(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0065636
(43) 공개일자 2020년06월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 8/02 (2006.01) *A61K 8/04* (2006.01)
A61K 8/67 (2006.01) *A61K 8/73* (2006.01)
A61Q 19/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
A61K 8/0212 (2013.01)
A61K 8/042 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0152294
(22) 출원일자 2018년11월30일
심사청구일자 2018년11월30일

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
박원호
서울특별시 서초구 효령로 84, 103동 304호(방배동, 대우효령아파트)
신지연
경상북도 구미시 1공단로10길 53-25, 101동 206호(공단동, 티케이케미칼사원아파트)
(74) 대리인
김홍균

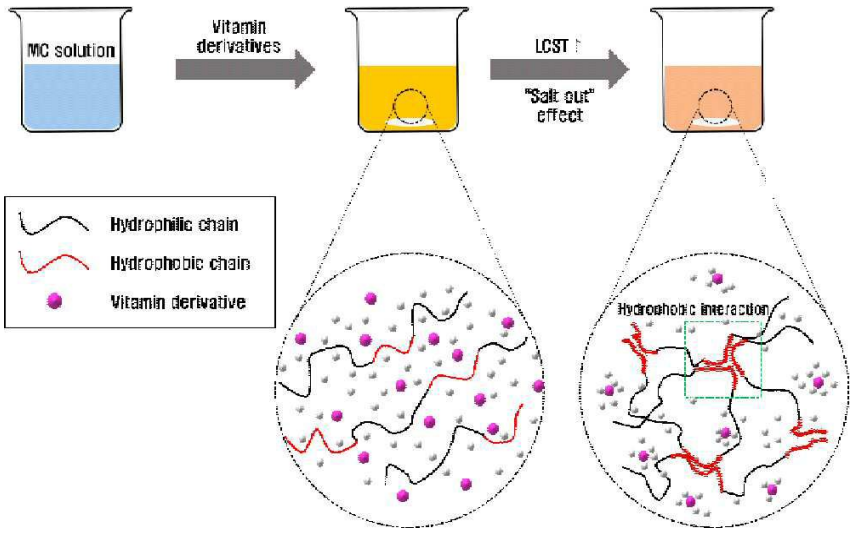
전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 발명의 명칭 **온도감응성 수화젤형 마스크팩의 제조방법 및 이에 의해 제조된 마스크팩**

(57) 요 약

본 발명에 따른 온도감응성 수화젤형 마스크팩의 제조방법은 1~15wt%의 저분자량 메틸셀룰로스 수용액을 제조하는 단계; 상기 수용액에 비타민 유도체를 첨가하는 단계; 및 피부온도인 20~50℃의 온도조절을 통해 수화젤형 마스크팩을 형성하는 단계를 포함할 수 있다.

대 표 도 - 도2



(52) CPC특허분류
A61K 8/67 (2013.01)
A61K 8/731 (2013.01)
A61Q 19/00 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

1~15wt%의 저분자량 메틸셀룰로스 수용액을 제조하는 단계;

상기 수용액에 비타민 유도체를 첨가하는 단계; 및

20~50℃의 온도조절을 통해 수화젤형 마스크팩을 형성하는 단계를 포함하는 온도감응성 수화젤형 마스크팩의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 저분자량 메틸셀룰로스는 치환도(DS)가 1.6~1.7이고, 점도는 10~30cP이며, 분자량은 50,000~200,000 Dalton 인 온도감응성 수화젤형 마스크팩의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 수용액에 비타민 유도체를 첨가하는 단계 이후, 비타민 유도체가 첨가된 상기 수용액을 비스코스레이온 시트에 도포하는 단계를 더 포함하는 온도감응성 수화젤형 마스크팩의 제조방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 제조방법으로 제조되는 온도감응성 수화젤형 마스크팩.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 온도감응성 수화젤형 마스크팩의 제조방법 및 이에 의해 제조된 마스크팩에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 최근에 피부 미용을 목적으로 하는 피부관리, 특히 안면 피부관리를 위하여 미용 성분이 함유된 젤타입 또는 크림타입 마스크팩, 분말형태의 물질을 물과 혼합하여 사용하는 마스크팩 또는 시트(sheet) 형태의 마스크팩 (이하 '시트마스크' 이라함)이 주로 사용되고 있다. 이러한 마스크팩 또는 시트 마스크의 사용방법은 안면을 클렌징하는 단계, 기능성 성분을 도포하는 단계, 기능성 성분(cosmetic ingredient)을 포함하는 마스크팩 또는 시트 마스크를 도포하거나 또는 부착하는 단계 및 마스크팩 또는 시트 마스크를 제거하는 단계로 이루어진다.

