



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년08월09일
(11) 등록번호 10-2286991
(24) 등록일자 2021년08월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 8/9789 (2017.01) A61K 8/35 (2006.01)
A61K 8/42 (2006.01) A61Q 17/00 (2006.01)
A61Q 19/00 (2006.01) A61Q 5/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
A61K 8/9789 (2017.08)
A61K 8/35 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0098063
(22) 출원일자 2019년08월12일
심사청구일자 2019년08월12일
(65) 공개번호 10-2021-0019202
(43) 공개일자 2021년02월22일
(56) 선행기술조사문헌
KR100418688 B1*
KR1020090075282 A*
KR1020150045599 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
주식회사 코리아나화장품
충청남도 천안시 서북구 성거읍 삼곡2길 6
(72) 발명자
김태양
경상남도 진주시 석갑로 58, 312동 203호(신안동, 주공3차아파트)
이춘몽
충청남도 천안시 서북구 한들3로 35-23, 210동 701호(백석동, 천안백석2차아파트)
(74) 대리인
(뒷면에 계속)
특허법인세신

전체 청구항 수 : 총 7 항

심사관 : 박수진

(54) 발명의 명칭 초피나무 열매 추출물 또는 이의 분리화합물을 함유하는 피부 미생물 조절용 화장료 조성물

(57) 요약

본 발명은 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물 또는 이의 분리화합물을 유효성분으로 함유하는 피부 미생물 조절용 화장료 조성물에 관한 것이다. 구체적으로는, 본 발명은 초피나무 열매 추출물 또는 이의 분리화합물인 크산토실린(Xanthoxylin) 및 산쇼올(Sanshool)을 유효성분으로 함유하고, 추가적으로 우방자 추출물을 함유하여, 피부 내에서 피부 유익균을 증가시키고 피부 유해균을 감소시키는 화장료 조성물에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

A61K 8/42 (2013.01)

A61Q 17/005 (2013.01)

A61Q 19/00 (2013.01)

A61Q 5/006 (2013.01)

(72) 발명자

이광식

충청남도 천안시 서북구 한들3로 36-17, 302동
1002호(백석동, 천안백석3차 IPARK)

이건국

서울특별시 송파구 송파대로 111, 파크하비오105동
1005호(문정동, 파크하비오)

명세서

청구범위

청구항 1

초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물 및 우방자 추출물을 유효성분으로 포함하여, 피부 유익균은 증가시키고 피부 유해균은 감소시키고,

상기 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물 및 상기 우방자 추출물은 5:1 내지 3:1의 중량비로 혼합하여 포함되고,

상기 피부 유익균은 스태필로코코스 에피데미디스(*Staphylococcus epidermidis*)이고, 상기 피부 유해균은 황색포도상구균(*Staphylococcus aureus*) 또는 프로피오니박테리움 아크네균(*Propionibacterium acnes*)인 것을 특징으로 하는, 피부 미생물 조절용 화장품 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 초피나무 열매 추출물은 초피나무 열매 추출물에서 분리된 크산토실린(Xanthoxylin) 또는 산쇼올(Sanshool)인 것을 특징으로 하는 피부 미생물 조절용 화장품 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 초피나무 열매 추출물은 화장품 조성물 총 중량 대비 0.0001 내지 10.0 중량% 함유되는 것을 특징으로 하는 피부 미생물 조절용 화장품 조성물.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 우방자 추출물은 화장품 조성물 총 중량 대비 0.0001 내지 10.0 중량% 함유되는 것을 특징으로 하는 피부 미생물 조절용 화장품 조성물.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 화장품 조성물은 여드름 억제 효과를 갖는 것을 특징으로 하는 피부 미생물균 조절용 화장품 조성물.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 화장품 조성물은 비듬균인 말레세지아 퍼피(*Malassezia furfur*)를 억제하여 비듬 억제 효과를 갖는 것을 특징으로 하는 피부 미생물 조절용 화장품 조성물.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 화장품 조성물은 용액, 현탁액, 유탁액, 페이스트, 젤, 크림, 로션, 파우더, 비누, 계면활성제-함유 클렌징, 오일, 분말 파운데이션, 유탁액 파운데이션, 왁스 파운데이션 및 스프레이로 구성된 군으로부터 선택되는 제형을 갖는 것을 특징으로 하는 피부 미생물 조절용 화장품 조성물.

