



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0062938
(43) 공개일자 2019년06월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 8/9794 (2017.01) A61K 8/25 (2006.01)
A61K 8/73 (2006.01) A61Q 19/08 (2006.01)
(52) CPC특허분류
A61K 8/9794 (2017.08)
A61K 8/25 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0161628
(22) 출원일자 2017년11월29일
심사청구일자 2017년11월29일

(71) 출원인
조선대학교산학협력단
광주광역시 동구 필문대로 309 (서석동)
(72) 발명자
신현재
전라남도 화순군 도곡면 원화길 32
최문희
전라남도 여수시 망마로 82-10, 28동 406호 (신기동, 대림산업제2사택)
김다송
전라남도 여수시 새터로 6, 10동 102호(신기동, 롯데첨단소재(주))
(74) 대리인
특허법인 남앤남

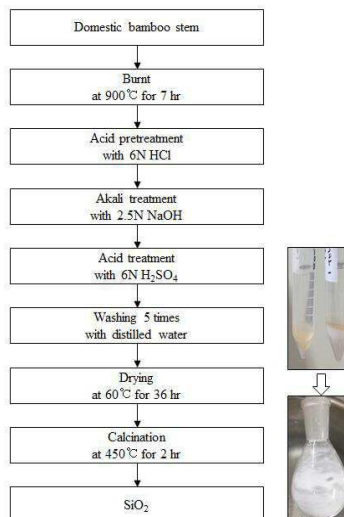
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 대나무 유래 실리카를 유효성분으로 포함하는 주름개선용 화장료 조성물

(57) 요약

본 발명은 대나무 유래 실리카의 주름개선 용도에 관한 것으로서, 보다 구체적으로는 왕대 또는 숨대와 같은 대나무로부터 추출된 실리카를 유효성분으로 포함하는 주름개선용 기능성 화장료 조성물에 관한 것이다. 본 발명의 대나무 유래 실리카는 천연물 유래의 소재로서 피부에 안정하면서도 콜라게나아제 및 엘라스타아제와 같은 효소의 억제 활성을 통해 주름개선 효과나타낼 수 있으므로, 이를 유효성분으로 포함하는 본 발명의 조성물은 피부주름 개선을 위한 기능성 화장료 조성물로서 유용하게 사용될 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

A61K 8/733 (2013.01)

A61Q 19/08 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1405003165

부처명 산림청

연구관리전문기관 한국임업진흥원

연구사업명 신산업신시장창출기술개발

연구과제명 대나무줄기유래기능성물질분석및개발

기 여 율 1/1

주관기관 조선대학교산학협력단

연구기간 2017.03.30 ~ 2017.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

대나무 유래 실리카를 유효성분으로 포함하는 주름개선용 화장료 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 대나무는 왕대 또는 솜대인 것을 특징으로 하는 주름개선용 화장료 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 조성물은 알긴산나트륨을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 주름개선용 화장료 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 대나무 유래 실리카는 (a) 건조된 왕대 줄기 또는 솜대 줄기를 분쇄한 후 800 내지 950℃에서 연소시키는 단계; (b) 상기 연소물에 염산을 처리하여 세척한 후 여과시키는 단계; (c) 상기 여과 과정을 통해 수득한 여과물을 중화시킨 후 수산화나트륨을 처리하여 액상실리카를 추출하는 단계; (d) 상기 액상실리카를 원심분리하고 상등액을 수거한 후 황산을 처리하여 pH 2.5로 맞추는 단계; (e) 상기 (d) 단계를 거쳐 얻어진 수득물을 원심분리하여 침전물을 수득한 후 증류수로 세척하는 단계; 및 (f) 상기 (e) 단계를 거쳐 얻어진 수득물을 건조시킨 후 400 내지 500℃에서 하소(calcination)시키는 단계를 포함하는 과정을 통해 제조되는 것을 특징으로 하는 주름개선용 화장료 조성물.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 화장료 조성물은 유연 화장수, 젤, 수용성 리퀴드, 밀크로션, 영양크림, 마사지 크림, 에센스, 수중유형 에멀전, 유중수형 에멀전, 페이스크림, 무수 생성물, 고체 무수 생성물, 소구체를 사용한 수성 상에서의 오일 분산물, 이온성 지질 소포체, 비이온성 지질 소포체, 연고, 클렌징 폼, 클렌징 워터, 팩, 보디오일, 수중유형 메이크업베이스, 유중수형 메이크업베이스, 파운데이션, 스킨케어, 립스틱, 립글로스, 페이스파우더, 투웨이케어, 아이섀도우, 마스카라, 치크칼라 및 아이브로우펜슬류로 이루어진 군 중에서 선택되는 1종의 제형인 것을 특징으로 하는 주름개선용 화장료 조성물.

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 대나무 유래 실리카의 주름개선 용도에 관한 것으로서, 보다 구체적으로는 왕대 또는 솜대와 같은 대나무로부터 추출된 실리카를 유효성분으로 포함하는 주름개선용 기능성 화장료 조성물에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 피부는 외부환경과 직접 접해 있으면서 온도, 습도, 항원 및 자외선 등으로부터 보호해 주는 기능을 가지고 있다. 하지만, 외부 오염물질, 자외선, 스트레스 등의 물리적, 화학적 자극으로 인하여 피부 기능이 저하되어 나이가 들어감에 따라 세포 증식 및 면역 활성이 약해져 피부 세포의 손상을 신속히 복구하지 못하고 피부 구성성분의 전체적인 악화를 일으켜 피부주름, 탄력 손실 및 각질화 등이 일어나게 된다.

[0003] 피부의 노화는 크게 내인적 노화와 외인적 노화로 나뉜다. 내인적 노화는 자연적으로 나타나는 노화 현상으로,

임상학적으로 탄력이 감소하고 피부의 결이 거칠어지며 깊은 주름이 생기고 색소가 침착되는 특징이 있다. 외인적 노화는 자외선, 활성 산소종(Reactive oxygen species) 및 스트레스 등의 외부 환경적인 요인에 의해 발생하는 노화 현상으로 최근에는 급속한 산업화와 이에 의한 공기오염과 오존층의 파괴로 UV 양이 증가되고 이는 활성산소종과 같은 강력한 산화 물질들을 발생시켜서 피부 콜라겐 등의 결합조직형성 파괴, 세포막 기능저해, DNA 변이촉진, 단백질 작용 변형, 세포내 신호전달 물질들의 변형 등을 유발하여 인간에게 피부주름 생성, 색소 침착 등을 유발시켜 피부노화를 야기 시키게 된다. 이러한 피부 손상을 방지하기 위하여 레티놀, 레티노이드, 비타민 C, 플라보노이드 및 토코페롤, 코엔자임 Q10 등의 여러 가지 피부 보호 성분이 함유된 화장품 또는 피부 보호제가 개발되고 있다.

