



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0055599
(43) 공개일자 2024년04월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 8/84 (2006.01) A61K 8/19 (2006.01)
A61K 8/23 (2006.01) A61K 8/36 (2006.01)
A61K 8/368 (2006.01) A61K 8/44 (2006.01)
A61K 8/46 (2006.01) A61K 8/49 (2006.01)
A61K 8/66 (2006.01) A61K 8/92 (2006.01)
A61Q 5/06 (2006.01)
(52) CPC특허분류
A61K 8/84 (2013.01)
A61K 8/19 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2023-0004327
(22) 출원일자 2023년01월11일
심사청구일자 2023년01월11일
(30) 우선권주장
1020220134964 2022년10월19일 대한민국(KR)

(71) 출원인
경상국립대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
(72) 발명자
전종록
경상남도 진주시 새평거로 75 평거휴먼시아4단지
408동 603호
윤호영
진주시 내동로 320번길 14, 모든빌 302호
옹우연탄풍
경상남도 진주시 내동면 내동로247번길 23-1
(74) 대리인
특허법인위솔

전체 청구항 수 : 총 18 항

(54) 발명의 명칭 염모제 조성물

(57) 요약

본 발명은 폴리에틸렌이민(PEI; polyethyleneimine) 및 갈산(gallic acid)을 포함하는 염모제 조성물로서, (a) 음이온성 계면활성제, 지방산 및 지방산을 함유하는 식물성 오일로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 첨가제; 및/또는 (b) 페닐알라닌-구리이온 복합체, 산화효소, 산화효소-전자전달체 시스템, 과황산염(persulfate) 및 과산화물(Peroxide)로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 산화제;를 포함하는 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물에 관한 것으로, 독성과 안전성에서 자유롭고 머릿결의 손상을 최소화하여 모발 염색용 화장품에 활용 내지 응용 가능하며, 구체적으로는 백모나 새치모의 흑색 또는 진한 갈색으로의 염색약 및 염색 샴푸 등 염모 화장품에 활용될 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

A61K 8/23 (2013.01)
A61K 8/361 (2013.01)
A61K 8/368 (2019.05)
A61K 8/44 (2013.01)
A61K 8/463 (2013.01)
A61K 8/496 (2013.01)
A61K 8/66 (2013.01)
A61K 8/922 (2013.01)
A61Q 5/065 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1485018732
과제번호	ARQ202101446002
부처명	환경부
과제관리(전문)기관명	한국환경산업기술원
연구사업명	야생생물유래친환경신소재및공정기술개발사업
연구과제명	목재 부산물과 이온성 액체/열 분해 복합 처리를 이용한 폴빅산 유사체 대량 생산
기술 개발 및 화장품 응용	소재 발굴
기 여 율	1/1
과제수행기관명	경상국립대학교 산학협력단
연구기간	2022.01.01 ~ 2022.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

폴리에틸렌이민(PEI; polyethyleneimine) 및 갈산(gallic acid)을 포함하는 염모제 조성물로서,

(a) 음이온성 계면활성제, 지방산 및 지방산을 함유하는 식물성 오일로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 첨가제; 또는

(b) 페닐알라닌-구리이온 복합체, 산화효소, 산화효소-전자전달체 시스템, 과황산염(persulfate) 및 과산화물(Peroxide)로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 산화제;

를 더 포함하는, 염모제 조성물.

청구항 2

폴리에틸렌이민(PEI; polyethyleneimine) 및 갈산(gallic acid)을 포함하는 염모제 조성물로서,

(a) 음이온성 계면활성제, 지방산 및 지방산을 함유하는 식물성 오일로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 첨가제; 및

(b) 페닐알라닌-구리이온 복합체, 산화효소, 산화효소-전자전달체 시스템, 과황산염(persulfate) 및 과산화물(Peroxide)로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 산화제;

를 더 포함하는, 염모제 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 조성물은 불가피한 흔적량을 제외하고 에틸렌다이아민테트라아세트산(EDTA; ethylenediaminetetraacetic acid)를 포함하지 않는 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 조성물은 불가피한 흔적량을 제외하고 카복시메틸 셀룰로오스(CMC; carboxymethyl cellulose)를 포함하지 않는 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 조성물이 상기 첨가제로서 음이온성 계면활성제를 포함하는 경우 불가피한 흔적량을 제외하고 양이온성 계면활성제를 포함하지 않는 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 조성물의 pH는 4.0 내지 9.0인 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 음이온성 계면활성제는 소듐라우릴설페이트, 소듐스테아로일글루타메이트, 소듐폴리옥시에틸렌라우릴에테르설페이트, 소듐라우릴에테르설페이트, 암모늄폴리옥시에틸렌라우릴에테르설페이트, 암모늄라우릴설페이트, 디소듐라우레스설퍼옥시네이트 및 모노이소프로판올아민라우릴에테르설페이트로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상

인 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 음이온성 계면활성제는 소듐라우릴설페이트인 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 9

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 지방산은 올레산, 팔미틱산, 팔미톨레인산, 스테아린산, 올레인산, 카프릴릭산, 카프릭산, 라우릭산, 미리스틱산, 리놀레인산, 및 리놀렌산으로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 10

