

녹차추출물이 함유된 천연 자외선차단 크림의 제조: CCD-RSM을 이용한 최적화

이승범 · 쥬청량 · 쉬 양 · 흥인권[†]

단국대학교 화학공학과
(2020년 8월 19일 접수, 2020년 9월 4일 수정, 2020년 9월 4일 채택)

Emulsification of Natural Sunscreen with Green Tea Extract : Optimization Using CCD-RSM

Seung Bum Lee, Chengliang Zuo, Yang Xu, and In Kwon Hong[†]

Department of Chemical Engineering, Dankook University, Yongin 16890, Korea
(Received August 19, 2020; Revised September 4, 2020; Accepted September 4, 2020)

초 록

본 연구에서는 천연 자외선 차단크림을 제조하기 위해 shea butter, 올리브 유화왁스, 녹차추출물 등을 원료로 유화과정을 수행하였다. 유화과정의 최적화는 CCD-RSM을 이용하여 진행하였으며, 반응치로는 유화액의 7 days 경과 후 평균액적크기(MDS), 유화안정도지수(ESI), 300 nm에서의 자외선 흡광도 등을 설정하였다. 실험에 사용된 독립변수로는 유화제의 첨가량, 녹차추출물의 첨가량 및 유화시간을 설정하였다. CCD-RSM에 의해 최적화과정을 수행한 결과 자외선 차단크림 O/W 유화공정의 최적조건은 유화제의 첨가량(3.70 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.47 wt.%) 및 유화시간(15.4 min)이었으며, 이때 예측된 반응치는 7 days 경과 후 유화액의 MDS (1173.8 nm), ESI (99.56%), 그리고 300 nm에서의 자외선 흡광도(2.47)로 나타났다. 이 조건에서의 실제실험 결과 오차율은 $3.0 \pm 1.5\%$ 로 낮게 나타나 본 연구에서 적용된 CCD-RSM 최적화 과정이 비교적 높은 유의수준으로 나타난 것으로 판단된다.

Abstract

In this study, emulsification process were conducted to manufacture the natural sunscreen from raw materials such as shea butter, olive emulsifier wax, and green tea extract. The emulsification was optimized by using the central composite design model-response surface methodology (CCD-RSM) where the response values were established as the mean droplet size (MDS) and emulsion stability index (ESI) after 7 days in addition to UV absorbance at 300nm. The amount of emulsifier and additives and emulsification time were established as operating variables and the optimal conditions of sunscreen emulsification were accepted as 3.70, 2.47 wt.%, and 15.42 min, respectively according to the result of CCD-RSM. On the other hand, the response values were estimated as 1173.80 nm and 99.56% for MDS and ESI, respectively, after 7 days, in addition to UV absorbance at 300 nm (2.47). The average error from actual experiments was a low level as about $3.0 \pm 1.5\%$, which is mainly due to the fact that the optimization using CCD-RSM applied in this study was in the relatively high significant level.

Keywords: Natural sunscreen, Central composite design model, Emulsion stability, UV absorbance

1. 서 론

21세기에 진입하면서 인간의 평균연령이 지속적으로 상승하고 있다. 이로 인해 인체노화와 동시에 피부노화를 예방하는 관련 연구가 활발하게 진행되고 있다[1,2]. 피부노화의 유발요인인 자외선(ultra-violet, UV)은 실제 인간 생활과 긴밀하게 연관되어 있다. 세계보건기구(world health organization, WHO)의 표준에 의하면 태양광 내의 자

외선은 단파 자외선(UVC, 100~280 nm), 중파 자외선(UVB, 280~315 nm) 및 장파 자외선(UVA, 315~400 nm)으로 나뉜다. 이 중 UVC는 대기층을 통과하는 과정에서 오존층에 의해 대부분 흡수되기 때문에 피부노화를 일으키는 자외선은 주로 UVA와 UVB이다[3]. 일반적으로 화장품 영역에서의 자외선 차단수단은 물리적이거나 화학적인 첨가물을 이용하는 방법으로 제조되고 있다. 자외선 차단 원료로는 유기물 자외선 흡수제인 benzophenone, octocrylene 등과 무기 자외선 산란제인 이산화티탄(TiO₂), 산화아연(ZnO) 등을 사용되고 있으나 이러한 화학적 첨가물에 의해 민감한 피부의 사람들에게는 알레르기 등 여러 가지 문제를 야기할 수 있다[4]. 따라서 저자극, 저알레르기 등 성능을 갖는 천연 차외선차단 크림의 개발은 반드시 필요하다.