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물 또는 이의 분리화합물을 유효성분으로 함유하는 피부 미생물 조절용 화장품 조성물에 관한 것이다. 구체적으로는, 본 발명은 초피나무 열매 추출물 또는 이의 분리화

[0001]

합물인 크산토실린(Xanthoxylin) 및 산쇼올(Sanshool)을 유효성분으로 함유하여, 추가로 우방자 추출물을 함유하여, 피부 내에서 피부 유익균을 증가시키고 피부 유해균을 감소시키는 화장료 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 인체의 피부 표면에는 다양한 종류의 미생물이 존재하는데, 이들이 공생하면서 미생물 군총을 구성한다. 피부 표면에는 피부 유익균과 피부 유해균이 존재한다. 피부 유익균이란, 다른 말로는 정상 피부균이라 한다. 피부 유익균은 정상적인 피부에서 흔히 발견되며, 피부 마찰을 가하거나 국소 소독제를 투여해도 없어지지 않는 상주 피부균과, 일시적으로 피부에 기생하다 국소 소독이나 마찰에 쉽게 없어지는 일과성 피부균 두 가지로 나눌 수 있다.
- [0003] 일반적으로 정상 피부균은 피부 유해균이 피부에 들어오면 병을 일으키지 못하게 항균 펩타이드 등의 대사산물의 생성을 통하여 피부를 방어하지만 피부가 손상을 입거나 정상 피부균의 수가 적어지거나 또는 피부 유해균의 수가 급격히 증가하게 되면 피부의 이상이 초래하게 된다.
- [0004] 대표적인 피부 유익균은 스태필로코코스 에피더미디스(*Staphylococcus epidermidis*), 마이크로코커스 레테우스(*Micrococcus leteus*), 스트렙토코키(*Streptococci*) 등이 있다. 피부 유익균은 피부 pH의 정상화에 관여하며, 외부 유해 인자에 대한 피부 장벽으로의 기능을 하고, 피부 유해균의 과다 증식을 조절함으로써 피부 균의 항상성을 유지하게 된다. 또한, 피부 유익균을 생산하는 항균 펩타이드인 데펜신(defensin)은 피부 유해균인 *S.aureus*의 생육을 억제할 뿐만 아니라, TLR-2, TLR-3의 조절을 통하여 피부 염증 반응에 관여한다.
- [0005] 피부 유해균이란, 피부 상태를 악화시키는 균을 통칭하며, 균주의 대사산물로 인하여 피부의 상태를 악화시키는 균주와, 직간접적으로 피부의 악영향을 끼치는 균주를 총칭한다. 대표적인 피부 유해균으로는 프로피오니박테리움(*Propionibacterium*), 스태필로코커스(*Staphylococcus*), 스트렙토코커스(*Streptococcus*), 코리네박테리움(*Corynebacterium*), 칸디다(*Candida*), 아시네토박터(*Acinetobacter*) 등이 있다.
- [0006] 피부내 미생물 균을 조절하여 피부 상태 개선을 도모하는 기술들이 공개되어 있다. 한국공개특허 제2019-0050358호에서는 자화지정 추출물을 유효성분을 포함하여, 미생물 군총 개선용 조성물을 개시하면서, 상기 추출물이 스태필로코코스 에피더미디스(*Staphylococcus epidermidis*) 등의 유익균의 성장을 촉진하고, 유해균의 생장은 억제하는 것으로 개시하고 있다.
- [0007] 또한, 한국공개특허 제2019-0050362호에서는 하수오 추출물을 유효성분으로 포함하는 미생물 군총 개선용 조성물을 개시하면서, 상기 추출물이 스태필로코코스 에피더미디스(*Staphylococcus epidermidis*) 등의 유익균의 성장을 촉진하고, 유해균의 생장은 억제하는 것으로 개시하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명자는 피부 유익균의 증식을 촉진하고, 피부 유해균의 생육을 저해하기 위한 천연 식물 성분들에 대한 다양한 피부 생리활성을 검색한 결과, 천연 식물 추출물 중에서 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물의 효능을 확인하고, 이의 유효 성분을 확인함으로써 본 발명을 완성하였다.
- [0009] 또한, 본 발명은 초피나무 열매 추출물 또는 그 분리화합물을 단독으로 사용하거나, 초피나무 열매 추출물과 우방자 추출물을 함께 사용함으로써, 개선된 피부 미생물 억제 효과를 갖는 화장료 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0010] 상기한 과제는, 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물을 유효성분으로 포함하여, 피부 유익균을 증가시키고, 피부 유해균을 감소시키는 것인, 피부 미생물 조절용 화장료 조성물에 의해 달성된다.
- [0011] 바람직하게는, 상기 초피나무 열매 추출물은 초피나무 열매 추출물에서 분리된 크산토실린(Xanthoxylin) 또는 산쇼올(Sanshool)인 것을 특징으로 한다.
- [0012] 또한 바람직하게는, 상기 화장료 조성물은 우방자 추출물을 추가로 포함할 수 있다.
- [0013] 또한 바람직하게는, 상기 피부 유익균은 스태필로코코스 에피더미디스(*Staphylococcus epidermidis*)이고, 상기 피부 유해균은 황색 포도상구균(*Staphylococcus aureus*) 또는 프로피오니박테리움 아크네균(*Propionibacterium*

acnes)이다.