[0004] 특히 태양광의 자외선 (ultraviolet rays; UV)은 잘 알려진 노화 원인의 하나로 장시간 자외선에 노출된 피부는 각질층이 두꺼워지고 피부의 주요 구성요소인 콜라겐과 엘라스틴이 변성되어 피부의 탄력성을 잃어가게 된다. 콜라겐과 엘라스틴은 여러 가지 요인에 의해서 조절되는데, 콜라게나아제 (collagenase)와 엘라스타아제 (elastase) 같은 메탈로프로테아제 (matrix metallo protease)의 발현으로 인하여 생성된 콜라겐과 엘라스틴이 분해되어 결과적으로 피부 내의 콜라겐 함량이 줄어드는 현상이 나타나게 된다. 이러한 탄력감소의 원인이 되는 콜라겐 및 엘라스틴의 감소를 억제하려는 목적으로 여러 가지 물질들이 개발되어 사용되고 있는데, 그 중 레티놀과 레티노익산 등이 탄력개선 효과를 나타내고 레구미노사 종자 (Leguminosae Seeds)에서 얻어진 단백질 분획도 탄력증대 효과를 나타내는데 응용되고 있다. 그러나 이들 레티노이드들은 극소량만을 피부에 적용해도 피부 자극 및 알러지에 민감하다는 단점이 있다.

[0005] 최근에는 독성이 상대적으로 적고 자연친화적인化妆품을 개발하기 위해 천연물을 이용 추출공정과 발효기술을 통해 미백, 항노화, 항주름, 항산화, 하염과 같은 생리 활성 물질을 탐색한 후, 이들을 화장품 소재로서 사용하고 있다.

[0006] 우리나라에 주로 자생하고 있는 대나무 종류 중에서 가장 대표적인 죽종은 왕대 (*Phyllostachys bambusoides*) 및 숨대 (*Phyllostachys nigra* var. *Enonis* Stapf.)이다. 대나무 잎과 줄기에는 플라본 글리코사이드, 페놀산, 쿠마린 락톤류, 안트라퀴논, 아미노산 등의 활성 성분이 다량으로 함유되어 있어 항산화 및 항균 활성이 높은 것으로 알려져 있다. 지금까지 대나무 추출물에 대한 연구는 주로 잎에 관한 연구가 대부분으로 국내산 왕대, 숨대, 맹종죽 및 조릿대 추출물의 항산화, 항비만, 대사증후군 억제효과에 관한 연구가 진행되었다.

[0007] 한편, 피부, 머리카락, 손톱, 콜라겐을 형성하는 필수 무기성분인 실리카는 대나무 줄기에 다량 함유되어 있다. 실리카는 화장품의 구성 성분 중 주로 백색 안료로서, 피부의 발림성 및 부착성을 높여 화장품의 커버력을 유지시키는 분체 (powder)로 사용되고 있다.

[0008] 이에 본 발명자들은 생체에 부작용이 없으면서 피부주름 개선 효과가 우수한 천연물질을 찾고자 모색하던 중, 대나무 유래 실리콘에 주목하여 이의 약리학적 효과를 실험한 결과, 왕대 또는 숨대로부터 추출된 실리콘이 콜라게나아제 및 엘라스타아제와 같은 효소를 억제시킴으로써 주름개선 효과를 가지는 것으로 나타났으며, 특히, 대나무 유래 실리콘에 알긴산나트륨을 함께 사용하는 경우 레티놀과 유사한 수준의 주름개선 효과를 보일 뿐 아니라, 피부 안전성도 높은 것으로 나타났다. 따라서, 대나무 유래 실리콘이 화장품 소재로서의 충분한 가치가 있음을 확인함으로써 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제10-2011-0132209

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 따라서 본 발명의 목적은 피부에 안정하면서도 피부주름 개선 기능성을 가지는 화장품 조성물을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기와 같은 본 발명의 목적을 달성하기 위해서, 본 발명은 대나무 유래 실리카를 유효성분으로 포함하는 주름 개선용 화장료 조성물을 제공한다.

[0012] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 대나무는 왕대 또는 솜대일 수 있다.

[0013] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 조성물은 알긴산나트륨을 더 포함할 수 있다.

[0014] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 대나무 유래 실리카는 (a) 건조된 왕대 줄기 또는 솜대 줄기를 분쇄한 후 800 내지 950℃에서 연소시키는 단계; (b) 상기 연소물에 염산을 처리하여 세척한 후 여과시키는 단계; (c) 상기 여과 과정을 통해 수득한 여과물을 중화시킨 후 수산화나트륨을 처리하여 액상실리카를 추출하는 단계; (d) 상기 액상실리카를 원심분리하고 상등액을 수거한 후 황산을 처리하여 pH 2.5로 맞추는 단계; (e) 상기 (d) 단계를 거쳐 얻어진 수득물을 원심분리하여 침전물을 수득한 후 증류수로 세척하는 단계; 및 (f) 상기 (e) 단계를 거쳐 얻어진 수득물을 건조시킨 후 400 내지 500℃에서 하소(calcination)시키는 단계를 포함하는 과정을 통해 제조될 수 있다.

[0015] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 화장료 조성물은 유연 화장수, 젤, 수용성 리퀴드, 밀크로션, 영양크림, 마사지 크림, 에센스, 수중유 형 에멀전, 유중수 형 에멀전, 페이스크림 무수 생성물, 고체 무수 생성물, 소구체를 사용한 수성 상에서의 오일 분산물, 이온성 지질 소포체, 비이온성 지질 소포체, 연고, 클렌징 폼, 클렌징 워터, 팩, 보디오일, 수중유 형 메이크업베이스, 유중수 형 메이크업베이스, 파운데이션, 스킨커버, 립스틱, 립 그로스, 페이스파우더, 투웨이케익, 아이섀도우, 마스카라, 치크칼라 및 아이브로우펜슬류로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종의 제형일 수 있다.