[0003] 그러나, 종래의 부직포 타입 마스크는 제거하기 용이한 이점이 있으나, 시트와 피부 표면과의 밀착성이 떨어져 기능성 성분이 피부 속으로 흡수하는 현상을 저해하는 문제점이 있다. 상기 부직포 타입 마스크의 낮은 밀착성을 극복하기 위해서 젤타입의 마스크팩을 사용하기도 한다. 그러나, 종래의 젤타입의 마스크팩은 형태안정성이 저하될 뿐만 아니라, 물에 의해 제거하기가 용이하지 않고 세정과정에서 기능성 성분이 함께 씻겨 나갈 수 있으며 수분이 손실되어 마스크팩의 효과가 크게 저하되는 문제점이 있다.

[0004] 따라서, 부직포 타입 마스크팩의 단점인 피부 밀착력이 보완되고, 젤타입 마스크팩의 단점인 형태안정성을 확보할 수 있고, 마스크팩의 기능성 성분의 흡수율이 높고, 마스크팩의 제거가 용이한 친환경적인 마스크팩에 대한 연구가 필요하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명은 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여, 온도감응성 메틸셀룰로스를 이용하여 수화젤형 마스크팩을 제조하는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0006] 또한, 상기 제조방법으로 제조되며 피부 밀착력이 향상된 마스크팩을 제공하는 것도 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명의 일 실시예에 따른 온도감응성 수화젤형 마스크팩의 제조방법은 1~15wt%의 저분자량 메틸셀룰로스 수용액을 제조하는 단계; 상기 수용액에 비타민 유도체를 첨가하는 단계; 및 20~50℃의 온도 조절을 통해 수화젤형 마스크팩을 형성하는 단계를 포함할 수 있다.

[0008] 이때, 상기 저분자량 메틸셀룰로스는 치환도(DS)가 1.6~1.7이고, 점도는 10~30 cP이며, 분자량은 50,000~200,000 Dalton일 수 있다.

[0009] 또한, 상기 제조방법은 상기 수용액에 비타민 유도체를 첨가하는 단계 이후, 비타민 유도체가 첨가된 상기 수용액을 비스코스레이온 시트에 도포하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0010] 아울러, 본 발명의 일 실시예에 따른 마스크팩은 상기 제조방법으로 제조될 수 있다.

발명의 효과

[0011] 본 발명의 실시예에 따르면, 비타민 유도체가 포함된 메틸셀룰로스 수용액으로 마스크팩을 제조함으로써, 화학가교제 없이도 일반 부직포 타입 마스크팩의 단점인 피부 밀착력을 보완할 수 있으며, 종래 기능성 수화젤 타입 마스크팩의 단점인 형태안정성을 확보할 수 있다.

[0012] 또한, 비타민 유도체가 포함된 메틸셀룰로스 수용액을 피부에 도포하였을 때, 피부온도에 의해 젤을 형성하여 용액의 흘러내림을 방지하고, 첨가된 비타민 유도체의 피부 침투로 인해 피부미용에도 효과적이다.

도면의 간단한 설명

[0013] 도 1은 메틸셀룰로스 수용액의 온도에 따른 졸-겔 전이 현상을 나타내는 사진이다.

도 2는 비타민 유도체가 도입된 메틸셀룰로스 수화젤의 제조방법 및 온도변화에 따른 메틸셀룰로스 용액의 젤화 메커니즘을 개략적으로 나타낸 개념도이다.

도 3은 메틸셀룰로스 수용액의 비타민 유도체 첨가에 따른 젤화거동 변화를 나타낸 그래프이다.

도 4는 메틸셀룰로스 수용액의 비타민 유도체 농도에 따른 젤화거동 변화를 나타낸 그래프이다.

도 5는 메틸셀룰로스 수용액의 비타민 유도체 도입에 따른 압축강도 변화를 나타낸 그래프이다.

도 6은 메틸셀룰로스 수용액의 비타민 유도체 종류에 따른 약물방출 거동을 나타낸 그래프이다.

