



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년12월13일

(11) 등록번호 10-2612705

(24) 등록일자 2023년12월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

A61K 8/73 (2006.01) A61K 8/04 (2006.01)

A61K 8/06 (2006.01) A61K 8/34 (2006.01)

A61K 8/9711 (2017.01) A61Q 19/08 (2006.01)

(52) CPC특허분류

A61K 8/73 (2013.01)

A61K 8/042 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2023-0102706

(22) 출원일자 2023년08월07일

심사청구일자 2023년08월07일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020220029834 A*

(뒷면에 계속)

(73) 특허권자

조선대학교산학협력단

광주광역시 동구 필문대로 309 (서석동)

어업회사법인 주식회사 이노플렉스

전라남도 완도군 완도읍 죽청길 78

(72) 발명자

최다인

광주광역시 광산구 첨단중앙로181번길 42-14,
202-1411

이숙영

광주광역시 남구 봉선중앙로 46, 108-201

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

박윤호

전체 청구항 수 : 총 9 항

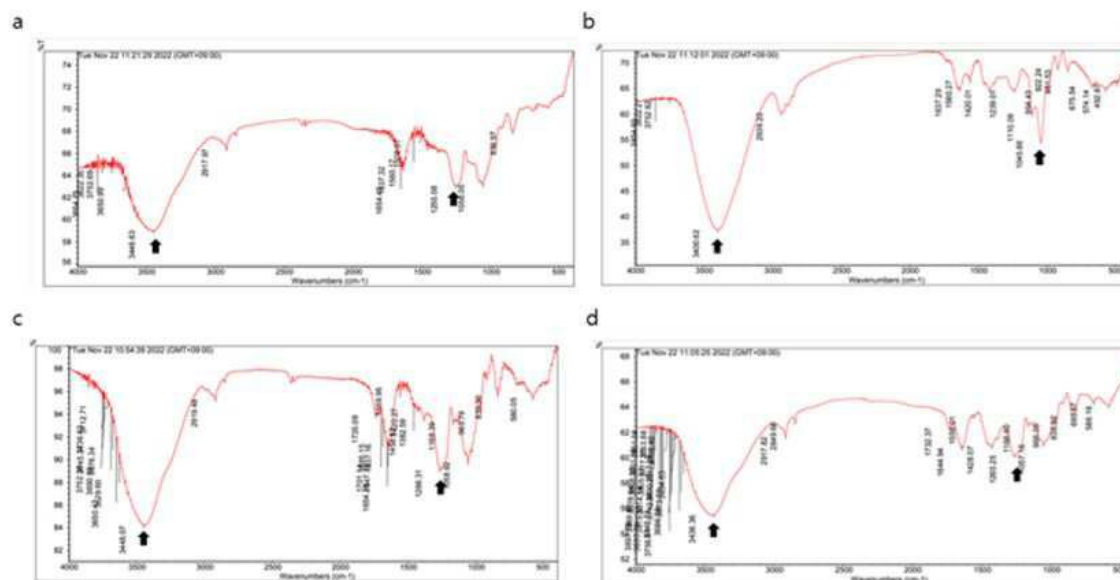
심사관 : 정현아

(54) 발명의 명칭 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물과 그 제조방법 및 이를 이용한 화장품 제조방법

(57) 요약

본 발명은 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물과 그 제조방법 및 이를 이용한 화장품 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 해조추출물인 후코이단(Fucoidan)을 다시마 부산물에서 추출한 후 DDS(Drug Delivery System)의 하이드로겔 나노입자(Nano-gel)를 통해 항산화 효능을 높임으로써 피부의 지질층과 만나 후코이단의 흡수력을 촉진시켜 피부 진정 및 효능을 증대시키는데 기여할 수 있도록 개선된 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물과 그 제조방법 및 이를 이용한 화장품 제조방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

A61K 8/06 (2013.01)
A61K 8/345 (2013.01)
A61K 8/736 (2013.01)
A61K 8/738 (2013.01)
A61K 8/9711 (2017.08)
A61Q 19/08 (2013.01)
A61K 2800/413 (2013.01)
A61K 2800/82 (2013.01)
A61K 2800/84 (2013.01)

(72) 발명자

박수미

전라남도 완도군 고금면 충무사길 44

김경호

전라남도 완도군 완도읍 죽청길 78

(56) 선행기술조사문헌

KR1020230000111 A*
 KR1020230061819 A*
 KR1020190081659 A
 KR1020210047689 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1425173119
과제번호	S3290537
부처명	중소벤처기업부
과제관리(전문)기관명	중소기업기술정보진흥원
연구사업명	창업성장기술개발사업 디딤돌
연구과제명	해조류 유래 후코이단 DDS 시스템을 적용한 안티에이징화장품 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	어업회사법인 주식회사 이노플렉스, 조선대학교 산학협력단
연구기간	2022.07.01 ~ 2023.06.30

명세서

청구범위

청구항 1

1,3-부틸렌글라이콜(1,3-Buthylene glycol) 10-15중량%, 나노젤(Nano gel) 1.5-3.0중량%, 1,2-헥산다이올(1,2-Hexanediol) 2-4중량% 및 나머지 정제수로 이루어진 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물로서,

상기 나노젤은 증류수 100mℓ에 후코이단 추출물(Fucoidan Extract) 200-250mg, 키토산(Chitosan) 2.0-3.0g, 감마-싸이클로덱스트린(Gamma-Cyclodextrin) 10-20g을 혼합 균질화시킨 후 동결건조하여 만든 분말이고;

상기 후코이단 추출물(Fucoidan Extract)은 냉동보관된 다시마 분말 25g에 4배의 아세톤을 가하여 24시간 동안 실온에서 추출한 뒤 8000×g, 4℃, 150분 동안 원심분리기로 상층액은 분리한 다음, 침전물에 다시 아세톤을 동일한 양으로 가하여 12시간 동안 방치한 후 12시간 후 같은 조건으로 원심분리기로 상층액을 분리하고, 침전물에 증류수 500mL를 가하여 40℃에서 24시간 동안 추출하여 여과지로 여과한 후 여과액을 로터리 버큘 에바포레이터를 사용하여 650℃에서 감압 농축하고, 침전물을 증류수 500mL에 0.05M 징크 설페이트(Zinc sulfate) 25mL, 0.3N 바륨 하이드록사이드(barium hydroxide) 25mL을 섞은 용액에서 60℃, 32시간 동안 추출하고, 4℃에서 55,000×g로 10 분 동안 원심 분리하여 얻은 상층액을 로터리 버큘 에바포레이터로 감압 농축하여 동결건조기를 이용하여 동결 건조하여 만든 분말인 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물.

청구항 2

삭제

청구항 3

후코이단 추출용 재료를 준비하는 단계, 준비된 재료로부터 후코이단을 추출하는 단계, 추출된 후코이단을 이용하여 나노젤을 형성하는 단계, 제조된 나노젤을 이용하여 화장품 원료를 만드는 단계를 포함하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물 제조방법에 있어서;

상기 후코이단 추출용 재료를 준비하는 단계는 일반다시마 또는 파지다시마를 17℃의 저온수로 12시간 세척한 후 50℃ 온수로 5분 처리, 20분 세척을 3회 반복하는 제1과정; 상기 제1과정 후 60℃, 24h 동안 열풍건조한 다음 분쇄하여 미세 파우더화한 상태로 냉동 보관하는 제2과정;으로 이루어지고,

상기 후코이단을 추출하는 단계는 냉동보관된 다시마 분말 25g에 4배의 아세톤을 가하여 24시간 동안 실온에서 추출한 뒤 8000×g, 4℃, 150분 동안 원심분리기로 상층액은 분리하는 제1스텝; 침전물에 다시 아세톤을 동일한 양으로 가하여 12시간 동안 방치한 후 12시간 후 같은 조건으로 원심분리기로 상층액을 분리하는 제2스텝; 침전물에 증류수 500mL를 가하여 40℃에서 24시간 동안 추출하여 여과지로 여과한 후 여과액을 로터리 버큘 에바포레이터를 사용하여 650℃에서 감압 농축하는 제3스텝; 침전물을 증류수 500mL에 0.05M 징크 설페이트(Zinc sulfate) 25mL, 0.3N 바륨 하이드록사이드(barium hydroxide) 25mL을 섞은 용액에서 60℃, 32시간 동안 추출하는 제4스텝; 4℃에서 55,000×g로 10 분 동안 원심 분리하여 얻은 상층액을 로터리 버큘 에바포레이터로 감압 농축하여 동결건조기를 이용하여 동결 건조한 후 분말화하는 제5스텝;으로 이루어진 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물 제조방법.

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

제3항에 있어서,

상기 나노젤을 형성하는 단계는,

감마-싸이클로덱스트린(γ -Cyclodextrin) 15g을 3차 증류수 100mL에 첨가한 후 교반하여 녹여 준 뒤 키토산을 0.1% 아세트익애씨드(acetic acid)에 탈아세틸화시켜 녹여준 뒤 키토산 용액 2.5g을 첨가하는 제1프로세스; 후코이단 200mg을 추가하여 24시간 동안 교반해 준 뒤 이온복합체의 균일한 나노입자 형성을 위해 3시간 동안 40℃에서 초음파처리를 이용하여 60MHz로 20분 간격으로 초음파처리하는 제2프로세스; 냉장 보관 후 나노 분산을 위해 고압균질기를 이용하여 15,000psi 조건에서 3회 이상 통과하는 제3프로세스;를 포함하는 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 제2프로세스 중에서 24시간 동안 25℃ 350rpm으로 교반하기 전, 후처리를 그레디언트 처리(Gradient Processing)라 하고, 상기 그레디언트 처리는 25℃ 300rpm으로 10분처리한 후 25℃ 250rpm으로 30분처리하는 전처리와; 40℃ 200rpm으로 3시간처리 후 35℃ 250rpm으로 30분간 처리한 다음 25℃ 250rpm으로 10분간 처리하는 후처리로 이루어진 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물 제조방법.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 제3프로세스 중에서 5℃ 이하에서 24시간 동안 냉장 보관하기 전처리를 그레디언트 안정화(Gradient Stabilization)라 하고, 상기 그레디언트 안정화는 40℃에서 10분간 유지 후 30℃에서 10분간 유지하고, 다시 20℃에서 5분간 유지한 후 10℃에서 5분간 유지하는 전처리로 이루어진 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물 제조방법.