발명의 효과

[0016] 본 발명의 대나무 유래 실리콘은 천연물 유래의 소재로서 피부에 안정하면서도 콜라게나아제 및 엘라스타아제와 같은 효소의 억제 활성을 통해 주름개선 효과나타낼 수 있으므로, 이를 유효성분으로 포함하는 본 발명의 조성물은 피부주름 개선을 위한 기능성 화장료 조성물로서 유용하게 사용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 국내 대나무로부터 실리카 추출 과정을 도식화한 것이다.

도 2는 대조군(상용 대나무 실리카), 왕대 줄기에서 추출한 실리카(PBS), 솜대 줄기에서 추출한 실리카(PNS)의 XRD 패턴을 나타낸 것이다.

도 3은 대조군(상용 대나무 실리카), 왕대 줄기에서 추출한 실리카(PBS), 솜대 줄기에서 추출한 실리카(PNS)의 FT-IR 스펙트럼을 나타낸 것이다.

도 4는 대조군(상용 대나무 실리카), 왕대 줄기에서 추출한 실리카(PBS), 솜대 줄기에서 추출한 실리카(PNS)의 SEM 및 EDX 분석 결과를 나타낸 것이다. (a,b) SEM and (c) EDX (c) of commercial bamboo silica ; (d, e) SEM and (f) EDX of PNS; (g, h) SEM and (i) EDX of PBS

도 5a는 왕대 줄기에서 추출한 실리카(PBS) 및 솜대 줄기에서 추출한 실리카(PNS)의 콜라게나아제 억제 활성을 측정하여 그래프로 나타낸 것이다.

도 5b는 왕대 줄기에서 추출한 실리카(PBS) 및 솜대 줄기에서 추출한 실리카(PNS)의 엘라스타아제 억제 활성을 측정하여 그래프로 나타낸 것이다.

도 6a는 솜대 줄기에서 추출한 실리카(PNS)의 농도별(25, 50, 100 μ g/mL) 세포독성을 측정한 결과이다.

도 6b는 왕대 줄기에서 추출한 실리카(PBS)의 농도별(25, 50, 100 μ g/mL) 세포독성을 측정한 결과이다.

도 7a는 본 발명의 대나무 유래 실리카에 피부보호 효과가 알려진 소재 병용 처리에 따른 콜라게나아제 억제 활성을 측정하여 그래프로 나타낸 것이다.

도 7b는 본 발명의 대나무 유래 실리카에 피부보호 효과가 알려진 소재 병용 처리에 따른 엘라스타아제 억제 활성을 측정하여 그래프로 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0018] 본 발명은 대나무 유래 실리카를 유효성분으로 포함하는 피부주름 개선을 위한 기능성 화장료 조성물을 제공함

에 그 특징이 있다.

- [0019] 본 발명에서 상기 대나무는 왕대(*Phyllostachys bambusoides*) 또는 숨대(*Phyllostachys nigra* vqr. *Enonis Stapf.*)일 수 있다.
- [0020] 본 발명의 조성물은 유효성분으로 대나무 유래 실리카 이외에 알긴산나트륨을 더 포함할 수 있다.
- [0021] 본 발명자는 상기와 왕대 또는 숨대로부터 추출된 실리카의 콜라게나아제 및 엘라스타아제와 같은 효소 억제 활성을 가지며(실시예 3 참조), 왕대 또는 숨대로부터 추출된 실리카에 알긴산나트륨을 함께 사용하는 경우 콜라게나아제 및 엘라스타아제의 억제 활성이 레티놀 수준으로 두드러지게 높아지며(실시예 5 참조), 이러한 소재를 포함하여 제조한 화장품 조성물을 인체에 적용하는 경우 피부주름 개선 효과(실시예 7 참조), 및 아토피성 피부 질환을 갖는 사람에게 적용하는 경우에도 피부 안전성이 매우 우수함(실시예 8 참조)을 실험을 통해 입증하였다.
- [0022] 본 발명에 따른 ‘대나무 유래 실리카’는 당업계에 공지된 추출 및 분리하는 방법을 사용하여 천연 대나무로부터 추출 및 분리하여 수득한 것을 사용할 수 있으며, 본 발명에서 정의된 대나무 유래 실리카는 적절한 추출공정을 통해 대나무의 잎, 줄기 등으로부터 추출하여 얻은 것을 의미한다.
- [0023] 본 발명의 일 구체예에서, 본 발명의 대나무 유래 실리카는 (a) 건조된 왕대 줄기 또는 숨대 줄기를 분쇄한 후 800 내지 950℃에서 연소시키는 단계; (b) 상기 연소물에 염산을 처리하여 세척한 후 여과시키는 단계; (c) 상기 여과 과정을 통해 수득한 여과물을 중화시킨 후 수산화나트륨을 처리하여 액상실리카를 추출하는 단계; (d) 상기 액상실리카를 원심분리하고 상등액을 수거한 후 황산을 처리하여 pH 2.5로 맞추는 단계; (e) 상기 (d) 단계를 거쳐 얻어진 수득물을 원심분리하여 침전물을 수득한 후 증류수로 세척하는 단계; 및 (f) 상기 (e) 단계를 거쳐 얻어진 수득물을 건조시킨 후 400 내지 500℃에서 하소(calcination)시키는 단계를 포함하는 과정을 통해 제조될 수 있다.
- [0024] 본 발명의 조성물이 화장품 조성물로 제조되는 경우, 본 발명의 대나무 유래 실리카 뿐만 아니라, 화장품 조성물에 통상적으로 이용되는 성분들을 포함할 수 있으며, 예컨대 향산화제, 안정화제, 용해화제, 비타민, 안료 및 향료와 같은 통상적인 보조제, 그리고 담체를 포함할 수 있다.
- [0025] 또한, 본 발명의 조성물은 상술한 유효성분(대나무 유래 실리카) 이외에, 유효성분과 반응하여 피부보호 효과를 손상시키지 않는 한도에서 종래부터 사용되어오던 피부보호제를 혼합하여 사용할 수도 있다.
- [0026] 본 발명의 화장품 조성물을 첨가할 수 있는 제품으로는, 예를 들어, 수렴화장수, 유연화장수, 영양화장수, 각종 크림, 에센스, 팩, 파운데이션 등과 같은 화장품류와 클렌징, 세안제, 비누, 트리트먼트, 미용액 등이 있다.
- [0027] 본 발명의 화장품 조성물의 구체적인 제형으로서는 유연 화장수, 젤, 수용성 리퀴드, 밀크로션, 영양크림, 마사지 크림, 에센스, 수중유 형 에멀전, 유중수 형 에멀전, 페이스크림 무수 생성물, 고체 무수 생성물, 소구체를 사용한 수성 상에서의 오일 분산물, 이온성 지질 소포체, 비이온성 지질 소포체, 연고, 클렌징 폼, 클렌징 워터, 팩, 보디오일, 수중유 형 메이크업베이스, 유중수 형 메이크업베이스, 파운데이션, 스킨커버, 립스틱, 립그로스, 페이스파우더, 투웨이케익, 아이섀도우, 마스크라, 치크칼라 및 아이브로우펜슬류로 이루어진 군 중에서 선택되는 1종의 제형을 포함한다.
- [0028] 본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 본 발명의 유효성분(대나무 유래 실리카)의 함량은 조성물 총 중량에 대하여 0.0001-20중량%이며, 바람직하게는 0.5-20%이며, 보다 바람직하게는 1.0-20중량%이다. 상기 유효성분(대나무 유래 실리카)의 함량이 0.0001중량% 미만이면 주름개선 효과가 크게 감소되고, 20중량%를 초과하는 경우에는 피부 자극을 초래할 수 있으며, 제형상의 문제점이 발생할 수 있다.
- [0029] 한편, 본 발명에 따른 상기 화장품 조성물은 유효성분(대나무 유래 실리카)을 나노리포좀 내부에 함유시켜 안정화하여 제형화할 수도 있다. 상기 유효성분(대나무 유래 실리카)을 나노리포좀 내부에 함유시키면, 유효성분(대나무 유래 실리카)의 성분이 안정화되어 제형화시 침전형성, 변색, 변취 등의 문제점을 해결할 수 있으며, 성분의 용해도 및 경피흡수율을 높일 수 있어 상기 추출물로부터 기대되는 효능을 최대로 발현시킬 수 있다.
- [0030] 본 발명에서 나노리포좀은 통상적인 리포좀의 형태를 갖는 것으로서 평균 입자 지름이 10~500nm인 리포좀을 의미한다. 본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 나노리포좀의 평균 입자 지름은 50~300nm이다. 나노리포좀의 평균 입자 지름이 300nm를 초과하는 경우에는 본 발명에서 달성하고자 하는 기술적 효과 중 피부침투의 개선 및 제형 안정성의 개선이 매우 미약하다.