이를 위해 본 연구에서는 천연원료를 이용하여 UVB를 차단할 수

[†] Corresponding Author: Dankook University,
Department of Chemical Engineering, Yongin 16890, Korea
Tel: +82-31-8005-3544 e-mail: khong@dankook.ac.kr

있는 천연 자외선차단 크림(sunscreen)을 제조하고자 하였다. 유상성 분으로는 천연 shea butter를 사용하였으며, 자외선 흡수기능을 갖는 첨가물로는 녹차 추출물을 이용하였다. Shea butter는 인체피부에 분비하는 지방과 매우 유사한 천연 식물성 오일로 매우 강한 피부 친화력을 갖는 것으로 알려져 있다[5]. 또한 천연 자외선 차단성분인 신남산(cinnamic acid)을 다량 함유하기 때문에 태양광 내의 UVB를 대상으로 우수한 흡수 효과가 있으며, 피부의 광손상 등 문제를 방지할 수 있다[6]. 또한 천연 성분 중 자외선 흡수율이 우수한 녹차 추출물은 폴리페놀 성분을 다량 함유하고 있으며, 이 중 epigallocatechin gallate (EGCG)가 우수한 자외선 흡수 능력을 갖고 있어 피부의 미세순환을 촉진하고 항산화, 항염증 등의 기능이 있는 것으로 알려져 있다[7-10].

따라서 본 연구에서는 oil in water (O/W) 유화공정을 이용하여 녹차 추출물이 함유된 천연 자외선차단 크림의 제조공정을 최적화하였다. 이를 위해 반응표면분석법 중 중심합성설계모델(central composite design model, CCD-RSM)을 이용하였다. CCD-RSM의 독립변수로는 유화제의 첨가량, 유화시간, 녹차추출물의 첨가량을 설정하였고, 반응치로는 유화액의 평균액적크기, 유화안정도지수, UV 흡광도 등을 측정하여 유화공정을 최적화하였다.

2. 실험방법

2.1. 녹차 추출물의 추출

본 연구에서는 높은 폴리페놀 함량을 갖는 녹차 추출물을 얻기 위해 Yang 등이 제안한 방법으로 추출공정을 진행하였다[11]. 건조된 녹차 분말 1 g을 50 mL의 초순수(Vivagenen EXL-III)에 넣은 후 60 °C의 온도에서 120 min간 추출공정을 진행하였다. 추출물을 여과한 후 진공회전증발기(Eyela N-N type, Aspirator A-3S)를 이용하여 농축시켰으며, 농축된 추출액을 1차로 -10 °C에서 6 h 동안 동결한 후 냉동건조장치(LP3, Jouan, France)에서 0.1 mbar, -40 °C의 조건으로 24 h 냉동건조공정을 수행하였다.

2.2. 자외선차단 크림의 O/W 유화과정

천연 자외선차단 크림을 제조하기 위해 수상성분으로는 초순수를 사용하였고, 유상성분으로는 shea butter와 천연 유화제인 올리브 유화왁스를 사용하였다. 유화액의 총 질량을 200.0 g으로 고정한 후 유상과 수상의 비(O/W ratio)를 2 : 8로 설정하였다. 안정한 유화액을 제조하기 위해 유화제를 유상에서 용해시킨 후 water bath를 이용하여 75 °C까지 예열한 후 high-speed emulsifier (Homomixer Mark II, T.K. Primix)를 이용하여 5000 rpm으로 유화시켰다. 제조된 유화액을 실온으로 냉각시키고 25 °C의 incubator에서 7 days 동안 보관한 후 분석을 진행하였다.

2.3. 자외선차단 크림의 안정성평가

천연 자외선차단 크림의 안정성은 화장품 생산영역의 가장 중요한 평가분야 중 하나이다. 이를 위해 평균액적크기(mean droplet size, MDS)와 유화안정도지수(emulsion stability index, ESI)를 측정하여 유화액의 안정성을 평가하였다. MDS의 경우 dynamic light scattering (DLS) 방법으로 ZETA Sizer (Zen 3600, Malvern)을 이용하여 측정하였다. DLS 방법은 수상에 분산된 유상 액적들의 산란강도를 고정된 각도로 조사되는 레이저를 이용하여 측정하는 방법이다[12]. 본 연구에서는 고정각을 173°로 고정하여 측정하였으며, 10번 반복측정 후 평균액적크기를 나타내었다. 또한 유화액은 열역학적 불안정성을 갖

기 때문에 긴 시간으로 방치할 경우 정상상태에서 불가역한 상분리를 나타낸다[13]. 따라서 유화액을 제조한 후 밀폐된 glass cell로 주입한 후 7 day간 상분리를 진행시켜 상층부 creaming층과 하부 serum층의 높이로부터 ESI를 계산하였다. ESI의 계산식은 다음과 같다.

$$ESI (\%) = \left(1 - \frac{H_s}{H_E}\right) \times 100 (\%) \quad (1)$$

여기서 H_s 는 serum layer의 높이이고 H_E 는 유화액의 총 높이이다. 따라서 ESI의 값이 100에 가까울수록 유화액의 안정성이 우수한 것으로 평가할 수 있다[14].

