

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2016년 7월 7일 (07.07.2016)



(10) 국제공개번호
WO 2016/108661 A1

(51) 국제특허분류:

A61K 8/81 (2006.01) A61K 8/19 (2006.01)
A61K 8/72 (2006.01) A61Q 19/00 (2006.01)
A61K 8/06 (2006.01)

(21) 국제출원번호: PCT/KR2015/014557

(22) 국제출원일: 2015년 12월 31일 (31.12.2015)

(25) 출원언어: 한국어

(26) 공개언어: 한국어

(30) 우선권정보:

10-2014-0194549 2014년 12월 31일 (31.12.2014) KR
10-2015-0187750 2015년 12월 28일 (28.12.2015) KR

(71) 출원인: (주)아모레퍼시픽 (AMOREPACIFIC CORPORATION) [KR/KR]; 140-777 서울시 용산구 한강대로 106, Seoul (KR).

(72) 발명자: 신지식 (SHIN, Ji Sik); 17074 경기도 용인시 기흥구 용구대로 1920 아모레퍼시픽기술연구원, Gyeonggi-do (KR). 남진 (NAM, Jin); 17074 경기도 용인시 기흥구 용구대로 1920 아모레퍼시픽기술연구원, Gyeonggi-do (KR). 박성일 (PARK, Sung Il); 17074 경기도 용인시 기흥구 용구대로 1920 아모레퍼시픽기술연구원, Gyeonggi-do (KR). 안순애 (AN, Soon Ae); 17074 경기도 용인시 기흥구 용구대로 1920 아모레퍼시픽기술연구

원, Gyeonggi-do (KR). 강병영 (KANG, Byung Young); 17074 경기도 용인시 기흥구 용구대로 1920 아모레퍼시픽기술연구원, Gyeonggi-do (KR). 한상훈 (HAN, Sang Hoon); 17074 경기도 용인시 기흥구 용구대로 1920 아모레퍼시픽기술연구원, Gyeonggi-do (KR).

(74) 대리인: 김순영 (KIM, Sun-young); 110-727 서울시 종로구 종로 5길 58 석탄회관빌딩 10층, Seoul (KR).

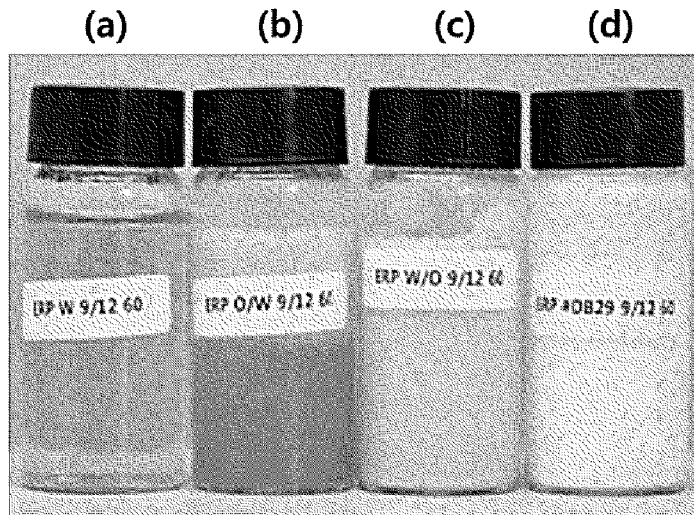
(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,

[다음 쪽 계속]

(54) Title: CHEMICAL ANISOTROPIC POWDER AND COSMETIC COMPOSITION, CONTAINING THE SAME, WITH STABILIZED EFFECTIVE RAW MATERIAL

(54) 발명의 명칭 : 화학적 이방성 분체 및 이를 함유하는 효능 원료가 안정화된 화장료 조성물



(57) Abstract: Disclosed is a cosmetic composition, containing a chemical anisotropic powder, with a stabilized effective raw material. The feature disclosed in the present specification provides a cosmetic composition, which, in the formulation of an effective raw material, solves problems of color change, smell change, and the like, of the effective raw material, due to changes in external conditions, such as pH and salt, conserves thresholds thereof, and prevents the collapse of the incremental system, thereby having a stabilized formulation without coalescence and phase separation of emulsification particles.

(57) 요약서: 본 명세서에는 화학적 이방성 분체를 함유하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물이 개시된다. 본 명세서에 개시된 기술은 효능원료를 제형화합에 있어 pH, 염 등의 외부 조건 변화에 따른 효능원료의 변색, 변취 등의 문제를 극복하고 이들의 역치가 보존되며 점증 시스템의 붕괴를 막아 그에 따른 유화 입자들의 합일, 상분리가 일어나지 않는 안정화된 제형을 갖는 화장료 조성물을 제공하는 효과가 있다.



WO 2016/108661 A1



MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, **공개:**

TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,

KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG). — 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

명세서

발명의 명칭: 화학적 이방성 분체 및 이를 함유하는 효능 원료가 안정화된 화장료 조성물

기술분야

- [1] 본 명세서에는 화학적 이방성 분체를 함유하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물이 개시된다.

배경기술

- [2] 다양한 형태 및 크기의 미세 입자(나노, 마이크로 사이즈)들의 다양한 제조방법들이 보고되어 왔고, 특히, 고분자로 이루어진 구형 미세 입자는 그 제조방법에 따라서 사이즈와 형태가 조절됨에 따라 응용 가능성이 확대되고 있다. 응용 예들 중 하나로 미세 구형 입자를 이용하여 안정화된 거대 유화 입자를 형성할 수 있는 피커링 에멀전(Pickering emulsion)이 있다.
- [3] 구형 고체 분체를 이용한 피커링 에멀전은 고체 분체 표면 계면에서의 젖음성 정도에 따라, 즉 친유성 또는 친수성 정도에 따라 w/o 또는 o/w 에멀전을 형성한다. 면막의 방향성을 결정하는 인자로서 접촉각이 있고, 접촉각이 90도 보다 작으면 입자 표면의 많은 부분이 수상으로 존재하여 o/w를 생성하고, 접촉각이 90도 보다 크면 오일쪽에 존재하여 w/o를 생성한다.
- [4] 한편, 다양한 기능성 물질의 역가를 제형 내에서 유지하기 위해서는 다양한 외부 조건(pH, 온도, 습도, 염 등)을 조절해야 한다. 그러나 이러한 외부 조건의 변화는 유화 입자의 계면막과 점중 시스템 등에 영향을 주어 제형이 불안정해진다. 이에, 기존 유화 제형에서는 계면활성제/이온성 폴리머들에 의해 향산화능이 있는 효능원료들의 변색/변취/역가하락 등의 문제가 발생한다. 또한, 경우에 따라서는 제형 내에서의 효능은 좋으나 변색, 변취에 따른 불만족스러운 사용감을 나타낸다. 특히, Salt 형태의 효능원료의 경우 제형 내에 존재할 경우, 점중 시스템의 붕괴, 그에 따른 유화 입자들의 합일, 상분리가 일어나 제형의 점도 및 안정도를 떨어뜨리게 된다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [5] 일 측면에서, 본 명세서는 효능원료를 제형화함에 있어 변색, 변취 등의 문제를 극복하고 이들의 역치가 보존되며 점중 시스템의 붕괴를 막아 그에 따른 유화 입자들의 합일, 상분리가 일어나지 않는 안정화된 제형을 갖는 화장료 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제 해결 수단

- [6] 일 측면에서, 본 명세서에 개시된 기술은 화장료 조성물에 있어서, 상기 화장료 조성물은 화학적 비대칭 이방성 분체와 효능원료를 포함하며, 상기 분체는 제1 고분자 스페로이드 및 제2 고분자 스페로이드를 포함하며, 상기 제1 고분자

스페로이드 및 제2 고분자 스페로이드는 적어도 부분적으로 상대 고분자 스페로이드를 침투하는 구조로 결합하며, 상기 제1 고분자 스페로이드는 코어-셸 구조를 갖고 상기 셸은 관능기를 포함하는, 효능원료가 안정화된 화장료 조성물을 제공한다.

