



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년01월28일
(11) 등록번호 10-1942912
(24) 등록일자 2019년01월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 8/97 (2017.01) A61K 8/19 (2006.01)
A61K 8/72 (2006.01) A61K 8/92 (2006.01)
A61Q 19/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0155675
(22) 출원일자 2013년12월13일
심사청구일자 2013년12월13일
(65) 공개번호 10-2015-0069363
(43) 공개일자 2015년06월23일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020130132826 A*
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자
씨큐브 주식회사
충청북도 진천군 진천읍 성중로 144
(72) 발명자
조금성
충북 진천군 진천읍 장관2길 153, 203동 708호 (우주동백아파트)
최민
광주광역시 남구 백운로66번길 9, 201동 502호 (백운1동 대흥백운스카이라프트 2차)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인(유한) 대아

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 이재영

(54) 발명의 명칭 **화장품용 조성물**

(57) 요약

적색, 황색, 청색을 비롯한 다양한 색상을 나타낼 수 있는 화장품 조성물에 대하여 개시한다.

본 발명에 따른 화장품 조성물은 상기 안료는 천연안료, 천연안료를 기질에 코팅하여 제조한 적색, 황색 또는 청색 광택 안료 및 금속산화물을 기질에 코팅하여 제조한 적색, 황색 또는 청색 광택안료 중 1종 이상을 포함하여 다양한 색상을 나타낼 수 있는 것을 특징으로 한다.

(72) 발명자

강광중

충북 청주시 상당구 중흥로 146, 608동 201호 (용암동, 중흥마을6단지부영아파트)

최병기

충북 청원군 오창읍 오창중앙로 94, 812동 904호 (한라비발디아파트)

임광수

충북 청주시 상당구 중흥로 196, 202동 204호 (용암동, 중흥마을2단지부영아파트)

장길완

충북 청주시 상당구 중흥로 196, 206동 1106호 (용암동, 중흥마을2단지부영아파트)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020110047151 A*

KR1020080015223 A*

KR1020130114013 A*

KR1020120039080 A*

JP2013532710 A*

JP52146436 A*

JP2003055575 A*

JP2004315426 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

명세서

청구범위

청구항 1

안료, 수지 및 용제를 포함하고,

상기 안료는 플레이크 기질에 식물성 천연염료를 함유하는 천연안료와 금속산화물이 하나의 층에 함께 코팅된 광택 안료를 포함하여 다양한 색상을 나타낼 수 있는 것을 특징으로 하는 화장품용 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 안료는 조성물 전체 중량의 2~50중량%로 포함되는 것을 특징으로 하는 화장품용 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 화장품용 조성물이 유성 화장품용인 경우,

상기 용제는 오일이고, 상기 수지는 유용성(oil soluble) 수지인 것을 특징으로 하는 화장품용 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 화장품용 조성물이 수성 화장품용인 경우,

상기 용제는 물이고, 상기 수지는 수용성 수지인 것을 특징으로 하는 화장품용 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 안료는 금속산화물을 기질에 코팅하여 제조한 광택 안료 및 천연안료 중 1종 이상을 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 화장품용 조성물.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 금속산화물을 기질에 코팅하여 제조한 광택 안료는 금속산화물을 기질에 코팅한 것으로, 흡착반응 및 소성을 포함하는 금속산화물 코팅 반응으로 코팅한 것을 특징으로 하는 화장품용 조성물.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 금속산화물은 산화철, 이산화티탄 및 이산화주석 중 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 화장품용 조성물.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 화장품은 마스크라, 아이섀도우, 액상 아이라이너, 젤상 아이라이너, 네일 에나멜, 파운데이션, 립스틱, 립글로스, 화장용 크림, 메이크업 파운데이션, 아이펜슬, 블러셔 또는 에멀전인 것을 특징으로 하는 화장품용 조성물.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 화장품 제조 기술에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 식물성 천연안료, 식물성 천연안료 코팅 광택안료, 산화티탄 코팅 또는 산화철 코팅 광택안료를 포함하는 화장품용 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 화장품은 유행 변화에 민감하여 다양한 제품들이 지속적으로 출시된다. 화장품에는 오일, 안료, 수지 등 여러 성분이 포함되며, 이들 요소 중 안료는 화장품의 색상을 결정하는 역할을 한다.

[0003] 화장품은 크게 얼굴 전체에 도포하는 베이스 메이크업 제품과 얼굴의 국소 부분만을 도포하는 포인트 메이크업 제품이 있다. 이 중 포인트 메이크업 제품은 립스틱, 아이섀도우, 블러셔 등이 있으며, 공통적으로 색상이 가장 중요한 요소이다.

[0004] 현재까지 화장품에서 붉은색을 나타내기 위하여 가장 일반적으로 쓰이는 원료는 카민으로, 카민은 선인장에 기생하는 연지벌레를 건조해 분말화한 동물성 붉은 색소이다. 카민은 화장품, 음료수, 아이스크림 등에서 붉은 색 짙을 내는 안료로 널리 사용하고 있다. 카민은 사람에 따라 두드러기, 비염, 천식 등 알레르기 반응을 일으킬 수 있으며, 어린이에게는 과잉행동장애를 일으킬 수도 있다

[0005] 본 발명에 관련된 배경기술로는 대한민국 공개특허공보 제10-2012-0113661호(2012.10.15. 공개)에 개시된 안료의 블랙 색상 혼합물을 함유하는 메이크업 조성물이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 목적은 다양한 색상을 구현할 수 있는 화장품용 조성물을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 하나의 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 화장품용 조성물은 안료, 수지 및 용제를 포함하고, 상기 안료는 식물성 천연안료, 식물성 천연안료를 기질에 코팅하여 제조한 광택 안료 및 금속산화물을 기질에 코팅하여 제조한 광택안료 중 1종 이상을 포함하여 다양한 색상을 나타낼 수 있는 것을 특징으로 한다.

[0008] 이때, 상기 안료는 조성물 전체 중량의 2~50중량%로 포함되는 것이 바람직하다.

[0009] 또한, 상기 화장품용 조성물이 유성 화장품용인 경우, 상기 용제는 오일이고, 상기 수지는 유용성(oil soluble) 수지인 것이 바람직하다.

[0010] 또한, 상기 화장품용 조성물이 수성 화장품용인 경우, 상기 용제는 물이고, 상기 수지는 수용성 수지인 것이 바

람직하다.

[0011] 또한, 상기 안료는 식물성 천연안료이거나 또는 식물성 천연안료를 기질에 코팅한 광택안료일 수 있다.

[0012] 또한, 상기 안료는 산화철, 이산화티탄 또는 이산화주석을 기질에 코팅한 것으로, 흡착반응 및 소성을 포함하는 금속산화물 코팅 반응으로 코팅한 것일 수 있다.

발명의 효과

[0013] 본 발명에 따른 화장품용 조성물은 식물성 천연안료, 식물성 천연안료를 기질에 코팅하여 제조한 적색, 황색 또는 청색 광택 안료 및 금속산화물을 기질에 코팅하여 제조한 적색, 황색 또는 청색 광택안료 중 1종 이상을 포함하여, 적색, 황색 및 청색을 나타낼 수 있으며, 이뿐만 아니라 안료의 혼합을 통한 녹색, 보라색, 분홍색, 자주색, 흑색, 백색, 회색 등 다양한 색상을 나타낼 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0014] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 상세하게 후술되어 있는 실시 예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시 예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시 예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

[0015] 이하, 본 발명에 따른 화장품용 조성물에 대하여 상세히 설명하기로 한다.