청구항 9

제3항에 있어서,

상기 제조된 나노젤을 이용하여 화장품 원료를 만드는 단계는,

1,3-부틸렌글라이콜(1,3-Buthylene glycol) 10-15중량%, 나노젤(Nano gel) 1.5-3.0중량%, 1,2-헥산다이올(1,2-Hexanediol) 2-4중량% 및 나머지 정제수로 이루어지도록 배합하는 단계인 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물 제조방법.

청구항 10

제3항, 제6항, 제7항, 제8항, 제9항 중 어느 한 항에 따라 제조된 화장료 조성물 50중량%와, 토너 첨가물 50중량%를 혼합 후 2000rpm의 속도로 5±2분간 상온에서 교반하여 토너로 제조하되,

상기 토너 첨가물은 정제수 100중량부에 대해 카프릭트리글리세라이드 1.5-2.5중량부, 소듐하이알루로네이트 1.0-1.5중량부, 아테노신 0.5-0.7중량부, 잔탄검 2.5-5.0중량부, 판넬 1.5-2.0중량부, 디소듐이디티에이 2.0-3.0중량부, 알란토인 2.5-5.0중량부, 글리세릴모노스테아레이트 1.5-2.5중량부, 토크페릴아세테이트 1.5-2.0중량부, 해바라기씨오일 1.5-2.0중량부, 호호바오일 1.0-2.0중량부, 폴리스르베이트80 1.5-2.5중량부, 녹차추출물 1.0-2.0중량부, 에틸헥실글리세린 0.5-1.0중량부, 향료 2.0-3.0중량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물을 이용한 화장품 제조방법.

청구항 11

제3항, 제6항, 제7항, 제8항, 제9항 중 어느 한 항에 따라 제조된 화장료 조성물 50중량%와, 에멀전 첨가물 50중량%를 혼합 후 3000rpm의 속도로 15±2분간 30-40℃에서 교반하여 에멀전으로 제조하되,

상기 에멀전 첨가물은 정제수 100중량부에 대해 카프릭트리글리세라이드 1.5-2.5중량부, 비즈왁스 1.5-2.5중량부, 글리세릴스테아레이트 1.5-2.5중량부, 피이지100-스테아레이트 1.0-2.0중량부, 알란토인 1.5-2.0중량부, 소듐하이알루로네이트 1.0-1.5중량부, 아테노신 0.5-0.7중량부, 잔탄검 2.5-5.0중량부, 판넬 1.5-2.0중량부, 디소듐이디티에이 2.0-3.0중량부, 하이드록시에틸아크릴레이트 2.5-5.0중량부, 글리세릴모노스테아레이트 1.5-2.5중량부, 토크페릴아세테이트 1.5-2.0중량부, 해바라기씨오일 1.5-2.0중량부, 호호바오일 1.0-2.0중량부, 폴리스

트베이트80 1.5-2.5중량부, 녹차추출물 1.0-2.0중량부, 에틸헥실글리세린 0.5-1.0중량부, 향료 2.0-3.0중량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물을 이용한 화장품 제조방법.

청구항 12

제3항, 제6항, 제7항, 제8항, 제9항 중 어느 한 항에 따라 제조된 화장료 조성물 50중량%와, 크림 첨가물 50중량%를 혼합 후 3000rpm의 속도로 15 ± 2 분간 30-40℃에서 교반하여 크림으로 제조하되,

상기 크림 첨가물은 정제수 100중량부에 대해 디프로필렌글라이콜 1.5-2.5중량부, 비즈왁스 1.5-2.5중량부, 세테아릴올리베이트 1.5-2.5중량부, 글리세릴스테아레이트 1.5-2.5중량부, 솔비탄올리베이트 1.5-2.5중량부, 피이지100-스테아레이트 1.0-2.0중량부, 다이메티콘 1.0-2.0중량부, 스쿠알렌 1.0-2.0중량부, 달맞이꽃오일 1.5-2.5중량부, 폴리소르베이트60 1.5-2.5중량부, 알란토인 1.5-2.0중량부, 잔탄검 2.5-5.0중량부, 소듐하이알루로네이트 2.0-3.0중량부, 토크페릴아세테이트 1.5-2.0중량부, 약모밀추출물 1.5-2.0중량부, 에틸헥실글리세린 0.5-1.0중량부, 향료 2.0-3.0중량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물을 이용한 화장품 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물과 그 제조방법 및 이를 이용한 화장품 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 해조추출물인 후코이단(Fucoidan)을 다시마 부산물에서 추출한 후 DDS(Drug Delivery System)의 하이드로겔 나노입자(Nano-gel)를 통해 항산화 효능을 높임으로써 피부의 지질층과 만나 후코이단의 흡수력을 촉진시켜 피부 진정 및 효능을 증대시키는데 기여할 수 있도록 개선된 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물과 그 제조방법 및 이를 이용한 화장품 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 피부 노화는 내적 노화와 외적 노화 두 가지 과정에 의해 유발된다.

[0004] 내적 노화는 시간의 흐름에 따라 유전적 요소에 의해 결정된 과정에 의해 유발되며 미세한 피부 주름 형성을 특징으로 하면 자외선 등의 외적 노화 인자들은 거칠고 깊은 주름을 유발하는 것을 특징으로 한다.

[0005] 내적 노화 및 외적 노화에 의해 발생한 주름은 조직학적으로 살펴보면 먼저 내적 노화의 경우 세포 외 기질의 위축과 콜라겐 및 엘라스틴의 감소를 특징으로 하며 광노화 등의 외적 노화의 경우에는 엘라스틴의 변성 및 축적, 제 1,3,7 형 콜라겐의 감소가 특징이다.

[0006] 이와 같은 피부층 내 조직의 변화는 내적 노화 및 외적 노화 모두 공통적으로 기질 분해 효소의 증가로 인해 발생하는 것으로 알려져 있다.

[0007] 최근에는 최근 도시의 발전과 함께 오존층 파괴, 자외선 증가, 미세먼지 및 활성산소 증대 등으로 인한 외적 노화인 피부트러블, 아토피 등의 질병이 더 크게 대두되고 있다.

[0008] 이러한 피부 노화 현상을 개선하기 위해 다양한 방법이 응용되고 있는데 최근에는 나노 제형화 기술(리포솜, 나노에멀전)이 접목된 나노 화장품 및 고기능성 화장품들이 많이 개발되고 있다.

[0009] 일 예로, 층상이중수산화물(Layered-double-hydroxide)을 이용하여 레티날을 안정화시키고 동시에 피부흡수율을 높이는 연구가 활발하게 진행되고 있다.

[0010] 층상이중수산화물(LDH)은 히드로탈사이트(Hydrotalcite)와 유사물질로 불리는 것으로 우수한 생체적합성을 가지며, 다양한 화합물과 결합할 수 있다.

[0011] 또한, LDH는 음이온 교환 능력과 유무기 음이온을 유지하는 능력을 가지고 있기 때문에 생체 활성 분자의 삽입 및 방출이 용이하고, 따라서, 약물전달시스템 연구에 활발히 이용되고 있다.

[0012] 그러나, LDH는 약물 운반체로서 다양한 이점이 있지만, 응집력이 강해 적용 범위가 제한되어 있고, 제형의 안정성을 약화시키는 경향이 있다.

[0013] 또한, 이러한 고기능성 나노 화장품은 생리 활성 물질을 안정적으로 담지하는 것과 시기 적절하게 생리 활성 물질을 방출하는 것을 제어하기가 어렵고 피부 자극에 대한 문제도 대두되는 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0015] (특허문헌 0001) 국내 등록특허 제10-2369527호(2022.02.25.) 토코페롤이 담지된 페로센 나노캡슐을 함유하여 피부 안티에이징 효과가 우수한 화장품 조성물
- (특허문헌 0002) 국내 등록특허 제10-2432885호(2022.08.10.) 안티에이징 화장료 조성물

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0016] 본 발명은 상술한 문제점을 해결하기 위한 것으로, 해조추출물인 후코이단(Fucoidan)을 다시마 부산물에서 추출한 후 DDS(Drug Delivery System)의 하이드로겔 나노입자(Nano-gel)를 통해 항산화 효능을 높임으로써 피부의 지질층과 만나 후코이단의 흡수력을 촉진시켜 피부 진정 및 효능을 증대시키는데 기여할 수 있도록 개선된 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물과 그 제조방법 및 이를 이용한 화장품 제조방법을 제공하는 것에 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