- [0014] 또한 바람직하게는, 상기 초피나무 열매 추출물은 화장료 조성물 총 중량 대비 0.0001 내지 10.0 중량% 함유되고, 상기 우방자 추출물은 화장료 조성물 총 중량 대비 0.0001 내지 10.0 중량% 함유될 수 있다.
- [0015] 또한 바람직하게는, 상기 화장료 조성물은 여드름 억제 효과 및 비듬균인 말레세지아 퍼퍼(*Malassezia furfur*)를 억제하여 비듬 억제 효과를 갖는다.
- [0016] 또한 바람직하게는, 상기 화장료 조성물은 용액, 현탁액, 유탁액, 페이스트, 젤, 크림, 로션, 파우더, 비누, 계면활성제-함유 클렌징, 오일, 분말 파운데이션, 유탁액 파운데이션, 왁스 파운데이션 및 스프레이로 구성된 군으로부터 선택되는 제형을 가질 수 있다.

발명의 효과

- [0017] 본 발명은 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물 또는 이의 분리화합물을 유효성분으로 함유하는 화장료 조성물은 피부 유익균인 스타필로코코스 에피데미디스(*S.epidermidis*)의 생육을 선택적으로 촉진하고, 피부 유해균을 억제하여 여드름 및 비듬을 억제하며 피부 장벽 강화에 도움을 준다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0018] 본 발명에서 사용되는 모든 기술용어는, 달리 정의되지 않는 이상, 하기의 정의를 가지며 본 발명의 관련 분야에서 통상의 당업자가 일반적으로 이해하는 바와 같은 의미에 부합된다. 또한, 본 명세서에는 바람직한 방법이나 시료가 기재되나, 이와 유사하거나 동등한 것들도 본 발명의 범주에 포함된다.
- [0019] 용어 "약"이라는 것은 참조 양, 수준, 값, 수, 빈도, 퍼센트, 치수, 크기, 양, 중량 또는 길이에 대해 30, 25, 20, 15, 10, 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3, 2 또는 1% 정도로 변하는 양, 수준, 값, 수, 빈도, 퍼센트, 치수, 크기, 양, 중량 또는 길이를 의미한다.
- [0020] 본 명세서를 통해, 문맥에서 달리 필요하지 않으면, "포함하다" 및 "포함하는"이란 말은 제시된 단계 또는 구성요소, 또는 단계 또는 구성요소들의 군을 포함하나, 임의의 다른 단계 또는 구성요소, 또는 단계 또는 구성요소들의 군이 배제되지는 않음을 내포하는 것으로 이해하여야 한다.
- [0022] 본 발명은 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물 또는 이의 분리화합물을 유효 성분으로 포함하는 화장료 조성물에 관한 것이다.
- [0023] 본 발명에 사용된 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*)는 운향과에 속하는 식물로써, 조피나무, 천초라는 이름으로도 불리우며, 열매의 경우에는 말려서 향신료로 예로부터 사용되어 왔다.
- [0024] 본 발명의 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물은 당업계에 공지된 통상의 방법에 따라, 즉, 통상적인 온도와 압력의 조건하에서, 통상적인 용매를 사용하여 제조될 수 있으나, 바람직하게는 (a) 물, 탄소수 1-4의 무수 또는 함수 저급 알코올(예를 들면, 메탄올, 에탄올, 프로판올 및 부탄올), 프로필렌글리콜, 1,3-부틸렌글리콜, 글리세린, 아세톤, 디에틸에테르, 에틸 아세테이트, 부틸아세테이트, 디클로로메탄, 클로로포름, 헥산 및 이들의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택되는 용매를 이용한 용매 추출법; (b) 이산화탄소에 의한 감압 및 고온에 의한 초임계 추출법; 또는 (c) 초음파 추출법을 이용하여 추출한다. 본 발명에서는 바람직하게는 추출용매를 이용한 용매 추출법을 이용하였다.
- [0025] 본 발명에서 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물은 다양한 추출용매, 예를 들어, 물, 탄소수 1-4의 무수 또는 함수 저급 알코올(예를 들면, 메탄올, 에탄올, 프로판올 및 부탄올), 프로필렌글리콜, 1,3-부틸렌글리콜, 글리세린, 아세톤, 디에틸에테르, 에틸 아세테이트, 부틸아세테이트, 디클로로메탄, 클로로포름, 헥산 및 이들의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택되는 1종 이상의 추출 용매를 사용하여 얻을 수 있으며, 바람직하게는 에탄올, 70%(v/v) 에탄올 또는 물을 사용하여 얻어진 것이고, 가장 바람직하게는 70%(v/v) 에탄올을 사용하여 얻어진 것이다.
- [0026] 한편, 본 발명의 초피나무 열매 추출물은 상기한 추출 용매뿐만 아니라, 다른 추출 용매를 이용하여도 실질적으로 동일한 효과를 나타내는 추출물이 얻어질 수 있다는 것은 당업자에게 자명한 것이다.
- [0027] 또한, 본 발명의 초피나무 열매 추출물은 상술한 추출 용매에 의한 추출물뿐만 아니라, 통상적인 정제 및 발효 과정을 거친 추출물도 포함한다. 예컨대, 이산화탄소에 의한 감압, 고온에 의한 초임계추출법에 의한 추출, 초음파를 이용한 추출법에 의한 추출, 일정한 분자량 컷-오프 값을 갖는 한외 여과막을 이용한 분리, 다양한 크로