2.4. 자외선차단 크림의 자외선 차단능

천연 자외선차단 크림의 자외선 차단능은 자외선 흡수분광광도계 (Optizen 2120 UV, MECASYS)를 사용하여 이용하여 UVB 영역의 파장범위(300 nm)에서 자외선 흡광도(UV absorbance)를 측정하여 평가하였다. 이를 위해 2 × 2 cm²인 사각형 시료를 제작하였으며, tape casting 방법으로 유화액을 석영판에 일정한 두께로 도포한 후 자외선 흡광도를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. CCD-RSM에 의한 최적화 과정

본 연구에서는 천연 자외선차단 크림 O/W 유화액의 안정성 및 자외선 차단능을 평가하기 위해 CCD-RSM을 이용하여 유화제의 첨가량(3.0~4.0 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2~3 wt.%) 및 유화시간(10~20 min) 등을 독립변수로 설정하였으며, 7 days 경과 후 유화액의 MDS, ESI, 그리고 300 nm에서의 자외선 흡광도 등을 반응치로 설정하여 최적화하였다. CCD-RSM에 의한 실험설계방안을 바탕으로 정리한 결과 Table 1에 나타났으며 설계된 각 실험 조건에서 실험을 진행하였다.

자외선 차단크림 유화액의 7 days 경과 후 MDS의 경우, x_1 을 유화제의 첨가량, x_2 을 녹차추출물의 첨가량, x_3 을 유화시간으로 설정한 후 수학적 분석결과 식 (2)과 같은 회귀방정식을 얻었으며, 통계학적 분석결과 Table 2와 같이 F-value, P-value 및 결정계수(R^2) 등을 분석하여 각 독립변수의 중요성을 확인하였다.

$$MDS = 12764 - 3702x_1 - 2989x_2 - 135.6x_3 + 439x_1^2 + 474x_2^2 + 4.29x_3^2 + 178x_1x_2 + 1.4x_1x_3 - 1.5x_2x_3 \quad (2)$$

여기서 x_1 은 유화제의 첨가량, x_2 는 녹차추출물의 첨가량, x_3 은 유화시간이다. Table 2에 나타난 R^2 는 결정계수로 최적화 효과의 척도이다. 일반적으로 100에 가까울수록 실험데이터와 회귀방정식의 정규분포에 부합하며 최적화 효과가 뚜렷한 것으로 판단할 수 있다. 또한 각 독립변수의 P-value 및 F-value은 해당 독립변수부터 반응치에 대해 미친 영향의 척도로 P-value는 작을수록 동시에 F-value는 클수록 해당 독립변수가 반응치에 더 영향을 많이 미치는 것으로 판단할 수 있다[15-16]. 따라서 자외선 차단크림 유화액의 MDS만 고려한 경우 회귀방정식의 결정계수는 $R^2 = 77.35$ 로 높게 나타났으며, 각 독립변수의 P-value는 $x_1 = 0.045$, $x_2 = 0.817$, $x_3 = 0.443$ 이고 동시에 F-value는 $x_1 = 5.23$, $x_2 = 0.06$, $x_3 = 0.64$ 로 나타나 유화제의 첨가량(x_1)의 P-value가 제일 작고 F-value가 제일 커 가장 높은 주효과도를 나타냄을 알 수

Table 1. Response Surface Methodology of Two Variables and Corresponding Response Values

No.	Emulsification Condition			Experimental data		
	Surfactant[wt.%]	Additive[wt.%]	Emulsification time[min]	MDS[nm]	ESI[%]	UV Absorbance[-]
1	3.50	2.50	15.00	1160	99.4	2.567
2	2.66	2.50	15.00	1460	94.0	2.042
3	4.00	2.00	20.00	1468	92.2	2.035
4	4.00	3.00	10.00	1542	88.1	1.962
5	3.00	2.00	20.00	1768	83.2	1.537
6	3.50	2.50	15.00	1176	99.1	2.567
7	3.50	2.50	23.41	1312	97.6	2.187
8	3.50	2.50	6.59	1433	95.7	2.147
9	3.50	3.34	15.00	1433	95.2	2.074
10	3.50	1.66	15.00	1376	96.8	2.187
11	4.00	3.00	20.00	1511	88.4	1.965
12	4.00	2.00	10.00	1511	91.2	2.027
13	3.00	2.00	10.00	1799	80.5	1.433
14	3.00	3.00	10.00	1678	83.2	1.837
15	3.50	2.50	15.00	1228	98.1	2.301
16	3.00	3.00	20.00	1606	88.1	1.891
17	3.50	2.50	15.00	1189	98.8	2.396
18	3.50	2.50	15.00	1204	98.7	2.396
19	3.50	2.50	15.00	1223	98.5	2.374
20	4.34	2.50	15.00	1300	97.6	2.289

있었다. 또한 독립변수가 2개 이상일 경우 각 독립변수 간 상호영향을 확인하기 위해 교호효과도를 분석할 필요가 있다. Table 2에 나타난 x_1x_2 , x_1x_3 , x_2x_3 는 각각 (유화제의 첨가량 × 녹차추출물의 첨가량), (유화제의 첨가량 × 유화시간), (녹차추출물의 첨가량 × 유화시간)이고, x_1x_2 의 P-value가 0.35로 제일 작고 동시에 F-value가 0.96로 높게 나타났다. 이는 (유화제의 첨가량 × 녹차추출물의 첨가량)의 교호효과도가 가장 높은 것을 의미하며 자외선 차단크림 유화액의 7 days 경과 후 MDS에 대해 큰 영향을 미친 것으로 사료된다.