- [7] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 제1 고분자 스페로이드의 코어와 제2 고분자 스페로이드는 비닐 고분자를 포함하며, 상기 제1 고분자 스페로이드의 셸은 비닐 모노머와 관능기의 공중합체를 포함할 수 있다.
- [8] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 비닐 고분자는 폴리스티렌 또는 폴리메틸메타크릴레이트일 수 있다.
- [9] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 관능기는 실록산일 수 있다.
- [10] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 비친수성일 수 있다.
- [11] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 입자 크기가 100 내지 1500 nm일 수 있다.
- [12] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 화장료 조성물 전체 중량을 기준으로 0.1 내지 15 중량% 함유될 수 있다.
- [13] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 효능원료는 염류성 물질일 수 있다.
- [14] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 염류성 물질은 이알피, ERP™ (Endogeneous reducing potentiator)로써 트리소듐 프럭토즈 디포스페이트(Trisodium fructose diphosphate)를 함유할 수 있다.
- [15] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화장료 조성물은 W/O 또는 W/S(silicon) 제형일 수 있다.
- [16] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화장료 조성물은 2 내지 200 μm 사이즈의 유화 입자를 가질 수 있다.
- [17] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화장료 조성물은 알코올을 포함할 수 있다.
- [18] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화장료 조성물은 유화 조성물이며, 유화 조성물의 수상부는 염을 포함할 수 있다.
- [19] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 염은 염화나트륨, 염화칼륨, 염화리튬, 염화칼슘 및 염화마그네슘으로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상일 수 있다.
- [20] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 염은 유화 조성물 전체 중량을 기준으로 0.01 내지 5 중량% 함유될 수 있다.

발명의 효과

- [21] 일 측면에서, 본 명세서에 개시된 기술은 효능원료를 제형화함에 있어 pH, 염 등의 외부 조건 변화에 따른 효능원료의 변색, 변취 등의 문제를 극복하고 이들의 역치가 보존되며 점증 시스템의 붕괴를 막아 그에 따른 유화 입자들의 합일, 상분리가 일어나지 않는 안정화된 제형을 갖는 화장료 조성물을 제공하는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[22] 도 1은 본 실시예에 따른 0.5 중량%의 ERP를 함유하는 화장료 조성물의 장기 보관 시(60도, 1주일) 변색 등의 외관 변화를 관찰한 사진이다. (a)는 ERP 수용액(비교예 1), (b)는 O/W 제형(비교예 2), (c)는 W/O 제형(비교예 3), (d)는 덤벨(dumbbell) 형상의 분체가 함유된 W/S 제형(실시예 1)을 나타낸다.

[23] 도 2는 본 실시예에 따른 ERP를 함유하는 W/S 제형 화장료 조성물의 pH, 염에 따른 유화 입자 변화를 관찰한 사진이다. (a)는 NaCl 0%, pH 5.7, (b)는 NaCl 6%, pH 5.7, (c)는 pH 1.5, (d)는 pH 9.0을 나타낸다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

[24] 이하, 첨부한 도면들을 참조하여, 본 출원의 실시예들을 보다 상세하게 설명하고자 한다. 그러나 본 출원에 개시된 기술은 여기서 설명되는 실시예들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다. 단지, 여기서 소개되는 실시예들은 개시된 내용이 철저하고 완전해질 수 있도록 그리고 당업자에게 본 출원의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 제공되는 것이다. 도면에서 각 구성요소를 명확하게 표현하기 위하여 구성요소의 폭이나 두께 등의 크기를 다소 확대하여 나타내었다. 또한, 설명의 편의를 위하여 구성요소의 일부만을 도시하기도 하였으나, 당업자라면 구성요소의 나머지 부분에 대하여도 용이하게 파악할 수 있을 것이다. 또한, 해당 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 본 출원의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 본 출원의 사상을 다양한 다른 형태로 구현할 수 있을 것이다.

[25] 본 명세서에서 “치환된”은 별도의 정의가 없는 한, 본 발명의 작용기 중 하나 이상의 수소 원자가 할로젠 (F, Cl, Br 또는 I), 히드록시기, 니트로기, 이미노기(=NH, =NR, R은 탄소수 1-10의 알킬기이다), 아미디노기, 히드라진 또는 히드라존기, 카르복시기, 치환 또는 비치환된 탄소수 1-20의 알킬기, 치환 또는 비치환된 탄소수 3-30의 헤테로아릴기, 치환 또는 비치환된 탄소수 2-30의 헤테로시클로알킬기로 치환되는 것을 의미할 수 있다.

[26] 본 명세서에서 본 명세서에서 “(메트)아크릴”은 아크릴(acryl) 및/또는 메타크릴(methacryl)을 의미할 수 있다.

[27] 본 명세서에서 양친매성 이방성 분체의 입자 크기는 분체 입자의 가장 긴 길이인 최장경(maximum length)을 측정한 것이다. 본 명세서에서 양친매성 이방성 분체의 입자 크기 범위는 조성물 내에 존재하는 양친매성 이방성 분체의 95% 이상이 상기 범위 내에 속함을 의미한다.

[28] 본 명세서에서 유화 입자의 평균 입경이란 단일 입자의 지름의 평균값을 의미한다. 본 명세서에서 유화 입자의 평균 입경 범위는 조성물 내에 존재하는 유화 입자의 95% 이상이 상기 범위 내에 속함을 의미한다.

[29] 일 측면에서, 본 명세서에 개시된 기술은 화장료 조성물에 있어서, 상기 화장료 조성물은 화학적 비대칭 이방성 분체와 효능원료를 포함하며, 상기 분체는 제1

고분자 스페로이드 및 제2 고분자 스페로이드를 포함하며, 상기 제1 고분자 스페로이드 및 제2 고분자 스페로이드는 적어도 부분적으로 상대 고분자 스페로이드를 침투하는 구조로 결합하며, 상기 제1 고분자 스페로이드는 코어-셸 구조를 갖고 상기 셸은 관능기를 포함하는, 효능원료가 안정화된 화장료 조성물을 제공한다.