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 식물성 오일은 콩기름(soybean oil), 피마자유(castor oil), 옥수수기름(corn oil), 올리브유(olive oil), 카놀라유(canola oil), 해바라기씨유(sunflower oil), 아마인유(linseed oil), 참기름(sesame oil), 포도씨유(grapeseed oil), 홍화유(safflower oil), 호두유(walnut oil) 및 코코넛 오일(coconut oil)로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 11

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 산화효소는 라카아제(laccase), 티로시나아제(tyrosinase) 및 퍼옥시다아제(oxidase)로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 12

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 전자전달체는 1-히드록시벤조트리아졸(HBT; 1-hydroxybenzotriazole), N-히드록시프탈이미드(HPI; N-hydroxyphthalimide), 비올루르산(VLA; violuric acid), N-히드록시아세트아닐리드 (NHA; N-hydroxyacetanilide), 2,2,6,6-테트라메틸피페리딘-1-일)옥시 (TEMPO; 2,2,6,6-Tetramethylpiperidin-1-yl)oxyl), 시링알데히드(syringaldehyde), 쿠마르산(coumaric acid), 바닐산(vanillic acid), 아세트바닐론(acetovanillone), 시린산(syringic acid), 페룰산(ferulic acid), 아세트시린곤(acetosyringone), 3-히드록시안트라닐산(3-hydroxyanthranilic acid) 및 4-히드록시벤조산(4-hydroxybenzoic acid)으로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 13

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 과황산염은 암모늄퍼설페이트인 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 14

폴리에틸렌이민 및 갈산을 포함하는 염모제 조성물로서, 소듐라우릴설페이트 및 암모늄설페이트를 포함하고,

불가피한 흔적량을 제외하고 EDTA, 카르복시메틸 셀룰로오스 및 양이온성 계면활성제를 포함하지 않는 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물.

청구항 15

제1항, 제2항 또는 제14항에 따른 염모제 조성물을 유효성분으로 포함하는, 모발 염색을 위한 화장용 조성물.

청구항 16

제15항에 있어서,

상기 화장용 조성물은 염모제용 헤어틴트, 아이브로우, 타투용 제형, 헤어 영양로션, 헤어트리트먼트, 헤어 샴푸, 헤어린스, 헤어크림, 헤어왁스, 헤어 에어로졸, 헤어팩, 헤어비누, 모발 염색제, 모발용 웨이브제, 헤어에센스 및 헤어컨디셔너로 구성된 군에서 선택되는 1종 이상의 제형으로 제조되는 것을 특징으로 하는 화장용 조성물.

청구항 17

제1항, 제2항 또는 제14항에 따른 염모제 조성물을 포함하는, 염색용 샴푸.

청구항 18

제1항, 제2항 또는 제14항에 따른 염모제 조성물을 케라틴 섬유에 도포하고 1 내지 30분 동안 방치하는 단계를 포함하는, 케라틴 섬유의 염색방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 폴리에틸렌이민 및 갈산을 포함하는 염모제 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 환경적인 요인 또는 나이가 들면서 하나 둘씩 생기는 새치는 적지 않은 스트레스로 작용한다. 특히 새치는 유독 도드라져 보여 신경을 거슬리게 하는 요인이 된다. 그렇다고 새치 때문에 헤어숍을 찾아 매번 염색을 하는 것은 번거롭고, 잦은 염색은 모발 및 두피의 손상을 초래하기도 한다.

[0003] 염모제는 모발의 염색에 사용되는 염색 제품으로, 여러 종류가 존재하나 일반적으로 분자량이 작은 색소전구체를 이용하여 모발 내에서 산화 중합반응을 진행하여 색소를 형성함으로써 염색하는 산화형 염모제가 가장 많이 사용되고 있다.

[0004] 이와 같은 산화형 염모제는 염색을 위하여 색소전구체 뿐만 아니라 알칼리제, 산화제 등의 추가 조성물들을 필요로 하는데, 이와 같은 추가 조성물들이 인체에 유해한 측면이 있어 문제가 되고 있다.

[0005] 실제 알칼리제로서 암모니아 또는 모노에탄올아민이 주로 사용되고 있는데, 암모니아의 경우 특유의 자극성 냄새가 심하고 두피, 눈, 호흡기를 자극하여 면역반응으로 인한 과민반응을 유발하는 원인이 되는 문제가 있고, 모노에탄올아민의 경우 적은 휘발성으로 모발에 잔류하는 양이 많아 모발을 지속적으로 손상시키는 문제가 있다. 또한 산화제로서는 과산화수소가 주로 사용되고 있는데, 과산화수소의 경우 강한 산화력으로 인하여 모발의 단백질과 큐티클을 손상시키며, 피부에도 자극이 될 뿐만 아니라 모발에 잔류한 모노에탄올아민과 상호작용하여 두피와 모발을 지속적으로 자극하고 손상시킬 수 있는 문제가 있다.

[0006] 한편, 비산화형 염모제의 경우 산화형 염모제에 비해 색상의 발현이 떨어지는 단점이 있다. 일례로, 피로갈롤을 주성분으로 한 시판 중인 비산화형 염모제는 염색 초기 모발 색상이 청색이 많이 가미된 짙은 남색으로 발색되어 부자연스러운 색상으로 염색되는 단점이 있다.

[0007] 이에 따라 모발 및 두피에 손상이 적으며, 사용이 간편할 뿐만 아니라 제형상으로도 안정성이 높고, 모발 염착력이 우수한 조성물의 개발이 요구되고 있는 상황이다.