[0016] 본 발명의 실시예에 따른 화장품용 조성물은 마스크라, 아이셰도우, 액상 아이라이너, 젤상 아이라이너, 네일 에나멜, 파운데이션, 립스틱, 립글로스, 화장용 크림, 메이크업 파운데이션, 아이펜슬, 블러셔(blusher) 또는 에멀전 등의 화장품을 제조하기 위한 것으로서, 통상의 화장품용 조성물과 마찬가지로 안료, 수지 및 용제를 포함한다.

[0017] 이때, 본 발명에서는, 안료가 식물성 천연안료, 식물성 천연안료를 기질에 코팅하여 제조한 적색, 황색 또는 청색 광택 안료 및 금속산화물을 기질에 코팅하여 제조한 적색, 황색 또는 청색 광택안료 중 1종 이상을 포함하여, 적색, 황색, 청색을 나타낼 수 있을 뿐만 아니라 서로 다른 색상을 나타내는 안료의 혼합을 통하여 녹색, 보라색, 분홍색, 자주색, 흑색, 백색, 회색 등 다양한 색상을 나타낼 수 있다.

[0018] 보다 구체적으로, 천연안료를 이용할 경우, 안료는 천연안료 자체이거나 식물성 천연염료를 함유하는 천연안료를 기질에 코팅한 것일 수 있다. 또한, 금속산화물을 이용할 경우, 안료는 산화철, 이산화티탄 또는 이산화주석을 기질에 코팅한 것으로, 흡착반응 및 소성을 포함하는 금속산화물 코팅 반응으로 코팅한 것일 수 있다.

[0019] 이들 천연안료 혹은 천연안료를 코팅한 적색, 황색 및 청색 광택안료의 구체적인 제조 방법 및 금속산화물을 코팅한 적색, 황색 및 청색 광택안료의 구체적인 제조 방법은 후술하기로 한다.

[0020] 상기 안료는 조성물 전체 중량의 2~50중량%로 포함되는 것이 바람직하다. 안료의 함량이 2중량% 미만일 경우, 원하는 색상을 충분히 나타내기 어려워질 수 있다. 반대로, 안료의 함량이 50중량%를 초과하는 경우, 안료의 응집이 과다하게 발생하거나, 보존성이 저하되는 문제점이 있다.

[0021] 본 발명에 따른 화장품용 조성물은 유성 화장품용 혹은 수성 화장품용일 수 있으며, 보다 바람직하게는 유성 화장품용이다.

[0022] 화장품용 조성물이 유성 화장품용인 경우, 상기 용제는 오일이고, 상기 수지는 유용성(oil soluble) 수지일 수 있다. 이러한 유용성 수지는 이들은 에틸 셀룰로스, 프로필 셀룰로스, 비닐 에스테르 공중합체 등이 제시될 수 있으며, 그외에도 화장품 제조를 위하여 사용되는 다양한 유용성 수지가 이용될 수 있다.

[0023] 반대로, 상기 화장품용 조성물이 수성 화장품용인 경우, 상기 용제는 물이고, 상기 수지는 수용성 수지일 수 있다. 이러한 수용성 수지는 프로테인, 케라틴, 폴리아크릴레이트 또는 폴리메타아크릴레이트, 폴리비닐피롤리돈,

폴리비닐 알코올 등이 제시될 수 있으며, 그외에도 공지된 다양한 수용성 수지가 이용될 수 있다.

- [0024] 용제는 고상 화장품용일 경우 약 10~40중량% 정도 포함되고, 액상 화장품용일 경우 대략 50~80중량% 정도 포함될 수 있으나, 반드시 이에 제한되는 것은 아니고 최종 화장품 제조 과정에서 용제 제거 과정이 포함되거나 혹은 용제 추가 과정이 포함될 수 있다.
- [0025] 본 발명에 따른 화장품용 조성물은 보습제 또는 가습제, 향노화제, 향미생물제 등 각종 첨가제를 더 포함할 수 있다.
- [0026] 이하, 본 발명에 따른 화장품용 조성물에 포함되는 안료의 제조 방법을 설명하기로 한다.
- [0027] 천연안료 제조 방법 및 천연안료 이용 광택안료 제조 방법 1
- [0028] 천연안료 이용 광택안료 제조 방법의 예는, 식물성 천연 염료에 무기염 용액을 적정한 후, pH를 5~7로 조정하여 1차 안료(천연안료)를 제조하는 단계와, 기질 현탁액에 산도 조절제 및 상기 1차 안료를 혼합하여, 기질의 표면에 산화물층을 형성하여 광택 안료를 제조하는 단계를 포함한다. 본 방법은 적색 계열, 황색 계열, 자색계열, 녹색 계열 또는 흑색 계열의 천연 염료를 이용할 때 보다 적합하다.
- [0029] 보다 구체적으로, 광택안료 제조 방법은 염료로부터 천연염료를 수득하는 단계, 천연 염료로부터 안료를 제조하는 단계, 상기 염료에 무기염 용액을 적정하여, 천연염료를 포함하는 1차 안료(천연안료)를 형성하는 단계, 합성 운모, 천연 운모, Glass Flake(관상유리), 판상 산화철, 판상 알루미늄 및 판상 실리카, 탈크, 비스무스 중 하나 이상을 포함하는 플레이크 기질 및 금속산화물이 코팅된 광택안료 조성물을 물(탈이온수, 증류수 등)에 혼합한 후 교반 및 분산하는 기질 현탁액 형성 단계 및 상기 기질 현탁액에 산도 조절제 및 상기 안료를 혼합하여 상기 플레이크 기질의 표면에 산화물층을 피복하는 플레이크 기질 피복 단계를 포함한다.
- [0030] 1차 안료(천연안료) 제조 단계는, 천연 염료로부터 염료를 제조하는 염료 제조 단계, 금속염 함유 용액에 염료를 투입하는 염료 금속염 혼합용액 제조 단계, 상기 염료 금속염 혼합용액을 교반하는 단계, 상기 염료 금속염 혼합용액에서 안료 입자를 침지시키는 안료 입자 침지 단계 및 침지된 상기 안료 입자를 분리한 후 건조하는 안료 입자 건조 단계를 포함한다.
- [0031] 염료 제조 단계는, 증류수 또는 유기용매를 100 중량부라 할 때, 상기 천연 염료 10 내지 30 중량부를 첨가하고 가열하여 염액을 추출하는 염액 추출 단계 및 추출된 상기 염액을 농축 및 진공 건조시키는 염액 건조 단계를 포함한다. 여기서, 상기 천연 염료는 적색 계열, 황색 계열, 자색계열, 청색 계열, 녹색 계열 또는 흑색 계열의 천연염료일 수 있다.
- [0032] 여기서, 상기 천연 염료의 염재는 꼭두서니(madder), 홍화(safflower), 소목(sappanwood), 로그우드(logwood), 자초(gromwell), 감(persimmon), 살구나무, 매실나무, 회나무, 생강나무, 강수뿌리, 측구화, 호장근, 산행목, 주목, 오미자, 동백, 포도, 붓나무 및 이들의 조합으로부터 선택되는 적어도 어느 하나인 적색 또는 자색 계열 이거나, 치자, 울금, 양파껍질, 홍화 황색소, 황련, 황백, 정향, 석류, 갈대, 괴화, 물푸레 나무, 옷나무, 노목, 팔배나무, 개나리 나무 껍질, 등화, 오리나무, 밤나무, 상수리 나무 및 이들의 조합으로부터 선택되는 적어도 어느 하나인 황색 또는 녹색 계열일 수 있다.
- [0033] 무기염은 금속염일 수 있고, 상기 금속염은 BaCl_2 , CaCl_2 , AlCl_3 , SnCl_4 , TiCl_4 , TiOCl_2 , TiOSO_4 , FeCl_3 , FeSO_4 , SiCl_4 , ZrOCl_2 , $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, MnCl_2 , MgCl_2 및 CoCl_2 중 1종 이상을 포함할 수 있다.
- [0034] 상기 염료 금속염 혼합용액은 정수 100 중량부, 상기 염료 3 중량부 내지 30 중량부 및 상기 금속염 3 중량부 내지 30 중량부를 포함하도록 제조될 수 있다.
- [0035] 이후, 염료 금속염 혼합용액을 교반한다. 상기 염료 금속염 혼합용액은 20℃ 내지 60℃에서 200rpm 내지 300rpm으로 가열 및 교반하면서, 상기 염료 금속염 혼합용액에 NaOH , KOH , Ca(OH)_2 , NH_3 , Mg(OH)_2 , CH_3NH_2 , $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{NH}_2$, CH_3OH , Al(OH)_3 선택된 하나 또는 하나 이상의 혼합물을 포함하는 염기성 용액을 첨가하여 pH를 5 내지 7로 조절하여 안료 입자를 침지시킨다. 20℃ 미만의 온도범위에서는 반응의 효율성이 저하되며, 60℃를 초과하는 온도범위에서는 안료의 색상이 변하는 원인이 될 수 있다.
- [0036] 다음, 침지된 상기 안료 입자를 분리한 후 건조한다.