- [30] 본 명세서에서 스페로이드는 고분자로 구성된 하나의 몸체로서, 예를 들어 구형체 또는 타원형체일 수 있으며, 몸체 단면에서 가장 긴 길이를 기준으로 마이크로 단위 또는 나노 단위의 장축 길이를 가질 수 있다.
- [31] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 제1 고분자 스페로이드의 코어와 제2 고분자 스페로이드는 비닐 고분자를 포함하며, 상기 제1 고분자 스페로이드의 셸은 비닐 모노머와 관능기를 포함하는 모노머의 공중합체를 포함할 수 있다.
- [32] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 비닐 고분자는 비닐 방향족계 고분자일 수 있으며, 구체적으로, 폴리스티렌일 수 있다.
- [33] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 관능기는 실록산일 수 있다.
- [34] 예시적인 구현예에 따르면, 상기 제1 고분자 스페로이드 및 제2 고분자 스페로이드 중 하나 이상은 이온성 비닐 고분자를 포함할 수 있다.
- [35] 예시적인 구현예에 따르면, 상기 이온성 비닐 고분자는 소듐 4-비닐벤젠설포네이트 중합체일 수 있다.
- [36] 일예에서, 상기 관능기를 포함하는 모노머는 실록산 함유 (메트)아크릴레이트일 수 있으며, 구체적으로, 3-(트리메톡시실릴)프로필 아크릴레이트, 3-(트리메톡시실릴)프로필 메타크릴레이트, 비닐트리에톡시실란, 비닐트리메톡시실란 또는 이들의 혼합물일 수 있다.
- [37] 일예에서, 상기 제1 고분자 스페로이드의 셸은 친수성 관능기가 추가적으로 도입될 수 있다.
- [38] 일예에서, 상기 친수성 관능기는 음전하 또는 양전하를 가진 관능기 또는 PEG(Polyethylene glycol) 계열일 수 있으며, 카르복실산기, 설펜기, 포스페이트기, 아미노기, 알콕시기, 에스테르기, 아세테이트기, 폴리에틸렌글리콜기 및 하이드록실기로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상일 수 있다.
- [39] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 비친수성일 수 있다. 기하학적으로 덤벨(dumbbell) 형상을 갖는 화학적 이방성 분체는 그 강한 유화력으로 인해 안정화된 유중수화 제형을 만들 수 있다. 화학적 이방성 분체는 거대 유화 입자를 형성하며 분체 상호 간에 강한 물리적 결합으로 단단한 계면막을 형성한다. 따라서, 이를 활용하여 W/O 또는 W/S 제형에 효능원료를 로딩시(수상에 분산하여 제형 형성) 안정한 제형의 제조가 가능하다. 또한, 다양한 외부 조건에서 안정된 제형을 구현하고 효능원료의 변색을 방지할 뿐만 아니라, 제형의 오일, 왁스, 물 등의 함량을 다양하게 조절하여 다양한 사용감의 구현이 가능하다.

- [40] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 비대칭 스노우맨(snowman) 형상 또는 비대칭 역스노우맨 형상일 수 있다.
- [41] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 입자 크기가 100 내지 1500 nm일 수 있다. 다른 측면에서, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 입자 크기가 100 내지 500 nm, 또는 200 내지 300 nm일 수 있다. 이때, 입자 크기는 화학적 비대칭 이방성 분체의 가장 긴 부분을 측정한 길이를 의미한다. 구체적으로, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 입자 크기가 100 nm 이상, 200 nm 이상, 300 nm 이상, 400 nm 이상, 500 nm 이상, 600 nm 이상, 700 nm 이상, 800 nm 이상, 900 nm 이상, 1000 nm 이상, 1100 nm 이상, 1200 nm 이상, 1300 nm 이상 또는 1400 nm 이상이면서, 1500 nm 이하, 1400 nm 이하, 1300 nm 이하, 1200 nm 이하, 1100 nm 이하, 1000 nm 이하, 900 nm 이하, 800 nm 이하, 700 nm 이하, 600 nm 이하, 500 nm 이하, 400 nm 이하, 300 nm 이하 또는 200 nm 이하일 수 있다.
- [42] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 화장료 조성물 전체 중량을 기준으로 0.1 내지 15 중량% 함유될 수 있다. 다른 측면에서, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 화장료 조성물 전체 중량을 기준으로 0.5 내지 5 중량% 함유된 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 화장료 조성물 전체 중량을 기준으로 0.1 중량% 이상, 0.5 중량% 이상, 1 중량% 이상, 2 중량% 이상 4 중량% 이상, 6 중량% 이상, 8 중량% 이상, 10 중량% 이상 또는 12 중량% 이상이면서, 15 중량% 이하, 12 중량% 이하, 10 중량% 이하, 8 중량% 이하, 6 중량% 이하, 4 중량% 이하, 2 중량% 이하, 1 중량% 이하 또는 0.5 중량% 이하일 수 있다. 상기 화학적 비대칭 이방성 분체 함량을 조절함으로써, 유화 입자 크기를 수 μm 에서 수십, 수백 μm 까지 조절 가능하다.
- [43] 상기 효능원료란 미백, 주름개선, 탄력감을 높이는 등의 특정 기능을 수행하는 효능성분으로, 피부에 트러블을 일으키지 않으면서 최대한 효능을 낼 수 있는 적정량을 사용하도록 식품의약품안전처에서 관리감독하고 있는 성분이다.
- [44] .
- [45] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 효능원료는 염류성 물질일 수 있다.
- [46] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 염류성 물질은 트리소듐 프럭토스 디포스페이트(Trisodium fructose diphosphate)(ERP™)를 함유할 수 있다. 상기 화장료 조성물은 화학적 비대칭 이방성 분체를 함유함으로써, 염류성 효능원료 중 하나인 트리소듐 프럭토스 디포스페이트의 변색을 막고 장기 안정도를 높여주는 효과가 있다.
- [47] 예시적인 구현예에 따르면, 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 수상부와 함께 첨가되어 유화 화장료 조성물의 제조가 가능하다.
- [48] 상기 화장료 조성물은 유화 조성물이며, 화학적 비대칭 이방성 분체, 유상부 및 수상부 함량비가 중량 기준 0.1 내지 15 : 5 내지 60 : 10 내지 80인 수중유형(O/W) 제형인 것일 수 있다. 다른 측면에서, 상기 화장료 조성물은 화학적 비대칭 이방성 분체, 유상부 및 수상부 함량비가 중량 기준 0.1 내지 5 : 15 내지 40 : 50

내지 80인 수중유형(O/W) 제형인 것일 수 있다. 또한, 상기 화장료 조성물은 화학적 비대칭 이방성 분체, 유상부 및 수상부 함량비가 중량 기준 1 내지 15 : 50 내지 80 : 10 내지 30인 유중수형(W/O) 제형인 것일 수 있다. 상기 유상부는 액체 유지, 고체 유지, 왁스류, 탄화 수소유, 고급 지방산, 고급 알콜, 합성 에스테르유 및 실리콘유로 구성된 군에서 선택되는 1 이상을 포함할 수 있다.

[49] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화장료 조성물은 W/O 또는 W/S(silicon) 제형일 수 있다.

[50] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화장료 조성물은 2 내지 200 μm 사이즈의 유화 입자를 가질 수 있다. 다른 측면에서, 상기 화장료 조성물은 10 내지 100 μm , 10 내지 50 μm , 또는 25 μm 의 거대 유화 입자를 가질 수 있다. 구체적으로, 상기 화장료 조성물은 2 μm 이상, 5 μm 이상, 10 μm 이상, 15 μm 이상, 20 μm 이상, 25 μm 이상, 30 μm 이상, 40 μm 이상, 50 μm 이상, 80 μm 이상, 100 μm 이상, 130 μm 이상, 150 μm 이상 또는 180 μm 이상이면서, 200 μm 이하, 180 μm 이하, 150 μm 이하, 130 μm 이하, 100 μm 이하, 80 μm 이하, 50 μm 이하, 40 μm 이하, 30 μm 이하, 25 μm 이하, 20 μm 이하, 15 μm 이하, 10 μm 이하 또는 5 μm 이하의 유화 입자를 가질 수 있다.