도 7은 비타민 유도체가 도입된 메틸셀룰로스 수용액을 도포하여 제조한 온도감응성 마스크팩을 나타내는 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0014] 본 발명은 다양한 변형을 가할 수 있고 여러 가지 형태를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 본문에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나, 이는 본 발명을 특정한 개시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[0015] 본 출원에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서 상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다. 또한, 층, 막, 영역, 판 등의 부분이 다른 부분 "상에" 있다고 할 경우, 이는 다른 부분 "바로 위에" 있는 경우뿐만 아니라 그 중간에 또 다른 부분이 있는 경우도 포함한다. 반대로 층, 막, 영역, 판 등의 부분이 다른 부분 "하에" 있다고 할 경우, 이는 다른 부분 "바로 아래에" 있는 경우뿐만 아니라 그 중간에 또 다른 부분이 있는 경우도 포함한다. 또한, 본 출원에서 "상에" 배치된다고 하는 것은 상부뿐 아니라 하부에 배치되는 경우도 포함하는 것일 수 있다.

[0017] 이하, 본 발명의 실시예를 보다 상세히 설명하고자 한다.

[0018] 일 실시예에 따른 온도감응성 수화젤형 마스크팩의 제조방법은 저분자량 메틸셀룰로스 수용액을 제조하는 단계; 상기 수용액에 비타민 유도체를 첨가하는 단계; 및 온도조절을 통해 수화젤형 마스크팩을 형성하는 단계를 포함할 수 있다.

[0019] 먼저, 증류수에 온도에 따라 솔-젤 전이가 가능한 친수성기와 소수성기를 동시에 갖는 온도감응성 고분자인 저분자량 메틸셀룰로스를 첨가하여 1~15wt% 농도의 저분자량 메틸셀룰로스 수용액을 제조하는 단계를 수행할 수 있다.

[0020] 메틸셀룰로스의 농도가 상기 범위일 경우, 젤화온도가 체온 부근으로 감소하여 용액을 피부에 도포했을 때, 피부온도에 의해 젤을 형성하여 마스크팩의 역할을 할 수 있다.

[0021] 한편, 메틸셀룰로스는 대표적인 온도감응성 셀룰로스 유도체로 온도가 증가함에 따라, 분자 내/간 소수성 상호작용이 증가하며 특정온도 이상에서 졸-겔 전이가 일어난다. 이러한 온도감응 특성은 고분자의 농도, 분자량, 첨가제 등에 의해 조절이 가능하며, 첨가제의 경우 용액 내에서 염석효과를 크게 하여 젤화를 촉진시킨다. 도 1은 메틸셀룰로스 수용액의 온도에 따른 젤화거동을 나타내며, 상온에서는 용액상태를 유지하지만 온도가 37℃로 증가함에 따라 분자 내/간 소수성 상호작용의 증가로 젤화가 일어나는 것을 확인할 수 있다.

[0022] 이러한 메틸셀룰로스는 치환도(DS)가 1.6~1.7인 것이 바람직하며, 1.62~1.67인 것이 더욱 바람직하며, 1.65인 것이 더더욱 바람직하다. 메틸셀룰로스의 치환도가 상기 범위일 경우 찬물에도 용해가 잘 이루어진다. 또한, 저분자량 메틸셀룰로스의 점도는 10~30 cP인 것이 바람직하며, 15~20 cP인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 저분자량 메틸셀룰로스의 분자량은 50,000~200,000 Dalton 인 것이 바람직하며, 100,000~150,000 Dalton 인 것이 더욱 바람직하다. 만약, 저분자량 메틸셀룰로스의 분자량이 200,000 Dalton을 초과하는 경우에는 고분자량 메틸셀룰로스의 경우 용해도가 3중량%가 채 되지 않으며, 이에 따라 젤화온도가 피부온도인 30~40℃ 범위보다 훨씬 높은 온도범위에서 졸-겔 전이가 발생하기 때문에 바람직하지 않다.

[0023] 이후, 저분자량 메틸셀룰로스 수용액에 비타민 유도체를 첨가하여 혼합 수용액을 제조하는 단계를 수행할 수 있다.

[0024] 비타민 유도체는 피부미용을 위한 약물의 역할 뿐만 아니라, 용액 내에서 염석현상을 통한 메틸셀룰로스의 소수성 상호작용을 촉진하여 젤화속도 및 젤 강도를 향상시킬 수 있으며, 이로 인하여 저분자량 고분자 사용으로 인한 강도 저하문제를 해결할 수 있다.