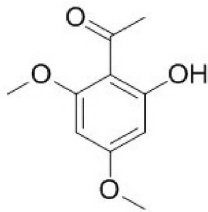
마토그래피 (크기, 전하, 소수성 또는 친화성에 따른 분리를 위해 제작된 것)에 의한 분리하거나 자연 상태나 각종 미생물을 이용한 발효산물에 의한 추출물 등, 추가적으로 실시된 다양한 정제 및 추출방법을 통해 얻어진 활성 분획도 본 발명의 추출물에 포함된다.

[0028] 본 발명에 따른 초피나무 열매 추출물은 발효과정을 거친 추출물도 포함하는 데 다음과 같이 제조할 수 있다. 초피나무 열매를 100~500메쉬 정도로 미세하게 파쇄한 다음 통상적인 미생물 배양액을 1~50g/L를 첨가하고 효모 균주 또는 유산균등의 미생물을 10,000~100,000 cfu/L의 양으로 첨가한다. 배양온도는 30~37℃의 통상적인 미생물 배양조건으로 배양한다. pH는 5~7로 호기적 또는 통상 혐기(anaerobic)적인 조건으로 약 5 내지 10일간 배양한다. 이후 숙성 및 여과를 통해 얻을 수 있다.

[0029] 본 발명에 있어서, 유효성분인 초피나무 열매 추출물은, 그 것의 분리 화합물로서 크산토실린(Xanthoxylin) 또는 산쇼올(Sanshool)을 포함한다.

[0030] 유효성분인 크산토실린(Xanthoxylin)은 초피열매 추출물로부터 분리한 화합물로서, 하기의 화학식 1로 표시된다.

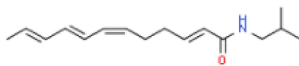
[0031] [화학식 1]



[0032]

[0033] 본 발명에 있어서, 또 다른 유효성분인 산쇼올(Sanshool)은 초피열매 추출물로부터 분리한 화합물로서, 하기의 화학식 2로 표시된다.

[0034] [화학식 2]



[0035]

[0037] 본 발명의 일 실시형태에 따르면, 우방자 추출물이, 초피나무 열매 추출물 또는 이의 분리화합물인 크산토실린 또는 산쇼올과 함께 화장료 조성물의 유효성분으로 포함될 수 있다.

[0038] 본 발명에 사용된 우방자는 국화과의 두해살이풀인 우영의 열매로써, 대도자, 우채자, 흑풍자 등의 이명으로도 알려져 있다. 우방자는 9월에 수과가 달려 회갈색으로 익는데 갈색의 갯털이 붙어 있고 속에서 검은씨가 나온다. 우방자의 주요 효능으로는 풍열에 의한 해수, 객담, 인후종통 등의 증상을 완화하는데 효과적이다.

[0039] 본 발명의 우방자 추출물은 당업계에 공지된 통상의 방법에 따라, 즉, 통상적인 온도와 압력의 조건하에서, 통상적인 용매를 사용하여 제조될 수 있으나, 바람직하게는 (a) 물, 탄소수 1~4의 무수 또는 함수 저급 알코올(예를 들면, 메탄올, 에탄올, 프로판올 및 부탄올), 프로필렌글리콜, 1,3-부틸렌글리콜, 글리세린, 아세톤, 디에틸에테르, 에틸 아세테이트, 부틸아세테이트, 디클로로메탄, 클로로포름, 헥산 및 이들의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택되는 용매를 이용한 용매 추출법 (b) 이산화탄소에 의한 감압 및 고온에 의한 초임계 추출법 또는 (c) 초음파 추출법을 이용하여 추출한다. 본 발명에서는 바람직하게는 추출용매를 이용한 용매 추출법을 이용하였다.