[51] 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 계면에 대한 상이한 방향성을 가짐으로써 거대 유화 입자를 형성하고 사용감이 우수한 제형의 구현이 가능하다. 종래 분자 수준의 계면활성제로는 수십 μm 의 입경을 갖는 안정화된 거대 유화 입자를 만들기가 어려웠고, 계면활성제의 계면막 두께가 약 수 nm였던 반면, 본 명세서에 개시된 화학적 비대칭 이방성 분체의 경우 계면막 두께가 약 수백 nm로 증가하고 분체간 강한 결합으로 인해 안정화된 계면막을 형성함에 따라 유화 안정도가 크게 향상될 수 있다.

[52] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화장료 조성물은 알코올을 포함할 수 있다. 상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 알코올에 분산된 후 수상부와 함께 첨가되어 화장료 조성물이 제조될 수 있다. 알코올로는 탄소수 1 내지 4의 저급알코올, 폴리올 또는 이들의 혼합물이 사용 가능하다. 탄소수 1 내지 4의 저급알코올, 폴리올 또는 이들의 혼합물을 이용함으로써 물의 어는점을 낮추어 거대 유화 입자 형성으로 인한 냉해동 안정도가 떨어지는 현상을 방지하고 안정도를 높여주는 효과가 있다.

[53] 상기 탄소수 1 내지 4의 저급알코올은 메탄올, 에탄올 및 부탄올로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상일 수 있으며, 구체적으로 에탄올일 수 있다.

[54] 상기 폴리올은 다가(多價) 알코올, 즉 2개 이상의 수산기(-OH)를 가진 지방족 화합물로서 수산기를 2개 가진 것을 글리콜 또는 디올(diol)이라고 하며, 수산기를 3개 가진 것으로 대표적인 글리세롤이 있고, 4개 가진 것으로는 펜타에리트리톨이 있다. 이에 제한하는 것은 아니나 구체적으로, 상기 폴리올은 부틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 디프로필렌글리콜, 에리스리톨, 크실리톨, 소르비톨, 폴리에틸렌글리콜 및 이소프로펜글리콜로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상일 수 있다.

- [55] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 화장료 조성물은 유화 조성물이며, 유화 조성물의 수상부는 염을 포함할 수 있다. 수상부에 염이 함유됨으로써, 물과 오일 사이에 비친수성 화학적 비대칭 이방성 분체가 위치하게 하고 안정화된 계면막을 형성하여 안정화된 화장료 조성물의 제공이 가능하다.
- [56] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 염은 염화나트륨, 염화칼륨, 염화리튬, 염화칼슘 및 염화마그네슘으로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상일 수 있다.
- [57] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 염은 유화 조성물 전체 중량을 기준으로 0.01 내지 5 중량% 함유될 수 있다.
- [58] 다른 측면에서, 본 명세서에 개시된 기술은 상기 화학적 비대칭 이방성 분체의 제조방법으로서, (1) 제1 모노머 및 중합 개시제를 교반하여 제1 고분자 스페로이드의 코어를 제조하는 단계; (2) 상기 제조된 제1 고분자 스페로이드의 코어를, 제1 모노머, 중합 개시제 및 관능기를 포함하는 모노머와 교반하여 코팅된 코어-셸 구조의 제1 고분자 스페로이드를 제조하는 단계; 및 (3) 상기 제조된 코어-셸 구조의 제1 고분자 스페로이드를, 제2 모노머 및 중합 개시제와 교반하여 제2 고분자 스페로이드가 형성된 이방성 분체를 제조하는 단계;를 포함하는 화학적 비대칭 이방성 분체의 제조방법을 제공한다.
- [59] 상기 (1), (2) 및 (3)단계에서 교반은 회전 교반일 수 있다. 균일한 입자 생성을 위하여 화학적인 개질과 더불어 균일한 기계적 혼합이 필요하기 때문에 회전 교반하는 것이 바람직하다. 상기 회전 교반은 원통형 반응기에서 회전 교반할 수 있으나, 회전 교반 방법을 이에 한정하는 것은 아니다.
- [60] 이때, 반응기 내부 디자인은 분체 형성에 큰 영향을 미친다. 원통형 반응기 내 날개(baffles)의 크기와 위치, 및 임펠러(impeller)와의 간격 정도는 생성되는 입자의 균일성에 큰 영향을 미친다. 내부 날개와 임펠러의 블레이드(blade) 간격을 최소화하여 대류 흐름과 그 세기를 균일화하고, 분체 반응액은 날개 길이 이하로 투입되며 임펠러 회전속도는 고속을 유지하는 것이 바람직하다. 200 rpm 이상의 고속도로 회전될 수 있고, 반응기의 지름과 높이의 길이 비율은 1 내지 3 : 1 내지 5, 더욱 구체적으로 지름 10 내지 30 cm 및 높이 10 내지 50 cm일 수 있다. 반응기 크기는 반응 용량에 비례하여 변화가 가능하다. 또한, 원통형 반응기의 재질은 세라믹, 유리 등일 수 있고, 교반시 온도는 50 내지 90 °C인 것이 바람직하다.
- [61] 원통형 회전 반응기에서 단순 회전법은 균일한 입자의 생성을 가능하게 하고 에너지가 적게 소요되는 저에너지 방법이면서 반응 효율이 극대화되어 대량 생산을 가능하게 하는 특징이 있다. 종래 사용되었던 반응기 자체가 회전하는 텀블링 방식은 반응기 전체를 일정한 각도로 기울여서 고속으로 회전시켜야 하므로 고에너지가 필요하고 반응기의 크기가 제한적이었다. 반응기 크기의 한계 때문에 생성되는 양 또한 약 수백 mg 내지 수 g 정도의 소량으로 제한적이어서 대량 생산에 부적합하였다.
- [62] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 제1 모노머와 제2 모노머는 동일 또는

상이할 수 있으며, 구체적으로 비닐 모노머일 수 있다. 또한, 상기 (2)단계에서 첨가되는 제1 모노머는 상기 (1)단계에서 사용된 제1 모노머와 동일하며, 각 단계에서 사용되는 개시제는 동일 또는 상이할 수 있다.