- [0018] 본 발명은 상기한 과제를 해결하기 위해, 1,3-부틸렌글라이콜(1,3-Buthylene glycol) 10-15중량%, 나노젤(Nano gel) 1.5-3.0중량%, 1,2-헥산다이올(1,2-Hexanediol) 2-4중량% 및 나머지 정제수로 이루어진 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물을 제공한다.
- [0019] 이때, 상기 나노젤은 증류수 100mL에 후코이단 추출물(Fucoidan Extract) 200-250mg, 키토산(Chitosan) 2.0-3.0g, 감마-싸이클로덱스트린(Gamma-Cyclodextrin) 10-20g을 혼합 균질화시킨 후 동결건조하여 만든 분말인 것에도 그 특징이 있다.
- [0020] 또한, 본 발명은 후코이단 추출용 재료를 준비하는 단계, 준비된 재료로부터 후코이단을 추출하는 단계, 추출된 후코이단을 이용하여 나노젤을 형성하는 단계, 제조된 나노젤을 이용하여 화장품 원료를 만드는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물 제조방법을 제공한다.
- [0021] 이때, 상기 후코이단 추출용 재료를 준비하는 단계는,
- [0022] 일단다시마 또는 파지다시마를 17℃의 저온수로 12시간 세척한 후 50℃ 온수로 5분 처리, 20분 세척을 3회 반복하는 제1과정; 상기 제1과정 후 60℃, 24h 동안 열풍건조한 다음 분쇄하여 미세 파우더화한 상태로 냉동 보관하는 제2과정;을 거쳐 이루어진 것에도 그 특징이 있다.
- [0023] 또한, 상기 후코이단을 추출하는 단계는,
- [0024] 냉동보관된 다시마 분말 25g에 4배의 아세트산을 가하여 24시간 동안 실온에서 추출한 뒤 8000×g, 4℃, 150분 동안 원심분리기로 상층액은 분리하는 제1스텝; 침전물에 다시 아세트산을 동일한 양으로 가하여 12시간 동안 방치한 후 12시간 후 같은 조건으로 원심분리기로 상층액을 분리하는 제2스텝; 침전물에 증류수 500mL를 가하여 40℃에서 24시간 동안 추출하여 여과지로 여과한 후 여과액을 로터리 버큘 에바포레이터를 사용하여 650℃에서 감압 농축하는 제3스텝; 침전물을 증류수 500mL에 0.05M 징크 설페이트(Zinc sulfate) 25mL, 0.3N 바륨 하이드록사이드(barium hydroxide) 25mL을 섞은 용액에서 60℃, 32시간 동안 추출하는 제4스텝; 4℃에서 55,000×g로 10 분 동안 원심 분리하여 얻은 상층액을 로터리 버큘 에바포레이터로 감압 농축하여 동결건조기를 이용하여 동결 건조한 후 분말화하는 제5스텝;으로 이루어진 것에도 그 특징이 있다.
- [0025] 또한, 상기 나노젤을 형성하는 단계는,
- [0026] 감마-싸이클로덱스트린(γ -Cyclodextrin) 15g을 3차 증류수 100mL에 첨가한 후 교반하여 녹여 준 뒤 키토산을 0.1% 아세트산에(acetic acid)에 탈아세틸화시켜 녹여준 뒤 키토산 용액 2.5g을 첨가하는 제1프로세스; 후코이단 200mg을 추가하여 24시간 동안 교반해 준 뒤 이온복합체의 균일한 나노입자 형성을 위해 3시간 동안 40℃에서 초음파처리를 이용하여 60MHz로 20분 간격으로 초음파처리하는 제2프로세스; 냉장 보관 후 나노 분산을 위해 고압균질기를 이용하여 15,000psi 조건에서 3회 이상 통과하는 제3프로세스;를 포함하는 것에도 그 특징이

있다.

- [0027] 또한, 상기 제2프로세스 중에서 24시간 동안 25℃ 350rpm으로 교반하기 전, 후처리를 그레디언트 처리(Gradient Processing)라 하고, 상기 그레디언트 처리는 25℃ 300rpm으로 10분처리한 후 25℃ 250rpm으로 30분처리하는 전처리와; 40℃ 200rpm으로 3시간처리 후 35℃ 250rpm으로 30분간 처리한 다음 25℃ 250rpm으로 10분간 처리하는 후처리로 이루어진 것에도 그 특징이 있다.
- [0028] 또한, 상기 제3프로세스 중에서 5℃ 이하에서 24시간 동안 냉장 보관하기 전처리를 그레디언트 안정화(Gradient Stabilization)라 하고, 상기 그레디언트 안정화는 40℃에서 10분간 유지 후 30℃에서 10분간 유지하고, 다시 20℃에서 5분간 유지한 후 10℃에서 5분간 유지하는 전처리로 이루어진 것에도 그 특징이 있다.
- [0029] 또한, 상기 제조된 나노젤을 이용하여 화장품 원료를 만드는 단계는,
- [0030] 1,3-부틸렌글라이콜(1,3-Buthylene glycol) 10-15중량%, 나노젤(Nano gel) 1.5-3.0중량%, 1,2-헥산다이올(1,2-Hexanediol) 2-4중량% 및 나머지 정제수로 이루어지도록 배합하는 단계인 것에도 그 특징이 있다.
- [0031] 또한, 본 발명은 화장료 조성물 50중량%와, 토너 첨가물 50중량%를 혼합 후 2000rpm의 속도로 5±2분간 상온에서 교반하여 토너로 제조하되,
- [0032] 상기 토너 첨가물은 정제수 100중량부에 대해 카프릭트리글리세라이드 1.5-2.5중량부, 소듐하이알루로네이트 1.0-1.5중량부, 아데노신 0.5-0.7중량부, 잔탄검 2.5-5.0중량부, 판넬 1.5-2.0중량부, 디소듐이디티에이 2.0-3.0중량부, 알란토인 2.5-5.0중량부, 글리세릴모노스테아레이트 1.5-2.5중량부, 토크페릴아세테이트 1.5-2.0중량부, 해바라기씨오일 1.5-2.0중량부, 호호바오일 1.0-2.0중량부, 폴리소르베이트80 1.5-2.5중량부, 녹차추출물 1.0-2.0중량부, 에틸헥실글리세린 0.5-1.0중량부, 향료 2.0-3.0중량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물을 이용한 화장품 제조방법을 제공한다.
- [0033] 또한, 본 발명은 화장료 조성물 50중량%와, 에멀전 첨가물 50중량%를 혼합 후 3000rpm의 속도로 15±2분간 30-40℃에서 교반하여 에멀전으로 제조하되,
- [0034] 상기 에멀전 첨가물은 정제수 100중량부에 대해 카프릭트리글리세라이드 1.5-2.5중량부, 비즈왁스 1.5-2.5중량부, 글리세릴스테아레이트 1.5-2.5중량부, 피이지100-스테아레이트 1.0-2.0중량부, 알란토인 1.5-2.0중량부, 소듐하이알루로네이트 1.0-1.5중량부, 아데노신 0.5-0.7중량부, 잔탄검 2.5-5.0중량부, 판넬 1.5-2.0중량부, 디소듐이디티에이 2.0-3.0중량부, 하이드록시에틸아크릴레이트 2.5-5.0중량부, 글리세릴모노스테아레이트 1.5-2.5중량부, 토크페릴아세테이트 1.5-2.0중량부, 해바라기씨오일 1.5-2.0중량부, 호호바오일 1.0-2.0중량부, 폴리소르베이트80 1.5-2.5중량부, 녹차추출물 1.0-2.0중량부, 에틸헥실글리세린 0.5-1.0중량부, 향료 2.0-3.0중량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물을 이용한 화장품 제조방법을 제공한다.
- [0035] 또한, 본 발명은 화장료 조성물 50중량%와, 크림 첨가물 50중량%를 혼합 후 3000rpm의 속도로 15±2분간 30-40℃에서 교반하여 크림으로 제조하되,
- [0036] 상기 크림 첨가물은 정제수 100중량부에 대해 디프로필렌글라이콜 1.5-2.5중량부, 비즈왁스 1.5-2.5중량부, 세테아릴올리베이트 1.5-2.5중량부, 글리세릴스테아레이트 1.5-2.5중량부, 솔비탄올리베이트 1.5-2.5중량부, 피이지100-스테아레이트 1.0-2.0중량부, 다이메티콘 1.0-2.0중량부, 스쿠알렌 1.0-2.0중량부, 달맞이꽃오일 1.5-2.5중량부, 폴리소르베이트60 1.5-2.5중량부, 알란토인 1.5-2.0중량부, 잔탄검 2.5-5.0중량부, 소듐하이알루로네이트 2.0-3.0중량부, 토크페릴아세테이트 1.5-2.0중량부, 약모밀추출물 1.5-2.0중량부, 에틸헥실글리세린 0.5-1.0중량부, 향료 2.0-3.0중량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물을 이용한 화장품 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

- [0038] 본 발명에 따르면, 해조추출물인 후코이단(Fucoidan)을 다시마 부산물에서 추출한 후 DDS(Drug Delivery System)의 하이드로겔 나노입자(Nano-gel)를 통해 항산화 효능을 높임으로써 피부의 지질층과 만나 후코이단의 흡수력을 촉진시켜 피부 진정 및 효능을 증대시키는데 기여할 수 있도록 개선된 효과를 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0040] 도 1은 본 발명에 따른 화장료 조성물을 구성하는 후코이단의 FT-IR 측정 그래프이다.

