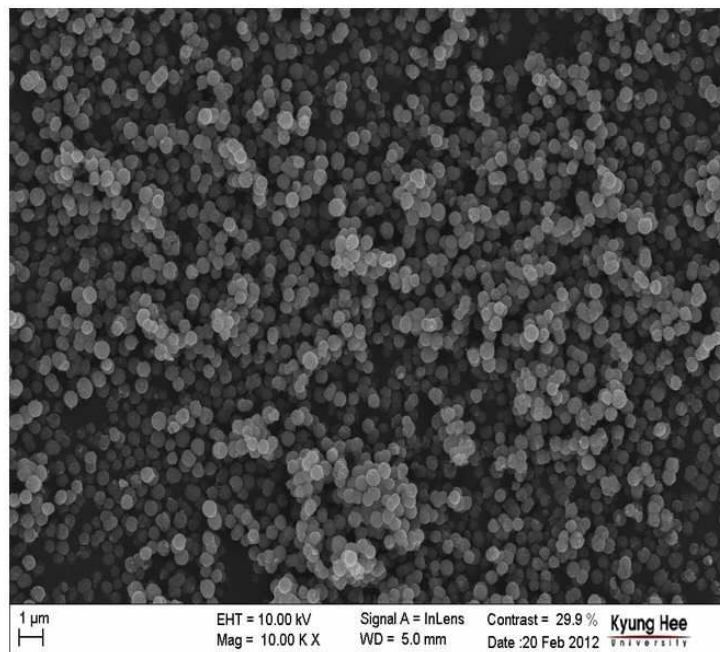
도면5a



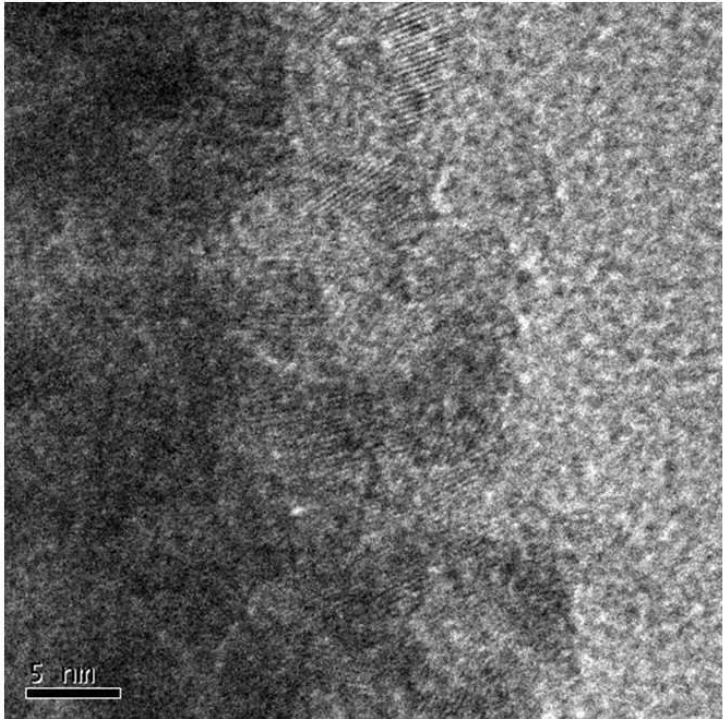
도면5b



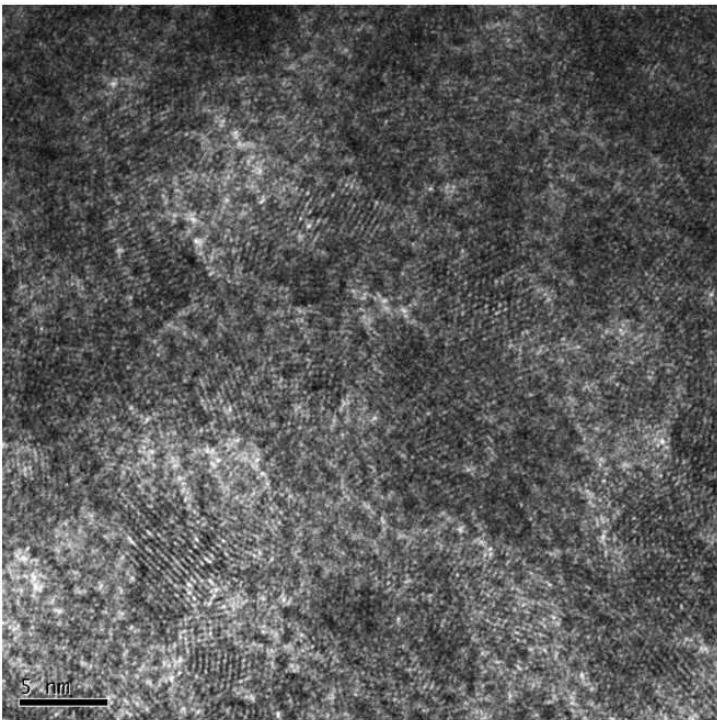
도면5c



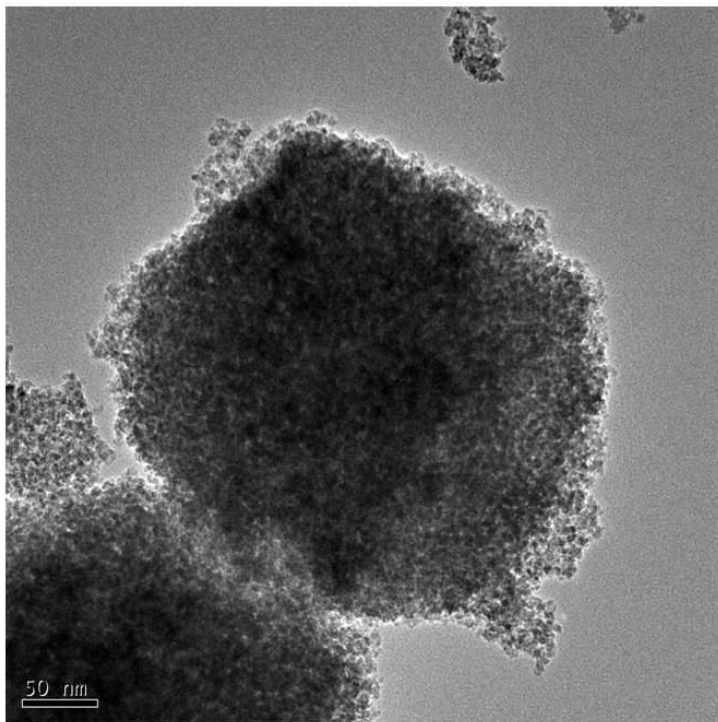