[0008] 최근 암모니아 또는 모노에탄올아민 등의 자극성 알칼리제와 과산화수소 등의 산화제 및 금속염을 사용하지 않는 염모제가 개발되고 있으며, 그 중 하나로 폴리페놀이 산화되면서 모발의 색상 변화를 일으키는 폴리페놀 함유 염색제 조성물이 개발된 바 있다. 그러나, 이와 같은 폴리페놀 함유 모발 염색제 조성물은 반응성이 약해 1,2,4-트리하이드록시벤젠(THB; 1,2,4-trihydroxybenzen)과 같은 성분이 포함되어야 하는데, 최근 1,2,4-트리하이드록시벤젠이 화학물질의 발암성이나 돌연변이 유발물질 함유 여부를 측정하기 위한 생물학적 실험방법인 에임스 검사(Ames test)에서 양성반응을 보여 특정 국가에서는 사용이 금지되는 등 안전성에 대한 이슈가 발생하였다. 또한 다양한 친환경 염모제 또는 모발 갈변 화장품들이 시장에 나와 있으나, 대부분 유해성 여부로 논란이 일고 있는 1,2,4-트리하이드록시벤젠(THB) 또는 타르 색소 등을 사용하고 있어 독성 관련 문제가 여전히 상존하고 있다. 따라서, 안전성이 담보되고 머릿결 손상이 적은 신규 기술이 개발될 경우, 큰 시장성을 보일 것

으로 기대되고 있다.

[0009] 이에 본 발명자들은 새로운 염모제 조성물을 개발하기 위해 연구를 수행한 결과, 폴리에틸렌이민(PEI; polyethyleneimine) 및 갈산(gallic acid)으로 구성되며, 음이온성 계면활성제 및 산화제를 포함하는 염모제 조성물이 안전하면서도 우수한 탈색 효과가 있음을 확인함으로써 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 제2006-0503592호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명은 상술한 문제를 해결하기 위하여 독성과 안전성에서 자유롭고 머릿결의 손상을 최소화할 수 있는 폴리에틸렌이민 및 갈산을 포함하는 염모제 조성물을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0012] 상기 기술적 과제를 달성하기 위해 본 발명은 폴리에틸렌이민(PEI; polyethyleneimine) 및 갈산(gallic acid)을 포함하는 염모제 조성물로서, (a) 음이온성 계면활성제, 지방산 및 지방산을 함유하는 식물성 오일로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 첨가제; 및/또는

[0013] (b) 페닐알라닌-구리이온 복합체, 산화효소, 산화효소-전자전달체 시스템, 과황산염(persulfate) 및 과산화물(Peroxide)로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 산화제;를 포함하는 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물을 제공한다.

발명의 효과

[0014] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 독성과 안전성에서 자유롭고 머릿결의 손상을 최소화하여 모발 염색용 화장품에 활용 내지 응용 가능하며, 구체적으로는 백모나 새치모의 흑색 또는 진한 갈색으로의 염색약 및 염색 샴푸 등 염모 화장품에 활용될 수 있다.

[0015] 본 발명의 효과는 이상에서 언급한 것으로 제한되지 않으며, 명세서 전반의 기재로부터 통상의 기술자에게 명확하게 이해될 수 있으나 명시적으로 언급되지 않은 다른 효과들 역시 포함한다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1은 본 발명의 바람직한 실시예(gallic acid 사용)에 따라 백모(좌)를 염색한 후의 모습(우)을 나타낸 도이다.

도 2는 본 발명의 비교예로서 탄닌산을 사용하여 백모를 염색한 후의 모습을 나타낸 도이다.

도 3은 MTT assay를 이용하여 본 발명의 염모제 조성물의 세포 독성을 확인하여 나타낸 도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 본 발명은 폴리에틸렌이민(PEI; polyethyleneimine) 및 갈산(gallic acid)을 포함하는 염모제 조성물로서,

[0018] (a) 음이온성 계면활성제, 지방산 및 지방산을 함유하는 식물성 오일로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 첨가제; 및/또는

[0019] (b) 페닐알라닌-구리이온 복합체, 산화효소, 산화효소-전자전달체 시스템, 과황산염(persulfate) 및 과산화물(Peroxide)로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 산화제;