[0040] 본 발명에 있어서 “추출물”은, 초피나무 열매의 추출 처리에 의하여 얻어지는 추출액으로써, 상기 추출액의 회석액이나 농축액, 이를 건조하여 얻어지는 건조물, 상기 추출액의 조정제물이나 정제물 등, 추출액을 이용하여 형성 가능한 모든 제형의 추출물을 의미한다.

[0042] 본 발명에 따르면, 상기 초피나무 열매 추출물 또는 이의 분리화합물인 크산토실린(Xanthoxylin) 또는 산쇼올(Sanshool)은 화장료 조성물의 총 중량에 대해서 0.0001 ~ 10.0 중량% 함유되며, 더욱 바람직하게는, 0.01 ~ 5 중량% 함유되는 것을 특징으로 한다. 상기 추출물의 함량이 0.0001 중량% 미만인 경우에는 피부 내 미생물 조절 효과가 나타나지 않으며, 10.0 중량%를 초과하는 경우에는 제형상의 안전 및 안정성에 문제가 있으며 경제적이지도 못하다.

- [0043] 또한, 본 발명에 따르면, 우방자 추출물은 화장료 조성물의 총 중량에 대해서 0.0001 ~ 10.0 중량% 함유되며, 더욱 바람직하게는 0.01 ~ 5 중량% 함유되는 것을 특징으로 한다. 초피나무 열매 추출물과 우방자 추출물이 동시에 포함되는 경우 5:1~3:1의 중량비로 혼합되는 것이 바람직하다.
- [0044] 본 발명의 화장료 조성물에 포함되는 성분은 유효 성분으로서 상기 유효 성분 이외에 화장료 조성물에 통상적으로 이용되는 성분들을 포함할 수 있으며, 예컨대 향산화제, 안정화제, 용해화제, 비타민, 안료 및 향료와 같은 통상적인 보조제, 그리고 담체를 포함한다.
- [0045] 본 발명의 화장료 조성물은 당업계에서 통상적으로 제조되는 어떠한 제형으로도 제조될 수 있으며, 예를 들어, 용액, 현탁액, 유탁액, 페이스트, 젤, 크림, 로션, 파우더, 비누, 계면활성제-함유 클렌징, 오일, 분말 파운데이션, 유탁액 파운데이션, 왁스 파운데이션, 팩, 마사지크림 및 스프레이 등으로 제형화될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 보다 상세하게는, 유연 화장수, 영양 화장수, 영양 크림, 마사지 크림, 에센스, 아이크림, 클렌징 크림, 클렌징 폼, 클렌징 워터, 팩, 스프레이 또는 파우더의 제형으로 제조될 수 있다.
- [0046] 본 발명의 제형이 페이스트, 크림 또는 겔인 경우에는 담체 성분으로서 동물성유, 식물성유, 왁스, 파라핀, 전분, 트라칸트, 셀룰로오스 유도체, 폴리에틸렌 글리콜, 실리콘, 벤토나이트, 실리카, 탈크 또는 산화아연 등이 이용될 수 있다. 본 발명의 제형이 용액 또는 유탁액인 경우에는 담체 성분으로서 용매, 용해화제 또는 유탁화제가 이용되고, 예컨대 물, 에탄올, 이소프로판올, 에틸 카보네이트, 에틸 아세테이트, 벤질 알코올, 벤질 벤조에이트, 프로필렌글리콜, 1,3-부틸글리콜 오일, 글리세롤 지방족 에스테르, 폴리에틸렌글리콜 또는 소르비탄의 지방산 에스테르가 있다. 본 발명의 제형이 현탁액인 경우에는 담체 성분으로서 물, 에탄올 또는 프로필렌글리콜과 같은 액상의 희석제, 에톡실화 이소스테아릴 알코올, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 에스테르 및 폴리옥시에틸렌 소르비탄 에스테르와 같은 현탁제, 미소 결정성 셀룰로오스, 알루미늄 메타히드록시드, 벤토나이트, 아가 또는 트라칸트 등이 이용될 수 있다.
- [0047] 본 발명의 제형이 파우더 또는 스프레이인 경우에는 담체 성분으로서 락토스, 탈크, 실리카, 알루미늄 히드록시드, 칼슘 실리케이트 또는 폴리아미드 파우더가 이용될 수 있고, 특히 스프레이인 경우에는 추가적으로 클로로플루오로히드로카본, 프로판/부탄 또는 디메틸 에테르와 같은 추진체를 포함할 수 있다. 본 발명의 제형이 계면활성제 함유 클렌징인 경우에는 담체 성분으로서 지방족 알코올 설페이트, 지방족 알코올 에테르 설페이트, 설포숙신산모노에스테르, 이세티오네이트, 이미다졸리늄 유도체, 메틸타우레이트, 사르코시네이트, 지방산 아미드 에테르 설페이트, 알킬아미도베타인, 지방족알코올, 지방산 글리세리드, 지방산 디에탄올아미드, 식물성 유, 라놀린 유도체 또는 에톡실화 글리세롤 지방산 에스테르 등이 이용될 수 있다.