도면6a



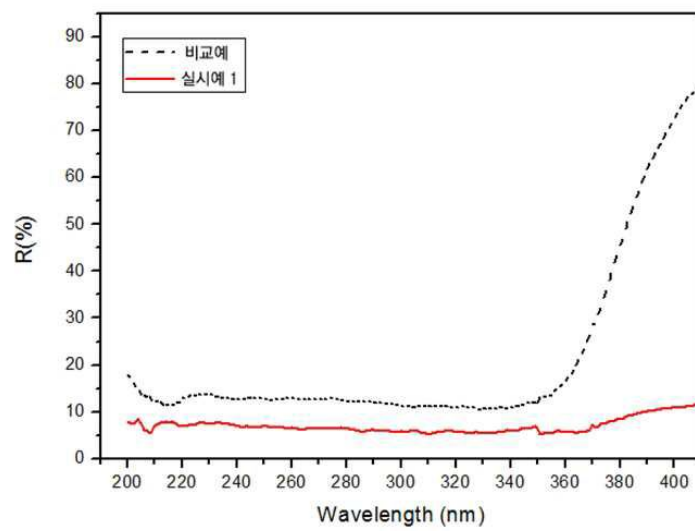
도면6b



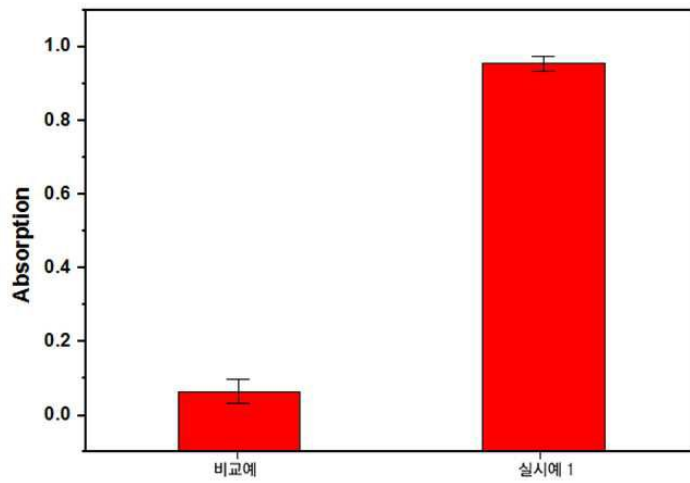
도면6c



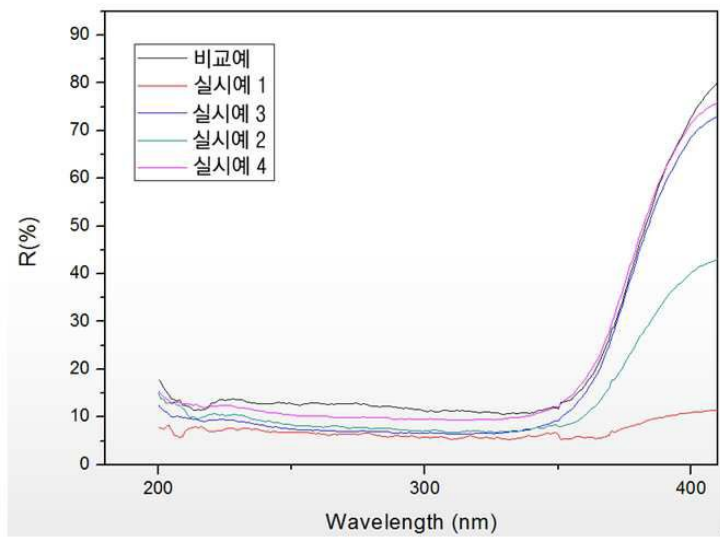
도면7



도면8



도면9



도면10