- [0031] 본 발명에 따라 상기 유효성분(대나무 유래 실리카)을 안정화하는데 사용되는 나노리포좀은 폴리올, 유성성분, 계면활성제, 인지질, 지방산 및 물을 포함하는 혼합물에 의해 제조될 수 있다.
- [0032] 본 발명의 나노리포좀에 이용되는 폴리올은 특히 제한되지 않으며, 바람직하게는 프로필렌글리콜, 디프로필렌글리콜, 1,3-부틸렌글리콜, 글리세린, 메틸프로판디올, 이소프로필렌글리콜, 펜틸렌글리콜, 에리스리톨, 자일리톨, 솔비톨 및 이의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상이다. 그 사용량은 나노리포좀 총 중량에 대하여 10~80중량%, 바람직하게는 30~70중량%이다.
- [0033] 본 발명의 나노리포좀의 제조에 이용되는 유성(oil) 성분은 당업계에 공지된 다양한 오일이 이용될 수 있으며, 바람직하게는 헥사데칸 및 파라핀 오일과 같은 하이드로카본계 오일, 에스테르계의 합성오일, 디메치콘 및 사이크로메치콘계와 같은 실리콘 오일, 해바라기유, 옥수수유, 대두유, 아보카도유, 참깨유 및 어유와 같은 동식물성 오일, 에톡시레이티드 알킬에테르계오일, 프로폭시레이티드 알킬에테르계오일, 피토스핑고신, 스펡고신 및 스펡가닌과 같은 스펡고노이드 지질, 세레브로사이드 콜레스테롤, 시토스테롤 콜레스테릴설페이트, 시토스테릴설페이트, C_{10-40} 지방알콜 및 이의 혼합물이다. 그 사용량은 나노리포좀 총 중량에 대하여 1.0~30.0중량%일 수 있으며, 바람직하게는 3.0~20.0중량%이다.
- [0034] 본 발명의 나노리포좀의 제조에 이용되는 계면활성제는 당업계에 공지된 어떠한 것도 사용할 수 있다. 예를 들어, 음이온성 계면활성제, 양이온성 계면활성제, 양성 계면활성제 및 비이온성 계면활성제가 사용될 수 있다. 바람직하게는 음이온성 계면활성제 및 비이온성 계면활성제이다. 음이온성 계면활성제의 구체적인 예는 알킬아실글루타메이트, 알킬포스페이트, 알킬락틸레이트, 디알킬포스페이트 및 트리알킬포스페이트를 포함한다. 비이온성 계면활성제의 구체적인 예는 알콕시레이티드 알킬에테르, 알콕시레이티드 알킬에스테르, 알킬폴리글리코사이드, 폴리글리세릴에스테르 및 슈가에스테르를 포함한다. 특히 바람직한 계면활성제는 비이온성 계면활성제에 속하는 폴리솔베이트류이다. 그 사용량은 나노리포좀 총 중량에 대하여 0.1~10중량%일 수 있으며, 바람직하게는 0.5~5.0중량%이다.
- [0035] 본 발명의 나노리포좀의 제조에 이용되는 또 다른 성분인 인지질은 양쪽친화성 지질이 이용되며, 천연 인지질(예를 들어, 난황 레시틴 또는 대두 레시틴, 스펡고마이엘린) 및 합성 인지질(예를 들어, 디팔미토일포스파티딜콜린 또는 수첨 레시틴)을 포함하며, 바람직하게는 레시틴이다. 특히, 대두 또는 난황에서 추출한 천연 유래의 불포화 레시틴 또는 포화 레시틴이 바람직하다. 통상적으로 천연 유래의 레시틴은 포스파티딜콜린의 양이 23~95%, 그리고 포스파티딜에탄올아민의 양이 20% 이하이다. 본 발명의 나노리포좀의 제조에 있어서, 인지질의 사용량은 나노리포좀 총 중량에 대하여 0.5~20.0중량%이며, 바람직하게는 2.0~8.0중량%이다.
- [0036] 본 발명의 나노리포좀 제조에 이용되는 지방산은 고급 지방산으로서, 바람직하게는 C_{12-22} 알킬 체인의 포화 또는 불포화 지방산으로서, 예컨대, 라우린산, 미리스트산, 팔미트산, 스테아린산, 올레산 및 리놀레산을 포함한다. 그 사용량은 나노리포좀 총 중량에 대하여 0.05~3.0중량%일 수 있으며, 바람직하게는 0.1~1.0중량%이다.
- [0037] 본 발명의 나노리포좀의 제조에 이용되는 물은 일반적으로 탈이온화된 증류수이며, 그 사용량은 나노리포좀 총 중량에 대하여 5.0~40중량%일 수 있다.
- [0038] 나노리포좀의 제조는 당업계에 공지된 다양한 방법을 통해 이루어질 수 있으나, 가장 바람직하게는 상기 성분들을 포함하는 혼합물을 고압 호모게나이저에 적용하여 제조된다. 고압 호모게나이저에 의한 나노리포좀의 제조는 소망하는 입자 크기에 따라 다양한 조건(예: 압력, 횟수 등)으로 실시할 수 있으며, 바람직하게는 600~1200bar의 압력 하에서 1~5회 고압 호모게나이저를 통과하도록 하여 나노리포좀을 제조할 수 있다.
- [0039] 본 발명에 따른 피부주름 개선 화장료 조성물은 상기 유효성분(대나무 유래 실리카)을 나노리포좀 총 중량 기준으로 0.1~20.0중량%로 함유할 수 있다.
- [0041] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0043] <실시예>