- [0037] 상기 안료 형성 단계는, 상기 안료를 밀링하는 안료 밀링 단계 및 상기 안료를 정수에 혼합한 후 교반 및 분산하는 안료 분산 단계를 포함한다.
- [0038] 상기 안료 밀링 단계에서, 상기 안료는 200rpm 내지 500rpm에서 12 시간 내지 24 시간 동안 충분히 밀링하는 것이 바람직하다. 예를 들어, 500mL의 용기에 밀링볼의 부피는 300mL이 되게 한다. 밀링볼의 부피가 300mL보다 작으면 밀링의 효율성이 저하되고 응집된 안료 입자의 분산이 고르게 되지 않으며, 300mL보다 크면 용기 안에 들어갈 수 있는 안료의 양이 밀링볼의 양보다 상대적으로 적어 밀링의 효율성이 저하된다. 최소 12시간에서 최대 24시간 밀링을 실시한다. 200rpm 미만에서 밀링되면 분산의 효과가 떨어지고, 500rpm 초과인 범위에서 밀링되면 분산의 효과가 더 이상 증가하지 않을 뿐만 아니라 500rpm을 초과하면 안료입자가 손상될 수 있으므로, 안료의 품질을 위해서는 적절한 rpm 조건에서 안료입자의 분산을 개선시키는 것이 중요하다.
- [0039] 상기와 같은 과정으로 1차 안료(천연안료)가 제조될 수 있다.
- [0040] 천연 안료를 기질에 코팅한 광택 안료를 제조하기 위해서는 다음과 같은 추가의 과정이 필요하다.
- [0041] 합성 운모, 천연 운모, Glass Flake(판상유리), 판상 산화철, 판상 알루미늄 및 판상 실리카, 탈크, 비스무스 중 하나 이상을 포함하는 플레이크 기질 및 금속산화물이 코팅된 안료 조성물을 정수(D.I. water)에 혼합한 후 교반 및 분산하는 상기 기질 현탁액 형성 단계는, 200rpm 내지 500rpm에서 수행될 수 있다.
- [0042] 상기 기질 현탁액 형성 단계에서 형성된 기질 현탁액에 산도 조절제 및 상기 안료를 혼합하여 상기 플레이크 기질의 표면에 식물성 천연염료 성분이 함유된 안료입자를 피복한다. 여기서, 산도 조절제는 산성을 나타내는 염산, 황산, 아세트산, 초산 등을 선택된 하나 또는 하나 이상의 혼합물을 포함하는 산성 용액을 이용할 수 있다.
- [0043] 상기 플레이크 기질 피복 단계에서, 피복 반응은 기질 현탁액과 안료의 혼합용액의 pH는 4.0 내지 8.0으로 조절되며, 200rpm 내지 500rpm에서 30분 내지 60분 동안 수행되는 것이 바람직하다.
- [0044] 상기 플레이크 기질 피복 단계 이후에, 산화물층으로 코팅된 상기 플레이크 기질을 수세 및 탈수하는 단계, 세척된 상기 플레이크 기질을 건조하는 플레이크 기질 건조 단계 및 건조된 상기 플레이크 기질 중 소정 크기보다 크게 형성된 플레이크 기질을 메쉬를 이용하여 분리하는 플레이크 기질 스크리닝 단계를 더 포함한다.
- [0045] 상기 플레이크 기질 건조 단계는, 60℃ 내지 100℃에서 12 시간 내지 24 시간 동안 수행될 수 있다.
- [0046] 상기 플레이크 기질 스크리닝 단계에서, 분리되는 플레이크 기질은 45 μ m 이하이다. 스크리닝 단계에서는 메쉬를 사용하여 반응 중 생긴 응집입자를 제거할 수 있다.
- [0047] 천연안료 이용 광택안료 제조 방법 2
- [0048] 천연안료 이용 광택안료 제조 방법의 다른 예는, 식물성 천연 염료로부터 1차 안료를 제조한 후, 불밀링하여 천연안료를 제조하는 단계, 물에 기질과 1차 안료를 투입한 후, 교반하는 단계 및 교반된 결과물에 무기염 용액을 적정하고 교반하여, 상기 기질 표면에 산화물층을 형성하는 단계를 포함한다. 본 방법은 주로 청색 계열 또는 녹색 계열 염료를 이용할 때 바람직하다.
- [0049] 보다 구체적으로, 천연안료 제조 방법은 염료로부터 천연염료를 수득하는 단계, 청색 계열의 천연 염료로부터 안료를 제조하는 안료 제조 단계, 상기 안료에 물을 투입하고 불밀링하는 불밀링 단계를 포함한다. 또한, 천연안료가 기질에 코팅된 광택 안료 제조 방법은 합성 운모, 천연 운모, Glass Flake(판상유리), 판상 산화철, 판상 알루미늄 및 판상 실리카, 탈크, 비스무스 중 하나 이상을 포함하는 플레이크 기질 및 금속산화물이 코팅된 안료 조성물, 상기 천연안료 및 정수를 혼합한 후 교반 및 분산하는 기질 현탁액 형성 단계 및 상기 기질 현탁액에 pH가 조정되도록 무기염 용액을 적정하고 교반하여 상기 플레이크 기질의 표면에 산화물층을 피복하는 플레이크 기질 피복 단계를 포함한다.
- [0050] 안료 제조 단계는, 증류수 또는 유기용매를 100 중량부라 할 때, 상기 천연 염료 5~30 중량부를 첨가하고 가열하여 염액을 추출하는 염액 추출 단계 및 추출된 상기 염액을 농축 및 진공 건조시키는 염액 건조 단계를 포함한다. 여기서, 상기 천연 염료는 청색 계열 또는 녹색 계열의 천연염료일 수 있다.
- [0051] 여기서, 상기 천연 염료의 염색은 쪽폴(indigo), 닭의 장풀, 붓꽃 및 이들의 조합으로부터 선택되는 적어도 어느 하나인 청색 또는 녹색 계열일 수 있다.
- [0052] 불 밀링 단계에서, 상기 정수가 100 중량부일 때, 상기 안료는 10 중량부 내지 30 중량부로 함유되는 것이 바람