도 2는 본 발명에 따른 화장료 조성물을 구성하는 나노젤의 세포독성시험결과를 보인 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0041] 본 발명은 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 상세하게 설명하고자 한다.
- [0042] 그러나, 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 각 도면을 설명하면서 유사한 참조 부호를 유사한 구성요소에 대해 사용하였다.
- [0043] 어떤 구성요소가 다른 구성요소에 "연결되어" 있다거나 "접속되어" 있다고 언급된 때에는, 그 다른 구성요소에 직접적으로 연결되어 있거나 또는 접속되어 있을 수도 있지만, 중간에 다른 구성요소가 존재할 수도 있다고 이해되어야 할 것이다. 반면에, 어떤 구성요소가 다른 구성요소에 "직접 연결되어" 있다거나 "직접 접속되어" 있다고 언급된 때에는, 중간에 다른 구성요소가 존재하지 않는 것으로 이해되어야 할 것이다.
- [0044] 본 출원에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 출원에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.
- [0045] 이하, 첨부된 도면을 참조하여, 본 발명의 실시예들을 설명하기로 한다. 각 도면에 제시된 동일한 부호는 동일한 부재를 나타낸다. 본 발명을 설명함에 있어, 관련된 공지 기능 혹은 구성에 관한 구체적인 설명은 본 발명의 요지를 모호하지 않게 하기 위하여 생략한다.
- [0046] 본 발명에 따른 후코이단을 담지한 나노입자를 포함한 화장료 조성물은 1,3-부틸렌글라이콜(1,3-Butylene glycol) 10-15중량%, 나노젤(Nano gel) 1.5-3.0중량%, 1,2-헥산다이올(1,2-Hexanediol) 2-4중량% 및 나머지 정제수로 이루어진다.
- [0047] 이렇게 조성된 화장료 조성물은 후술되는 바와 같이, 토너, 에멀전, 크림 등의 화장품으로 만드는 주된 원료가 된다.
- [0048] 이때, 1,3-부틸렌글라이콜은 CAS No. 107-88-0에 해당하는 물질로서, 사용감과 보습력이 좋고 끈적임이 적어 깔끔한 사용감을 갖는 보습제로 적합하다.
- [0049] 또한, 1,2-헥산다이올은 CAS No. 6920-22-5에 해당하는 물질로서, 유해성 논란이 큰 파라벤류를 대체할 수 있는 피부자극과 독성이 없고 강한 향균력을 가지고 있는 보존제로 적합하다.
- [0050] 그리고, 나노젤은 본 발명의 핵심적인 구성으로서, 증류수 100ml에 후코이단 추출물(Fucoidan Extract) 200-250mg, 키토산(Chitosan) 2.0-3.0g, 감마-싸이클로덱스트린(Gamma-Cyclodextrin) 10-20g을 혼합 균질화시킨 후 동결건조하여 분말화시킨 것이다.
- [0051] 이러한 나노젤은 키토산의 양전하와 후코이단의 음전하가 결합(self assembly)하면서 이 키토산이 가장 외벽에서 감마-싸이클로덱스트린을 구립형태로 감싸게 된다. 이에 따라, 피부에 접촉시 pH가 5~7로 되면서 키토산이 풀리기 때문에 감마-싸이클로덱스트린이 직접 피부에 밀착되면서 지질층과 만나 후코이단의 흡수력을 촉진시키게 된다.
- [0052] 여기에서, 후코이단은 황산기가 붙어있는 다당체로서 갈조류의 해초중에서도 모즈쿠(큰실말), 미역귀, 다시마 그리고 톳 등에 많이 함유되어 있는 성분으로서, 아토포시스 유도 작용, 면역력 활성화, 혈관 신생 억제 작용 등 항암은 물론, 피부보습, 피부재생에 따른 주름 방지, 특히 효과가 매우 뛰어난 것으로 보고되어 있다.
- [0053] 그런데, 이는 후코이단을 어떻게 추출했는가에 따라 그 효능이 크게 달라지는 것으로 다수의 논문을 통해 확인 되었으며, 본 발명에서는 일반다시마와 파지다시마 분말을 24시간 아세톤 추출조건으로 3회 반복 추출하는 방식으로 추출하였다.
- [0054] 이때, 일반다시마와 파지다시마의 중금속 함유 여부를 확인하기 위해 KOTITI 시험연구원에 의뢰하여 확인한 결과, 중금속은 검출되지 않았다.
- [0055] 또한, 후코이단의 특이적 구조를 확인하기 위해 FT-IR(Fourier-transform infrared) 6300FV+IRT5000(Jasco,

Tokyo, Japan) 측정하였으며 그 결과는 도 1에 나타내었다.

여기에서, 그래프 (a)는 후코이단 표준품, (b)는 후코이단 12h 추출 일반다시마, (c)는 후코이단 24h 추출 일반다시마, (d)는 후코이단 24h 추출 파지다시마로서 이중에서 (d)를 샘플로하여 HPAEC(High Performance Anion-Exchange Chromatography), (HPAEC-PAD, Dionex, USA)를 이용하여 성분을 분석한 결과 아래 표 1과 같이 나타났으며 함량은 %이다.

표 1

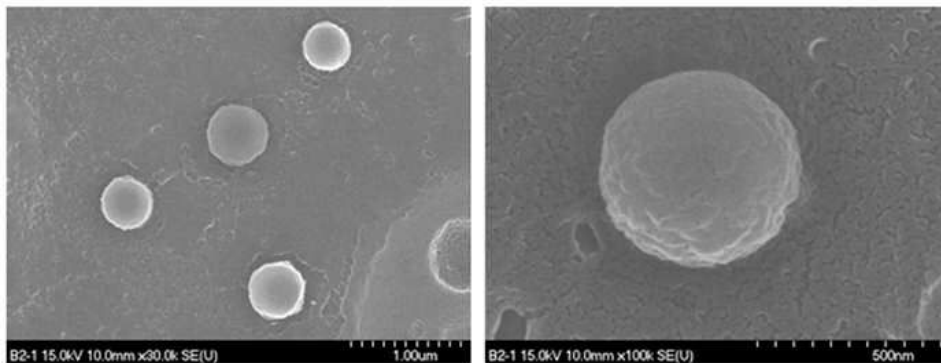
Sample	Rhamnose	Arabinose	Glactose	Glucose	Mannose	Xylose	Fucose
(d)	1.13	-	22.33	0.31	3.24	6.05	60.25

특히, 도 1의 그래프와 같이, FT-IR 분석에서 특이적 구조는 3400 , 1375 , 1130 cm^{-1} 의 amine과, sulfate functional groups을 확인하였고, 무엇보다도 함수율이 높았던 파지다시마 24h 추출인 (d)에서 가장 큰 특이적 구조를 확인하였다.

이에 따라, 본 발명에 따라 추출된 후코이단의 효능이 우수할 것임을 충분히 예측할 수 있었다.

이러한 후코이단을 이용하여 만들어진 나노젤에 대한 효능과 특성, 즉 항산화 작용과 세포독성 여부를 확인하기 위해 다음과 같이 실험하였다.

실험을 위해 먼저, SEM을 촬영하여 분석한 결과, 나노젤의 평균 사이즈는 895.4nm 였고, 다음과 사진과 같이 관찰되었다.



그리고, 나노젤의 항산화 효능을 평가하기 위해 나노젤 샘플에 대해 (주)휴먼 피부임상시험센터에서 표준작업지침서(SOP)에 따라 평가를 수행하였다.

측정은 2,2'-azinobis-(3-ethyl-benzothiazoline-6-sulphonic acid(ABTS)와 potassium persulfate를 혼합하여 암소에 두면 ABTS 라디칼이 생성되는데 추출물의 항산화 물질과 반응하여 양이온이 소거됨으로써 특유의 청록색이 탈색되며 이의 흡광도를 측정하여 항산화 능력을 측정할 수 있는데 이 방법으로 수행하였다.

시험 용액은 증류수에 7mM ABTS와 2.45mM potassium persulfate를 첨가하여 상온에서 16h 배양하여 ABTS 양이온을 생성시킨 후 734nm 에서 흡광도의 값이 0.7 이하가 되도록 희석하여 제조하였다. 그 다음, ABTS 용액 $100\mu\text{l}$ 에 시료 용액 $100\mu\text{l}$ 를 가한 후 6min 후에 흡광도를 측정하였다. 음성대조군(2.45mM potassium persulfate buffer)의 흡광도와 비교하여 흡광도를 감소시키는 정도를 표 2와 같이 %로 나타내었다.

표 2

Sample concentration	ABTS radical scavenging activity(%)	$\mu\text{MTE}/100\mu\text{l}$ sample
0.10	5.45 ± 0.35	10.03 ± 0.76
0.23	11.29 ± 0.19	23.64 ± 0.47
0.50	19.93 ± 0.31	46.12 ± 0.83
1.00	38.64 ± 0.26	100.58 ± 0.78
2.50	95.55 ± 0.43	292.01 ± 1.55