- [0020] 를 포함하는 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물을 제공한다.
- [0022] 이하 본 발명에 관하여 상세히 설명한다.
- [0023] 본 발명의 유효성분인 폴리에틸렌이민(PEI; polyethyleneimine)은 $-[-CH_2CH_2NH-]_n-$ 로 표시되는 고분자 화합물로서, 선형(linear) 또는 분지형(branched)일 수 있으며, 일 실시예로서 분지형의 분자량 800 이하의 폴리에틸렌이민을 사용하였다.
- [0024] 또 다른 유효성분인 갈산(gallic acid)은 천연 폴리페놀로서, 탄닌을 알칼리 가수분해함으로써 생기는 페놀카르복시산이며, 구조상으로는 3, 4, 5-옥시벤존산에 해당한다.
- [0025] 상기 폴리에틸렌이민의 아민기가 친핵체로써 갈산에 존재하는 벤젠고리의 탄소와 마이클형 부가반응(Michael addition)을 하며 화학적으로 커플링 반응이 일어나며, 갈산은 산화를 통해 스스로 자가 중합하여 어두운 색으로 발색하게 된다. 일반적으로 천연 폴리페놀-폴리에틸렌이민 커플링 반응은 pH 9 이상의 알칼리 조건에서 일어나며, 또한 본 커플링 반응을 통해 진한 갈색 또는 흑색 계열의 색을 내지 못하는 것으로 알려져 있다, 이러한 특징으로 인하여 폴리페놀-폴리에틸렌이민 커플링 반응을 모발 염색에 활용할 경우, 알칼리 조건이 모발의 극심한 손상을 유도하며, 옅은 색만이 발색되어 염색의 효율이 극히 떨어지게 된다.
- [0026] 그러나 본 발명에 따른 조성물은 폴리페놀로서 갈산을 선택함으로써 새치모 및 백모가 검게 염색되는 반응이 일어나게 된다. 또한, 갈산 이외에도 트리히드록시페닐(trihydroxyphenyl)기를 보유하며 분자량이 500 이하인, 천연 유래 폴리페놀 단일 조성물 또는 2 이상의 혼합물을 이용할 수 있다.
- [0027] 상기 폴리에틸렌이민과 갈산의 질량비는 1:0.01 내지 1:100 일 수 있으며, 바람직하게는 1:1일 수 있다.
- [0028] 본 발명은 또한 (a) 음이온성 계면활성제, 지방산 및 지방산을 함유하는 식물성 오일로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 첨가제; 및/또는 (b) 페닐알라닌-구리이온 복합체, 산화효소, 산화효소-전자전달체 시스템, 과황산염(persulfate) 및 과산화물(Peroxide)로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 산화제를 포함한다.
- [0029] 본 발명에서 음이온성 계면활성제(anionic surfactant)는 입자 최외각의 계면에 전하를 부여함으로써 입체 장애를 극대화하여 입자와 입자간의 합일을 막아 입자의 안정성을 향상시켜, 저온 및 고온에서도 안정하게 다중에멀전 상의 형태를 유지하고 수용성 및 유용성 유효성분들을 안정화시킬 수 있으며, 바람직하게는 소듐라우릴설페이트, 소듐스테아로일글루타메이트, 소듐폴리옥시에틸렌라우릴에테르설페이트, 소듐라우릴에테르설페이트, 암모늄폴리옥시에틸렌라우릴에테르설페이트, 암모늄라우릴설페이트, 디소듐라우레스설프소석시네이트 및 모노이소프로파놀아민라우릴에테르설페이트로 구성된 군으로부터 선택될 수 있고, 더욱 바람직하게는 소듐라우릴설페이트일 수 있으나 이에 제한되지 않는다.
- [0030] 본 발명에서 지방산은 바람직하게는 식물성 오일로부터 유래된 것으로, 더욱 바람직하게는 올레산, 팔미틱산, 팔미톨레인산, 스테아린산, 올레인산, 카프릴릭산, 카프릭산, 라우릭산, 미리스틱산, 리놀레인산, 및 리놀렌산으로 구성된 군으로부터 선택될 수 있으나 이에 제한되지 않는다.
- [0031] 본 발명에서 지방산을 함유하는 식물성 오일은 지방산을 추출할 수 있는 어떤 천연 식물성 오일도 가능하나, 바람직하게는 콩기름(soybean oil), 피마자유(castor oil), 옥수수기름(corn oil), 올리브유(olive oil), 카놀라유(canola oil), 해바라기씨유(sunflower oil), 아마인유(linseed oil), 참기름(sesame oil), 포도씨유(grapeseed oil), 홍화유(safflower oil), 호두유(walnut oil) 및 코코넛 오일(coconut oil)일 수 있으며, 더욱 바람직하게는 콩기름일 수 있으나 이에 제한되지 않는다.
- [0032] 본 발명에서 산화제는 페닐알라닌-구리이온 복합체, 산화효소, 산화효소-전자전달체 시스템, 과황산염(persulfate) 및 과산화물(Peroxide)로 구성되는 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있다.
- [0033] 상기 페닐알라닌-구리이온 복합체는 산화 효소의 활성 부위(active site)를 모사하는 구조이므로 산화 효소와 유사한 산화반응을 한다고 알려져 있다.
- [0034] 2가 구리이온과 L-페닐알라닌을 복합화하는 알칼리 조건으로서 두 물질의 농도 범위는 1:0.1 내지 1:10일 수 있으며 바람직하게는 1:2일 수 있다. 상기 L-페닐알라닌-2가 구리이온 복합체와 갈산의 질량비는 1:3000 내지 1:0.1일 수 있으며, 바람직하게는 1:15일 수 있고, L-페닐알라닌-2가 구리이온 복합체와 폴리에틸렌이민의 질량비는 1:3000 내지 1:0.1일 수 있으며, 바람직하게는 1:15일 수 있다.