직하다. 상기 안료가 10 중량부 미만인 경우에는 낮은 농도로 인하여 반응효율이 떨어질 수 있고, 30 중량부를 초과할 경우에는 반응액 대비 천연 안료의 양이 너무 많아서 반응 효율이 떨어질 수 있다.

[0053] 한편, 불 밀링 단계에서, 불밀링은 6 시간 내지 12 시간 동안 수행되는 것이 바람직하다. 불밀링 시간이 6시간 미만이면 분산이 불충분 할 수 있고, 12시간을 초과하면 더 이상의 분산효과 없이 공정시간만 길어져서 효율이 떨어 질 수 있다.

[0054] 이상의 과정을 거쳐 천연안료가 제조될 수 있다.

[0055] 기질 현탁액 형성 단계에서, 상기 기질은 평균입경이 2~250 μm 이고, 두께가 0.2~5 μm 인 것이 바람직하다. 평균입경이 2 μm 미만일 경우, 각형비 감소로 인한 빛의 산란에 의해 일정하게 동일한 굴절률을 갖는 동일한 색상을 나타낼 수 없고, 250 μm 를 초과하는 경우에는 피복되는 표면적의 증가로 인해 색상 구현을 위한 피복 산화물층의 형성이 어려울 수 있다.

[0056] 여기서, 상기 기질 현탁액이 100 중량부일 때, 상기 기질은 3~15 중량부로 함유되는 것이 바람직하다. 상기 기질의 농도가 3 중량부 미만이면 농도가 너무 낮아서 반응효율이 떨어질 수 있으며, 15 중량부 이상이면 진한 농도로 인해 응집이 발생 할 수 있다.

[0057] 여기서, 교반은 상온에서 수행되되, 교반속도는 200rpm 내지 500rpm인 것이 바람직하다. 교반속도가 200rpm 미만이면 반응시 분산효과가 떨어져서 안료끼리 응집될 수 있으며, 500rpm을 초과하면 더 이상의 분산효과 없이 rpm만 높아져서 효율이 떨어 질 수 있다.

[0058] 플레이크 기질 피복 단계에서는, 기질 현탁액에 pH가 조정되도록 무기염 용액을 적정하고 교반하여, 상기 플레이크 기질의 표면에 산화물층을 피복한다.

[0059] 여기서, 상기 기질은 합성 운모, 천연 운모, Glass Flake(판상유리), 판상 산화철, 판상 알루미늄 및 판상 실리카, 탈크, 비스무스 중 하나 이상을 포함하는 플레이크 기질이거나 여기에 금속산화물이 코팅된 것일 수 있다.

[0060] 여기서, pH는 적어도 두 단계의 pH 조정 단계로 조정될 수 있다.

[0061] 상기 pH 조정 단계는, 상기 기질 현탁액에 3~10부피% 농도의 금속염 용액을 서서히 적정하고 5~30분 동안 교반하여 pH를 7~7.1로 조정하는 제1 pH 조정 단계, 3~10부피% 농도의 금속염 용액을 서서히 적정하고 5~30분 동안 교반하여 pH를 4~4.1으로 조정하는 제2 pH 조정 단계, 10~20부피% 농도의 HCl 용액을 서서히 적정하고 5~30분 동안 교반하여 pH를 2.1~2.2로 조정하는 제3 pH 조정 단계 및 10~20부피% 농도의 염기성 용액을 서서히 적정하고 5분 내지 30분 동안 교반하여 pH를 4.2~4.4로 조정하는 제4 pH 조정 단계를 포함한다.

[0062] 상기 플레이크 기질 피복 단계 이후에, 산화물층으로 코팅된 상기 플레이크 기질을 수세 및 탈수하는 단계, 세척된 상기 플레이크 기질을 건조하는 플레이크 기질 건조 단계 및 건조된 상기 플레이크 기질 중 소정 크기보다 크게 형성된 플레이크 기질을 메쉬를 이용하여 분리하는 플레이크 기질 스크리닝 단계를 더 포함한다.

[0063] 상기 플레이크 기질 건조 단계는, 60℃ 내지 100℃에서 6 시간 내지 12 시간 동안 수행될 수 있다.

[0064] 상기 플레이크 기질 스크리닝 단계에서, 분리되는 플레이크 기질은 45 μm 이하이다. 스크리닝 단계에서는 메쉬를 사용하여 반응 중 생긴 응집입자를 제거할 수 있다.

[0065] 금속산화물 코팅 적색 안료 제조 방법

[0066] 금속산화물 코팅 적색 안료는 금속산화물로서 산화철(Fe_2O_3)을 코팅하여 제조할 수 있다. 그 구체적인 제조 과정은 다음과 같다.

[0067] 우선, 상온(20~30℃)에서 천연 운모(mica), 합성 운모, 박편상 알루미늄, Glass Flake(판상유리), 판상 산화철, 판상실리카, 탈크 및 비스무스 중 하나 이상을 포함하는 소판형 기재를 물, 일례로 탈미네랄수에 현탁시킨 후 교반기를 이용하여 교반하여 슬러리를 제조한다.

[0068] 이상에서와 같이, 안료 제조를 위한 슬러리 제조가 완료되면, 슬러리를 가열하여 슬러리의 온도를 60~90℃로 승온시키는 것이 바람직하다. 이와 같이 슬러리를 가열하는 이유는 슬러리의 온도가 60℃ 미만일 경우, 후속 피복

층의 피복 상태가 균일하지 못하고, 피복되는 물질의 크기 및 형태가 매우 불규칙하게 되기 때문이다. 그리고, 슬러리의 온도가 90℃를 초과하면 피복을 위한 반응이 격렬하게 일어나서 거친 피복층이 형성될 수 있기 때문이다. 기재에 피복되는 피복층의 상태가 불안정할 경우 안료는 높은 채도를 갖지 못하므로, 상기와 같은 온도 범위를 유지하는 것이 바람직하다.