- [0048] 본 발명의 화장료 조성물이 비누, 계면활성제 함유 클렌징 제형 또는 계면활성제 비함유 클렌징 제형일 경우, 피부에 도포한 후 닦아내거나 떼거나 물로 씻어낼 수도 있다. 구체적인 예로서, 상기 비누는 액상비누, 가루비누, 고형비누 및 오일비누이며, 상기 계면활성제 함유 클렌징 제형은 클렌징 폼, 클렌징 워터, 클렌징 수건 및 클렌징 팩이며, 상기 계면활성제 비함유 클렌징 제형은 클렌징크림, 클렌징 로션, 클렌징 워터 및 클렌징 겔이며, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0049] 한편, 본 발명의 화장 방법은 본 발명의 화장료 조성물을 이용하는 모든 화장 방법을 일컫는다. 즉, 화장료 조성물을 이용하는 당업계에 공지된 모든 방법이 본 발명의 화장 방법에 속한다. 본 발명의 화장료 조성물은 단독 또는 중복하여 사용하거나, 본 발명 이외의 다른 화장료 조성물과 중복하여 사용할 수 있다. 또한 본 발명에 따른 화장료 조성물은 통상적인 사용방법에 따라 사용될 수 있으며, 사용자의 피부 상태 또는 취향에 따라 그 사용횟수를 달리할 수 있다.
- [0051] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 요지에 따라 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되지 않는다.
- [0053] **제조예 1:** 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물 제조
- [0054] 초피나무 열매를 깨끗한 물로 씻어 건조시킨 다음, 일정한 크기로 절단하여 70%(V/V) 에탄올 수용액으로 5시간씩 3회 환류 추출하고 냉침한 후, 와트만(Whatman) #4 여과지로 여과하여 농축액을 얻었다.
- [0056] **제조예 2:** 크산토실린(Xanthoxylin) 제조
- [0057] 상기 제조예 1을 통해서 획득한, 초피나무 열매 추출물에 1L의 정제수를 넣어 분산시킨 후 n-헥산(hexane), 에틸아세테이트(ethyl acetate), 부탄올(buthanol), 물을 이용하여 용매 분획을 실시하였다. 이 분획층 중 에틸아세테이트층을 감압 농축하여 25.585g을 얻었다. 크산토실린의 확인은 HPLC를 이용하여표준품과 비교하여 확인하

였으며, 최종적으로는 prep-LC를 통하여 정제하여 NMR을 이용하여 구조 동정하였다. 문헌(ZHU, C. L. Chemical constituents of n-BuOH extract from Phyllanthus matsumurae. Zhong yao cai= Zhongyaocai= Journal of Chinese medicinal materials, 2014, 37.4: 608-610.)과 비교하여 분리되어진 성분이 크산토실린임을 확인하였다. 구체적인 화학식은 위의 화학식 1에 나타내었다.

제조예 3: 산쇼올(Sanshool) 제조

상기 제조예 1을 통해서 획득한, 초피나무 열매 추출물에 1L의 정제수를 넣어 분산시킨 후 n-헥산(hexane), 클로로포름(chloroform), 에틸아세테이트(ethyl acetate), 메탄올(methanol), 이용하여 용매 분획을 실시하였다. 이 분획층 중 메탄올층을 감압 농축하여 18.97g을 얻었다. 산쇼올의 확인은 HPLC를 이용하여 표준품과 비교하여 확인하였으며, 최종적으로는 prep-LC를 통하여 정제하여 NMR을 이용하여 구조 동정하였다. 문헌(YASUDA, I. Evaluation of Chinese Zanthoxyli Fructus commercially available in Japan by pungent principles and essential oil constituents. Shoyakugaku Zasshi, 1982, 36: 301-306.)과 비교하여 분리되어진 성분이 산쇼올임을 확인하였다. 구체적인 화학식은 위의 화학식 2에 나타내었다.