- [0045] **통계처리**
- [0046] 모든 결과 값은 세 번 반복실험 후 통계처리 하였으며, 실험에 의해 얻어진 값들의 평균±표준편차로 나타내었다. 대조군과 실험군 사이의 통계학적 유의성 검증은 SPSS 23 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA)를 이용하여 t-Test를 실시하였으며, $p < 0.05$ 이하 경우 유의하다고 판정하였다.
- [0048] **<실시예 1>**
- [0049] **본 발명에 따른 대나무 줄기 유래 실리카 제조**
- [0051] **<1-1> 대나무 및 대조군 시약**
- [0052] 본 발명에서는 전라남도 담양군 담양읍에서 2016년 4~6월경에 채취한 왕대 (*Phyllostachys bambusoides*) 및 숭대 (*Phyllostachys nigra* var. *Enonis* Stapf.) 줄기를 자연 건조하여 사용하였다. 대조군으로 사용한 실리카는 중국산 대나무에서 유래된 순도 70%의 상업용 대나무 실리카 (commercial bamboo silica)를 사용하였다 (Bamboo leaf organic silicon, Shaanxi Ciyuan Biotech Co., Ltd., China).
- [0054] **<1-2> 대나무 줄기로부터 실리카 추출**
- [0055] 건조된 왕대와 숭대 줄기를 분쇄한 후 전기로 (FUW232PA, ADVANTEC, Japan)를 이용하여 900℃에서 7시간 동안 연소하였다. 연소된 왕대 및 숭대 줄기 각각 5 g을 무기 산화물을 제거하기 위하여 6 N HCl을 사용하여 70℃에서 1.5 시간 동안 교반하여 여과하고 pH 7.0 이 되도록 세척 후 필터링하였다. 고체 여과물을 중화시킨 후 2.5 N NaOH로 80℃에서 2시간 동안 교반하여 액상의 조실리카(Na_2SiO_3)를 추출하였다. 이 액체를 3,000 rpm에서 10 분동안 원심분리하여 상등액을 수거한 후 6 N H_2SO_4 를 사용하여 pH 2.5로 맞추면 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 와 Na_2SO_4 가 생성된다. 이를 원심분리하여 침전물을 증류수로 세척하면 Na_2SO_4 는 용해되고 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 는 침전된다. 침전된 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 를 60℃에서 36시간 동안 건조시킨 후 450℃에서 2시간 동안 하소(calcination)시켜 H_2O 를 제거하고 최종적으로 실리카를 수거하였다. 도 1에서는 전체적인 추출공정을 나타내었다.
- [0056] 하기에서는 왕대 줄기에서 추출한 실리카는 간략하게 ‘PBS (P. bambusoides silica)’ 로 명명하였으며, 숭대 줄기에서 추출한 실리카는 ‘PNS (P. nigra var. Enonis Stapf. silica)’ 로 명명하였다.
- [0058] **<1-3> 대나무 유래 실리카의 추출 수율**
- [0059] 본 발명에 따른 대나무 유래 실리카의 추출 수율은 건조된 대나무 줄기를 분쇄하여 전기로에 연소한 후 재(ash)의 무게를 기준으로 계산하였다.
- [0060] PBS와 PNS의 추출 수율은 각 32.54%, 30.81% 였다.
- [0062] **<실시예 2>**
- [0063] **본 발명에 따른 대나무 유래 실리카의 구조분석**
- [0065] **<2-1> XRD 분석**
- [0066] 본 실험에서는 XRD를 사용하여 PBS, PNS의 결정구조를 분석하였으며, 결정구조는 다기능 X-선 회절분석기 (X'Pert PRO MPD, PANalytical, Nederland)를 사용하여 분석하였다. 분석조건은 40 Kv/30 mA, $10^\circ \sim 60^\circ$ 2 θ 구간에서 주사간격 0.02°, 주사시간 1 s로 설정하였다.
- [0067] 그 결과 도 2에서 나타난 바와 같이, 본 발명의 대나무 유래 실리카인 PBS, PNS에서 2 θ 가 22° 일 때 광범위한 피크(peak)가 관찰되었는데 이는 추출된 실리카가 비정질 구조인 것을 의미하는 것이다.

[0069] <2-2> FT-IR 분석

[0070] 본 실험에서는 PBS, PNS의 작용기와 순도를 분석하기 위해 Fourier transform infrared (IRAffinity-1S FT-IR, SHIMADZU, Japan)를 이용하여, 4000-400 cm^{-1} 범위의 파장에서 4 cm^{-1} 의 분해능으로 스펙트럼을 기록하였다. FT-IR의 흡수 스펙트럼으로 실리카의 작용기와 순도를 측정할 수 있다.