[0025] 비타민 유도체의 농도는 0.01~0.5M인 것이 바람직하다. 이러한 비타민 유도체로는 비타민B, 비타민C, 이의 유도체 등일 수 있으며, 첨가되는 비타민 유도체의 화학구조를 산 또는 포스페이트(phosphate) 형태로 조절함으로써 염석현상을 통한 메틸셀룰로스의 젤화속도를 조절할 수 있다.

[0026] 이후, 혼합 수용액을 적절한 온도로 조절함으로써 수화젤형 마스크팩으로 형성하는 단계를 수행할 수 있다.

[0027] 이때, 20~50℃의 범위로 온도를 조절하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 피부온도인 30~40℃의 범위로 조절함으로써, 혼합 수용액은 졸 상태에서 젤 상태로 전이되어 마스크팩을 형성할 수 있다.

[0028] 구체적으로, 비타민 유도체가 첨가된 저분자량 메틸셀룰로스 수용액을 피부에 도포하면 피부온도에 의해 수용액은 젤을 형성하게 되며, 이로 인하여 수화젤형 마스크팩이 형성되게 된다.

[0029] 구체적으로, 본 발명의 비타민 유도체를 함유한 메틸셀룰로스 수화젤의 제조방법은 도 2에 도시한 바와 같다. 본 발명의 실시예에 따르면, 비타민 유도체를 함유한 메틸셀룰로스 수화젤을 제조함에 있어서, 상기 메틸셀룰로스 함량은 1~15중량%인 것이 바람직하며, 5~10중량%인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 상기 비타민 유도체의 농도 및 다른 첨가제의 농도는 0.01~0.5M인 것이 바람직하며, 0.01~0.1M인 것이 더욱 바람직하다.

[0030] 한편, 마스크팩 사용 후 피부 표면에서 마스크팩을 제거할 시, 마스크팩의 피부 박리력을 향상시키기 위하여, 저분자량 메틸셀룰로스 수용액에 비타민 유도체를 첨가하는 단계 이후에 비타민 유도체가 첨가된 수용액을 비스코스레이온 시트에 도포하는 단계를 더 포함할 수 있다. 또한, 이와 같이 시트에 수용액을 도포하여 마스크팩을 제조할 시, 마스크팩의 형태안정성이 향상될 수 있다.

[0031] 전술한 바와 같이 제조된 온도감응성 수화젤형 마스크팩은 온도에 따라 졸-젤 전이가 가능한 친수성기와 소수성

기를 동시에 갖는 고분자인 메틸셀룰로스와 젤화 촉진제로서 비타민 유도체를 사용함으로써, 천연 고분자를 이용하여 피부 트러블을 유발하는 합성 가교제를 포함하지 않고도 피부 밀착력 및 형태안정성을 확보할 수 있다.

[0033] 이하, 본 발명을 실시예를 통하여 상세히 설명하면 다음과 같다. 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명이 하기 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

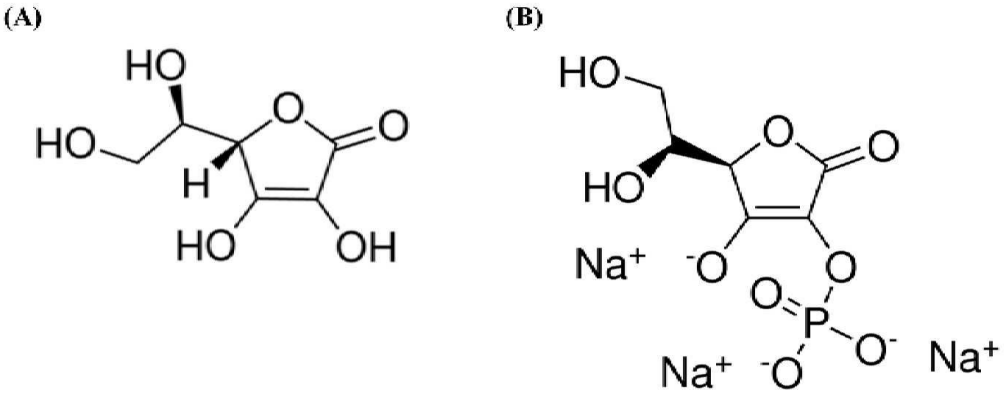
[0035] [실시예 1] 메틸셀룰로스 수화젤의 제조

[0036] 증류수에 분말형태의 메틸셀룰로스(치환도 1.6~1.7, 점도 15 cP, 분자량 110,000 Dalton)와 비타민 유도체를 함께 투입하고, 이후 비타민 유도체를 함유한 8중량% 메틸셀룰로스 수용액을 상온에서 24시간 동안 교반하여 제조하였다.