- [63] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 비닐 모노머는 비닐 방향족계 모노머일 수 있다. 상기 비닐 방향족계 모노머는 치환 또는 비치환된 스티렌일 수 있고, 예를 들어 스티렌, 알파메틸스티렌, 알파에틸스티렌 및 파라메틸스티렌으로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상일 수 있다.
- [64] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 중합 개시제는 라디칼 중합 개시제일 수 있으며, 구체적으로, 퍼옥사이드계 및 아조계 중 1 이상일 수 있다. 또한, 과황산암모늄, 과황산나트륨, 과황산칼륨도 사용 가능하다. 상기 퍼옥사이드계 라디칼 중합 개시제는 벤조일퍼옥사이드, 라우릴퍼옥사이드, 큐멘하이드로퍼옥사이드, 메틸에틸케톤퍼옥사이드, t-부틸하이드로퍼옥사이드, o-클로로벤조일퍼옥사이드, o-메톡시벤조일퍼옥사이드, t-부틸퍼옥시-2-에틸헥사노에이트 및 t-부틸퍼옥시이소부티레이트로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상일 수 있으며, 상기 아조계 라디칼 중합 개시제는 2,2'-아조비스이소부티로니트릴, 2,2'-아조비스(2-메틸이소부티로니트릴) 및 2,2'-조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상일 수 있다.
- [65] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 (1)단계에서 제1 모노머 및 중합 개시제는 100 내지 250 : 1의 중량비로 혼합할 수 있다.
- [66] 다른 측면에서, 상기 (1)단계에서 제1 모노머, 중합 개시제와 함께 안정화제를 첨가하여 제1 모노머, 중합 개시제 및 안정화제를 100 내지 250 : 1 : 0.001 내지 5의 중량비로 혼합할 수 있다. 분체 사이즈 및 형태는 초기 (1)단계의 제1 고분자 스페로이드 사이즈 조절에 따라 결정되고, 제1 고분자 스페로이드 사이즈는 제1 모노머, 개시제 및 안정화제의 반응비에 따라 조절될 수 있다. 또한, 상기 범위의 중량비로 혼합함으로써, 이방성 분체의 균일도를 높일 수 있는 효과가 있다.
- [67] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 안정화제는 이온성 비닐 모노머일 수 있으며, 구체적으로 소듐 4-비닐벤젠설포네이트를 이용할 수 있다. 안정화제는 생성되는 입자의 팽윤을 막아주고 분체 표면에 양 또는 음 전하를 부여함으로써 입자 생성 중에 상호 합일(결합)을 정전기적으로 방지한다.
- [68] 화학적 이방성 분체가 200 내지 250 nm의 크기를 가질 경우, 제 1모노머, 개시제 및 안정화제의 비가 110 내지 130 : 1 : 2 내지 4, 구체적으로 115 내지 125 : 1 : 2 내지 4, 보다 구체적으로 120 : 1 : 3인 제1 고분자 스페로이드로부터 제조될 수 있다.
- [69] 또한, 화학적 이방성 분체가 400 내지 450 nm의 크기를 가질 경우, 제 1모노머, 개시제 및 안정화제의 비가 225 내지 240 : 1 : 1 내지 3, 구체적으로 230 내지 235 : 1 : 1 내지 3, 보다 구체적으로 235 : 1 : 2인 제1 고분자 스페로이드로부터 제조될 수 있다.

- [70] 또한, 화학적 이방성 분체가 1100 내지 1500 nm의 크기를 가질 경우, 제1 모노머, 개시제 및 안정화제의 비가 110 내지 130 : 1 : 0, 구체적으로 115 내지 125 : 1 : 0, 보다 구체적으로 120 : 1 : 0인 제1 고분자 스페로이드로부터 제조될 수 있다.
- [71] 또한, 비대칭 스노우맨 형상의 화학적 이방성 분체는 제1 모노머, 개시제 및 안정화제의 비가 100 내지 140 : 1 : 8 내지 12, 구체적으로 110 내지 130 : 1 : 9 내지 11, 보다 구체적으로 120 : 1 : 10의 반응비로 제조된 제1 고분자 스페로이드로부터 제조될 수 있다.
- [72] 또한, 비대칭 역스노우맨 형상의 화학적 이방성 분체는 제1 모노머, 개시제 및 안정화제의 비가 100 내지 140 : 1 : 1 내지 5, 구체적으로 110 내지 130 : 1 : 2 내지 4, 보다 구체적으로 120 : 1 : 3의 반응비로 제조된 제1 고분자 스페로이드로부터 제조될 수 있다.
- [73] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 (2)단계에서 관능기를 포함하는 모노머는 실록산을 함유하는 화합물일 수 있다. 구체적으로, 실록산 함유 (메타)아크릴레이트일 수 있으며, 3-(트리메톡시실릴)프로필 아크릴레이트, 3-(트리메톡시실릴)프로필 메타크릴레이트, 비닐트리에톡시실란 및 비닐트리메톡시실란로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상일 수 있다.
- [74] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 (2)단계에서 제1 모노머, 중합 개시제 및 관능기를 포함하는 모노머는 80 내지 98 : 0.2 내지 0.8 : 2 내지 20의 중량비로 혼합할 수 있다. 다른 측면에서, 상기 제1 모노머, 중합 개시제 및 관능기를 포함하는 모노머는 160 내지 200 : 1 : 6 내지 40 중량비로 혼합할 수 있다. 반응비에 따라 코팅 정도를 조절할 수 있고 코팅 정도에 따라서 이후 화학적 이방성 분체의 형상이 이루어지며, 상기 반응비로 반응시킬 경우 처음 두께 대비 약 10 내지 30%, 구체적으로 20% 내외로 코팅 두께가 증가하게 되며, 코팅이 너무 두꺼워 분체화가 진행되지 않거나 너무 얇아 다방향으로 분체화되는 문제 없이 분체화가 잘 진행하게 된다. 또한, 상기 범위의 중량비로 혼합함으로써, 이방성 분체의 균일도를 높일 수 있는 효과가 있다.
- [75] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 (3)단계에서 제2 모노머 및 중합 개시제는 200 내지 250 : 1의 중량비로 혼합할 수 있다.
- [76] 다른 측면에서, 상기 (3)단계에서 제2 모노머, 중합 개시제와 함께 안정화제를 첨가하여 제2 모노머, 중합 개시제 및 안정화제를 200 내지 250 : 1 : 0.001 내지 5의 중량비로 혼합할 수 있다. 안정화제의 구체적인 종류는 상술한 바와 같다. 상기 범위의 중량비로 혼합함으로써, 이방성 분체의 균일도를 높일 수 있는 효과가 있다.
- [77] 예시적인 일 구현예에 따르면, 상기 (3)단계에서 제2 모노머 함량은 코어-셸 구조의 제1 고분자 스페로이드 중량이 100 중량부일 때 40 내지 300 중량부로 혼합할 수 있다. 구체적으로, 제2 모노머 함량이 코어-셸 구조의 제1 고분자 스페로이드 중량 대비 40 내지 100%일 경우 비대칭 스노우맨 타입의 분체가

얻어지고, 100 내지 150%, 또는 110 내지 150%일 경우 대칭 형상의 분체가 얻어지고, 150 내지 300%, 또는 160 내지 300%일 경우 비대칭 역스노우맨 타입의 분체가 얻어진다. 또한, 상기 범위의 중량비로 혼합함으로써, 이방성 분체의 균일도를 높일 수 있는 효과가 있다.

- [78] 본 발명 다른 실시예에서, 본 발명 일실시예에 따른 양친매성 이방성 분체를 제조할 때에, 상기 (3) 단계 이후에 (4) 상기 제조된 이방성 분체에 친수성 관능기를 도입하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [79] 일예에서, 상기 (4)단계에서 친수성 관능기는 이에 제한하는 것은 아니나, 실란 커플링제와 반응 조절제를 이용하여 도입할 수 있다.
- [80] 일예에서, 상기 실란 커플링제는 (3-아미노프로필)트리메톡시실란, N-[3-(트리메톡시실릴)프로필]에틸렌디아민, N-[3-(트리메톡시실릴)프로필]에틸렌디아민 염화물, (N-숙시닐-3-아미노프로필)트리메톡시실란, 1-[3-(트리메톡시실릴)프로필]우레아 및 3-[(트리메톡시실릴)프로필옥시]-1,2-프로판디올로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상일 수 있으며, 구체적으로 N-[3-(트리메톡시실릴)프로필]에틸렌디아민일 수 있다.
- [81] 일예에서, 상기 실란 커플링제는 상기 (3)단계에서 제조된 이방성 분체 100중량부에 대하여 35중량부 내지 65중량부, 예를 들어 40중량부 내지 60중량부로 혼합할 수 있다. 상기 범위 내에서 친수화가 적절하게 이루어질 수 있다.
- [82] 일예에서, 상기 반응 조절제는 암모늄 하이드록사이드일 수 있다.
- [83] 일예에서, 상기 반응 조절제는 상기 (3)단계에서 제조된 이방성 분체 100중량부에 대하여 85중량부 내지 115중량부, 예를 들어 90중량부 내지 110중량부로 혼합할 수 있다. 상기 범위 내에서 친수화가 적절하게 이루어질 수 있다.
- [84] 종래 피커링에 사용되는 구형 분체 입자들에 계면활성력을 부여하여 그 계면활성력을 증가시키려는 시도들이 이루어져 왔고 그 예로 야누스 구형 입자가 있으나, 기하학적인 한계성 및 균일한 대량 생산이 어려운 문제점이 있어 실질적인 응용이 이루어지지 않았다. 반면, 본 명세서에 개시된 상기 화학적 이방성 분체의 제조방법은 가교제를 사용하지 않아 제조상 엉킴이 없어 수율이 높고 균일하며, 단순 교반 방법을 이용하여 텀블링 방법에 비해 대량 생산이 용이하다. 특히, 300 nm 이하 크기의 나노 사이즈를 수십 g 내지 수십 kg 단위로 대량 생산할 수 있는 이점이 있다.