- [0067] 상기 표 2에서와 같이, 나노젤은 ABTS Assay로 측정한 결과, 항산화 활성이 나타났으며, 피부항산화 효과에 도움이 되는 것으로 확인되었다.
- [0068] 또한, 세포의 독성을 평가하기 위해 세포주 CCD-986SK ATCC CRL-1947 MTT Assay 평가로 나노젤 100%에 대한 처리 농도를 5%, 10%, 25% 50%, 100%로 하여 평가하였다.
- [0069] 세포독성시험결과, 도 2의 그래프에서와 같이 나노젤은 50% 이하 농도에서 70% 이상의 세포 생존율이 관찰되었고 세포독성이 없는 것으로 확인되었다.
- [0070] 뿐만 아니라, 나노젤의 보습효능을 확인하기 위해 Hyaluronic acid(HA) 생성량 측정방식으로 보습 효능을 평가하였다. 이때, Hyaluronic acid(HA) 생성량 측정은 Enzyme-linked immunosorbent assay(ELISA) kit(abcam, Cambridge, UK)를 통해 진행하였으며, 측정결과 보습 효능이 있는 것으로 확인되었다.
- [0071] 그러면, 이하에서는 본 발명에 따른 화장료 조성물 제조방법에 대하여 설명한다.
- [0072] 본 발명에 따른 화장료 조성물 제조방법은 후코이단 추출용 재료를 준비하는 단계, 준비된 재료로부터 후코이단을 추출하는 단계, 추출된 후코이단을 이용하여 나노젤을 형성하는 단계, 제조된 나노젤을 이용하여 화장품 원료를 만드는 단계를 포함한다.
- [0073] 이때, 후코이단 추출용 재료를 준비하는 단계는, 일반다시마 또는 파지다시마를 17℃의 저온수로 12시간 세척한 후 50℃ 온수로 5분 처리, 20분 세척을 3회 반복하는 제1과정; 상기 제1과정 후 60℃, 24h 동안 열풍건조한 다음 분쇄하여 미세 파우더화한 상태로 냉동 보관하는 제2과정;을 거쳐 이루어진다.
- [0074] 이 경우, 제1과정에서 저온수로 세척해야 하는 이유는 무기물 영양소가 깨지지 않도록 하여 영양 밸런스를 유지하기 위함이다.
- [0075] 또한, 제2과정에서 열풍 건조 후 분말화하여 냉동 보관하는 이유는 신선한 상태로 장기간 보관하면서 정량 배합이 가능하도록 하기 위함이다.
- [0076] 그리고, 후코이단을 추출하는 단계는, 냉동보관된 다시마 분말 25g에 4배의 아세톤을 가하여 24시간 동안 실온에서 추출한 뒤 8000×g, 4℃, 150분 동안 원심분리기로 상층액은 분리하는 제1스텝; 침전물에 다시 아세톤을 동일한 양으로 가하여 12시간 동안 방치한 후 12시간 후 같은 조건으로 원심분리기로 상층액을 분리하는 제2스텝; 침전물에 증류수 500mL를 가하여 40℃에서 24시간 동안 추출하여 여과지(Whatman® Filter Papers No. 2; GE healthcare Life Sciences, UK)로 여과한 후 여과액을 rotary vacuum evaporator(EYELA N-1000;Tokyo Rikakikai Co, JapanJP/N-1000X; Sunileyela, Korea)를 사용하여 650℃에서 감압 농축하는 제3스텝; 침전물을 증류수 500mL에 0.05M Zinc sulfate(Sigma-Aldrich) 25mL, 0.3N barium hydroxide(Sigma-Aldrich) 25mL을 섞은 용액에서 60℃, 32시간 동안 추출하는 제4스텝; 4℃에서 55,000×g로 10 분 동안 원심 분리하여 얻은 상층액을 rotary vacuum evaporator(EYELA N-1000JP/N-1000X;Tokyo Rikakikai Co,Sunileyela, JapanKorea)로 감압 농축하여 동결건조기(PVTF 10ATLabconco FreeZone 7740020; ILSINLabconco, KOREAUSA)를 이용하여 동결 건조한 후 분말화하는 제5스텝을 포함한다.
- [0077] 이때, 다시마는 ㈜바다품애(Korea)에서 완도산을 구입하였으며 5~6회 수세 및 중금속 제거 후 건조하였다. 그리고, 분쇄하여 파우더화한 후 냉동 보관하여 사용하였고, 추출 방법은(Lee et al.,2018)을 응용한 방법에 따라 추출하였다.
- [0078] 한편, 나노젤을 형성하는 단계는, 키토산(Chitosan) 50KDa-190KDa, Low molecular(Sigma-Aldrich)과 γ -Cyclodextrin 1297.14mM(Sigma-Aldrich)을 사용하되, γ -Cyclodextrin 15g을 3차 증류수 100mL에 첨가한 후 교반하여 녹여 준 뒤 키토산을 0.1% 아세트에씨드(acetic acid)에 탈아세틸화시켜 녹여준 뒤 키토산 용액 2.5g을 첨가하는 제1프로세스; 후코이단 200mg을 추가하여 24시간 동안 교반해 준 뒤 이온복합체의 균일한 나노입자 형성을 위해 3시간 동안 40℃에서 Sonicator(VCX500; Sonics & Materias, Inc., CT, USA)을 60MHz로 20분 간격으로 초음파처리하는 제2프로세스; 5℃ 이하에서 24시간 동안 냉장 보관 후 나노 분산을 위해 High pressure Homogenizer(MN600P-200; MICRONOX, Korea)을 15,000psi 조건에서 3회 이상 통과하는 제3프로세스를 포함한다.
- [0079] 이러한 프로세스를 거치게 되면, 키토산의 양전하와 후코이단의 음전하가 결합(self assembly)하면서 이 키토산이 가장 외벽에서 감마-사이클로덱스트린을 구립형태로 감싸게 된다.
- [0080] 이때, 상기 제2프로세스 중에서 24시간 동안 25℃ 350rpm으로 교반(300mL 기준)하기 전,후처리를 그레디언트 처리(Gradient Processing)라 하는데, 이러한 그레디언트 처리는 다음과 같이 이루어진다.

[Gradient processing]				
Condition				
Instrument	HS33 (Hot plate & Magnetic Stirrer)			
rpm	100-13,000 rpm			
Sample	CH-γ-CD-Fu			
volume	300mL			
Time	24h			
Gradient Processing	Reaction time	Stirring	Temperature control	
	(총 24 hr)	or	or	
	10 min	mixing speed (단위 rpm)	Reaction Temp.	(단위 °C)
	30 min	300	25	
	24 h	250	25	
	3 h	350	25	
	30 min	200	40	
	10 min	250	35	
	10 min	250	25	

[0081]

[0082]

이렇게 처리하게 되면 나노젤의 수율을 증대시킬 수 있다.

[0083]

또한, 상기 제3프로세스 중에서 5°C 이하에서 24시간 동안 냉장 보관하기 전처리(300mL 기준)를 그레디언트 안정화(Gradient Stabilization)라 하는데, 이러한 그레디언트 안정화는 다음과 같이 이루어진다.

[Gradient stabilization]				
Condition				
Instrument	Ice Package			
Sample	CH-γ-CD-Fu			
Freezing	40°C → 5°C			
volume	300 mL			
Stabilization	24h			
Gradient Stabilization	°C	Time		
	40	10 min		
	30	10 min		
	20	5 min		
	10	5 min		
	5	24 h		

[0084]

[0085]

이렇게 처리하게 되면 나노젤의 안정성을 강화시킬 수 있다.

[0086]

이와 같은 그레디언트 믹싱기술(Gradient Mixing Technology)을 도입하기 전과 도입 후의 입자 분포율을 비교해 보면 아래와 같이, 도입전은 입자 분포 사이즈가 전체적으로 더 크며, 342.7~761.4nm 까지 크기가 일정하지 않게 분포 되어 있으나, Gradient mixing 도입 후에는 평균 나노입자 사이즈 분포도가 낮아졌으며 주로 322.1~462.9nm 사이즈의 분포도를 나타냈다.

[0087]

이는 Gradient mixing 기술이 CH-γ-CD-Fu(Nanogel)의 제조에 중요한 부분임을 확인시켜 준 것이다.

Condition	
Instrument	ELSZ-2000
Temperature	25℃
Diffusion (nm)	10nm~17100nm
Sample	CH-γ-CD-Fu
Diluent Name	WATER

[안정화 분포 비율 비교] Intensity Distribution Table			
Gradient mixing 도입 전		Gradient mixing 도입 후	
d(nm)	%	d(nm)	%
342.7~584.4	23.2	322.1~317.8	24.8
~624.3	31.6	~398.3	28.3
~667.1	14.8	~462.9	33.2
~712.7	18	~538.0	11
~761.4	12.4	~580.0	2.7

[0088]

[0089]

이에 따라, 이 나노젤이 피부에 접촉하게 되면 접촉 부위의 나노젤 pH가 5~7로 되면서 키토산이 풀리기 때문에

감마-싸이클로텍스트린이 직접 피부에 밀착되면서 지질층과 만나 후코이단의 흡수력을 촉진시키게 된다.

이렇게 후코이단의 흡수력이 촉진되면 앞서 설명하였듯이, 항산화 작용에 따른 항산화효과와 보습작용에 따른 보습효과가 지질층에 직접 전달되기 때문에 효능을 극대화시킬 수 있게 된다.

이하, 이러한 본 발명의 인체적용시험을 통해 피부 보습효과가 있는지 확인하였다.

확인 방법은, CH-γ-CD-Fu(nanogel)을 1% 이상 함유한 Marinavi-FD 성분의 피부에서의 효능을 알아보기 위해서 헬싱키 선언에 근거한 윤리규정, 식품의약품안전처 인체적용시험가이드에 따라 수행하였으며, 보건복지부의 생명윤리 및 안전에 관한 법률에 따라 (재)한국화화용합시험연구원 헬스케어 연구소 피부과학임상센터에 의뢰 건 강한 피부를 가진 만 20-59세 이하의 성인 여성 22명을 대상으로 2023년5월16일부터 2023년6월12일까지 인체적 용시험을 실시하였다(KTR-HR-23-0014).

그리고, 피험자들의 안면부 왼편에 단순 후코이단이 함유된 Marinavi-Basic(마리나비 베이직)과 안면부 오른편 에 키토산/감마-사이클로 텍스트린 /후코이단(Nanogel)을 포함한 Marinavi-FD(마리나비-에프디)를 사용하였고, 피부 2.5 mm 보습 개선효과를 확인하기 위해 안면부에 사용 전, 사용 2주 및 4주 후에 Moisture D compact(Delfin Technologies Ltd., Finland)을 이용하여 측정하였다.

그리고, 22명의 시험 대상자에게 안면부 왼편에는 단순 후코이단이 함유된 Marinavi-Basic(마리나비 베이직)을 오른편에는 키토산/감마-사이클로텍스트린/후코이단(Nanogel)을 포함한 Marinavi-FD(마리나비-에프디)의 시험 제품을 사용전, 사용 2주 및 4주 후 피부 2.5 mm 보습을 측정한 결과는 표 3과 같았다.