제조예 4: 우방자(*Arctium lappa*) 추출물 제조

우방자를 깨끗한 물로 씻어 건조시킨 다음 일정한 크기로 절단하여 70%(V/V) 에탄올 수용액으로 5시간씩 3회 환류 추출하고 냉침한 후, 와트만(Whatman) #4 여과지로 여과하여 농축액을 얻었다.

실험예 1: 액체 배지 희석법(broth dilution method)을 이용한 항균력 평가

상기의 실시예를 통하여 제조한 제조예 1의 추출물, 이로부터 분리한 유효성분(제조예 2 및 3)과, 우방자 추출물(제조예 4)과의 혼합물의 피부 유익균(*S.epidermids* ATCC 12228) 및 피부 유해균(*S.aureus* ATCC 6538, *P.acnes* ATCC6919)에 대한 항균력 및 증식 효과를 확인하였다. 1% 펩톤 용액(peptone water)에 제조예 1 내지 4를 필터 후 일정 농도(100ppm)로 첨가하였다. 이후 시험균을 접종하여 30시간 배양하였다. 배양된 용액을 액체 배지로 희석하였다. 희석한 시료는 TSA 배지를 이용하여 표면에 도말한 뒤 24시간 배양하여 균수를 측정하였다(혐기 세균인 여드름균에 대하여는 RCM 배지를 이용하였으며, 배양 조건은 혐기조건을 유지하였다). 그 결과를 표 1 및 표 2에 나타냈다.

표 1

시료명	농도(ppm)	<i>S.epidermids</i>	<i>S.aureus</i>	<i>P.acnes</i>	<i>M.furfur</i>
무처리	-	6.01×10^5	1.14×10^7	1.03×10^6	9.44×10^6
제조예 1 (초피 추출물)	100	6.66×10^5	1.05×10^7	9.87×10^5	8.78×10^6
제조예 2 (Xanthoxylin)		9.70×10^5	1.14×10^7	5.88×10^5	6.07×10^6
제조예 3 (Sanshool)		1.10×10^6	2.75×10^6	8.55×10^5	6.22×10^6

표 2

시료명		<i>S.epidermids</i>	<i>S.aureus</i>	<i>P.acnes</i>	<i>M.furfur</i>
무처리		5.74×10^6	8.89×10^6	9.41×10^6	7.05×10^6
제조예 1 100 ppm (초피 추출물)	제조예 4 (우방자 추출물) 100 ppm	7.05×10^6	6.12×10^6	7.53×10^6	5.12×10^6
제조예 2 100 ppm (Xanthoxylin)		9.73×10^6	5.78×10^6	6.78×10^6	3.93×10^6
제조예 3 100 ppm (Sanshool)		1.18×10^7	3.42×10^6	3.83×10^6	9.83×10^5

[0069] 상기의 결과를 통하여 제조예는 피부 유익균인 스태피로코코스 에피더미디스(*S.epidermids*)의 증식은 촉진시키며, 피부 유해균(*Staphylococcus aureus*), 여드름균(*Propionibacterium acnes*) 및 비듬균(*Malassezia furfur*)의 증식은 억제하는 효능을 확인하였다.

[0071] 실험예 2: 페이퍼 디스크 확산법을 이용한 항균력 평가

[0072] 상기의 실시예를 통하여 제조한 본 발명의 추출물 및 이로부터 분리한 유효성분에 대하여, 항균력에 의한 증식 효과 또는 감소 효과를 확인하기 위하여 페이퍼 디스크 확산(paper disk diffusion method)법을 이용하여 항균력을 확인하였다.

[0073] 멸균된 페이퍼 디스크에 일정농도의 제조예 1 내지 4를 50 μl 분주하여 상온에서 24시간 자연건조를 통하여 용매를 제거하였다. 배양된 균주(*S.epidermids*, *S.aureus*, *P.acnes*)를 디스크 확산법 측정용 평판 배지에 초기 균수(1.00×10^7)를 동일하게 하여 1ml씩 분주하여 도말하였다. 이후 페이퍼 디스크는 시험균주가 도말된 평판배지에 붙인 후, 적정온도에서 48~72시간 동안 배양한 후 생육 저지환(Clean Zone)의 크기를 측정하였다. 그 결과를 하기 표 3과 표 4에 나타내었다.

