

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. ⁶ A61K 7/48	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2005년08월17일 10-0467032 2005년01월10일
---	-------------------------------------	--

(21) 출원번호 (22) 출원일자	10-1996-0071507 1996년12월24일	(65) 공개번호 (43) 공개일자	10-1998-0052503 1998년09월25일
------------------------	--------------------------------	------------------------	--------------------------------

(73) 특허권자 주식회사 엘지생활건강
 서울특별시 영등포구 여의도동 20

(72) 발명자 박찬익
 대전광역시 유성구 송강동 삼성아파트 317동 1101호

 이성준
 대전광역시 유성구 전민동 세종아파트 109동 301호

 윤명석
 대전광역시 유성구 전민동 세종아파트 102동 804호

 강세훈
 대전광역시 유성구 전민동 세종아파트 102동 1303호

(74) 대리인 최규팔

심사관 : 장진아

(54) 불소계오일을 함유한 수성 겔 화장료 조성물

요약

본 발명은 수용성 고분자로 이루어지는 수성 겔 화장료에 계면활성제를 넣지 않고 불소계 오일을 안정하게 분산시켜 피부의 보습능 및 사용감촉을 개선한 수성 겔 화장료 조성물에 관한 것이다.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 불소계 오일을 함유한 수성 겔 화장료 조성물에 관한 것이다. 더 상세하게는 수용성 고분자로 이루어지는 수성 겔 화장료에 계면활성제를 넣지 않고 불소계 오일을 안정하게 분산시켜 피부의 보습능 및 사용감촉을 개선한 수성 겔 화장료 조성물에 관한 것이다.

기초 화장품은 피부 본래가 갖는 기능을 정상적으로 작용시키는 역할을 한다. 즉 항상성유지기능을 정상적으로 발휘하도록 기초 화장품을 사용하는 것이며, 결과적으로 아름다운 피부를 유지, 회복시키는 것이다. 이를 위해서 기초화장품은 다음과 같은 기능을 갖추고 있어야 한다. 기초적인 기능으로서 세정, 청결, 향긴조, 향자외선, 항산화등이 있고, 이 외에 미백, 주름, 처짐의 개선, 여드름방지등의 기능도 포함된다. 이들 기능중 피부의 건조 방지, 즉 보습기능은 기초화장품의 가장 중요한 목적중의 하나이다. 이러한 보습기능을 부여하기 위해 유중수, 수중유,수중유중수등의 유화타입의 화장료가 연구되어 왔다. 이러한 유화 화장료와는 달리 최근에는 카르복시비닐폴리머나 잔탄검과 같은 수용성 고분자를 이용한 수성된 제품이 각광을 받고 있다. 수성젤이 갖는 신선하고 청량감 있는 사용성, 부드럽고 매끄러운 사용성등으로 인해 피부보습효과 제품의 한 형태로 자리 잡고 있다.

그러나 통상 수성젤 화장료는 피부 도포시 물의 증발에 의해 상기의 장점이 생기게 되는데, 물이 다 증발할 경우에는 피부에 남은 고분자막에 의한 끈적임, 뻣뻣함등이 문제점으로 지적되어 왔다. 특히 물의 휘발(자유수)로 인해 오히려 유화화장료보다 보습기능도 떨어지는 문제점을 안고 있었다. 이러한 사용성과 사용효과를 극복하기 위한 연구로는 히아루론산을 이용한 수성젤에 관한 특허(US 5194253)와 실리카젤을 함유하는 조성물 특허(US 5194250), 실리콘오일을 함유하는 수성젤에 관한 조성물 특허(US 5420118)등의 연구가 있으나, 그 효과가 매우 미흡한 것으로 나타났다.

본 발명자들은 이러한 문제점을 개선하고자 불소계을 예의 연구하던 중 불소계은 피부에 도포되었을때 피부에 불활성(inert)으로 안전하며 피부보호막을 형성하여 피부 수분의 증발을 억제하고 실크와 같은 부드러운 사용감으로 고분자의 끈적임, 뻣뻣함을 현격히 완화시켜 줌을 확인하게 되었다. 그러나 불소계 오일은 물과 오일에 녹지 않고 비중이 높아 화장료 적용에 큰 어려움이 있었다.