표 3

MARINAVI-basic			
Timing of measurement	Average ± standard deviation	Rate of change	P-value
Before use	49.41 ± 3.26	—	—
2 weeks after use	51.45 ± 3.50	4.14%	*** P < 0.001
4 weeks after use	52.79 ± 4.02	6.84%	*** P < 0.001
MARINAVI-FD			
Timing of measurement	Average ± standard deviation	Rate of change	P-value
Before use	49.59 ± 3.83	—	—
2 weeks after use	52.48 ± 3.32	5.84%	### P < 0.001
4 weeks after use	54.79 ± 3.32	10.48%	*** P < 0.001

Rate of change (%) = [(measured value after use - pre-use measurements)/(pre-use measurements)] ×100

P-value *repeated-measures ANOVA (***) P < 0.001)

Friedman test (### P < 0.001)

또한, 정규성 검정에 따라 모수적 방법인 Repeated measures ANOVA로 확인한 결과, 2.5 mm보습 값은 사용전과 비교하여 사용 2주, 4주 후에 통계학적으로 유의하게 증가하였다.

특히, 4주 사용 후 Marinavi-Basic(마리나비 베이직)에 비해 변화가 키토산/감마-사이클로텍스트린/후코이단 (Nanogel)을 포함한 Marinavi-FD(마리 나비-에프디)의 변화율이 더 크게 나타난 것으로 보이며 나노 입자가 함 유된 Marinavi-FD는 피부 건조증에 도움이 될 수 있는 항산화, 보습 효능을 가지고 있는 기능성 화장품 소재이 며 모든 화장품 제형에 적합할 것으로 판단되었다.

또한, 키토산/감마-사이클로 텍스트린/후코이단(Nanogel) 나노입자는 새로운 피부 후코이단 전달체 소재로 기대 할 수 있다.

그리고, 피부 구조의 표피의 두께는 약 0.1 mm이고 대략 2.5 mm 깊이는 진피층이 위치해 있는데 사용한 후 보습 개선 효과가 나타났고, Marinavi-FD에 포함된 키토산/감마 사이클로 텍스트린/후코이단 (Nanogel)의 영향이 있 을 것이라고 판단되었다.

[0100] 아울러, Marinavi-FD의 사용성 효과를 확인하기 위해 22명의 연구대상으로 설문조사를 통해 진행하였다.

[0101] 이때, 조사대상자로 선정된 22명의 인구통계적 특성은 다음과 같다. 먼저, 대상자들의 피부타입별로는 건성 5명(22.7%), 중건성 9명(40.9%), 중성 7명(31.8%), 중지성 1명(4.5%)이었고, 연령별로는 30대 3명(13.6%), 40대 13명(59.1%), 50대 6명(27.3%)이었으며, 성별로는 여성 22명(100%)을 대상으로 실증조사를 하였다(표 4 참고).

표 4

		빈도	퍼센트	누적 퍼센트
피부타입	건성	5	22.7	22.7
	중건성	9	40.9	63.6
	중성	7	31.8	95.5
	중지성	1	4.5	100.0
	전체	22	100.0	
연령대	30대	3	13.6	13.6
	40대	13	59.1	72.7
	50대	6	27.3	100.0
	전체	22	100.0	
성별	여성	22	100.0	100.0
	남성	0	0	0
	전체	22	100	

[0102]

[0103] 조사결과, 조사대상자들의 주관적인 개선에 대한 평가에서는 피부보습 개선, 전반적인 피부 개선, 피부 주름의 개선 등의 순서로 긍정적으로 인식하고 있는 것으로 나타났다. 그리고 제품 사용감에 대한 평가에서는 발림성과 전반적 사용감은 총 22명 가운데 19명(86.3)가 긍정적으로 인식하고 있고, 잔여감, 촉촉함, 흡수력의 순으로 긍정적인 인식을 하고 있는 것으로 나타났다. 특히 모든 문항에서 부정적인 의견은 전혀 없었다는 점에서 조사대상자들의 평가는 긍정적이고 매우 유의미한 것으로 평가되었다.

[0104] 개선된 부분에 대한 세부적인 평가결과는 다음과 같았다.

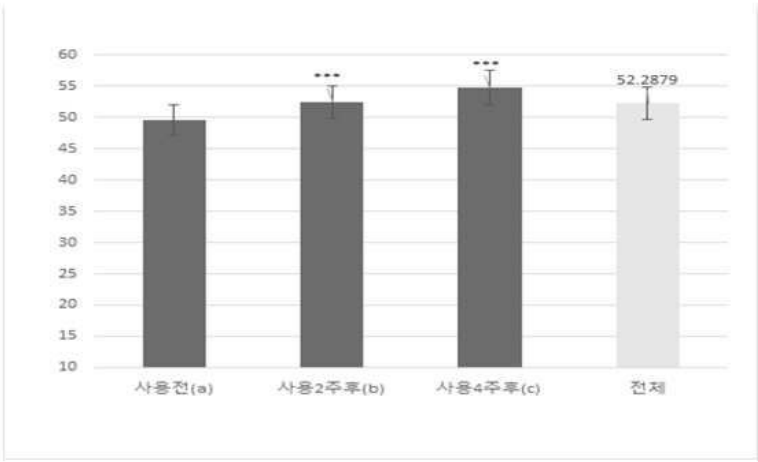
[0105] (1)Marinavi-FD 보습 효과

[0106] 조사대상자들의 마리나비-에프딕(ino-RHB) 사용의 보습 효과에 대한 분석결과, '사용전'보다는 '사용후'부터 보습의 정도가 높아지고 있는 것으로 나타났다.

[0107] 특히, 사용전·후 보습효과의 차이를 확인하기 위해 사후검증 방법인 Scheffe 분석을 실시한 결과, '사용전'과 '사용 2주 및 4주후'의 보습효과 간에 매우 유의한 차이가 있는 것으로 나타났다(아래 그림1 참고). 즉, 마리나비-에프딕(ino-RHB)를 사용한 후의 보습 효과는 매우 유의하게 향상되는 것으로 나타났다.

[0108] [그림 1]

마리나비-에프덕(ino-RHB) 사용의 보습 효과 분석										
	N	평균	표준 편차	표준 오차	평균의 95% 신뢰구간		최소 값	최대 값	F값/유의 확률	사후검증 결과
					하한	상한				
사용전(a)	22	49,5927	3,83080	,81673	47,8942	51,2912	40,67	53,67	12,187/ 0,000***	a<b,c
사용2주후 (b)	22	52,4836	3,31400	,70655	51,0143	53,9530	44,67	56,33		
사용4주후 (c)	22	54,7873	3,32125	,70809	53,3147	56,2598	48,00	60,00		
전체	66	52,2879	4,05450	,49907	51,2912	53,2846	40,67	60,00		



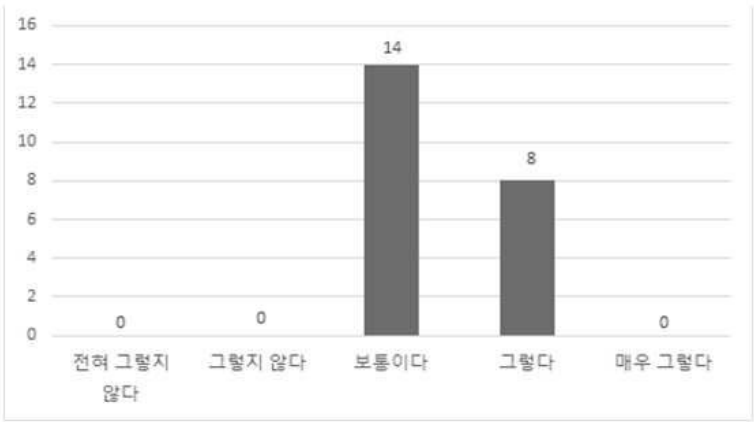
[0109]

[0110] (2)피부주름의 개선 정도

[0111] 제품의 피부 주름 개선에 대한 주관적 인식에 관해 분석한 결과, 총 22명 가운데 '보통이다'가 14명(63.6%)으로 가장 많았고, 다음으로는 '그렇다'가 8명(36.4%)으로 나타났다(그림2 참고).

[0112] [그림 2]

〈표〉 피부 주름의 개선			
	빈도	퍼센트	누적 퍼센트
전혀 그렇지 않다	0	0.0	0.0
그렇지 않다	0	0.0	0.0
보통이다	14	63.6	63.6
그렇다	8	36.4	100.0
매우 그렇다	0	0.0	
전체	22	100.0	



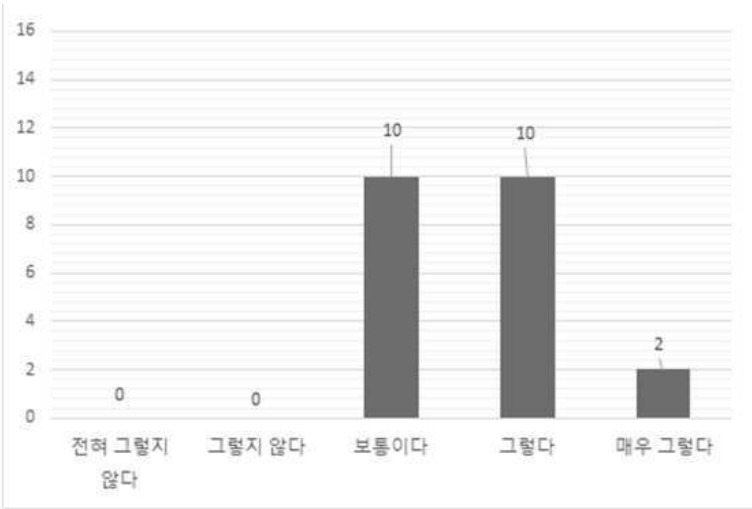
[0113]

[0114] (3) 전반적인 피부 개선 정도

[0115] 제품의 전반적인 피부 개선에 대한 주관적 인식에 관해 분석한 결과, 총 22명 가운데 '그렇다'가 10명(45.5%), '매우 그렇다'가 2명(9.1%)으로 제품의 전반적인 피부 개선에 대한 긍정적인 의견이 12명(54.6%)으로 나타났으며, '보통이다'가 10명(45.5%)으로 나타났다(그림3 참고). 따라서, 제품의 전반적인 피부 개선에 대한 의견은 긍정적인 것으로 나타났다.