위의 통계학적 분석결과를 확인하기 위해 Figure 1과 같이 CCD-RSM에 의해 3가지 독립변수 중 1개를 고정하고 다른 2개의 변수를 변화시켜 3차원 그래프 및 등고선도로 나타내었다. 그림에서 알 수 있듯이 독립변수를 2개씩 변화시킨 경우 곡면의 변화추세가 큰 차이 없이 모두 감소한 후 증가의 경향을 보였지만, 등고선도를 통해 유화제의 첨가량과 녹차추출물의 첨가량을 동시에 변화시킨 경우 MDS > 1400 nm인 부분의 면적이 상대적으로 크게 나타났다. 유화액의 MDS의 경우 유화액의 안정성과 연관이 되는 지표로 MDS가 작을수록 유화액의 안정성이 우수한 유화액의 제조를 의미한다. 따라서 3차원 그래프와 등고선도를 같이 비교한 결과 (유화제의 첨가량 × 녹차추출물의 첨가량)의 경우 자외선 차단크림 유화액의 7 days 경과 후 MDS에 가장 큰 영향을 미치는 것을 알 수 있었으며 위의 통계분석 결과와도 일치하였다. 또한 MDS < 1200 nm인 각 독립변수의 범위는 유화제의 첨가량의 경우 3.2~3.7 wt.%, 녹차추출물의 첨가량은 2.4~2.9 wt.%, 그리고 유화시간의 경우 15~18 min이었다. CCD-RSM 최적화 결과 얻던 2차 회귀방정식을 이용하여 산출된 자외선 차단크림 유화액의 7 days 경과 후 MDS만을 고려한 자외선 차단크림 유화공정의 최적조건

은 유화제의 첨가량(3.68 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.49 wt.%), 유화시간(15.59 min)이었으며, 해당 조건하에서 이론적으로 얻을 수 있는 MDS는 1173.6 nm로 예측되었다.

자외선 차단크림 유화액의 7 days 경과 후 ESI의 경우 CCD-RSM 최적화 결과 2차회귀방정식은 식 (3)과 같다.

$$ESI = -238 + 110.7x_1 + 82.0x_2 + 4.30x_3 - 11.90x_1^2 - 11.62x_2^2 - 0.1070x_3^2 - 7.25x_1x_2 - 0.315x_1x_3 + 0.075x_2x_3 \quad (3)$$

통계학적 분석결과는 Table 2에 나타내었으며, 자외선 차단크림 유화액의 ESI만 고려한 경우 결정계수는 $R^2 = 58.88$ 로 상대적으로 낮게 나타났다. 여기서 각 독립변수의 P-value는 각각 $x_1 = 0.147$, $x_2 = 0.921$, $x_3 = 0.553$ 이고, F-value는 $x_1 = 2.47$, $x_2 = 0.01$, $x_3 = 0.38$ 로 유화제의 첨가량 (x_1)의 주효과도가 가장 높게 나타났다. 각 독립변수 간의 교호효과도의 경우 각 교호인자의 P-value는 $x_1x_2 = 0.359$, $x_1x_3 = 0.685$, $x_2x_3 = 0.923$ 이고, F-value는 $x_1x_2 = 0.93$, $x_1x_3 = 0.17$, $x_2x_3 = 0.01$ 로 (유화제의 첨가량 × 녹차추출물의 첨가량)의 교호효과도가 가장 큰 것으로 예측되었다. 이러한 통계학적 분석결과를 확인하기 위해 Figure 2과 같이 CCD-RSM에 의한 3차원 그래프 및 등고선도를 작성하였다. 그림과 같이 각 실험조건을 변화시킬 때 7 days 경과 후의 ESI는 모두 증가한 후 감소의 경향을 나타내었으며 최댓값이 모두 95%보다 높았다. 등고선도의 경우 유화제의 첨가량과 녹차추출물의 첨가량을 동시에 변화시킨 경우 ESI < 95%인 부분의 면적이 상대적으로 크기 때문에 해당 변수범위 내에 ESI의 변화가 크게 변화한 것으로 나타나 통계학적 분석결과와 일치하였다. Figure 2을 통해 유화제의 첨가량(3.4~3.8

Table 2. CCD-RSM Variance Analysis of Regression Coefficients of the MDS, ESI, and UV Absorbance

Source	MDS		ESI		UV Absorbance (at 300 nm)	
	F-value	P-value	F-value	P-value	F-value	P-value
Module	566,518	62,946	1.59	0.240	3.42	0.034
X_1	86,691	86,691	2.47	0.147	5.11	0.047
X_2	937	937	0.01	0.921	0.33	0.579
X_3	10,601	10,601	0.38	0.553	0.1	0.761
X_1^2	173,799	173,799	4.49	0.060	8.66	0.015
X_2^2	202,298	202,298	4.28	0.065	10.07	0.01
X_3^2	165,507	165,507	3.63	0.086	8.61	0.015
X_1X_2	15,931	15,931	0.93	0.359	2.39	0.153
X_1X_3	105	105	0.17	0.685	0.06	0.804
X_2X_3	105	105	0.01	0.923	0.01	0.926
Lack of fit	162,316	32,463	273.93	<0.0001	6.01	0.036
R^2	77.35		58.88		75.50	