이러한 어려움을 극복하고 상기의 장점을 살리기위한 연구로서 이미 퍼플루오로폴리에테르의 유중수, 수중유 유화화장료적용, 오일상내의 현탁등의 연구(US 4803 067), 무기분체의 표면에 이러한 오일들의 코팅처리에 의한 표면개펄(US 5157066)등과 같은 연구가 활발히 진행되어 왔다. 그러나 이러한 선행연구에서는 퍼플루오로폴리에테르의 안정화를 위해 모두 일정량 이상의 계면활성제를 사용하고 있어 이로 인한 자극이 문제가 되고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

이에 본 발명자들은 이 퍼플루오로폴리에테르를 계면활성제의 사용없이 안정하게 수성화장료에 분산시킬 수 있는 방법을 연구하던 중 비수분산법을 이용하여 일정 수치이상의 점도(viscosity)와 항복응력(yield stress)를 갖는 비수분산물을 제조할 경우 퍼플루오로폴리에테르가 안정하게 분산됨을 알아냈다. 즉, 이러한 비수분산방법을 이용하여 일차적으로 불소계오일을 미세하게(0.5 - 1um) 분산시킨 후 이를 다시 수용성고분자상에 분산시켜 안정하면서도 사용성에서 고분자의 끈적임방지 및 보습효과를 극대화시킬 수 있음을 밝혀냈다.

발명의 구성 및 작용

본 발명은 수용성 고분자로 이루어지는 수성젤 화장료에 계면활성제를 넣지 않고 불소계 오일을 안정하게 분산시켜 제조된 것임을 특징으로 하는 수성젤 화장료 조성물에 관한 것이다.

본 발명에서 비수분산법이란 용매로서 수용매가 아닌 비중 1.0이상의 다가알코올상에 수용성폴리머를 분산시켜 점도를 높인 후 불소계오일을 분산시키는 방법으로 불소계 오일과 비수분산상의 비중차를 이용한 방법을 말한다.

이하 본 발명의 화장료 조성물의 제조방법을 상세히 설명한다. 먼저 1차로 불소계 오일 비수분산물(이하 1차분산물이라 한다)을 만든다. 2차로 별도의 수성젤에 1차분산물을 서서히 투입한다. 여기서 1차분산물이란 다가알코올상에 먼저 수용성고분자를 분산시킨 후 불소계오일을 다시 분산시켜서 만든 것을 말한다.

본 발명에 의한 화장료 조성물은 다가알코올 1 - 30중량부, 불소계오일상 0.1 - 5중량부, 수용성 고분자상 0.01 - 1중량부, 중화제(TEA) 0.01 - 1중량부 및 정제수 10 - 85중량부로 구성된다. 여기서 다가알코올이란 비중이 1.0이상인 글리세린, 1,3부틸렌글리콜(1,3-BG), 프로필렌글리콜(PG), 피이제400, 글루감, 솔비톨, 리포닉이지 1 중에서 1종 이상을 사용한 것을 말하며, 불소계오일이란 퍼플루오르폴리에테르(폼블린), 퍼플루오르데칼린 및 플로로실리콘플루이드 중에서 선택된 1종 이상을 사용한것을 말하며, 수용성고분자란 카르복시비닐폴리머, 잔탄검, 카르복시메틸셀룰로오스, 만난, 전분, 히아루론산, 트레할로스등에서 1종 이상을 사용한것을 말한다. 물론 방부제, 향료, 색소등 제품에 기본품질을 위한 미량의 첨가제는 사용할 수 있다.

이하, 본 발명을 실시예와 비교예에 의거하여 더욱 상세히 설명하지만, 본 발명의 기술적 범위가 이들로 제한되는 것은 아니다.