[0116] [그림 3]

<표> 전반적_피부개선			
	빈도	퍼센트	누적 퍼센트
전혀 그렇지 않다	0	0.0	0.0
그렇지 않다	0	0.0	0.0
보통이다	10	45.5	45.5
그렇다	10	45.5	90.9
매우 그렇다	2	9.1	100.0
전체	22	100.0	



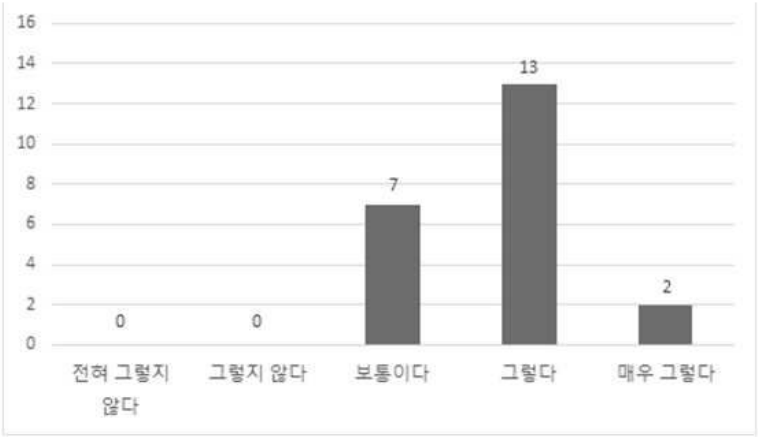
[0117]

[0118] (4)피부 보습 개선

[0119] 제품의 피부 보습 개선에 대한 주관적 인식에 관해 분석한 결과, 총 22명 가운데 '그렇다'가 13명(59.1%), '매우 그렇다'가 2명(9.1%)으로 제품의 피부 보습 개선에 대한 긍정적인 의견이 15명(68.2%)으로 나타났으며, '보통이다'가 7명(31.8%)으로 나타났다(그림4 참고). 따라서, 제품의 피부 보습 개선에 대한 의견은 긍정적임을 알 수 있었다.

[0120] [그림 4]

<표> 피부보습개선			
	빈도	유효 퍼센트	누적 퍼센트
전혀 그렇지 않다	0	0.0	0.0
그렇지 않다	0	0.0	0.0
보통이다	7	31.8	31.8
그렇다	13	59.1	90.9
매우 그렇다	2	9.1	100.0
전체	22	100.0	



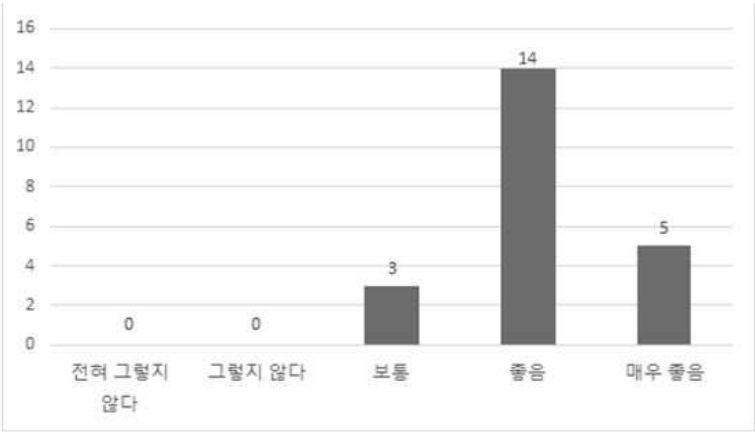
[0121]

[0122] (5)발림성 개선

[0123] 제품의 발림성에 대한 의견을 분석한 결과, '좋음' 14명(63.6%), '매우 좋음' 5명(22.7%), '보통' 3명(13.6%) 등으로 나타났다(그림5 참고). 따라서 제품의 발림성에 대한 의견은 총 22명 가운데 19명(86.3%)가 긍정적인 것으로 나타났다.

[0124] [그림 5]

<표 > 발람성			
	빈도	퍼센트	누적 퍼센트
전혀 좋지 않음	0	0.0	0.0
좋지 않음	0	0.0	0.0
보통	3	13.6	13.6
좋음	14	63.6	77.3
매우 좋음	5	22.7	100.0
전체	22	100.0	



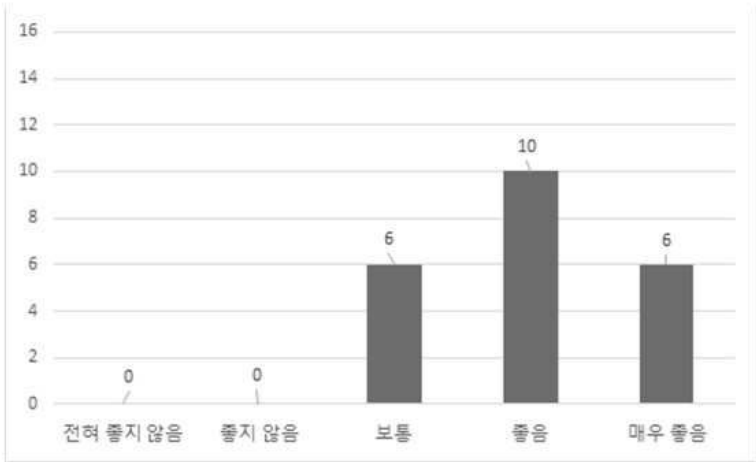
[0125]

[0126] (6)촉촉함 개선

[0127] 제품의 촉촉함에 대한 조사대상자들의 인식을 분석한 결과, ' 좋음' 10명(45.5%), '매우 좋음' 6명(27.3%), '보통' 6명(27.3%) 등으로 나타났다(그림6 참고). 따라서 제품의 촉촉함에 대한 조사대상자들의 평가는 총 22명 가운데 16명(72.8%)이 긍정적인 반응을 보이는 것으로 나타났다.

[0128] [그림 6]

<표> 축축함			
	빈도	퍼센트	누적 퍼센트
전혀 좋지 않음	0	0.0	0.0
좋지 않음	0	0.0	0.0
보통	6	27.3	27.3
좋음	10	45.5	72.7
매우 좋음	6	27.3	100.0
전체	22	100.0	



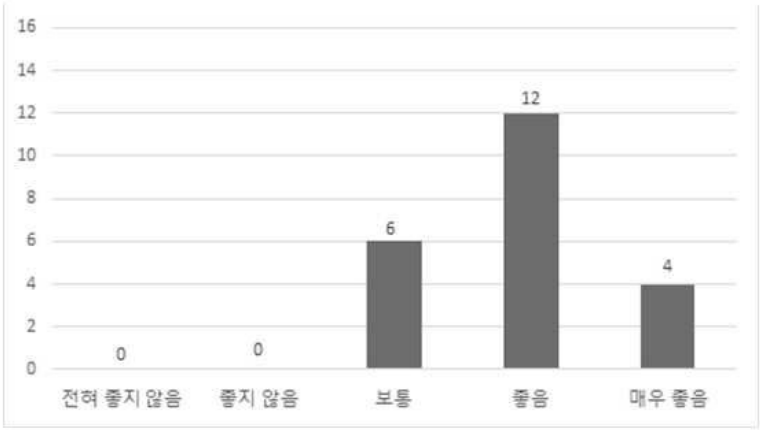
[0129]

[0130] (7)흡수력 개선

[0131] 제품의 흡수력에 대한 조사대상자들의 인식을 분석한 결과, ' 좋음' 12명(54.5%), '매우 좋음' 4명(18.2%), '보통' 6명(27.3%) 등으로 나타났다(그림7 참고). 따라서 제품의 흡수력에 대한 조사대상자들의 평가는 총 22명 가운데 16명(72.7%)이 긍정적인 반응을 보이는 것으로 나타났다.

[0132] [그림 7]

<표> 흡수력			
	빈도	퍼센트	누적 퍼센트
전혀 좋지 않음	0	0.0	0.0
좋지 않음	0	0.0	0.0
보통	6	27.3	27.3
좋음	12	54.5	81.8
매우 좋음	4	18.2	100.0
전체	22	100.0	



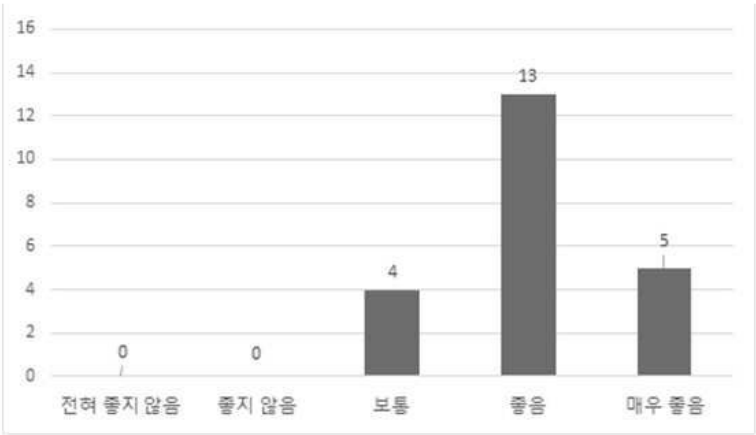
[0133]

[0134] (8)잔여감 개선

[0135] 제품의 잔여감에 대한 조사대상자들의 인식을 분석한 결과, ' 좋음' 13명(59.1%), '매우 좋음' 5명(22.7%), '보통' 4명(18.2%) 등으로 나타났다(그림8 참고). 따라서 제품의 잔여감에 대한 조사대상자들의 평가는 총 22명 가운데 18명(81.8%)이 긍정적인 반응을 보이는 것으로 나타났다.