[0038] [실험예 1] 젤화시간의 측정

[0039] 실시예 1에서 얻어진 비타민이 함유된 메틸셀룰로스의 비타민 종류에 따른 젤화거동을 레오미터를 이용하여 측정하였으며, 그 결과는 도 3에 도시하였다. 이때, 변형율과 주파수는 0.3%와 1 rad/s 이었으며, 젤화온도는 1℃/min의 가열속도로 측정되었고, 젤화시간은 37℃ 조건 하에서 측정되었다. G' 과 G"의 교차점은 젤화 지점을 나타내며, 도 3에 따르면 메틸셀룰로스 용액의 젤화온도 및 시간은 비타민 C 유도체 첨가에 따른 젤화온도 및 시간을 확인했을 때 비타민 유도체에 의해 젤화가 촉진되는 것을 확인하였으며, 비타민 유도체의 화학구조에 따른 영향을 확인했을 때, 산 형태의 유도체(Va)보다 포스페이트 형태의 유도체(Vp)가 첨가된 경우(하기 구조식 참조) 염석현상의 증가로 젤화속도가 빨라지는 것을 확인하였다.

[0040] [구조식] 다양한 비타민 C 유도체의 화학구조; (A) ascorbic acid (Va), (B) sodium ascorbyl phosphate (Vp)



[0041]

[0042] 또한, 두 가지 비타민 C 유도체의 농도에 따른 젤화온도 및 시간을 측정하였으며, 그 결과는 도 4에 나타내었다. 도 4에서 알 수 있는 바와 같이, 두 비타민 C 유도체의 농도가 증가함에 따라 젤화온도 및 젤화시간이 감소하였으며, 감소 폭은 Vp의 경우 메틸셀룰로스 수용액의 젤화에 더 큰 영향을 미치는 것을 확인하였는데, 이는 분자 내 포스페이트기에 의한 염석효과가 증가되었기 때문이다.

[0044] [실험예 2] 물리적 강도 측정

[0045] 실시예 1에 따라 제조된 비타민 유도체가 함유된 메틸셀룰로스 수용액의 압축강도를 측정하였으며, 그 결과는 도 5에 나타내었다. 이때, 압축속도는 5 ㎜/min이었으며, 37℃에서 진행되었다. 압축강도 측정 결과, 비타민 유도체가 도입됨에 따라 메틸셀룰로스 수화젤의 압축강도는 570 kPa 에서 각각 1080, 2160 kPa로 증가한 것을 확인하였다. 또한, 비타민 유도체의 종류에 따른 물리적 강도변화를 확인했을 때, Va에 비해 Vp를 첨가한 경우 압축강도가 비타민 유도체를 첨가하기 전과 비교하여 약 4배 증가한 것을 확인하였다. 실험 결과들을 바탕으로 메틸셀룰로스 수화젤에 비타민 유도체를 도입한 경우, 약물로의 효과 이외에도 저분자량 고분자의 사용으로 인한 강도 저하문제를 해결할 수 있다.

[0046] 또한, 실제 마스크팩의 조성을 살펴보면 비타민 유도체 등의 약물효과를 나타내는 첨가제 이외에도 다양한 물질들이 첨가된다. 따라서 비타민 유도체 이외에 다른 첨가제에 따른 메틸셀룰로스 수화젤의 젤화거동을 확인하기 위해 염화칼슘, 인산나트륨 및 이인산나트륨를 첨가하여 메틸셀룰로스 수용액의 젤화온도 및 젤화시간을 측정하였으며, 그 결과는 하기 표 1에 나타내었다. 측정 결과, 다양한 첨가제에 따라 비타민 유도체와 유사하게 젤화가 촉진되는 것을 확인하였으며, 실제 메틸셀룰로스를 이용하여 마스크팩을 제조함에 있어 비타민 유도체와 첨가제의 함량 조절을 통해 원하는 물성의 적절한 젤화시간을 가지는 수화젤형 마스크팩 제조가 가능할 것으로 예상된다.