- [0069] 이후, 슬러리의 승온이 완료된 상태에서, 슬러리에 산, 일례로 염산(HCl) 용액을 첨가하여 FeCl_3 가 가수분해될 수 있도록 슬러리의 pH를 2.5~4.0으로 조정하는 것이 바람직하다.
- [0070] 하부 Fe_2O_3 층 피복단계는 슬러리 제조, 승온, pH 조정을 완료하면, 그 다음으로 하부 Fe_2O_3 층 피복 단계에서 슬러리에 용액 내 FeCl_3 함량이 10~30중량%가 되도록 FeCl_3 용액을 칭량하여 투입한 후 적정한다. 적정 시, 염기, 일례로, 10~50%로 희석된 수산화나트륨(NaOH) 수용액을 첨가하여 슬러리의 pH를 2.5~4.0으로 일정하게 유지시킨다.
- [0071] 상기에서, FeCl_3 함량이 10중량% 미만이면, 제조시 한번에 생산할 수 있는 생산량이 줄어들어 생산성이 현저히 떨어진다. 반면에, 30중량%를 초과하면 대체로 반응성이 떨어져 표면이 매끄럽지 못하며, 불순물이 증가한다.
- [0072] 이때, 적정 pH에 도달하면 수성 매질 속에서 FeCl_3 용액 중의 FeCl_3 염화물(금속염)을 가수분해시켜서 소형관 기재의 표면에 Fe_2O_3 층이 피복된다. 이때의, Fe_2O_3 층은 하부 Fe_2O_3 층이 된다.
- [0073] 이후, 하부 Fe_2O_3 층을 포함한 슬러리에 용액 내 $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 함량이 2~20중량%가 되도록 $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 용액을 칭량하여 투입한 후 적정한다. 적정 시, 산, 일례로, 염산 용액을 첨가하여 슬러리의 pH를 5~9로 일정하게 유지시킨다. 그런 다음, 다시 산, 일례로, 염산 용액을 첨가하여, 슬러리의 pH를 2.5~4.0으로 조정하고, 약 10분~1시간 동안 교반하여 환류시킨다. 상기에서, $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 함량이 2중량% 미만이면 제조시 한번에 생산할 수 있는 생산량이 줄어들어 생산성이 현저히 떨어진다. 반면에, $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 함량이 20중량%를 초과하면 대체로 반응성이 떨어져 표면이 매끄럽지 못하며, 불순물이 증가한다. 또한, 슬러리의 pH값이 상기한 범위를 벗어나는 경우, $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 층의 피복이 정상적으로 이루어지지 않거나 피복 물질이 균일하지 않고 불규칙적인 크기와 형태를 갖게 되어 안료가 높은 채도를 갖지 못할 수 있다. 이때, 적정 pH에 도달하면 수성 매질 속에서 $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 용액 중의 $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 염화물을 가수분해시켜서 하부 Fe_2O_3 층 표면에 $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 층이 피복된다.
- [0074] 상부 Fe_2O_3 층 피복 단계는 $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 층을 포함한 슬러리에 용액 내 FeCl_3 함량이 10~30중량%가 되도록 FeCl_3 용액을 칭량하여 투입한 후 적정한다. 적정시, 염, 일례로, 10~50%로 희석된 수산화나트륨(NaOH) 수용액을 첨가하여 슬러리의 pH를 2.5~4.0으로 유지시키고, 약 10분~1시간 동안 교반하여 환류시킨다. 이러한 상부 Fe_2O_3 층 피복 과정은 전술한 하부 Fe_2O_3 층 피복 과정과 동일하게 진행한다. 적정 pH에 도달하면 수성 매질 속에서 FeCl_3 용액 중의 FeCl_3 염화물을 가수분해시켜서 $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 층의 표면에 Fe_2O_3 층이 피복된다. 이때의, Fe_2O_3 층은 상부 Fe_2O_3 층이 된다.
- [0075] 하부 Fe_2O_3 층 피복 단계부터 상부 Fe_2O_3 층 피복 단계는 슬러리 제조 단계에서 승온된 슬러리의 온도를 유지하여 각 피복층의 상태를 안정화하는 것이 바람직하다.
- [0076] 상기 적정액의 코팅에 따라 금속 산화물의 코팅 두께가 증대하는데, 두께에 따라 Bronze, Orange, Copper, Red, Bluish Red 순으로 색이 나타나게 되는데 원하는 색상에서 반응을 중지한다. 특히 적색에서 높은 채도를 보이므로 이 색상에서 반응을 중지하는 게 유리하다.
- [0077] 중간생성물 수득 단계는 슬러리를 약 10분~1시간 동안 교반한 후 최종 슬러리를 여과하여 탈수하고, 탈미네랄수를 이용하여 수회 세척한 후 80~150℃에서 약 1~20시간 동안 건조하여 잔류물인 중간생성물을 수득할 수 있다.
- [0078] 하소 단계는 최종 슬러리로부터 수득된 잔류물인 중간생성물을 600~900℃의 온도에서 하소시켜 안료의 합성을 완료한다. 이때, 하소 온도가 600℃ 미만일 경우, 하소가 불충분하여 원하는 안료가 얻어지지 않을 수 있고, 900℃를 초과하는 경우 기질이 용점에 도달하여 녹아, 얻으려는 안료가 아닌 다른 생성물이 생성될 수 있다. 이 과정에서, 최종 생성된 안료는 소관형 기재의 표면에 $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$ 적층 구조의 금속산화물층이 피복되어 형성된다.