발명의 실시를 위한 형태

- [85] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에

의해 제한되는 것으로 해석되지 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[86]

[87] **제조예 1. 폴리스티렌(Polystyrene, PS) 제1 고분자 스페로이드 제조**

[88] 수상에 모노머로서 스티렌(Styrene), 안정화제로서 소듐

4-비닐벤젠설포네이트(Sodium 4-vinylbenzenesulfonate), 개시제로서

아조비스이소부티로니트릴(Azobisisobutyronitrile, AIBN)를 혼합하여 75°C에서

8시간 동안 반응시켰다. 반응은 원통형 반응기에서 교반하였으며, 원통형

반응기는 지름 11cm, 높이 17cm, 유리재질이고, 200 rpm의 속도로 회전시켰다.

[89]

[90] **제조예 2. 코어-셸(Core-Shell, CS) 구조의 코팅된 제1 고분자 스페로이드 제조**

[91] 상기 얻어진 폴리스티렌(Polystyrene, PS) 제1 고분자 구형 입자에, 모노머로서

스티렌(Styrene), TMSPA(3-(trimethoxysilyl) propylacrylate), 개시제로서

아조비스이소부티로니트릴(Azobisisobutyronitrile, AIBN)을 혼합하여

반응시켰다. 반응은 원통형 반응기에서 교반하였다.

[92]

[93] **제조예 3. 이방성 분체 제조**

[94] 상기 반응 결과 얻어진 폴리스티렌-코어셸(PS-CS) 수분산 용액에, 모노머로서

스티렌(Styrene), 안정화제로서 소듐 4-비닐벤젠설포네이트(Sodium

4-vinylbenzenesulfonate), 개시제로서

아조비스이소부티로니트릴(Azobisisobutyronitrile, AIBN)을 혼합하고 75°C로

가열하여 반응을 진행하였다. 반응은 원통형 반응기에서 교반하여 이방성

분체를 얻었다.

[95]

[96] **준비예 4. 친수화된 양친매성 이방성 분체 제조**

[97] 상기 얻어진 이방성 분체의 수분산 용액 600g에 실란 커플링제로서

N-[3-(트리메톡시실릴)프로필]에틸렌디아민(N-[3-(Trimethoxysilyl)propyl]ethylen

ediamine) 30g과 반응 조절제로서 암모늄 하이드록사이드(Ammmonium

hydroxide) 60g을 혼합하여 25°C에서 24시간 동안 반응시켜 친수성 관능기를

도입하였다. 반응은 원통형 회전 반응기에서 교반하여 친수화된 양친매성

이방성 분체를 제조하였다.

[98]

[99] **비교예 1.**

[100] ERP™ (Endogeneous reducing potentiator)를 사용하여 하기 표 1의 ERP 수용액을

제조하였다.

[101]

[102] [표1]

성분명	함량(중량%)
정제수	To 100
ERP	0.5

[103]

[104] **비교예 2.**

[105] 통상의 방법에 따라 하기 표 2의 O/W 제형을 제조하였다.

[106]

[107] [표2]

성분명	함량(중량%)
스쿠알란(에몰리언트)	2
세틸에틸헥사노에이트(에몰리언트)	2
폴리소르베이트 20(계면활성제)	0.2
피씨에이디메치콘(에몰리언트)	0.8
사이클로펜타실록산*사이클로헥사실록산(에몰리언트)	2.5
트리실록산*디메치콘(에몰리언트)	2.8
디메치콘*디메치콘/비닐디메치콘크로스폴리머(에몰리언트)	2
정제수(용제)	to 100
디소듐이디티에이(킬레이터)	0.05
글리세린(보습제)	4
페녹시에탄올(방부제)	0.4
에틸헥실글리세린(에몰리언트)	0.05
부틸렌글라이콜(보습제)	9
하이드록시에틸아크릴레이트/소듐아크릴로일디메틸타우레이트코폴리머(점증제)	0.95
글리세레스-26(보습제)	2
ERP(효능원료)	0.5
향료	0.01

[108]

[109] **비교예 3.**

[110] 통상의 방법에 따라 하기 표 3의 W/O 제형을 제조하였다.

[111] [표3]

성분명	함량(중량%)
디메치콘*사이클로펜타실록산*폴리실리콘-11*나일론-12*메틸 메타크릴레이트/아크릴로니트릴코폴리머*피이지-10디메치콘* 폴리소르베이트 40*이소헥사데칸*암모늄폴리아크릴로일디메틸타우레이트(에 몰리언트)	33
사이클로펜타실록산 (에몰리언트)	16
디메치콘*디메치콘/비닐디메치콘크로스폴리머(에몰리언트)	1
피이지-10디메치콘(계면활성제)	1
라우릴피이지-9폴리디메틸실록시에칠디메치콘(계면활성제)	1
정제수(용제)	to 100
디소듐이디티에이(킬레이터)	0.02
염화나트륨(염)	0.7
부틸렌글라이콜(보습제)	4
페녹시에탄올(방부제)	0.3
ERP(효능원료)	0.5
향료	0.2

[112]

[113] 실시예 1.

[114] 상기 제조예 3에서 제조된 이방성 분체(DB)를 사용하여 ERP를 함유하는 하기
표 4의 W/S 제형을 제조하였다.

[115]

[116] [표4]

성분명	함량(중량%)
사이클로 펜타실록산(에몰리언트)	30.00
디스타아르디모늄 헥토라이트(점중제)	0.20
디에톡시에틸 석시네이트(에몰리언트)	2.00
피씨에이 디메치콘(에몰리언트)	5.00
정제수(용제)	to 100
NaCl(염)	2.00
제조예 3의 이방성 분체 분산액 (20 중량% in ethanol)	15
ERP(효능원료)	0.5

[117]

[118] 시험예 1. 고온 경시 외관 변화 평가

[119] 상기 실시예 1 및 비교예 1~3의 조성물을 60°C에서 1주일간 보관한 경우의 변색 등의 외관 변화를 관찰하였다. 도 1은 60°C에서 1주일 보관 후의 외관 사진을 나타내며, (a)는 ERP 수용액(비교예 1), (b)는 O/W 제형(비교예 2), (c)는 W/O 제형(비교예 3), (d)는 이방성 분체가 함유된 W/S 제형(실시예 1)이다.

[120] 도 1의 결과에서, 비교예의 경우 변색 등의 외관 변화가 일어나는 반면, 실시예 1에 따른 조성물은 변색 등의 외관 변화가 나타나지 않는 것을 확인할 수 있다.

[121]

[122] 실시예 2~5.