- [0035] 상기 산화효소(oxidase)는 산소에 의해 기질을 산화시키는 반응을 촉매 하는 효소의 총칭으로, 바람직하게는 라카아제(laccase), 티로시나아제(tyrosinase) 및 과옥시다아제(oxidase)로 구성된 군으로부터 선택될 수 있으나 이에 제한되지 않으며, 더 바람직하게는 라카아제일 수 있다.
- [0036] 상기 과옥시다아제는 바람직하게는 리그닌 과옥시다아제, 망간 과옥시다아제, 홍당무 과옥시다아제(horseradish peroxidase) 또는 고구마 과옥시다아제(sweet potato peroxidase)일 수 있다.
- [0037] 상기 산화효소-전자전달체 시스템은 상기 산화효소와 전자전달체가 결합된 것으로, 전자전달체(mediator)는 1-히드록시벤조트리아졸(HBT; 1-hydroxybenzotriazole), N-히드록시프탈이미드(HPI; N-hydroxyphthalimide), 비올루르산(VLA; violuric acid), N-히드록시아세트아닐리드 (NHA; N-hydroxyacetanilide), 2,2,6,6-테트라메틸피페리딘-1-일)옥시 (TEMPO; 2,2,6,6-Tetramethylpiperidin-1-yl)oxyl) 및 시링알데히드(syringaldehyde), 쿠마르산(coumaric acid), 바닐산(vanillic acid), 아세토바닐론(acetovanillone), 시린산(syringic acid), 페룰산(ferulic acid), 아세토시린곤(acetosyringone), 3-히드록시안트라닐산(3-hydroxyantranilic acid) 및 4-히드록시벤조산(4-hydroxybenzoic acid)과 같은 리그닌 유래 페놀로 구성된 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0038] 상기 과황산염(persulfate)은 바람직하게는 포타슘퍼설페이트(potassium persulfate, $K_2S_2O_8$), 암모늄퍼설페이트(ammonium persulfate, $(NH_4)_2S_2O_8$), 소듐퍼설페이트(sodium persulfate, $Na_2S_2O_8$) 및 포타슘퍼옥시모노설페이트(potassium peroxymonosulfate, $KHSO_5$)로 구성된 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0039] 상기 과산화물(oxide)은 과옥사이드 반응에 사용되는 공지된 모든 유기 및 무기 과옥사이드가 사용될 수 있으며, 바람직하게는 펄라민과옥사이드, 마그네슘과옥사이드, 징크과옥사이드, 스트론튬과옥사이드, 퍼브이퍼-하이드로과옥사이드, 소듐카보네이트과옥사이드, 하이드로젠과옥사이드, 칼슘과옥사이드, 우레아과옥사이드 및 수과옥사이드디스뮤타아제로 구성된 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0040] 또한, 상기 염모제 조성물은 불가피한 혼적량을 제외하고 에틸렌다이아민테트라아세트산(EDTA; ethylenediaminetetraacetic acid) 및/또는 카르복시메틸 셀룰로오스 (CMC; carboxymethyl cellulose)를 포함하지 않는다.
- [0041] 상기 에틸렌다이아민테트라아세트산(EDTA; ethylenediaminetetraacetic acid)는 금속 이온의 활성을 봉쇄하는 킬레이트화제이고, 상기 카르복시메틸 셀룰로오스는 셀룰로오스의 수산기를 카르복시메틸화시킨 것으로, 본 출원인들은 실험을 통하여 EDTA 및/또는 카르복시메틸 셀룰로오스가 상기 염모제 조성물의 발색 효과를 감소시키는 것을 확인하고, 이를 포함하지 않는 것을 특징으로 하였다.
- [0042] 또한, 상기 염모제 조성물이 상기 첨가제로서 음이온성 계면활성제를 포함하는 경우 불가피한 혼적량을 제외하고 양이온성 계면활성제를 포함하지 않는다.
- [0043] 상기 양이온성 계면활성제는 바람직하게는 4가 암모늄염일 수 있으며, 폴리쿼터늄-10(polyquaternium-10), 도데실트리메틸암모늄 브로마이드(DTAB; dodecyltrimethylammonium bromide), 세틸 트리메틸암모늄 클로라이드(CTAC; cetyl trimethylammonium chloride), 헥사데실피리디움 브로마이드(HDPB; hexadecylpyridium bromide) 및 벤질세틸디메틸암모늄 클로라이드(BCDA; benzylcetyltrimethylammonium chloride)를 포함한다.
- [0044] 본 조성물에서 음이온성 계면활성제와 양이온성 계면활성제가 함께 포함되는 경우 염모제 조성물의 발색 효과가 감소하므로 함께 포함되지 않는 것이 바람직하다.
- [0045] 따라서, 본 발명은 가장 바람직한 형태로서, 폴리에틸렌아민 및 갈산을 포함하고, 소듐라우릴설페이트 및 암모늄설페이트를 포함하며, EDTA, 카르복시메틸 셀룰로오스 및 양이온성 계면활성제를 포함하지 않는 것을 특징으로 하는, 염모제 조성물을 제공할 수 있다.
- [0046] 또한, 본 발명에 따른 염모제 조성물은 목적하는 바에 따라 당업계에서 통상적으로 사용하는 첨가제를 더 첨가할 수 있으며, 구체적으로 pH조절제, 직접염료(direct dye), 팽윤제, 완충제, 방부제, 향료, 보습제, 점도 조절제, 지방족 알코올 및 비타민 등에서 선택되는 1종 이상을 더 포함할 수 있다.
- [0047] 상기 pH 조절제는 염모제 조성물의 pH를 조절하여 주기 위한 것으로 바람직하게는 수산화나트륨, 수산화칼륨, 트리에탄올아민, 구연산 및 구연산나트륨으로 구성된 군으로부터 선택될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0048] 상기 직접염료(direct dye)는 바람직하게는 식물성 염료류인 헤나(henna) 또는 인디고(indigo) 등을 사용할 수