[0136] [그림 8]

<표> 잔여감			
	빈도	퍼센트	누적 퍼센트
전혀 좋지 않음	0	0.0	0.0
좋지 않음	0	0.0	0.0
보통	4	18.2	18.2
좋음	13	59.1	77.3
매우 좋음	5	22.7	100.0
전체	22	100.0	



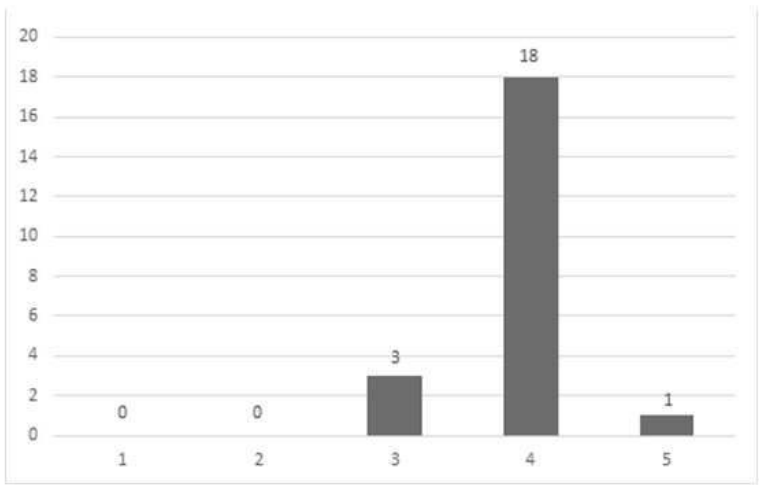
[0137]

[0138] (9) 전반적인 사용감

[0139] 제품의 전반적인 사용감에 대한 조사대상자들의 인식을 분석한 결과, ' 좋음' 18명(81.8%), '매우 좋음' 1명(4.5%), '보통' 3명(13.6%) 등으로 나타났다(그림9 참고). 따라서 제품의 전반적인 사용감에 대한 조사대상자들의 평가는 총 22명 가운데 19명(86.3%)이 긍정적인 반응을 보이는 것으로 나타났다.

[0140] [그림 9]

<표> 전반적_사용감			
	빈도	퍼센트	누적 퍼센트
전혀 좋지 않음	0	0.0	0.0
좋지 않음	0	0.0	0.0
보통	3	13.6	13.6
좋음	18	81.8	95.5
매우 좋음	1	4.5	100.0
전체	22	100.0	



[0141]

[0143] 한편, 제조된 나노젤을 이용하여 화장품 원료를 만드는 단계는, 1,3-부틸렌글라이콜(1,3-Buthylene glycol) 10-15중량%, 나노젤(Nano gel) 1.5-3.0중량%, 1,2-헥산다이올(1,2-Hexanediol) 2-4중량% 및 나머지 정제수로 이루어지도록 배합하는 단계이다.

[0144] 다른 한편, 이렇게 제조된 화장료 조성물을 이용하여 화장품을 만드는 방법은 다음과 같이 토너, 에멀전, 크림 3가지 형태가 될 수 있다.

[0145] 먼저, 토너로 제조하는 방법은 화장료 조성물 50중량%와, 토너 첨가물 50중량%를 혼합 후 2000rpm의 속도로 5±2분간 상온에서 교반하여 제조한다.

[0146] 이때, 화장료 조성물은 상술한 바와 같고, 토너 첨가물은 정제수 100중량부에 대해 카프릭트리글리세라이드 1.5-2.5중량부, 소듐하이알루로네이트 1.0-1.5중량부, 아데노신 0.5-0.7중량부, 잔탄검 2.5-5.0중량부, 판테놀 1.5-2.0중량부, 디소듐이디티에이 2.0-3.0중량부, 알란토인 2.5-5.0중량부, 글리세릴모노스테아레이트 1.5-2.5중량부, 토크페틸아세테이트 1.5-2.0중량부, 해바라기씨오일 1.5-2.0중량부, 호호바오일 1.0-2.0중량부, 폴리소르베이트80 1.5-2.5중량부, 녹차추출물 1.0-2.0중량부, 에틸헥실글리세린 0.5-1.0중량부, 향료 2.0-3.0중량부를 포함한다.

[0147] 이 경우, 토너 첨가물은 토너 화장품 제조시 널리 사용되는 공지된 성분이므로 이들의 효능과 특성에 대해서는 구체적인 설명을 생략한다.

[0148] 또한, 에멀전으로 제조하는 방법은 화장료 조성물 50중량%와, 에멀전 첨가물 50중량%를 혼합 후 3000rpm의 속도로 15±2분간 30-40℃에서 교반하여 제조한다.

[0149] 이때, 화장료 조성물은 상술한 바와 같고, 에멀전 첨가물은 정제수 100중량부에 대해 카프릭트리글리세라이드 1.5-2.5중량부, 비즈왁스 1.5-2.5중량부, 글리세릴스테아레이트 1.5-2.5중량부, 피이제100-스테아레이트 1.0-2.0중량부, 알란토인 1.5-2.0중량부, 소듐하이알루로네이트 1.0-1.5중량부, 아데노신 0.5-0.7중량부, 잔탄검 2.5-5.0중량부, 판테놀 1.5-2.0중량부, 디소듐이디티에이 2.0-3.0중량부, 하이드록시에틸아크릴레이트 2.5-

5.0중량부, 글리세릴모노스테아레이트 1.5-2.5중량부, 토크페릴아세테이트 1.5-2.0중량부, 해바라기씨오일 1.5-2.0중량부, 호호바오일 1.0-2.0중량부, 폴리소르베이트80 1.5-2.5중량부, 녹차추출물 1.0-2.0중량부, 에틸헥실글리세린 0.5-1.0중량부, 향료 2.0-3.0중량부를 포함한다.

[0150] 이 경우, 에멀전 첨가물은 에멀전 화장품 제조시 널리 사용되는 공지된 성분이므로 이들의 효능과 특성에 대해서는 구체적인 설명을 생략한다.

[0151] 또한, 크림으로 제조하는 방법은 화장료 조성물 50중량%와, 크림 첨가물 50중량%를 혼합 후 3000rpm의 속도로 15±2분간 30-40℃에서 교반하여 제조한다.

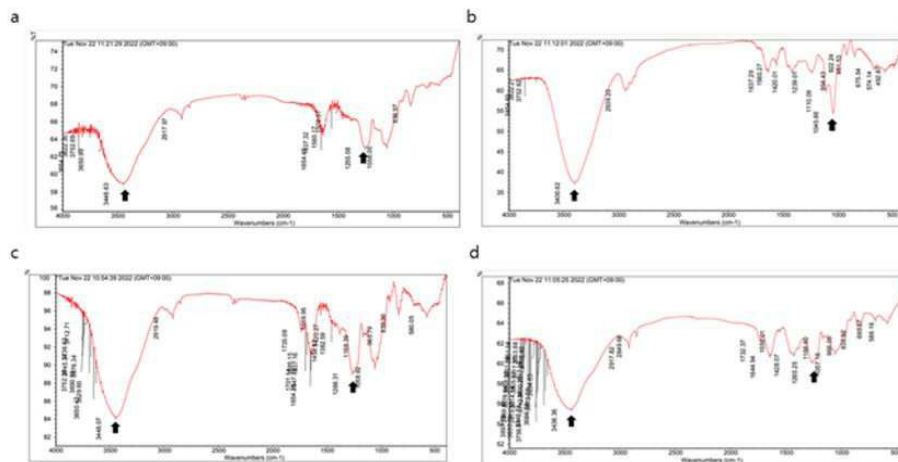
[0152] 이때, 화장료 조성물은 상술한 바와 같고, 크림 첨가물은 정제수 100중량부에 대해 디프로필렌글라이콜 1.5-2.5중량부, 비즈왁스 1.5-2.5중량부, 세테아릴올리베이트 1.5-2.5중량부, 글리세릴스테아레이트 1.5-2.5중량부, 솔비탄올리베이트 1.5-2.5중량부, 피이지100-스테아레이트 1.0-2.0중량부, 다이메티콘 1.0-2.0중량부, 스쿠알렌 1.0-2.0중량부, 달맞이꽃오일 1.5-2.5중량부, 폴리소르베이트60 1.5-2.5중량부, 알란토인 1.5-2.0중량부, 잔탄검 2.5-5.0중량부, 소듐하이알루로네이트 2.0-3.0중량부, 토크페릴아세테이트 1.5-2.0중량부, 약모밀추출물 1.5-2.0중량부, 에틸헥실글리세린 0.5-1.0중량부, 향료 2.0-3.0중량부를 포함한다.

[0153] 이 경우, 크림 첨가물은 에멀전 화장품 제조시 널리 사용되는 공지된 성분이므로 이들의 효능과 특성에 대해서는 구체적인 설명을 생략한다.

[0154] 이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명은 해조추출물인 후코이단(Fucoidan)을 다시마 부산물에서 추출한 후 DDS(Drug Delivery System)의 하이드로겔 나노입자(Nano-gel)를 통해 항산화 효능을 높임으로써 피부의 지질층과 만나 후코이단의 흡수력을 촉진시켜 피부 진정 및 효능을 증대시키는데 기여할 수 있게 된다.

도면

도면1



도면2