[123] 상기 제조예 3에서 제조된 이방성 분체를 사용하여 표 5 조성에 따른 W/S 제형을 제조하였다. 실시예 2는 NaCl이 0중량% 포함되며 pH 5.7인 조성물, 실시예 3은 NaCl 6중량% 포함되며 pH 5.7인 조성물이며, 실시예 4는 pH 1.5, 실시예 5는 pH 9.0인 조성물이다.

[124] [표5]

성분명(중량%)	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5
사이클로펜타실록산	30	30	30	30
디스테아르디모늄 헥토라이트	0.2	0.2	0.2	0.2
다이에톡시에틸 석시네이트	2	2	2	2
피씨에이 디메치콘	5	5	5	5
정제수	to 100	to 100	to 100	to 100
NaCl	0	6	0	0
제조예 3의 이방성 분체 분산액(20중량% in ethanol)	15	15	15	15
락트산(Lactic acid)	0	0	1	0
Sodium lactate	0	0	0.1	0
트로메타민(Tromethamine)	0	0	0	0.001
pH	5.7	5.7	1.5	9.0

[125]

[126] 시험예 2. 유화 입자 안정화 평가

[127] 상기에서 제조한 실시예 2~5의 유화 조성물을 25°C에서 광학 현미경으로 관찰하여 유화 입자의 상태를 확인하였으며, 결과를 도 2에 나타낸다.

[128] 도 2의 결과에서, 상기 실시예 2~5에 따른 효능원료 안정화용 화장료 조성물은 1.5 내지 9의 pH, 0 내지 6%의 염의 변화에도 안정된 유화 입자를 유지하였다(도 1 참조).

[129]

[130] 시험예 3. ERP 활성 역가 실험

[131] 상기 실시예 1의 조성물에 대하여 실온(25°C) 및 40°C 조건에서 조성물을 유지하고, 하기 방법에 따라 ERP의 역가를 측정하였으며, 결과를 하기 표 6에 나타낸다.

[132] <ERP 역가 측정법>

[133] 검체 약 0.5 g을 정밀하게 달아 물 20mL를 넣고 분산시킨 다음 물을 넣어 100ml로 하고 필요하면 여과하여 검액으로 한다. 따로 트리소디움 프럭토즈 디포스페이트 8수화물 표준품 약 14 mg을 정량하여 여기에 물을 넣어 녹여 100 ml로 한 액체 25ml를 취하고, 여기에 물을 넣어 100ml로 한 액체를 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 25ul씩을 가지고 다음의 조건으로 이온크로마토그래피를 이용하여 트리소디움 프럭토즈 디포스페이트의 피크면적 At 및 As를 구한다. (트리소디움 프럭토즈 디포스페이트의 양(mg)=표준품양(mg) X At/As X 0.25 X

0.738) 다만, 따로 규정하지 않는 것은 액체크로마토 그래피법을 따른다.
(Waters사, 미국, xterra RP18칼럼 사용) 상기와 같이 구해진 트리소디움 프럭토즈 디포스페이트의 양의 초기값에 대한 백분율로 역가를 산출하였다.

[134] [표6]

제조사	4주경과(초기값에 대해 %)		8주경과(초기값에 대해 %)	
	실온	40°C	실온	40°C
100%	94.5	92.3	89.9	84.3

[135]

[136] 상기 표 6의 결과에서, ERP 활성 역가 측정시, 고온 (40°C)에서 8주가 지나도 역가 감소가 크게 나타나지 않아, 고온에서도 ERP의 역가가 보존되어 조성물 내에 안정화됨을 확인할 수 있다.

[137]

[138] 상술한 바와 같이, 본 명세서에 따른 효능원료 안정화용 화장료 조성물은 화학적 이방성 분체를 함유함으로써, pH, 염 등의 외부 조건 변화에 따른 효능원료의 변색, 변취 등의 문제를 극복하고 이들의 역치가 보존될 뿐만 아니라, 점증 시스템의 붕괴를 막아 그에 따른 유화 입자들의 합일, 상분리가 일어나지 않는 안정화된 제형을 갖는 화장료 조성물을 제공하는 효과가 있음을 알 수 있다.

[139]

[140] 이상, 본 발명내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시태양일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 정의된다고 할 것이다.

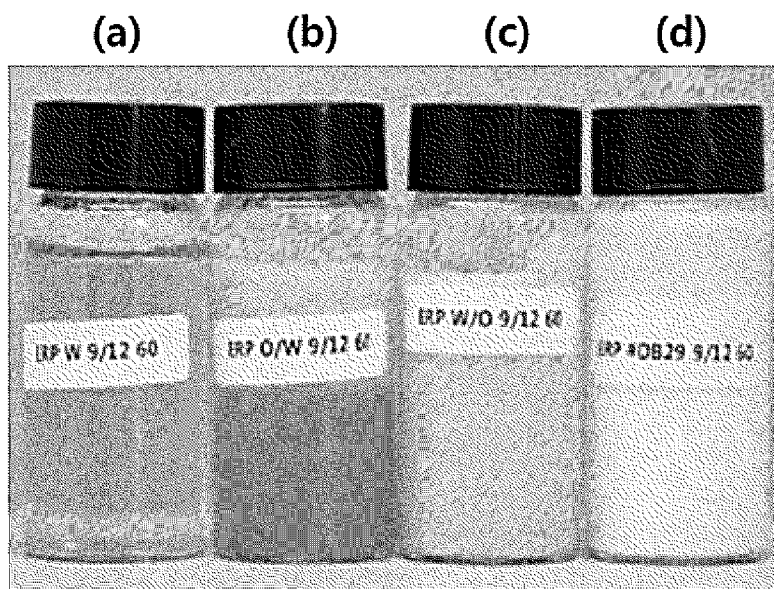
청구범위

- [청구항 1] 화장료 조성물에 있어서,
상기 화장료 조성물은 화학적 비대칭 이방성 분체와 효능원료를 포함하며,
상기 분체는 제1 고분자 스페로이드 및 제2 고분자 스페로이드를 포함하며,
상기 제1 고분자 스페로이드 및 제2 고분자 스페로이드는 적어도 부분적으로 상대 고분자 스페로이드를 침투하는 구조로 결합하며,
상기 제1 고분자 스페로이드는 코어-셸 구조를 갖고 상기 셸은 관능기를 포함하는, 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 2] 제 1항에 있어서,
상기 제1 고분자 스페로이드의 코어와 제2 고분자 스테로이드는 비닐 고분자를 포함하며,
상기 제1 고분자 스페로이드의 셸은 비닐 모노머와 관능기를 포함하는 모노머의 공중합체를 포함하는 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 3] 제 2항에 있어서,
상기 비닐 고분자는 폴리스티렌인 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 4] 제 1항에 있어서,
상기 관능기는 실록산인 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 5] 제 1항에 있어서,
상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 비친수성인 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 6] 제 1항에 있어서,
상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 입자 크기가 100 내지 1500 nm인 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 7] 제 1항에 있어서,
상기 화학적 비대칭 이방성 분체는 화장료 조성물 전체 중량을 기준으로 0.1 내지 15 중량% 함유된 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 8] 제 1항에 있어서,
상기 효능원료는 염류성 물질인 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 9] 제 8항에 있어서,
상기 염류성 물질은 트리소듐 프럭토스 디포스페이트(Trisodium