- [0079] 상술한 바와 같이, 본 발명의 따른 안료는 피복층을 수성 매질 속에서의 금속염의 가수분해에 의해 습화학적으로 손쉽게 제조할 수 있어, 제조 공정이 단순하고, 경제적이다.
- [0080] 글래스 플레이트에 금속산화물 코팅 황색(Yellow) 안료 제조 방법
- [0081] 글래스 플레이트에 금속산화물을 코팅한 황색 안료의 제조 방법은 다음과 같다.
- [0082] 먼저 글래스 플레이트(예를 들어, 두께가 5 μ m Glass 기질)를 물에 넣어 분산 시킨다. 이때 글래스 플레이트가 약 5~20중량% 범위를 갖도록 하는 것이 바람직하다. 또한 이온에 의한 흡착 방해를 위해 탈이온수를 사용하는 것이 바람직하다. 상기 글래스 플레이트 입자의 분산액의 반응온도는 60~80℃가 적당하다.
- [0083] 본 발명에 있어서 코팅되는 이러한 금속산화물의 전구체 성분으로는 이산화 주석의 전구체 물질로는 SnCl₂, 상기 이산화티탄의 전구체 물질로는 TiCl₄(수용액에 용해된 상태로는 TiOCl₂), TiOSO₄ 등이 있다. 이때, 전구체 물질의 첨가 과정에서 분산액의 pH는 적절한 수준, 바람직하게는 1.5~3으로 유지되는데 먼저 염산을 투입하여 pH 1.5~3으로 만든 다음 금속산화물의 전구체 투입에 따라 기질 상에 수화된 이산화 주석을 우선 흡착시키고, 수화된 이산화티탄을 흡착시킨다. 이때, 수화된 금속 산화물을 흡착하기 위해 수산화나트륨과 같은 염기성 수용액을 동시에 첨가한다. 상기 과정에서 상기 pH 범위를 유지하면서 금속산화물의 전구체 물질을 적정하는 것이 중요하다.
- [0084] 반응 후 금속산화물을 형성하기 위한 소성 온도는 400~600℃가 바람직하다. 소성 후 스크리닝을 통해 반응 중 생긴 응집입자를 제거하는 공정을 가진다.
- [0085] 상기 공정으로 제조한 글래스 플레이트에 금속산화물을 코팅한 안료는 입자의 크기로 인하여 높은 광택을 가지며 두께로 인하여 강한 스파클링 효과를 가진다.
- [0086] 합성운모 입자에 금속 산화물을 코팅한 청색 광택안료의 제조방법
- [0087] 합성운모 입자에 금속 산화물을 코팅한 청색 혹은 보라색 광택안료의 제조 방법은 다음과 같다.
- [0088] 먼저, 합성운모 입자를 물에 넣어 분산시키는데, 이때 입자가 약 5~15 중량% 범위를 갖도록 하는 것이 바람직하다. 이때, 이온에 의한 흡착 방해를 방지하기 위하여 탈이온수를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0089] 상기 합성운모 입자의 분산액을 60~90℃로 승온시킨 후에는 금속산화물의 전구체 물질 또는 이들의 혼합물을 상기 분산액에 첨가한다. 본 발명에 있어서 코팅되는 이러한 금속산화물의 전구체 성분으로는 이산화 주석의 전구체 물질로는 SnCl₂, 상기 이산화티탄의 전구체 물질로는 TiCl₄ (수용액에 용해된 상태로는 TiOCl₂), TiOSO₄ 등이 있다. 이때, 전구체 물질의 첨가 과정에서 분산액의 pH는 적절한 수준, 바람직하게는 1~4로 유지되는데 먼저 산, 바람직하게는 염산을 투입하여 pH 1~4로 만든 다음 금속산화물의 전구체 투입에 따라 기질 상에 수화된 이산화 주석을 우선 흡착시키고, 수화된 이산화티탄을 흡착시킨다. 이때, 수화된 금속 산화물을 흡착하기 위해 수산화나트륨과 같은 염기성 수용액을 동시에 첨가한다. 상기 과정에서 상기 pH 범위를 유지하면서 금속산화물의 전구체 물질을 적정하는 것이 중요하다.
- [0090] 이산화주석(SnO₂)층으로 예비코팅함으로써 금속산화물 코팅층을 루틸 결정구조로 형성시킬 수 있다. 상기 전구체 물질의 분산액으로의 적정(titration)에 따라 수화된 금속산화물의 코팅 두께가 증대하는데, 두께에 따라 은색, 황색(Yellow), 붉은색, 푸른색, 녹색 순으로 색이 나타나게 되는데, 원하는 색상에서 반응을 중지한다. 특히, 보라색과 푸른색에서 높은 채도를 보이게 되므로 두 색상에서 반응을 중지하는 것이 유리하다. 상기와 같이 코팅된 합성운모는 여과, 수세, 건조 및 소성단계를 거쳐 제품화되고, 최종적으로는 스크리닝(screening) 단계를 거쳐 양산되는 것이다. 상기 코팅단계 이후의 공정은 당업계에서 이미 알려진 방법에 의하여 용이하게 달성된다.
- [0091] 이하, 본 발명에 따른 화장품용 조성물에 포함되는 안료의 바람직한 제조예를 제시하기로 한다. 다만, 이는 본 발명의 바람직한 예시로 제시된 것이며 어떠한 의미로도 이에 의해 본 발명이 제한되는 것으로 해석될 수는 없다.

[0092] 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략하기로 한다.

[0093] **[실시예]**

[0094] **실시예 1**

[0095] 적색계 천연안료 제조

[0096] (1) 적색 천연안료의 제조

[0097] 천연 염료의 염재인 소목(CAESALPINIA SAPPAN BARK EXTRACT, CAESALPINIA SAPPAN STEM POWDER 선택된 하나 또는 하나 이상의 혼합물을 포함)에서 추출된 천연염료를 정수(또는 유기용매)에서 가열하여 추출한 염액을 농축시켜 진공 건조하고 염료를 제조한다. 소목 염료 10중량부를 2L 비이커에 넣고 정수 100 중량부와 30중량부의 CaCl_2 를 투입하여 200rpm으로 교반하였다. 이때, 반응온도는 40℃로 설정하고 수산화칼륨을 투입한다. pH를 7로 조절하고 용액을 교반하면서 침전물이 생기기 시작하면 이를 탈수, 건조, 분쇄하여 안료로 사용한다.

[0098] (2) 적색 천연안료 잉크의 제조

[0099] 500mL의 비이커에 정수 140 중량부 및 소목안료 60 중량부를 투입하고, 70rpm 에서 12시간 밀링을 실시하여 소목 안료를 형성한다.

[0100] (3) 적색 천연안료를 기질에 코팅한 광택 안료 제조

[0101] 한편, 2L 비이커에 금속 산화물이 코팅된 플레이크 100 중량부와 정수 1000 중량부를 투입한 후, 400rpm 에서 분산시켜 기질 현탁액을 형성한다. 이때, 반응은 상온에서 실시한다.

[0102] 상기 소목 안료에 수산화 칼륨을 넣어 pH를 11로 조절하였다.

[0103] 2L 비이커에 기질 현탁액, 소목 안료 및 CaCl_2 를 투입하여 혼합용액의 pH를 다시 5로 조절하였다.

[0104] 소목 안료가 플레이크에 코팅된 후, 약 10분 정도 교반 후 반응을 종료하였다.

[0105] 적색의 소목 천연안료를 코팅한 후, 수세 및 탈수를 실시하고, 80℃에서 건조를 실시한 결과 적색 소목 안료가 코팅된 적색 광택 안료를 제조하였다.

[0106] 건조 완료 후, 325 메쉬의 체(sieve)를 사용하여 스크리닝하여 반응 중 생긴 응집입자를 제거하였다.

[0107] **실시예 2**

[0108] 황색계 천연안료 제조

[0109] (1) 황색 천연안료의 제조

[0110] 천연 염료 염재인 치자에서 추출된 천연염료를 정수(또는 유기용매)에서 가열하여 추출한 염액을 농축시켜 진공 건조하고 염료를 제조한다. 치자 염료 20 중량부를 2L 비이커에 넣고 정수 100 중량부와 30중량부의 AlCl_3 를 투입하여 200rpm으로 교반하였다. 이때, 반응온도는 60℃로 설정하고 수산화나트륨을 투입한다. pH를 7로 조절하고 용액을 교반하면서 침전물이 생기기 시작하면 이를 탈수, 건조, 분쇄하여 안료로 사용한다.

[0111] (2) 황색 천연안료 잉크의 제조

[0112] 500mL의 비이커에 정수 140 중량부 및 치자안료 60 중량부를 투입하고, 70rpm 에서 12시간 밀링을 실시하여 치자 안료를 형성한다.