[0071] 그 결과 도 3에서 나타낸 바와 같이, 대조군(상용 대나무 실리카), PBS, PNS 모두 약 1060, 802, 472 cm^{-1} 에서 피크를 보였다. 이중에서 1060 cm^{-1} 의 강하고 광범위한 피크는 Si-O-Si의 asymmetric stretching vibration을 의미하는데, 이는 Si와 O 원자의 결합 구조 배열이 입자크기(particle size)가 더 작아지도록 변화했기 때문이다. 그리고 802 cm^{-1} 의 sharp한 피크는 Si-O bending vibration을 의미하며 472 cm^{-1} 의 피크는 Si-O-Si bending vibration을 의미한다. 한편 실리카의 추출과정에서 완벽한 정제과정이 이루어지지 않으면 OH의 작용기를 가지는 silanol이 남아있거나, H_2O 가 존재하여 3200-3600 cm^{-1} 에서 광범위한 피크를 갖게된다. PNS, PBS의 FT-IR 측정결과 3200-3600 cm^{-1} 에서 피크가 존재하지 않아 추출된 실리카의 순도가 높은 것으로 판단된다.

[0073] <2-3> FE-SEM EDS 분석

[0074] FE-SEM는 전자빔을 표면에 집중하여 표면에서 발생된 이차전자를 수집하여 그 신호를 형상화 시키는 현미경으로 EDS가 부착되어 있어 표면성분에 대한 연구를 수행할 수 있다. 본 실험에서는 PBS, PNS의 표면과 조성을 분석하기 위하여 분석하기 위하여 주사전자현미경 (S-4800, Hitachi, Japan) 및 에너지분산분석기 (Energy dispersive x-ray spectroscopy, Oxford, England)을 이용하여 관찰하였다.

[0075] 그 결과 도 4에서 나타낸 바와 같이, 대조군(상용 대나무 실리카), PBS, PNS의 입자는 모두 구형이었고 그 크기는 각각 $80.17 \pm 45.38 \mu\text{m}$, $53.94 \pm 30.22 \mu\text{m}$, $70.77 \pm 48.92 \mu\text{m}$ 였다. 이 입자들은 응집성을 가지는 것을 확인하였다. EDX 분석 결과 시중에서 판매되고 있는 대조군(상용 대나무 실리카)은 C, O, Si로 구성되어 있으며 O 함량은 55.85 wt%, Si 함량은 36.91 wt%이었다. 반면에, 본 발명의 대나무 유래 실리카 PBS는 C, O, Si, S로 구성되어 있고 O 함량은 49.041 wt%, Si 함량은 40.58 wt%로 확인되었다. 또한, PNS는 O, Si로만 구성되어 있으며 O 함량은 52.55 wt%, Si 함량은 47.45 wt%로서 순도가 가장 높게 분석되었다.

[0077] <실시예 3>

[0078] 본 발명에 따른 대나무 유래 실리카의 주름개선 효과

[0079] 본 실험에서는 상기 실시예 1을 통해 준비한 대나무 유래 실리카 PBS, PNS의 주름개선 효과를 살펴보기 위하여, 콜라게나아제 및 엘라스타아제 저해 활성을 측정하였다. 참고로, 주름개선 효과는 콜라겐을 분해하는 콜라게나아제, 젤라틴을 분해하는 젤라티나아제의 작용, 탄력섬유를 분해하는 엘라스타아제의 작용을 기본으로 한다. 콜라겐은 피부의 섬유아세포(fibroblast)에서 합성되며, 피부의 기계적 견고성, 결합조직의 저항력과 조직의 결합력, 세포 접착의 지탱, 세포 분할과 분화의 유도 등의 기능이 알려져있다.

[0080] 콜라게나아제 저해활성은 0.1 M Tris-HCl buffer (pH 7.5)에 실리카를 넣은 후 5분 동안 초음파 처리하여 준비한 시료용액으로 실험하였고, 엘라스타아제 저해활성은 50 mM Tris-HCl buffer (pH 8.6)에 실리카를 넣은 후 5분 동안 초음파처리하여 준비한 시료용액으로 실험하였다.

[0082] <3-1> 콜라게나아제 저해 활성

[0083] 본 발명의 대나무 유래 실리카인 PBS, PNS의 피부 주름 억제 효과를 확인하기 위해 콜라게나아제 저해 활성을 측정하였다.

[0084] 콜라게나아제 저해활성은 0.1 M Tris-HCl buffer (pH 7.5)에 4 mM CaCl_2 를 첨가하여, 4-phenylazobenzoyloxycarbonyl-Pro-Leu-Gly-Pro-DArg(0.3 mg/ml)를 녹인 기질액 0.5 mL 및 시료용액 0.2 mL(농

도: 25 ug/mL~500 ug/mL)의 혼합액에 200 units/mL의 농도로 제조한 콜라게나아제 타입 I 효소 (C0130, Sigma, USA) 용액 0.3 mL를 첨가하여 실온에서 20 분간 방치한 후 5% 시트르산 0.5 mL을 넣어 반응을 정지 시킨 뒤, 에틸 아세테이트 1 mL을 첨가하여 320 nm 에서 흡광도를 측정하였다. 콜라게나아제 저해활성은 시료 용액의 첨가구와 무첨가구의 흡광도 감소율로 나타내었다.

$$\text{Collagenase inhibition rate (\%)} = \frac{\text{absorbance of control} - \text{absorbance of sample}}{\text{absorbance of control}} \times 100$$

그 결과 도 5a에서 나타낸 바와 같이, PBS의 콜라게나아제 저해활성은 IC₅₀ 값이 292.60 μg/mL 확인되었으며, PNS의 IC₅₀ 값은 174.14 μg/mL 이었다. 한편 양성대조군으로 사용한 토코페롤의 IC₅₀ 값은 63.70 μg/mL로 측정되었다.

<3-2> 엘라스타아제 저해 활성

본 발명의 대나무 유래 실리카인 PBS, PNS의 피부 주름 억제 효과를 확인하기 위해 엘라스타아제 저해 활성을 측정하였다.