실시예

비교예1 은 하기표 1에 나타난 원료 1-5 및 원료 9 - 12를 50℃까지 가열한후 균일하게 섞어 실온까지 냉각시켜 제조한다. 비교예2는 원료 3-4 및 6-8을 균일하게 믹싱하여 1차유화물을 제조한 후 원료1-2, 5 및 원료 9 - 12를 50℃까지 가열한 후 균일하게 섞은 용액에 분산시킨 후 실온까지 냉각한다. 실시예 1-6은 먼저 원료 3-4 에 원료 7 또는 8을 서서히 분산시켜 1차 분산물을 제조한 후 원료 1-2, 5-6 및 9 - 12를 교반하면서 50도까지 가열하여 완전히 녹인 후 교반하면서 분산물을 서서히 투입한다. 교반하면서 30도까지 냉각한다.

표 1. 비교예 및 실시예

	비교예		실시예					
	1	2	1	2	3	4	5	6
1. Carbomer 940	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
2. 1,3-BG	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
3. PG	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
4. 글리세린	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
5. TEA	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7
6. SLES	-	1.0	-	-	-	-	-	-
7. 폼볼린	-	1.0	1.0	3.0	6.0	-	-	-
8. 플로로실리콘	-	-	-	-	-	1.0	3.0	6.0
9. 방부제	q. s							
10. 향	q. s							
11. 색소	q. s							

이상의 실시예 1-6 및 비교예 1-2의 화장료 조성물에 대한 효과를 측정하기 위해 안정성 평가, 사용성 평가, 피부 안전성 실험 및 보습력을 다음과 같이 시험하였다.

안정성평가

비교예 및 실시예의 화장료를 각각 사이클 চে임버에 10회(10일간), 25℃항온조에 6개월, 45℃항온조에 2개월간 넣고 안정성을 평가하였다. 평가 점수는 매우안정 : ○○, 안정 : ○, 보통 : △, 나쁨 : X, 매우나쁨 : XX으로 하여 표시하였다.

표 2. 사이클 চে임버(10회)

실험예	비교예 2	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
평가	○○	○	△	X	○○	△	X

표3. 25℃ 항온조(6개월)

실험예	비교예 2	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
평가	○○	○○	○	X	○○	○	X

표 4. 45℃ 항온조(2개월)

실험예	비교예 2	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
평가	0	0	△	X	0	△	X

상기 표 2내지 표 4 에서 볼수있듯이, 불소계 오일이 5%이상 함유된 실시예는 안정성이 좋지 않음을 알 수 있다. 그러나 불소계 오일이 5%이하 함유된 경우는 안정성이 허용범위내여서 안정되게 분산되어 있음을 알 수 있다.

사용성평가

일반 고객 20-35세 여성 20명을 대상으로 비교예와 실시예의 화장료 제품을 일발적인 사용법에 따라 얼굴에 도포 후 끈적임에 대한 만족도를 평가하였다 . 평가 점수는 매우만족: 2점, 만족: 1점, 보통 : 0점 , 나쁨: -1점, 매우나쁨: -2점으로 하여 종합점수를 아래 식에 의해 산출하였으며 그 결과를 표2에 나타내었다.

$$\text{종합점수} = \frac{(\text{매우만족인원수}) \times 2 + (\text{만족인원수}) \times 1 + (\text{보통인원수}) \times 0 + (\text{나쁨인원수}) \times (-1) + (\text{매우나쁨인원수}) \times (-2)}{\text{평 가 인 원 수}}$$

표 5. 사용성평가

실험예	비교예 1	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
종합점수	0.5	1.2	1.1	1.2	1.0	1.1	1.0

상기 표 5에서 보는바와 같이, 불소계오일이 함유된 실시예가 비교예 1보다 끈적임을 현격히 개선시켜 줌을 알 수 있다.

안전성평가

실시예 및 비교예의 화장료 조성물을 각각의 첩포시험용 핀챔버에 묻혀 건강한 20명의 남녀 팔하박부 안쪽에 24시간 동안 테이프로 고정 시킨후 핀챔버를 제거하고 2시간 경과후 결과를 판독하였다.

판정은 아래표6의 육안판정 기준표에 준하여 정하고 아래식에 의해 자극도를 계산하였다. 그 결과는 하기 표 7에 나타내었다.