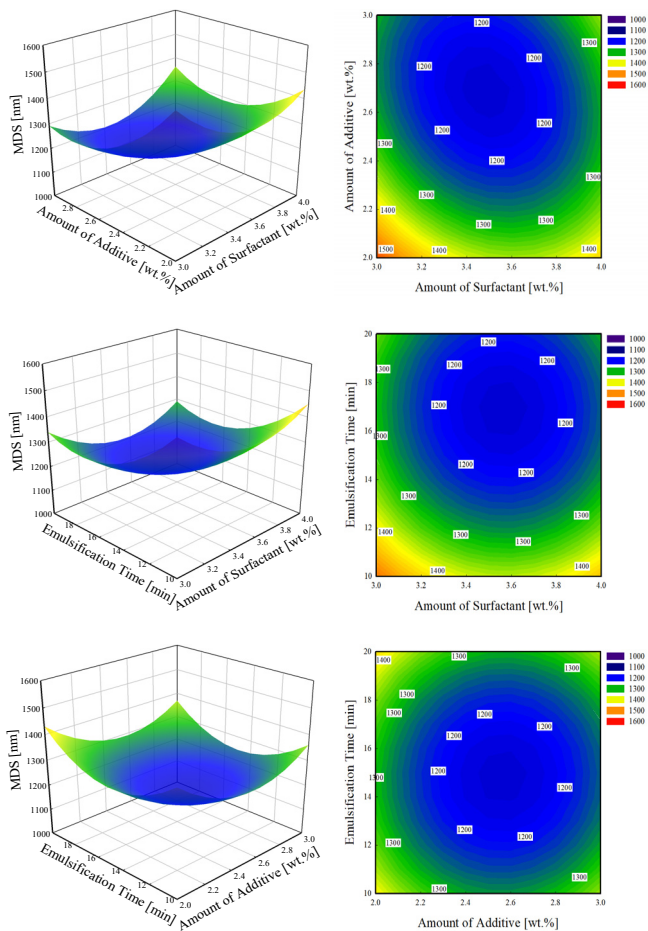


Figure 1. 3D surface and contour graph of MDS after 7 days according to various variables.

wt.), 녹차추출물의 첨가량(2.3~2.7 wt.%), 유회시간(14~17 min) 등의 조건 하에서 상대적으로 높은 ESI를 얻었으며, CCD-RSM 분석 결

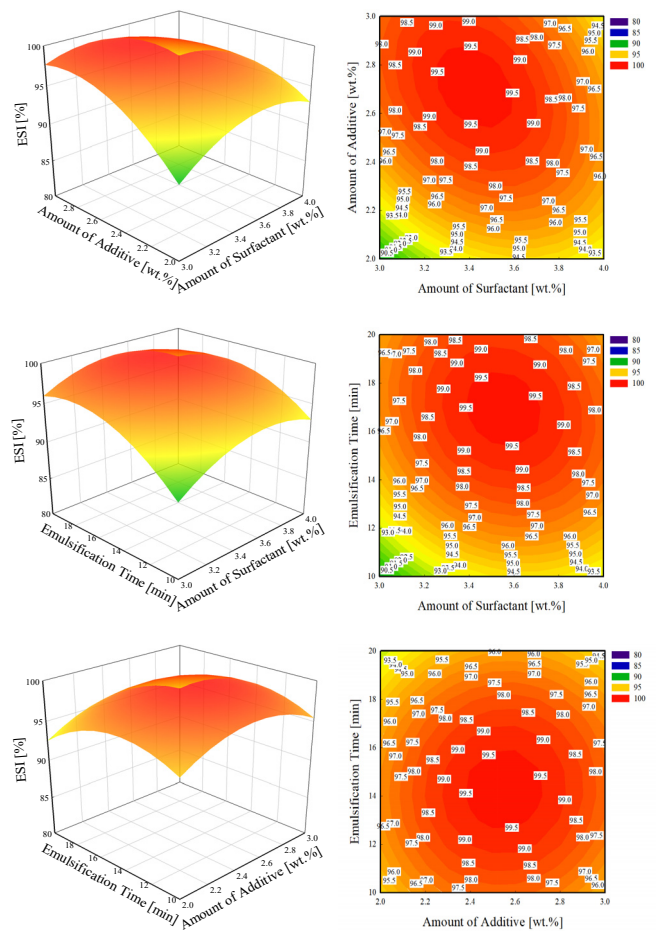


Figure 2. 3D surface and contour graph of ESI after 7 days according to various variables.