표 1

[0048] <마스크팩 조성물 첨가에 따른 메틸셀룰로스 수용액의 젤화거동 변화>

종류	농도	젤화온도 (℃)	젤화시간 (s)
메틸셀룰로스 단독	8 wt%	39.5	346
염화칼슘($CaCl_2$)	0.5 M	34.5	91
인산나트륨(NaH_2PO_4)	0.1 M	32.7	42
이인산나트륨(Na_2HPO_4)	0.1 M	34.3	77

[0050] [실험예 3] 약물방출거동

[0051] 실시예 1에서 얻어진 비타민이 함유된 메틸셀룰로스의 약물 방출거동은 도 6에 나타내었다. 메틸셀룰로스 수화젤에서의 비타민 유도체의 방출거동을 확인한 결과, 두 약물 모두 48시간 이내에 50% 이상의 약물방출이 되는 것을 확인하였으며, Vp의 경우 약물 방출속도가 느린 것을 확인할 수 있다. 이는 Vp에 존재하는 포스페이트기에 의한 소수성 상호작용의 증가로 수화젤 내의 물리적 가교가 증가하여 이로 인해 약물 방출속도가 느린 것을 확인할 수 있었다. 이를 통해 메틸셀룰로스로부터 방출된 비타민 유도체들의 피부로의 흡수를 예상할 수 있다.

[0053] [실험예 4] 마스크팩 적용가능성 평가

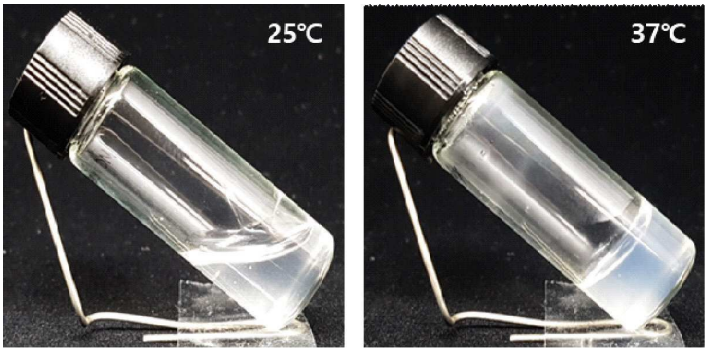
[0054] 실시예 1에서 제조한 비타민 유도체가 함유된 메틸셀룰로스 용액을 비스코스 레이온 블랙시트에 도포하여 제조한 마스크팩은 도 7과 같다. 마스크팩을 제조하여 피부에 적용한 결과, 피부온도에 의해 도포된 메틸셀룰로스 용액이 젤 형태로 졸-겔 전이가 일어났으며, 시트 밖으로 흘러내리지 않고 탈착 또한 용이하였다.

[0056] 이상에서는 본 발명의 바람직한 실시예를 참조하여 설명하였지만, 해당 기술 분야의 숙련된 당업자 또는 해당 기술 분야에 통상의 지식을 갖는 자라면, 후술될 특허청구범위에 기재된 본 발명의 사상 및 기술 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

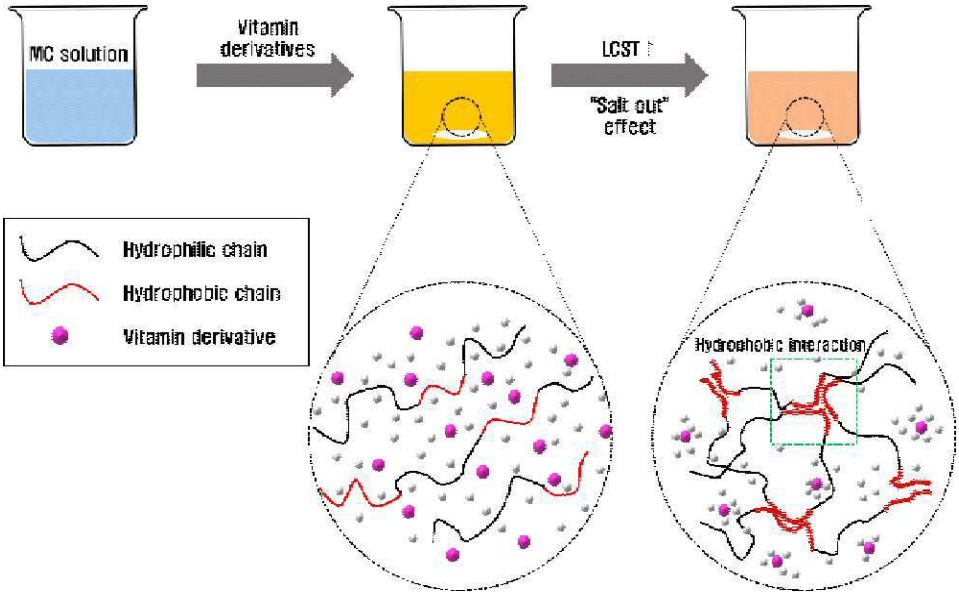
[0057] 따라서, 본 발명의 기술적 범위는 명세서의 상세한 설명에 기재된 내용으로 한정되는 것이 아니라 특허청구범위에 의해 정하여져야만 할 것이다.