표 6. 육안판정기준표

홍반정도	기 호	비 고	가중치
부작용 없음	-	홍반없음	0
의양성	+ -	주변보다 약간 붉은 듯함	1
약양성	+	1/3 이상 붉은 증상	2
중양성	++	붉은색 완연	3
강양성	+++	붉은 수포 및 갈변, 인성부종 동반	4

$$\text{자극도} = \frac{\{(+ -)\text{숫자 } x1\} + \{(+)\text{숫자 } x2\} + \{(++)\text{숫자 } x3\} + \{(+++)\text{숫자 } x4\}}{\text{피시험자수}}$$

표 7. 피부자극성시험결과

피시험자	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	비교예 2
1	-	-	-	-	-	-	+
2	-	-	-	-	-	-	-
3	-	-	-	-	-	-	+-
4	-	-	-	-	-	-	-
5	+-	-	-	-	-	+-	-
6	-	-	-	-	-	-	+-
7	-	-	-	-	-	-	-
8	-	-	-	-	-	-	+
9	-	-	-	-	-	-	-
10	-	-	-	+-	-	-	-
11	+-	-	-	-	-	+-	-
12	-	-	-	-	-	-	+-
13	-	-	-	-	-	-	-
14	-	-	-	-	-	-	-
15	-	-	-	-	-	-	-
16	-	-	-	-	-	-	-
17	-	-	-	-	-	-	+-
18	-	+-	+-	-	+-	-	-
19	-	-	-	-	-	-	-
20	-	-	-	-	-	-	+
자극도	0.1	0.05	0.05	0.05	0.05	0.1	0.5

다음 표 8을 참고할 경우 실시예1-6의 화장료 조성물은 비교예 2의 화장료 조성물에 비해 자극이 전혀없음을 알 수 있다.

표 8. 자극판정 기준표 (드레이즈 판정값 기준)

자 극 도	판 정 내 용
0.00 - 0.2	자극이 전혀 없음
0.21 - 0.5	미미한 자극
0.51 - 1.25	보통 자극
1.26 이상	심한 자극

수분보유능 평가

상기의 실시예 1, 2, 3, 4, 5, 6 및 비교예 1, 2, 3에 따라 제조된 화장수에 대하여 수분 보유능 평가를 실시하였다. 수분보유능의 측정은 SKICON-200(IBS사)을 사용하여 피부표면의 전기 전도도를 측정하였으며 측정조건은 25℃,40%의 상대습도를 유지하는 항온항습실에서 피부 16cm²당 0.03g의 시료를 도포 후 시간별로 저항값(수분손실량)을 측정하였다. 피시험자는 30명으로 하였다.

표 9. 수분보유능 평가

실험 항목		실시에1	실시에2	실시에3	실시에4	실시에5	실시에6	비교예1
1차	도포 후 30분 후	197	194	197	192	196	193	135
	도포 후 120분 후	147	148	146	138	144	142	98
2차	도포 후 30분 후	198	196	192	197	198	189	142
	도포 후 120분 후	145	143	139	146	147	141	96
3차	도포 후 30분 후	198	196	191	191	191	196	141
	도포 후 120분 후	147	145	141	142	141	146	93

(시료 도포전의 평균 값은 약 50이다.)

상기 표 9에 나타난 바와 같이 실시예 1 - 6의 화장료가 비교예의 화장료보다 수분 보유능이 우수함을 알 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

수용성 고분자로 이루어진 수성겔 화장료에 계면활성제를 넣지 않고 비수분산법을 이용하여 불소계 오일을 안정하게 분산시켜 제조되며, 이때 상기 불소계 오일의 함량이 0.1 내지 5중량% 임을 특징으로 하는 수성겔 화장료 조성물.

청구항 2.

제 1항에 있어서, 불소계 오일이 퍼플루오르폴리에테르(폼블린), 퍼플루오르데칼린 및 플로로실리콘플루이드로 이루어진 그룹 중에서 선택된 것임을 특징으로 하는 수성겔 화장료 조성물.

청구항 3.

제 1항에 있어서, 비수분산법이 용매로서 수용매가 아닌 비중 1.0 이상의 다가 알코올 상에 수용성 폴리머를 분산시켜 접도를 높인 후 불소계 오일을 분산시키는 방법으로 불소계 오일과 비수 분산상의 비중차를 이용한 것인 수성겔 화장료 조성물.