과 유회액의 ESI만을 고려한 최적조건은 유회제의 첨가량(3.71 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.42 wt.%) 그리고 유회시간(15.42 min)으로 산

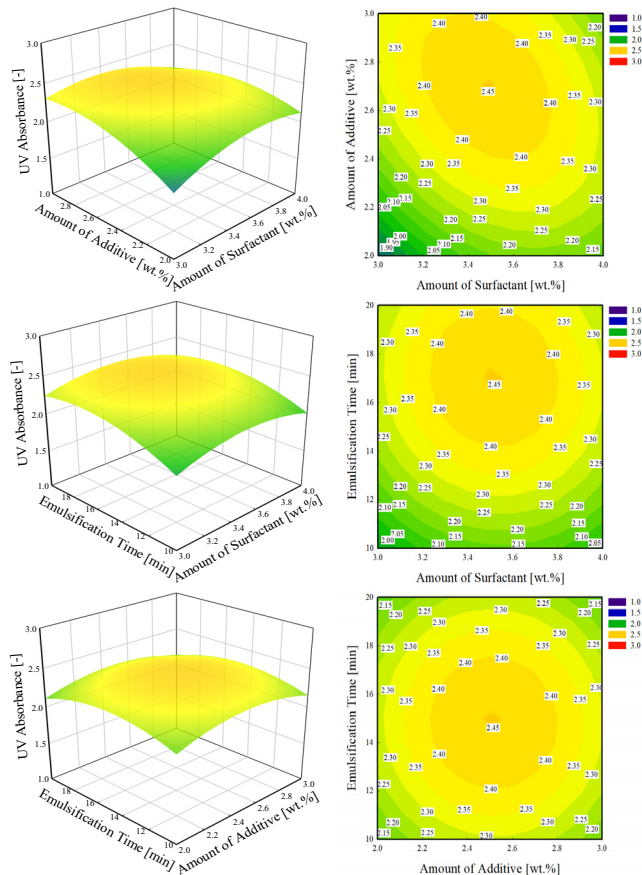


Figure 3. 3D surface and contour graph of UV absorbance according to various variables.

출되었고, 이 조건에서 7 days 경과 후의 예측된 ESI의 최대값은 99.58%이었다.

자외선 차단크림 유화액에 대한 300 nm에서의 자외선 흡광도의 경우 CCD-RSM 최적화 결과 다음과 같은 회귀방정식을 얻을 수 있었다.

$$UV = -16.49 + 5.91x_1 + 5.08x_2 + 0.225x_3 - 0.634x_1^2 - 0.683x_2^2 - 0.00631x_3^2 - 0.446x_1x_2 - 0.0073x_1x_3 - 0.0027x_2x_3 \quad (3)$$

여기서 x_1 , x_2 , x_3 는 유화제의 첨가량, 녹차추출물의 첨가량, 유화시간이며, 통계학적 분석결과를 Table 2에 나타내었다. 300 nm에서의 자외선 흡광도만을 고려한 경우 식 (3)의 회귀방정식 결정계수는 $R^2 = 75.50$ 로 상대적으로 높게 나타났다. 각 독립변수의 P-value는 $x_1 = 0.047$, $x_2 = 0.579$, $x_3 = 0.761$ 이고, F-value는 $x_1 = 5.11$, $x_2 = 0.33$, $x_3 = 0.1$ 로 나타나 자외선 흡광도의 경우 유화제의 첨가량의 주효과도가 가장 높게 나타났다. 또한 각 독립변수 간의 교호효과를 분석한 결과 각 교호인자의 P-value는 $x_1x_2 = 0.153$, $x_1x_3 = 0.804$, $x_2x_3 = 0.926$ 이고, F-value는 $x_1x_2 = 2.39$, $x_1x_3 = 0.06$, $x_2x_3 = 0.01$ 이었다. x_1x_2 의 P-value가 제일 작은 동시에 F-value가 제일 큰 것을 알 수 있었으며, 따라서 (유화제의 첨가량 × 녹차추출물의 첨가량)의 교호효과도가 가장 큰 것으로 예측되었다. Figure 3은 CCD-RSM 최적화 결과를 3차원 그래프와 등고선도로 나타낸 그림이다. 각 실험조건의 변화에 따라 300 nm에서의 자외선 흡광도는 모두 증가하다 감소하는 경향을 나타

냈으며, 자외선 흡광도가 2.0보다 높은값을 얻을 수 있었다. 유화제의 첨가량과 녹차추출물의 첨가량을 동시에 변화시킨 경우에는 300 nm에서의 자외선 흡광도의 변화가 가장 컸으며, 이는 통계학적 분석결과와 일치하였다. 300 nm에서의 높은 자외선 흡광도를 나타내는 각 독립변수의 범위는 유화제의 첨가량(3.4~3.8 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.4~2.7 wt.%), 유화시간(15 min 내외)이었으며, CCD-RSM 최적화 과정에 의한 자외선 흡광도만을 고려한 최적조건은 유화제의 첨가량(3.71 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.48 wt.%), 유화시간(15.08 min)으로 산출되었으며, 이 조건 하에서의 300 nm에서의 최대 자외선 흡광도는 2.47로 예측하였다.