Kwak 등(Kwak, Y. J., D. H. Lee, N. M. Kim, and J. S. Lee (2005) Screening and extraction condition of anti-skin aging elastase inhibitor from medicinal plants. Korean soc. Med. Crop. Sci. 13: 213-216.)의 방법을 변형하여 실험하였으며, 기질로서 N-succinyl-(L-Ala)3-p-nitroanilide를 사용하여 37℃에서 30분간 p-nitroanilide의 생성량을 측정하였다. 각 시험용액을 100 μg/mL씩 시험관에 취하고 pancreatic solution (Type I: from porcine pancreas 유래, 0.6 unit/mL, Sigma Aldrich, USA)용액 50 μg/mL을 가한 후 기질로 50 mM Tris-HCl buffer (pH 8.6)에 녹인 N-succinyl-(L-Ala)3-p-nitroanilide(1mg/mL)을 100 μg/mL을 첨가하여 30분간 반응시키고 microplate reader를 이용하여 410 nm에서 흡광도를 측정하였다. 엘라스타아제 저해활성은 시료용액의 첨가구와 무첨가구의 흡광도 감소율로 나타내었다.

$$\text{Elastase inhibition rate (\%)} = \frac{\text{absorbance of control} - \text{absorbance of sample}}{\text{absorbance of control}} \times 100$$

그 결과 도 5b에서 나타낸 바와 같이, PBS의 엘라스타아제 저해활성은 IC₅₀ 값이 377.03 μg/mL 으로 확인되었고 PNS의 IC₅₀ 값은 179.46 μg/mL이었다. 한편, 양성대조군으로 사용한 토코페롤의 IC₅₀ 값은 89.44 μg/mL로 측정되었다.

상기와 같은 결과를 통해, 본 발명의 대나무 줄기유래 실리카는 매우 높은 콜라게나아제 저해활성 및 엘라스타아제 저해활성이 있음을 알 수 있었다.

<실시예 4>

본 발명에 따른 대나무 유래 실리카의 세포독성

B16F10 세포주는 한국 세포주은행에서 분양받았으며, 10% fetal bovine serum (FBS, Gibco BRL, USA), 0.2 % sodium bicarbonate를 첨가한 Dulbecco's modified Eagle's medium (DMEM; Sigma, USA)를 배지로 사용하였고, 37℃ 온도에서 4% CO₂, 37℃ 상태로 배양하였으며, 세포가 바닥 면적의 90% 정도까지 자란 상태에서 계대배양하여 실험을 진행하였다.

B16F10 세포 현탁액(cell suspension)을 6 웰(well)에 1×10⁵ cells/well 농도로 200 μL씩 분주하여 배양기에서 24시간 동안 안정화를 시킨 후 시료를 농도별(25 μg/mL, 50 μg/mL, 100 μg/mL) 처리한 후 24시간 동안 배양하였다. 2.5 mg/mL MTT (3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide) 용액을 웰(well

1)당 100 μ L씩 넣어 1시간 동안 배양기에 방치한다. 이후 상등액을 제거하고 DMSO를 웰(well)당 200 μ L씩 가하고 1분간 흔들어(shaking) 포르마잔을 완전히 용해시킨 후 ELISA Bio-Tek instrument Inc. (Winooski, VT, USA)을 사용하여 540 nm에서 흡광도를 측정하였다. 본 실험에 사용한 MTT, DMSO는 Sigma-Aldrich (USA)사에서 구입하였다.

[0102] 그 결과 도 6에서 나타낸 바와 같이, 실험한 농도 전체에서 24 시간이 지난 후 세포독성은 나타나지 않았다. 참고로, 이와 같은 결과는 기존의 연구에서 간암 세포주(HepG2)에 실리카를 처리했을 때, 200 μ g/mL 이하의 농도에서 세포독성을 나타내지 않았던 연구 결과와 유사하다. 추후 실험시간을 각각 달리하거나 피부에 관련된 다양한 세포에서의 생존성도 조사할 필요가 있다고 판단된다.

[0103] 한편, 대한화장품 산업연구원에서 제시한 화장품 성분 중에서 생리 활성 성분의 기준은 5%~8% 미만이며, 본 연구에서 실험한 실리카의 농도 기준으로 환산해 보았을 때, 0.01% 이므로 화장품 소재 적용 시 매우 안전하다고 판단된다.

[0105] <실시에 5>

[0106] 본 발명의 대나무 유래 실리카에 피부보호 효과가 알려진 소재 병용 처리에 따른 주름개선 효과

[0107] 본 실험에서는 PNS 이외에 추가적으로 피부보호 효과가 알려진 소재를 병용 처리하는 경우 주름개선 효과를 증진시킬 수 있는지 여부를 조사하였다. 피부보호 효과가 알려진 소재로 푸코잔틴(BioOne Co. Ltd., Gangneung-si, Gangwon-do, 대한민국), 키토산(주 삼성키토피아), 알긴산나트륨(현대화성, 대한민국) 또는 아스코르브산을 사용하였다.

[0108] 주름개선 효과는 상기 실시예 3에서 진행한 실험과정과 동일한 방식으로 진행하였다.

[0109] 그 결과 도 7에서 나타낸 바와 같이, PNS와 병용 처리되는 소재 중 알긴산의 경우 콜라게나아제 및 엘라스타아제 저해 활성이 두드러지게 우수하게 나타나는 것을 확인하였다. 즉, 피부보호 효과가 있는 푸코잔틴, 키토산, 아스코르브산 각각을 PNS와 병용 처리하였을 때 주름개선 시너지 효과가 미비한 것으로 나타났으나, 알긴산의 경우 주름개선 시너지 효과가 현저하게 높아지는 것으로 나타났다.

[0110] 자세하게는, PNS과 알긴산을 병용 처리한 경우 콜라게나아제 저해활성은 IC_{50} 값이 49.02 μ g/mL 확인되었으며, 엘라스타아제 저해활성은 IC_{50} 값이 53.77 μ g/mL로 나타났다. 이와 관련, 양성대조군으로 사용한 토코페롤의 경우 IC_{50} 값이 63.70 μ g/mL 및 엘라스타아제 저해활성 IC_{50} 값은 89.44 μ g/mL 라는 점에서, 양성대조군 보다 월등히 우수한 저해활성을 보이고 있으며, 이러한 수치는 우수한 주름개선 소재로 널리 사용되어지는 레티놀과 유사한 수준인 것으로 확인되었다.

[0112] 상기와 같은 결과를 통해, 본 발명의 대나무 유래 실리카는 알긴산과의 조합을 통해 주름개선 효능을 효과적으로 증진시킬 수 있음을 알 수 있었다. 이러한 효과의 상승을 통해 주름개선 소재로 널리 알려진 레티놀을 대체할 수 있을 것으로 기대된다.