도면

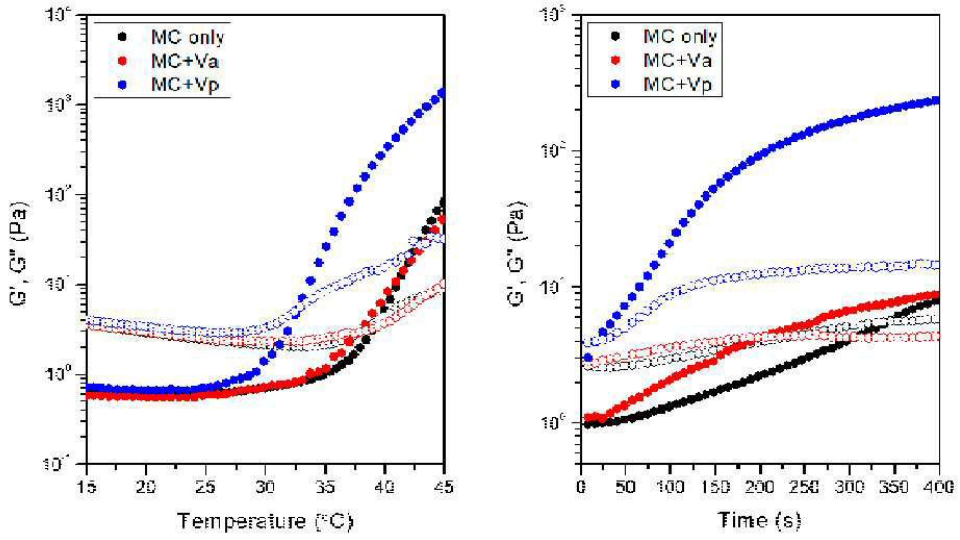
도면1


25℃
37℃

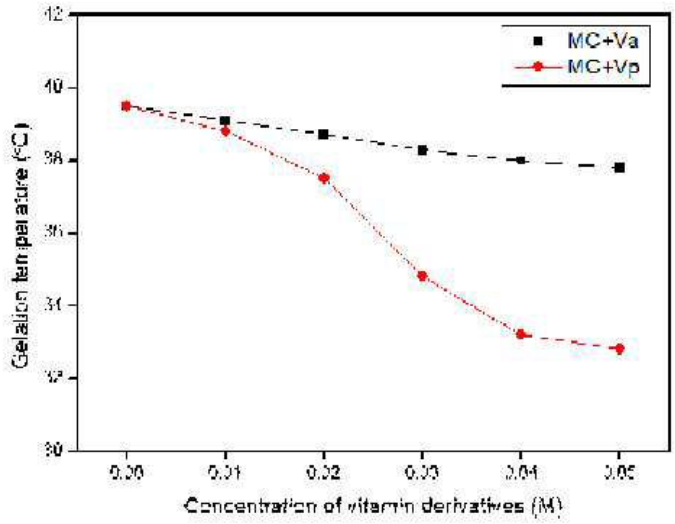
도면2

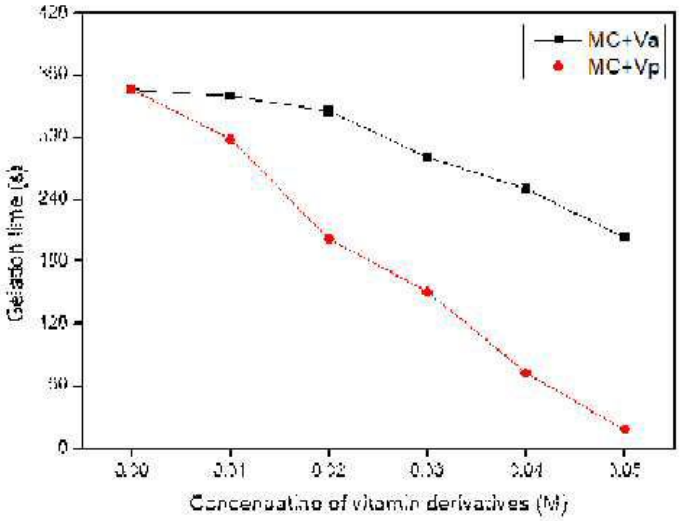

MC solution
Vitamin derivatives
LCST ↑
"Salt out" effect
Hydrophilic chain
Hydrophobic chain
Vitamin derivative
Hydrophobic interaction

도면3

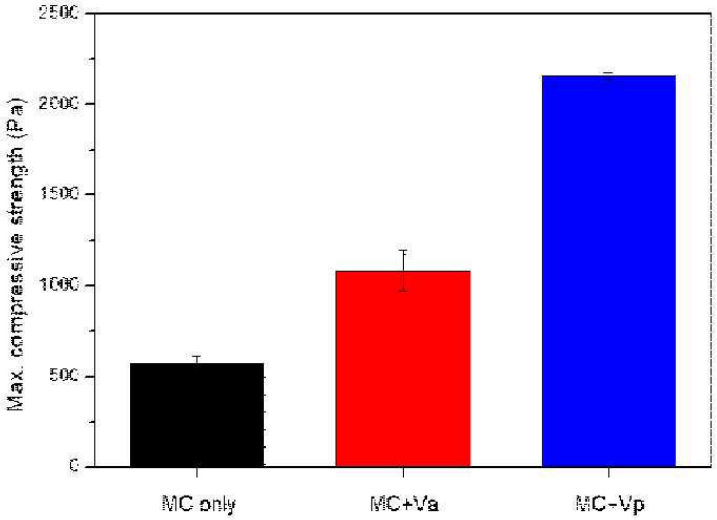

MC only
MC+Va
MC+Vp
G', G" (Pa)
Temperature (°C)
15
20
25
30
35
40
45
MC only
MC+Va
MC+Vp