3.2. CCD-RSM에 의한 최적화과정의 종합만족도 평가

본 연구에서 shea butter과 올리브 유화왁스를 이용한 자외선 차단 크림 O/W 유화공정을 통해 제조된 유화액의 안정성 및 자외선 차단능을 평가하기 위해 7 days 경과 후 유화액의 MDS, ESI, 그리고 300 nm에서의 자외선 흡광도를 CCD-RSM의 반응치로 설정하여 최적화 과정을 수행하였다. 세 가지 반응치를 동시에 만족하는 최적 유화조건은 유화액의 첨가량(3.70 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.47 wt.%) 및 유화시간(15.42 min)으로 산출되었으며, 최적화 종합만족도 그래프를 Figure 4에 나타내었다. 이 조건에서의 CCD-RSM을 최적화 과정을 통해 예측된 반응치는 7 days 경과 후 유화액의 MDS (1173.8 nm), ESI (99.56%), 그리고 300 nm에서의 자외선흡광도(2.47)로 예측되었다. 최적조건 하에서의 실제실험을 수행한 결과 7 days 경과 후 자외선 차단크림 유화액의 MDS (1195.5 nm), ESI (98.1%) 그리고 300 nm에서의 자외선 흡광도(2.39)로 나타나 오차율은 약 $3.0 \pm 1.5\%$ 로 낮게 나타났다. 따라서 CCD-RSM 최적화 과정을 통해 shea butter과 올리브 유화왁스를 이용한 O/W 유화공정에서 적용할 경우 비교적 높은 유의수준의 만족하는 결과를 얻을 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 천연 자외선 차단크림을 제조하기 위해 천연기름인 shea butter, 천연유화제인 올리브 유화왁스 또한 천연자외선 차단제인 녹차추출물을 이용하여 유화공정을 수행하였다. 유화공정의 최적화를 위해 CCD-RSM 최적화 과정을 수행한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. CCD-RSM 최적화 과정에 의해 각 반응치를 독립적으로 통계학적 분석을 진행하였다. 분석결과 모든 반응치에 대한 가장 중요한 중요한 독립인자는 유화제의 첨가량이었으며, 교호인자는 (유화제의 첨가량 × 녹차추출물의 첨가량)이었다. 3개 반응치에 대한 최적화 효과를 확인하기 위해 3차원 그래프와 등고선도를 작성하여 분석하였으며 예측결과와 모두 일치하였다. 통계학적 분석결과를 비교한 결과 각 반응치의 최댓값이나 최소값을 얻기 위한 최적화 효과는 7일경과 후 유화액의 MDS, 300 nm에서의 자외선 흡광도, 유화액의 ESI 순서로 큰 영향을 미침을 알 수 있었다.

2. CCD-RSM 최적화 과정을 통해 유화액의 MDS만 고려할 경우 유화제의 첨가량(3.68 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.49 wt.%), 유화시간(15.6 min) 등의 조건에서 최소 MDS (1173.60 nm)를 얻을 수 있는 것으로 예측되었다. 또한 유화액의 ESI만 고려할 경우 유화제의 첨가량(3.71 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.42 wt.%), 유화시간(15.4 min) 등의 조건에서 최대 유화액의 ESI (99.58%)로 산출되었으며, 300 nm에서의 자외선 흡광도만 고려할 경우에는 유화제의 첨가량(3.71

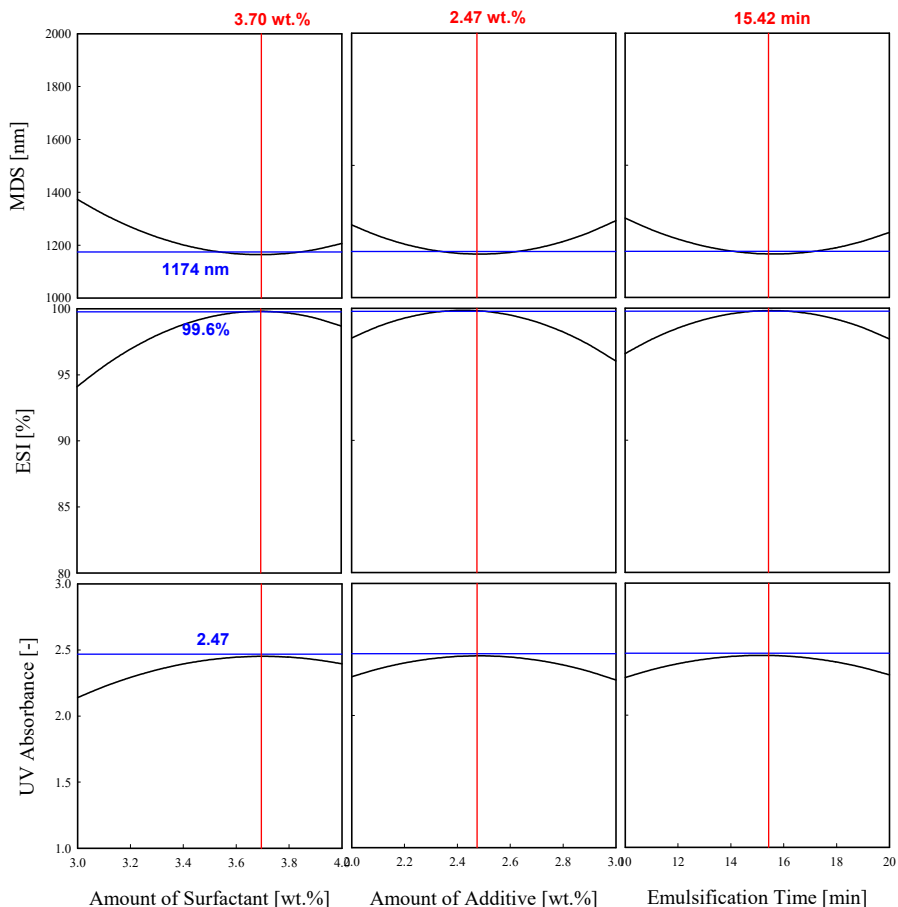


Figure 4. Optimization graph of response surface for MDS, ESI and UV Absorbance.

wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.48 wt.%), 유화시간(15.1 min)에서 2.47의 자외선 흡광도를 얻을 수 있는 것으로 예측되었다.