- [0113] (3) 황색 천연안료를 이용한 광택 안료 제조
- [0114] 한편, 2L 비이커에 금속 산화물이 코팅된 플레이크 100 중량부와 정수 1000 중량부를 투입한 후, 400rpm 에서 분산시켜 기질 현탁액을 형성한다. 이때, 반응은 상온에서 실시한다.
- [0115] 상기 치자 안료에 수산화 칼륨을 넣어 pH를 11로 조절하였다.
- [0116] 2L 비이커에 기질 현탁액, 치자 안료 및 CaCl_2 을 투입하여 혼합용액의 pH를 다시 5로 조절하였다.
- [0117] 치자안료가 기질 에 코팅된 후, 약 10분 정도 교반 후 반응을 종료하였다.
- [0118] 황색의 소목 천연안료를 코팅한 후, 수세 및 탈수를 실시하고, 80℃에서 건조를 실시한 결과 황색 치자 안료가 코팅된 황색 광택 안료를 제조하였다.
- [0119] 건조 완료 후, 325 메쉬의 체를 사용하여 스크리닝하여 반응 중 생긴 응집입자를 제거하였다.

[0120] 실시예 3

- [0121] 청색계 천연안료 제조
- [0122] (1) 청색천연안료/천연안료 잉크의 제조
- [0123] 천연 염료의 염재인 청대(쪽)에서 추출된 천연염료를 정수(또는 유기용매)에서 가열하여 추출한 염액을 농축시켜 진공 건조하고 안료를 제조한다. 청대 안료 20 중량부를 250ml 볼밀링용 바틀(bottle)에 넣고 정수 80 중량부를 투입한 후, 6시간 동안 볼밀링을 실시하였다.
- [0124] (2) 청색 천연안료를 이용한 기질의 피복
- [0125] 한편, 2L 비이커에 금속 산화물이 코팅된 플레이크 30 중량부와 20 부피% 농도의 청대 안료 22.5 중량부를 투입한 후, 총 500 중량부가 되도록 정수를 투입하고 400rpm 에서 분산시켜 기질 현탁액을 형성하였다. 이때, 반응은 상온에서 실시한다.
- [0126] 상기 기질 현탁액에 5 부피% 농도의 AlCl_3 용액을 서서히 적정하고 10분 동안 교반하여 pH를 7.0으로 조정하였다. 다음, 5 부피% 농도의 CaCl_2 용액을 서서히 적정하고 10분 동안 교반하여 pH를 4.0으로 조정하였다. 다음, 15 부피% 농도의 HCl 용액을 서서히 적정하고 30분 동안 교반하여 pH를 2.2로 조정하였다. 마지막으로, 15 부피% 농도의 KOH 용액을 서서히 적정하고 30분 동안 교반하여 pH를 4.3으로 조정하였다.
- [0127] 청대안료가 플레이크에 코팅된 후, 약 10분 정도 교반 후 반응을 종료하였다.
- [0128] 청색의 청대 천연안료를 코팅한 후, 수세 및 탈수를 실시하고, 80℃에서 건조를 실시하여 청색 청대 안료가 코팅된 청색 광택 안료를 제조하였다.
- [0129] 건조 완료 후, 325 메쉬의 체를 사용하여 스크리닝하여 반응 중 생긴 응집입자를 제거하였다.

[0130] 실시예 4

- [0131] 합성 운모에 금속산화물을 코팅한 적색의 광택안료의 제조
- [0132] 입자 크기가 5~50 μm 인 합성 운모의 플레이크(Flake) 100g을 2L 탈미네랄수에 투입한 후 교반하여 슬러리를 형성하였다. 다음으로, 슬러리를 75℃까지 가열한 후, 75℃ 온도에 도달했을 때, HCl 용액을 첨가하여, 슬러리의 pH를 3.5로 조정하였다.
- [0133] 다음으로, FeCl_3 용액(FeCl_3 함량 20.0중량%) 600g을 칭량하여 슬러리에 5시간에 걸쳐 일정한 속도로 적정하면서 10~50% NaOH 희석액으로 pH 3.5를 일정하게 유지시켰다. 적정 후 10분간 환류한 후 10~30% NaOH 희석액으로 pH 6.8로 조정한다.
- [0134] 다음으로, $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 용액($\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 함량 15.0중량%) 400g을 칭량하여 슬러리에 투입한 후, 2시간에 걸쳐 일정

한 속도로 적정하면서 HCl 용액으로 pH 6.8을 일정하게 유지시켰다. HCl 용액을 첨가하여, 슬러리의 pH를 3.5로 조정 한 후 추가로 15분 동안 교반하여 환류시켰다.

[0135] 다음으로, FeCl_3 용액(FeCl_3 함량 20.0중량%) 570g을 칭량하여 슬러리에 투입한 후 약 5시간에 걸쳐 일정한 속도로 적정하면서 10~50% NaOH 희석액으로 pH 3.5를 일정하게 유지시켰다. 적정 후, 추가로 30분 동안 교반하여 환류시켰다. 환류 후 10~30% NaOH 희석액으로 pH 8.0~ 8.5로 조정 후 30분간 환류시키고, 교반한 다음 교반까지 마친 최종 슬러리를 여과하여 탈수하고, 탈미네랄수로 2회에 걸쳐 세척하고, 120℃에서 10시간 동안 건조시켜 분말 형태의 잔류물인 중간생성물을 수득하였다.

[0136] 최종적으로, 상기 분말 11g을 850℃에서 30분 동안 하소시켜 적색의 광택안료 분말을 수득하였다

[0137] 실시예 5

[0138] 글래스 플레이트에 금속산화물을 코팅한 황색(Yellow) 안료의 제조

[0139] 2L 비이커에 입도 분포가 40 μm 에서 250 μm 이며 두께가 5 μm 인 글래스 플레이트 50중량부를 투입한 후, 총 1000중량부가 되도록 정수를 투입하고 300rpm에서 분산시켜 기질 현탁액을 형성하였다.

[0140] 이후, 75℃까지 가열을 실시하였고, 상기 기질 현탁액에 5% 농도의 염산을 사용하여 pH를 1.9로 조절 후 11%농도의 SnCl_4 용액 20ml를 적정하며 20%농도의 NaOH로 pH를 1.9로 유지한다.

[0141] 적정이 끝난 후 30분간 교반을 실시 후 20%농도의 TiCl_4 용액 100ml를 적정하면서 20%농도의 NaOH로 용액으로 pH를 1.9로 유지하였다.

[0142] 반응 종료 후 30분간 교반 후 수세 탈수 2회를 실시한 후 90℃에서 2시간동안 건조를 실시한다.

[0143] 건조 실시 후 550℃에서 30분간 소성을 실시 후, 200 메쉬의 체를 사용하여 스크리닝하여 반응 중 생긴 응집입자를 제거하였다.

[0144] 실시예 6

[0145] 합성운모 입자에 금속 산화물을 코팅한 청색 광택안료 제조

[0146] 합성운모 입자에 금속 산화물을 코팅한 청색 광택안료 제조하기 위하여, 우선, 합성 운모를 분쇄 및 분급하여 평균 입자크기가 각각 12 μm 인 합성운모 입자를 얻었다. 상기 합성운모 입자 100중량부를 투입한 후, 총 1000중량부가 되도록 정수를 투입하고 300rpm에서 분산시켜 기질 현탁액을 형성하였다. 이후 80℃까지 가열을 실시하였다.