있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

- [0049] 상기 펙유제는 바람직하게는 요소(Urea), 티오요소(thiourea), 과산화요소(urea Peroxide), 폴리옥시메틸렌요소(polyoxymethylene urea), 하이드록시에틸요소(hydroxyethyl urea), 암모니아(ammonia) 및 그의 염으로 구성된 군으로부터 선택될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0050] 상기 완충제는 바람직하게는 살리실산(salicylic acid), 살리실산나트륨(sodium salicylate), 젖산(lactic acid) 및 젖산나트륨(sodium lactate)으로 구성된 군으로부터 선택될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0051] 상기의 방부제는 바람직하게는 메틸파라벤(methylparaben), 프로필파라벤(propylparaben), 페녹시에탄올(phenoxyethanol), 파라옥시안식향산메틸(methyl p-hydroxybenzoate) 및 파라옥시안식향에스테르(ethyl p-hydroxybenzoate)로 구성된 군으로부터 선택될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0052] 상기 향료는 바람직하게는 천연향 또는 인공합성 향료로부터 선택될 수 있다.
- [0053] 상기 보습제는 바람직하게는 폴리에틸렌리콜과 같은 글리콜류와 오일류를 포함한, 통상적으로 사용되는 성분이 사용될 수 있다.
- [0054] 상기의 점도 조절제는 바람직하게는 폴리스테아레이트(poly stearate) 및 소듐카르복시메틸셀룰로오스(sodium carboxymethyl cellulose)로 구성된 군으로부터 선택될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0055] 상기 지방족 알코올은 바람직하게는 세틸알코올(cetyl alcohol), 스테아릴알코올(stearyl alcohol) 및 베헤닐알코올(behenyl alcohol) 등 탄소수 16 내지 22의 지방족 알코올로 구성된 군으로부터 선택될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0056] 상기 비타민은 모발의 영양을 보충해주기 위해 사용될 수 있다.
- [0057] 한편, 본 발명에 따른 염모제 조성물은 상술한 성분 이외에도 물을 함유할 수 있으며, 물은 이온 교환수 또는 증류수와 같은 정제수를 권장한다. 또한, 그 함유량은 특별히 한정하지 않으나, 상기의 구성 성분들을 충분히 용해 또는 분산할 수 있는 양이면 무방하다.
- [0058] 본 발명에 따른 조성물은 약산성 내지 중래 기술 대비 온건한 조건(pH 4.0 내지 9.0 범위)에서 폴리에틸렌이민과 갈산의 커플링 반응을 효과적으로 유도할 수 있으며, 따라서, 새치모 및 백모에 상업성이 높은 검은색 계열을 부여하면서도 모발의 손상을 감소시킬 수 있는 효과가 있다.
- [0060] 또한, 본 발명은 상기 염모제 조성물을 포함하는, 모발 염색을 위한 화장용 조성물을 제공한다.
- [0061] 상기 화장용 조성물은 염모제용 헤어티트, 아이브로우, 타투용 제형, 헤어 영양로션, 헤어트리트먼트, 헤어 샴푸, 헤어린스, 헤어크림, 헤어왁스, 헤어 에어로졸, 헤어팩, 헤어비누, 모발 염색제, 모발용 웨이브제, 헤어에센스 및 헤어컨디셔너로 구성된 군에서 선택되는 1종 이상의 제형으로 제조될 수 있다.
- [0062] 상기 모발 염색제는 폴리에틸렌이민 및 갈산과 나머지 성분을 '2액형'으로 각각 별개의 제형으로 하여 사용 시에 혼합하는 형태로 제품화할 수 있다.
- [0064] 또한, 본 발명은 상기 염모제 조성물을 포함하는, 염색용 샴푸를 제공한다.
- [0065] 상기 염색용 샴푸는 통상적인 샴푸 조성물에 상기 염모제 조성물이 첨가된 것일 수 있으며, 염모제 조성물의 첨가량은 특별히 한정하진 않으나 샴푸 조성물 100 중량부에 대하여 1 내지 50 중량부로 첨가될 수 있다. 이와 같은 범위에서 침전, 변색 등의 현상 없이 샴푸 제형이 더욱 안정적으로 유지될 수 있다.
- [0066] 염색용 샴푸를 활용한 모발 염색은 수십분 이상 소요되는 염색 시술 시간이 필요하지 않을 뿐만 아니라, 자라는 모발 등으로 인한 주기적인 추가 시술이 필요하지 않아 편리함이 크게 증가할 수 있다. 또한, 매일하는 샴푸를 통하여 염색이 추가되기 때문에, 한 번의 샴푸를 통해 기존의 염색과 같은 효과까지 필요로 하지 않기 때문에 더욱 짧은 시간으로 모발의 손상을 최소화 하는 조건에서 염색이 가능할 수 있다.
- [0068] 또한, 본 발명은 상기 염모제 조성물을 포함하는 케라틴 섬유를 염색하는 염색 방법을 제공한다.