3. CCD-RSM 최적화 과정으로 세 가지 반응치를 동시에 만족하는 최적 유화조건은 유화액의 첨가량(3.70 wt.%), 녹차추출물의 첨가량(2.47 wt.%) 및 유화시간(15.4 min)으로 산출되었으며, 이때 예측된 반응치는 7 days 경과 후 유화액의 MDS (1173.80 nm), ESI (99.56%), 그리고 300 nm에서의 자외선 흡광도(2.47)로 나타났다. 해당 조건 하에서 실제실험을 진행한 결과 오차율은 3.0±1.5%로 낮게 나타났다.

References

1. M. Cavinato, B. Waltenberger, G. Baraldo, C. V. C. Grade, H. Stuppner, and P. Jansen-Durr, Plant extracts and natural compounds used against UVB-induced photoaging, *Biogerontology*, **18**(4), 499-516 (2017).
2. X. Liang, Application and research progress of plant extracts in anti-aging cosmetics, *TAIYUAN SCI-TECH*, **10** (2009).
3. S. K. Katiyar, UV-induced immune suppression and photocarcinogenesis: Chemoprevention by dietary botanical agents, *Cancer Lett.*, **255**(1), 1-11 (2007).
4. P. K. Nigam, Adverse reactions to cosmetics and methods of testing, *Indian J. Dermatol. Venereol. Leprol.*, **75**(1), 10-19 (2009).
5. P. F. Chen, Shea butter in the application of cosmetics[J], *The Light & Textile Industries of Fujian*, **12**, 1-4 (2003).
6. N. A. Soter, Acute effects of ultraviolet radiation on the skin, *Semin Dermatol.*, **9**(1), 11-15 (1990).
7. E. D. Pauli, I. S. Scarmino, and R. Tauler, Analytical investigation of secondary metabolites extracted from *Camellia sinensis* L. leaves using a HPLC-DAD-ESI/MS data fusion strategy and chemometric methods, *J. Chemom.*, **30**, 75-85 (2016).
8. J. G. Einspahr, G. T. Bowden, and D. S. Alberts, Skin cancer chemoprevention: Strategies to save our skin, *Recent Results Cancer Res.*, **163**, 151-164 (2003).
9. N. Morley, T. Clifford, L. Salter, S. Campbell, D. Gould, and A. Curnow, The green tea polyphenol (-)-epigallocatechin gallate and green tea can protect human cellular DNA from ultraviolet and visible radiation-induced damage, *Photodermatol. Photoimmunol. Photomed.*, **21**, 15-22 (2005).
10. S. K. Katiyar, Skin photoprotection by green tea: Antioxidant and immunomodulatory effects, *Curr Drug Targets Immune Endocr Metabol Disord.*, **3**(3), 234-242 (2003).
11. X. Yang, L. Chen, H. M. Lu, S. Q. Yang, and J. J. An, Research progress on extraction and purification methods of tea polyphenols and its functional activities, *Science and Technology of Food Industry*, **40**(5), 322-328, 332 (2019).
12. B. J. Berne and R. D. Pecora, Light scattering: With applications to chemistry, biology, and physics, *Courier Corporation* (2000).
13. M. C. Chalapud, E. R. Bäumlner, and A. A. Carelli, Emulsions of sunflower wax in pectin aqueous solutions: Physical character-

- ization and stability, *Food Res. Int.*, **108**, 216-225 (2018).
14. N. K. Pearce and J. E. Kinsella, Emulsifying properties of proteins: evaluation of a turbidimetric technique, *J. Agric. Food Chem.*, **26**(3), 716-723 (1978).
 15. M. O. Saeed, K. Azizli, M. Isa, and M. J. K. Bashir, Application of CCD in RSM to obtain optimize treatment of POME using Fenton oxidation process, *J. Water Process Eng.*, **8**, 7-16 (2015).
 16. M. Yolmeh, M. B. H. Najafi, and R. Farhoosh, Optimisation of ultrasound-assisted extraction of natural pigment from annatto seeds by response surface methodology (RSM), *Food Chem.*, **155**, 319-324 (2014).

Authors

Seung Bum Lee; Ph.D., Professor, Department of Chemical Engineering, Dankook University, Yongin 16890, Korea; leesb@dankook.ac.kr
Chengliang Zuo; M.Sc., Researcher, Department of Chemical Engineering, Dankook University, Yongin 16890, Korea; broviely@foxmail.com
Yang Xu; M.Sc., Researcher, Department of Chemical Engineering, Dankook University, Yongin 16890, Korea; 17862818303@163.com
In Kwon Hong; Ph.D., Professor, Department of Chemical Engineering, Dankook University, Yongin 16890, Korea; khong@dankook.ac.kr