표 3

시료명	농도(ppm)	생육 저지환 크기			
		<i>S.epidermids</i>	<i>S.aureus</i>	<i>P.acnes</i>	<i>M.furfur</i>
제조예 1 (초피 추출물)	500	효과없음	10.00	8.50	12.33
제조예 2 (크산토실린)		효과없음	15.33	12.50	15.50
제조예 3 (산쇼올)		효과없음	12.33	10.33	15.33

표 4

시료명		생육 저지환 크기			
		<i>S.epidermids</i>	<i>S.aureus</i>	<i>P.acnes</i>	<i>M.furfur</i>
제조예 1 500 ppm (초피 추출물)	제조예 4 (우방자 추출물) 100 ppm	효과없음	13.50	10.50	13.50
제조예 2 500 ppm (크산토실린)		효과없음	16.33	15.33	17.33
제조예 3 500 ppm (산쇼올)		효과없음	16.50	15.50	20.50

[0077] 처방예 1: 화장수

[0078] 초피나무(*Zanthoxylum piperitum*) 열매 추출물을 함유한 화장료 중 화장수의 처방예는 다음 표 5와 같다.

표 5

성분		함량 (단위: 중량%)
제형예1	제형예2	

초피나무 열매 추출물(제조예 1)	-	3.0
우방자 추출물(제조예 4)	-	1.0
글리세린	글리세린	5.0
1,3-부틸렌글리콜	1,3-부틸렌글리콜	3.0
피이지1500	피이지1500	1.0
알란토인	알란토인	0.1
DL-판테놀	DL-판테놀	0.3
EDTA-2Na	EDTA-2Na	0.02
벤조페논-9	벤조페논-9	0.04
소듐 히아루로네이트	소듐 히아루로네이트	5.0
에탄올	에탄올	10.0
옥티도데세스-16	옥티도데세스-16	0.2
폴리솔베이트 20	폴리솔베이트 20	0.2
방부제, 향, 색소	방부제, 향, 색소	미량
증류수	증류수	잔량
합계		100

[0081] 처방예 2: 크림

[0082] 초피나무 열매 추출물을 함유한 화장료 중 크림의 처방예는 다음 표 6과 같다.

표 6

[0083]

성분	제형예3	제형예4	제형예5
초피나무 열매 추출물 (제조예 1)	3.0	-	-
크산토실린 10ppm 함유 (제조예 2)	-	3.0	-
산술 10ppm 함유 (제조예 2)	-	-	3.0
우방자 추출물(제조예 4)	1.0	1.0	1.0
친유형 노스테아린산글리세린	-	-	-
세테아릴알콜	2.0	2.0	2.0
스테아린산	2.2	2.2	2.2
밀납	1.5	1.5	1.5
폴리솔베이트 60	1.0	1.0	1.0
솔비탄스테아레이트	1.5	1.5	1.5
경화식물유	0.6	0.6	0.6
스쿠알란	1.0	1.0	1.0
광물유	3.0	3.0	3.0
트리옥타노인	5.0	5.0	5.0
디메치콘	5.0	5.0	5.0
소듐마그네슘실리케이트	1.0	1.0	1.0
글리세린	0.1	0.1	0.1
베타인	5.0	5.0	5.0
트리에타올아민	3.0	3.0	3.0
소듐히아루로네이트	1.0	1.0	1.0
방부제, 향, 색소	미량	미량	미량
증류수	잔량	잔량	잔량
합계	100		

[0084] 삭제

[0085] 처방예 3: 에센스

[0086] 초피나무 열매 추출물을 함유한 화장료 중 에센스의 처방예는 다음 표 7과 같다.

표 7

[0087]

성분		함량
제형예7	제형예8	(단위:중량%)
초피나무 열매추출물 (제조예1)	-	3.0
글리세린	글리세린	10.0
베타인	베타인	5.0
피이지 1500	피이지 1500	2.0
알란토인	알란토인	0.1
DL-판테놀	DL-판테놀	0.3
이.디.티.에이-2Na	이.디.티.에이-2Na	0.02
벤조페논 - 9	벤조페논 - 9	0.04
히드록시에칠 셀룰로오스	히드록시에칠 셀룰로오스	0.1
소듐히아루로네이트	소듐히아루로네이트	8.0
카르복시비닐폴리머	카르복시비닐폴리머	0.2
트리에탄올아민	트리에탄올아민	0.18
옥틸도데칸올	옥틸도데칸올	0.3
옥틸도데세스 -16	옥틸도데세스 -16	0.4
에탄올	에탄올	6.0
방부제, 향, 색소	방부제, 향, 색소	미량
증류수	증류수	잔량
합계		100

[0089]

이상으로 본 발명의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 구현예일뿐이며, 이에 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백하다. 따라서 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항과 그의 등가물에 의하여 정의된다고 할 것이다.