- [0069] 구체적으로, 상기 염색 방법은 상기 수성 염색제 조성물을 케라틴 섬유에 도포하고 1 내지 30분 동안 방치하여 수행될 수 있다. 이때, 도포 방법은 특별히 한정하지 않으며, 염모제 조성물에 케라틴 섬유를 침지하거나 염모제 조성물을 케라틴 섬유에 스프레이 도포하는 등의 방법을 이용할 수 있다. 또한, 상기 케라틴 섬유는 모발을 의미할 수 있다.
- [0071] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 예를 상세히 설명한다. 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시 예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시 예에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있으며, 단지 본 실시 예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하고, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성 요소를 지칭한다.
- [0072] 다른 정의가 없다면, 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다. 또 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 용어들은 명백하게 특별히 정의되어 있지 않는 한 이상적으로 또는 과도하게 해석되지 않는다. 본 명세서에서 사용된 용어는 실시 예들을 설명하기 위한 것이며 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다.
- [0073] 명세서에서 사용되는 "포함한다 (comprises)" 및/또는 "포함하는 (comprising)"은 언급된 구성 요소, 단계, 동작 및/또는 소자는 하나 이상의 다른 구성 요소, 단계, 동작 및/또는 소자의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.
- [0075] 이하, 본 발명에 따른 바람직한 실시예를 살펴본다.
- [0077] **실시예 1. 염모제 조성물 1의 제조**
- [0078] 갈산 수화물 0.3 g 및 분자량 800 미만의 분지형 폴리에틸렌이민 0.1g에 증류수 35 mL를 추가하였다. 상기 조성물에 소듐라우릴설페이트 0.05 g 및 암모늄설페이트 0.01 g을 첨가하여 염모제 조성물을 제조하였다.
- [0080] **실시예 2. 염모제 조성물 2의 제조**
- [0081] 염화구리(CuCl_2) 5 mM 수용액을 수산화나트륨(NaOH)(10 mM)에 녹아있는 L-페닐알라닌(L-phenylalanine)(10 mM) 용액에 천천히 희석한 후 온도를 60도 가까이 올려주었다. 침전물이 생기면 원심분리(3,500 rpm, 5분)를 통해 회수한 후, 10% 에탄올 증류수를 이용해 펠릿을 한번 더 세척해주었다. 세척한 침전물을 건조 과정 없이 0.02 mL을 0.1 M 아세트산 나트륨 완충액(sodium acetate buffer)(pH 5.1) 20 mL에 희석한 후 갈산 0.3 g 및 폴리에틸렌이민 0.3 mL를 혼합한 조성물에 에탄올 5 mL를 추가하였다.
- [0083] **실험예 1. 폴리에탄올이민과의 최적의 폴리페놀 확인**
- [0084] 증류수 35mL만을 포함하는 실험군 1-1을 대조군으로 하고, 상기 실시예 1의 염모제 조성물 제조방법을 참고하여 폴리에탄올이민(실험군 1-2), 폴리에탄올이민+갈산(실험군 1-3), 폴리에탄올이민+탄닌산(실험군 1-4), 폴리에탄올이민+클로로젠산(실험군 1-5) 각각을 첨가한 실험군을 제조하였다. 각각의 실험군에 백모 0.2g을 각각 침지하여 실온에서 1시간 동안 반응시키고, 강하게 흐르는 물에 씻어준 뒤 똑 같은 반응을 2번 반복하였다. 그 후 모발을 꺼내 헤어 드라이기를 통해 말린 후 색차계를 이용해 색의 어두운 정도를 의미하는 ΔE 값 ($n = 3$)을 평가하였으며, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

ΔE	실험군 1-1	실험군 1-2	실험군 1-3	실험군 1-4	실험군 1-5
	24 ± 2.2	23 ± 2.1	44 ± 3.0	22 ± 1.9	26 ± 1.5

상기 표 1에 나타난 바와 같이, 실험군 1-3이 가장 높은 ΔE 값을 나타냄을 확인하였다. 이는 폴리에탄올 이민과 갈산의 조합이 가장 발색 효과가 뛰어난 것을 의미한다.

가장 뛰어난 발색 효과를 나타낸 실험군 1-3을 5회 샴푸 처리한 후 이를 염색 전 백모 상태와 비교하였으며, 그 결과를 도 1에 나타내었다.

도 1에 나타난 바와 같이, 샴푸를 반복처리 했음에도 불구하고 모발의 외형적인 색이 검게 유지되고 있음을 볼 수 있다.

또한, 비교예로서 실험군 1-4를 5회 샴푸 처리한 후 이를 염색 전 백모 상태와 비교하였으며, 그 결과를 도 2에 나타내었다.

도 2에 나타난 바와 같이, 탄닌산을 이용해 염색할 경우 색 변화가 거의 없고 염색이 거의 되지 않은 것을 확인할 수 있다.