G', G" (Pa)
Time (s)
0
50
100
150
200
250
300
350
400

도면4

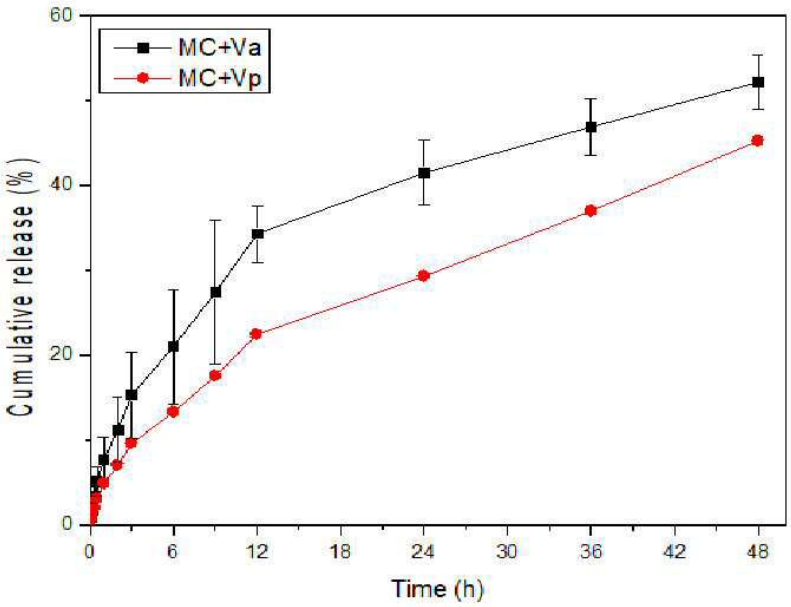

MC+Va
MC+Vp
Gelation temperature (°C)
Concentration of vitamin derivatives (M)


MC+Va
MC+Vp
Gelation time (s)
Concentration of vitamin derivatives (M)

도면5


Max. compressive strength (Pa)
2500
2000
1500
1000
500
0
MC only
MC+Va
MC-Vp

도면6


MC+Va
MC+Vp
Cumulative release (%)
60
40
20
0
0
6
12
18
24
30
36
42
48
Time (h)

도면7