[0147] 상기 기질 현탁액에 5% 농도의 염산을 사용하여 pH를 2.2로 조절 후 10분동안 환류 후 30%의 SnCl_2 용액 30ml를 적정하면서 20%농도의 NaOH로 pH를 2.2로 유지한다.

[0148] 적정이 끝난 후 30분간 교반을 실시 후 40%농도의 TiOCl_2 용액 120ml를 적정하면서 20%농도의 NaOH로 용액으로 pH를 2.2로 유지하였다.

[0149] 적정이 끝난 후 10분 동안 환류시킨 다음 20%농도의 NaOH 수용액을 이용해서 pH를 8로 조절하였다. 이후, 10% HCl 수용액으로 pH를 1.7로 조절 후 SnCl_2 와 TiOCl_2 수용액을 앞의 조건과 동일하게 투입하여 이산화티탄의 두께에 따라 황색(Yellow), 적색, 보라색, 청색 순으로 색 변화가 나타나는 것을 관찰하면서 청색에서 반응을 중지한다.

[0150] 반응 종료 후 30분간 교반을 실시 후 수세 탈수 2회를 실시한 후 100℃에서 2시간동안 건조를 실시한다. 전기로에서 800℃로 소성하여 높은 채도를 보이는 푸른색 안료를 수득 후 325 메쉬의 체를 사용하여 스크리닝하여 반응 중 생긴 응집입자를 제거하였다.

[0151] 적용예

[0152] 본 발명의 실시예에 따라 제조된 광택 안료는 마스크라, 아이섀도우, 아이라이너(액상, 젤상), 네일 에나멜 등과 같은 화장품의 안료로 활용될 수 있다.

[0153] [표 1] 내지 [표 5]은 실시예에 따라 제조된 안료를 포함하는 마스크라, 아이섀도우, 액상형 아이라이너, 젤형 아이라이너 및 네일 에나멜의 구성을 나타낸 것이다.

[0154] [표 1]

원 료 명	함 량
세트아릴알코올	2.00
PEG20 글리세릴스테라레이트	1.50
비즈왁스	11.00
스테아릭산	8.00
흑색산화철	3.00
보존제	0.50
광택 안료	7.00
부틸렌글리콜	2.00
아크릴레이트코폴리머	30.00
폴리비닐알코올	3.00
트리에탄올아민	3.00
정수	29.00
계	100.00

[0155]

[0156] 상기 [표 1]은 실시예에 따라 제조된 안료를 적용한 마스크라의 구성을 나타낸 것이다.

[0157] [표 2]

원 료 명	함 량
광택 안료	10.0
탈크	68.40
마이카	7.20
아연스테라레이트	5.40
실리카	4.50
메틸메타아크릴레이트코폴리머	2.88
이산화티타늄	1.44
알루미늄미리스테이트	0.09
트리에톡시카프릴릴실란	0.05
디메치콘	0.04
계	100.00

[0158]

[0159] 상기 [표 2]은 실시예 2에 따라 제조된 안료를 적용한 아이섀도우의 구성을 나타낸 것이다.

[0160] [표 3]

원 료 명	함 량
정수	32.87
부틸렌글리콜	1.00
폴리아크릴산나트륨	1.00
디소듐이디티에이	0.03
흑색산화철	10.00
광택 안료	14.00
실리카	0.50
보존제	0.30
실리콘오일	2.00
카프릴릭/카프릭 트리글리세라이드	2.00
디이소스테아릴말레이트	2.00
세테아릴올리베이트/소르비탄올리베이트	2.00
폴리옥사이틸렌 라우린 이더	2.00
보존제	0.30
아크릴레이트코폴리머	30.00
계	100.00

[0161]

[0162] 상기 [표 3]은 실시예 3에 따라 제조된 안료를 적용한 액상형 아이섀도우의 조성을 나타낸 것이다.

[0163] [표 4]

원 료 명	함 량
세레신	18.00
폴리아크릴산나트륨	3.00
실리콘아크릴레이트	2.00
시클로메치콘	10.70
실리콘오일	3.00
보존제	0.30
아이소도데칸	10.00
카프릴릭/카프릭트리글리세라이드 /스테아릴코늄헥토라이트 /프로필렌카보네이트	33.00
광택 안료	20.00
계	100.00

[0164]

[0165] 상기 [표 4]는 실시예 4에 따라 제조된 안료를 적용한 젤형 아이섀도우의 조성을 나타낸 것이다.

[0166] [표 5]

원 료 명	함 량
광택 안료	3.00
니트로 셀룰로오스 (1/2 초)	10.00
알키드 수지	10.00
구연산아세틸트리부틸	2.00
초산에틸	20.00
초산부틸	15.00
에틸알코올	5.00
톨루엔	35.00
계	100.00

[0167]

[0168] 상기 [표 5]는 실시예 1에 따라 제조된 안료를 적용한 네일 에나멜의 조성을 나타낸 것이다.

[0169] 상기 [표 1] 내지 [표 5]에 기재된 조성으로 제조된 마스크라, 아이쉐도우, 액상 아이라이너, 젤상 아이라이너 네일 에나멜의 발림성, 은폐력, 색상, 매트감 등의 특성을 다음 [표 6]에 나타내었다.

[0170] [표 6]

구 분	화장료 종류	발림성	은폐력	색 상	매트감
실시예 1	마스크라	⊙	⊙	⊗	⊙
실시예 2	아이쉐도우	⊗	⊙	⊗	⊗
실시예 3	아이라이너(액상형)	⊙	⊗	⊙	⊗
실시예 4	아이라이너(젤형)	⊙	⊙	⊗	⊙
실시예 5	네일에나멜	⊙	⊙	⊗	⊗

[0171]

[0172] × (60점 미만) : 나쁨

[0173] △ (60~69점) : 중간

[0174] ○ (70~79점) : 비교적 좋음

[0175] ◎ (80~89점) : 우수

[0176] ⊙ (90~100점) : 극히 우수

[0177] 상기 [표 6]은 각 제품의 발림성, 은폐력, 색상 및 매트감의 평가를 위해 20세에서 40세까지의 여성 패널 40인을 대상으로 화장품으로서의 사용감 등의 관능 평가(0~100점)를 실시하여 점수를 매기고, 그 평균값이 속하는 구간을 평가하여 나타낸 것이다.

[0178] 상기 [표 6]을 참조하면, 실시예에 의해 제조된 안료를 화장품 안료로 사용한 경우, 발림성, 은폐력, 투명감 및 우수한 색상을 나타내는 것을 확인할 수 있다. 이는 본 발명에 따른 광택 안료의 경우, 통상적으로 사용되는 화장 안료와 동등 이상의 기능을 유지할 수 있는 것을 의미한다.

[0179] 이상에서는 본 발명의 실시예를 중심으로 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 기술자의 수준에서 다양한 변경이나 변형을 가할 수 있다. 이러한 변경과 변형은 본 발명이 제공하는 기술 사상의 범위를 벗어나지 않는 한 본 발명에 속한다고 할 수 있다. 따라서, 본 발명의 권리범위는 이하에 기재되는 청구범위에 의해 판단되어야 할 것이다.