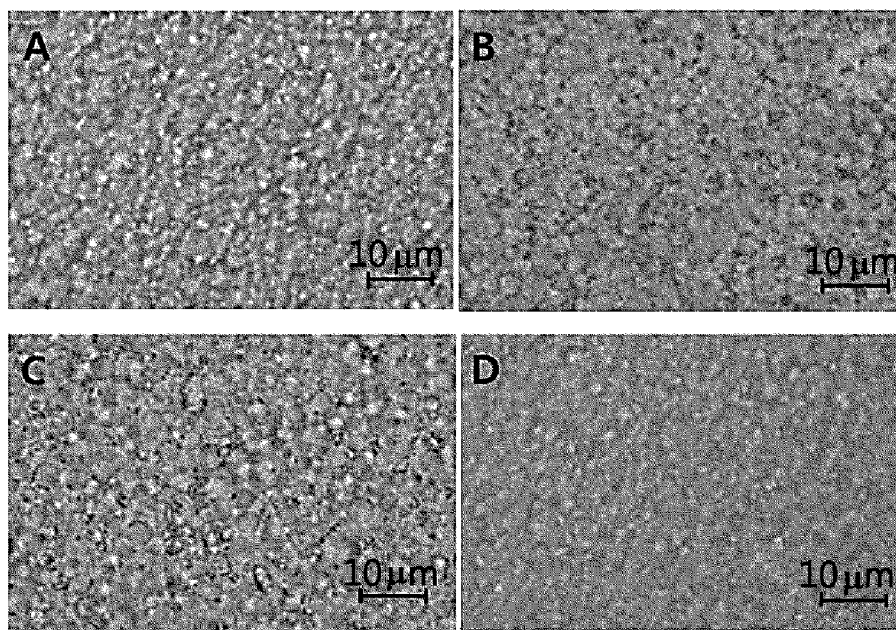
fructose diphosphate)를 함유하는 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.

- [청구항 10] 제 1항에 있어서,
상기 화장료 조성물은 W/O 또는 W/S(silicon) 제형인 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 11] 제 1항에 있어서,
상기 화장료 조성물은 2 내지 200 μm 사이즈의 유화 입자를 갖는 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 12] 제 1항에 있어서,
상기 화장료 조성물은 알코올을 포함하는 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 13] 제 1항에 있어서,
상기 화장료 조성물은 유화 조성물이며, 유화 조성물의 수상부는 염을 포함하는 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 14] 제 13항에 있어서,
상기 염은 염화나트륨, 염화칼륨, 염화리튬, 염화칼슘 및 염화마그네슘으로 이루어진 군에서 선택되는 1 이상인 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.
- [청구항 15] 제 13항에 있어서,
상기 염은 유화 조성물 전체 중량을 기준으로 0.01 내지 5 중량% 함유된 것을 특징으로 하는 효능원료가 안정화된 화장료 조성물.

[도1]



[도2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2015/014557

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

A61K 8/81(2006.01)i, A61K 8/72(2006.01)i, A61K 8/06(2006.01)i, A61K 8/19(2006.01)i, A61Q 19/00(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A61K 8/81; A61K 8/06; C08L 33/02; A61K 31/353; C09D 201/00; A61K 47/30; C08L 91/06; C08L 33/14; A61Q 11/00; A61K 8/19; A61K 8/72; A61Q 19/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: cosmetic composition, anisotropy particulate material, effective raw material, spheroid, core-shell structure

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	KR 10-2014-0091556 A (MOMENTIVE PERFORMANCE MATERIALS INC.) 21 July 2014 See claims 1, 3 and 17.	1-15
A	KR 10-2014-0073211 A (SAMSUNG FINE CHEMICALS CO., LTD.) 16 June 2014 See claims 1-2.	1-15
A	KR 10-1299148 B1 (BIOGENICS, INC.) 22 August 2013 See claim 1; abstract.	1-15
A	KR 10-2009-0073368 A (AMOREPACIFIC CORPORATION) 03 July 2009 See claims 1 and 8; abstract.	1-15
PX	WO 2015-183042 A1 (AMOREPACIFIC CORPORATION) 03 December 2015 See claims 1-2, 4 and 8-11; paragraph [43].	1-4,6-7,10-11



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

18 APRIL 2016 (18.04.2016)

Date of mailing of the international search report

18 APRIL 2016 (18.04.2016)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2015/014557

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-2014-0091556 A	21/07/2014	CA 2854918 A1 CN 104039887 A EP 2780416 A1 JP 2015-500353 A MX 2014005897 A US 2013-0121948 A1 US 9243142 B2 WO 2013-074931 A1	23/05/2013 10/09/2014 24/09/2014 05/01/2015 05/06/2014 16/05/2013 26/01/2016 23/05/2013
KR 10-2014-0073211 A	16/06/2014	NONE	
KR 10-1299148 B1	22/08/2013	KR 10-2012-0009795 A	02/02/2012
KR 10-2009-0073368 A	03/07/2009	KR 10-1472304 B1	12/12/2014
WO 2015-183042 A1	03/12/2015	KR 10-2015-0138012 A KR 10-2015-0138096 A	09/12/2015 09/12/2015

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

A61K 8/81(2006.01)i, A61K 8/72(2006.01)i, A61K 8/06(2006.01)i, A61K 8/19(2006.01)i, A61Q 19/00(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

A61K 8/81; A61K 8/06; C08L 33/02; A61K 31/353; C09D 201/00; A61K 47/30; C08L 91/06; C08L 33/14; A61Q 11/00; A61K 8/19; A61K 8/72; A61Q 19/00

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 화장료 조성물, 이방성 분체, 효능원료, 스페로이드, 코어-셸 구조

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
A	KR 10-2014-0091556 A (모멘티브 퍼포먼스 머티리얼즈 인크.) 2014.07.21 청구항 1, 3 및 17 참조.	1-15
A	KR 10-2014-0073211 A (삼성정밀화학 주식회사) 2014.06.16 청구항 1-2 참조.	1-15
A	KR 10-1299148 B1 ((주)바이오제닉스) 2013.08.22 청구항 1; 요약 참조.	1-15
A	KR 10-2009-0073368 A ((주)아모레퍼시픽) 2009.07.03 청구항 1 및 8; 요약 참조.	1-15
PX	WO 2015-183042 A1 ((주)아모레퍼시픽) 2015.12.03 청구항 1-2, 4 및 8-11; 단락 [43] 참조.	1-4, 6-7, 10-11

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일

2016년 04월 18일 (18.04.2016)

국제조사보고서 발송일

2016년 04월 18일 (18.04.2016)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소

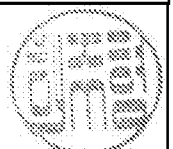
대한민국 특허청
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-481-8578

심사관

허주형

전화번호 +82-42-481-8150



국제조사보고서에서
인용된 특허문헌

공개일

대응특허문헌

공개일

KR 10-2014-0091556 A	2014/07/21	CA 2854918 A1	2013/05/23
		CN 104039887 A	2014/09/10
		EP 2780416 A1	2014/09/24
		JP 2015-500353 A	2015/01/05
		MX 2014005897 A	2014/06/05
		US 2013-0121948 A1	2013/05/16
		US 9243142 B2	2016/01/26
		WO 2013-074931 A1	2013/05/23
KR 10-2014-0073211 A	2014/06/16	없음	
KR 10-1299148 B1	2013/08/22	KR 10-2012-0009795 A	2012/02/02
KR 10-2009-0073368 A	2009/07/03	KR 10-1472304 B1	2014/12/12
WO 2015-183042 A1	2015/12/03	KR 10-2015-0138012 A	2015/12/09
		KR 10-2015-0138096 A	2015/12/09