실험예 2. 염모제 조성물의 발색 반응 비교

증류수 35ml만을 포함하는 실험군 2-1을 대조군으로 하고, 상기 실시예 1의 염모제 조성물 제조방법을 참고하여 폴리에탄올이민(실험군 2-2), 폴리에탄올이민+갈산(실험군 2-3), 폴리에탄올이민+갈산+소듐라우릴설페이트(0.05g)(실험군 2-4), 폴리에탄올이민+갈산+암모늄설페이트(0.01g)(실험군 2-5), 폴리에탄올이민+갈산+라카아제(0.01g)(실험군 2-6), 폴리에탄올이민+갈산+EDTA(0.1g)(실험군 2-7), 폴리에탄올이민+갈산+카복시메틸 셀룰로오스(0.1g)(실험군 2-8), 폴리에탄올이민+갈산+소듐라우릴설페이트(0.05g)+암모늄설페이트(0.01g)(실험군 2-9), 폴리에탄올이민+갈산+소듐라우릴설페이트(0.05g)+폴리쿼터늄-10(0.05g)(실험군 2-10), 폴리에탄올이민+갈산+콩기름(0.05g)(실험군 2-11) 및 1,2,4-트리히드록시벤젠(1,2,4-trihydroxybenzene) 기반 상업 샴푸(실험군 2-12) 각각을 첨가한 실험군을 제조하였다. 각각의 실험군에 백모 0.2g을 각각 침지하여 실온에서 1시간 동안 반응시키고, 강하게 흐르는 물에 씻어준 뒤 똑 같은 반응을 2번 반복하였다. 그 후 모발을 꺼내 헤어 드라이기를 통해 말린 후 색차계를 이용해 색의 어두운 정도를 의미하는 ΔE 값 (n = 3)을 평가하였으며, 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

	ΔE
실험군 2-1	24 ± 2.2
실험군 2-2	23 ± 2.1
실험군 2-3	44 ± 3.0
실험군 2-4	68 ± 2.9
실험군 2-5	54 ± 3.3
실험군 2-6	51 ± 3.1
실험군 2-7	26 ± 1.2
실험군 2-8	24 ± 4.5
실험군 2-9	76 ± 0.9
실험군 2-10	58 ± 3.9
실험군 2-11	63 ± 2.9
실험군 2-12	55 ± 2.7

상기 표 2에 나타난 바와 같이, 폴리에탄올이민, 갈산, 소듐라우릴설페이트 및 암모늄설페이트를 포함하는 실험

군 2-9가 가장 좋은 발색 효과를 나타내며, 이는 현재 상업적으로 판매되고 있는 샴푸인 실험군 2-12보다도 현저한 효과를 나타내는 것을 확인하였다.

[0098] 음이온성 계면활성제인 소듐라우릴설페이트, 산화제인 라카아제 및 암모늄설페이트, 그리고 식물성 오일인 콩기름을 각각 포함하고 있는 실험군 2-4, 2-5, 2-6 및 2-11은 모두 단독으로 첨가되더라도 폴리에탄올이민 및 갈산만을 포함하고 있는 실험군 2-3에 비해 우수한 발색 효과를 나타내었다.

[0099] 그러나, EDTA를 포함하는 실험군 2-7 및 카복시메틸 셀룰로오스를 포함하는 실험군 2-8은 모두 폴리에탄올이민 및 갈산만을 포함하고 있는 실험군 2-3에 비해 감소된 발색 효과를 나타내어 이들이 반응 억제제로서 작용하고 있는 것을 확인하였다.

[0100] 또한, 실험군 2-10의 경우 음이온성 계면활성제인 소듐라우릴설페이트와 양이온성 계면활성제인 폴리쿼터늄-10이 함께 포함되는 경우 음이온성 계면활성제인 소듐라우릴설페이트만을 포함하고 있는 실험군 2-4보다 발색 효과가 떨어지므로 이들을 동시에 포함하지 않아야 함을 확인하였다.

[0102] 실험예 3. MTT assay in vitro 세포 독성 확인

[0103] 3-1. L929 세포의 배양

[0104] 실험에 사용 한 세포주 L929는 한국세포주은행(KCLB)에서 분양받아 사용하였다. 배지는 10% Fetal Bovine Serum (FBS, Gibco) 및 5% Antibiotics/antimycotics (Sigma Aldrich)을 함유한 MEM 성장배지를 사용하였고, 세포주는 5% CO₂, 37℃ 및 습도가 조절된 배양기에서 배양하였다.

[0105] 세포가 플라스크에 80% 정도 차게 되면 PBS(Phosphate-buffered saline)로 세척한 후 1ml Trypsin/EDTA (Sigma Aldrich)를 배양 접시에 넣고 37℃에서 5분 동안 반응시킨 후 성장배지로 10배 희석하여 원심분리한 뒤에 계대 배양하고, 배지는 48시간마다 교환하며 배양하였다.

[0107] 3-2. L929 세포독성 테스트

[0108] 상기 실험예 3-1에서 배양된 L929 세포는 MEM성장배지에 현탁하여 96 well microplate에 1 X 10⁴ cells/200 μl 성장배지 /well (well 당 200 μl씩 세반복)로 분주 후 CO₂ 배양기에서 24 시간 배양하였다. 그 후 플레이트의 배양액 제거 후 각 well에 농도별 희석하여 준비한 시료를 100 μl씩 처리하였다(아무 처리하지 않은 공시험액 (NC): MEM). 시험액 처리 후 CO₂ 배양기(37℃ humidified)에서 24시간 배양하고, WST-1 시약을 각 well에 처리 후 CO₂ 배양기에서 25분 간 반응시켰다. 반응 완료된 배지를 Microplate reader를 이용하여 420 nm 파장에서 흡광도 측정하여 하기와 같이 결과를 산출하였으며, 그 결과를 도 3에 나타내었다.

[0109] 세포생존율 (%) = (시험군 흡광도 / 공시험액 대조군 흡광도) X 100

[0110] 도 3에 나타낸 바와 같이, 본 발명의 조성물의 안전성을 확인하였다.

[0112] 이상 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시 예들을 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 그 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시 예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

도면1



도면2



도면3