[0114] <실시에 6>

[0115] 본 발명의 대나무 유래 실리카를 포함하는 화장료 조성물 제조

[0116] 상기 실시예 1을 통해 제조된 본 발명의 대나무 유래 실리카(PBS, PNS)를 포함하는 에센스 화장료 조성물을 하기 표 1의 구성 및 함량으로 제조하였다.

[0117] 점도가 있는 수상형의 에센스 제형을 제조함에 있어서 상기 실시예 1을 통해 제조된 본 발명의 대나무 유래 실리카 함량을 3%로 사용하고, 알긴산나트륨을 2%로 사용하여 화장료 조성물을 제조하였다. 한편, 대조군은 대나무 유래 실리카 대신 레티놀을 첨가하여 제조하였다.

[0119]

에센스 화장료 조성물의 성분 및 함량

성분명	제조예 (% W/V)		
	제조예 1	제조예 2	비교예
PBS	3	-	-
PNS	-	3	-
알긴산나트륨	2	2	-
레티놀	-	-	1
글리세린	3	3	3
1,3 부틸렌글라이콜	3	3	3
1,2-헥산디올	2	2	2
폴루란	0.1	0.1	0.1
폴리글루타믹에씨드	0.03	0.03	0.03
알란토인	0.1	0.1	0.1
알지닌	0.15	0.15	0.15
디포타슘글리시리제이트	0.1	0.1	0.1
카보머	0.05	0.05	0.05
하이드록시에틸셀룰로오스	0.1	0.1	0.1
스클레로튬검	0.2	0.2	0.2
소듐하이알루로네이트	0.1	0.1	0.1
폴리소르베이트80	0.32	0.32	0.32
향료	0.05	0.05	0.05
정제수	잔량	잔량	잔량
합계	100.00	100.00	100.00

[0121]

<실시예 7>

[0122]

화장료 조성물의 피부주름 개선 효과

[0123]

건강한 한국 여성 15명을 대상으로 측정하였다. 33세 ~ 51세의 안면주름이 있는 시험대상자에 대하여, 안면 좌 부에는 제조예를, 우부에는 비교예를 2개월간 사용하도록 하였다. 조성물 사용 이전의 안면 양쪽부의 피부 상태를 측정해 놓은 후, 사용 2개월 후 동일 부위를 재측정하여 피부 주름의 변화를 측정하였다. 피부 측정은 22℃, 상대습도 40%의 항온 항습실에서 하였으며, 눈꼬리 부위의 주름을 레플리카(replica)로 떼서 피부 비지오미터 (Skin Visiometer SV600, 독일연방공화국)로 피부주름을 측정하였다. 피부주름의 변화량은 하기 수학적식에 따라 계산하였다.

[0124]

$$\text{변화량 } (\Delta\%) = \{(Tdi - Tdo) / Tdo\} \times 100$$

[0125]

Tdi: D60에서의 측정부위 값

[0126]

Tdo: D0에서의 측정부위 값

[0128]

그 결과, 제조예 2를 사용한 부위의 피부주름은 $12.9 \pm 1.4\%$ (평균 $\pm$ 표준편차)의 감소치를 나타냈으며, 비교예를 사용한 부위의 피부 주름은 $12.7 \pm 2.4\%$ 의 감소치를 보여, 본 발명의 대나무 유래 실리카(PBS, PNS)를 포함하는 화장료 조성물은 우수한 피부주름 개선 효과를 나타내었다. 종래 피부주름 개선에 효과적인 레티놀과 유사한 수준으로 나타났다.

[0130]

<실시예 8>

[0131]

화장료 조성물의 피부 안전성 평가

[0132]

본 실험에서는 상기 실시예 1을 통해 제조된 각각의 추출물의 피부 자극정도(홍반)를 평가하였다.

[0134] <8-1> 정상피부의 피부 자극성 실험

[0135] 피검자는 20~30세의 시험 부위에 피부 질환이 없는 사람(건선, 습진, 기타 피부병변 보유자나 임신, 수유부 또는 피임제, 항히스타민제 등을 복용하고 있는 사람은 본 시험에서 제외함)으로 선정하였다. 제조예 및 비교예별 15명씩 하나의 그룹을 만들어 피부 자극성 실험을 실시하였다. 철폐부위인 상박부를 70% 에탄올로 닦아내고 건조시킨 후, 상기 실시예 6을 통해 제조된 화장료 조성물 샘플을 각 0.1g씩 가하여 인체 상박부에 24시간 철폐하고, 철폐 제거 후 1시간 이내에 피부 반응을 검사하고, 다음날(48시간 후) 다시 검사하였다. 피부반응 판정은 하기 검사기준에 의해 판정하였다. 피부 철폐 시험 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

[0137] 피부자극 평가 1

추출물	시험자수 (명)	판정결과				
		-	±	+	++	+++
제조예 1	15	15	0	0	0	0
제조예 2	15	15	0	0	0	0
비교예	15	14	1	0	0	0
- 반응 없음 ± 미약한 양성 반응 (홍반) + 양성 반응 (홍반) ++ 강한 양성 반응 (홍반, 부종) +++ 심한 양성 반응 (홍반, 부종, 수포)						

[0139] 피부 질환이 없는 사람을 대상으로 한 피부 자극 평가에서는 레티놀을 사용한 비교예를 제외하고는 피부 자극이 없는 것으로 나타났으며, 비교예의 경우 1명을 제외하고는 피부 자극이 없는 것으로 나타났다.

[0141] <8-2> 아토피 피부염에 대한 자극성 확인 실험

[0142] 본 실험에서는 아토피성 피부염 증상을 나타내는 20~30세 성인 총 30명을 대상으로 상기 실시예 6을 통해 제조된 화장료 조성물의 피부 자극성을 확인하였다. 제조예 및 비교예별 10명씩 하나의 그룹을 만들어 피부 자극성 실험을 실시하였다. 실험방법은 상기 <8-1>과 동일한 과정으로 진행하였다.

표 3

[0144] 피부자극 평가 2

추출물	시험자수 (명)	판정결과				
		-	±	+	++	+++
제조예 1	10	10	0	0	0	0
제조예 2	10	10	0	0	0	0
비교예	10	3	5	2	0	0
- 반응 없음 ± 미약한 양성 반응 (홍반) + 양성 반응 (홍반) ++ 강한 양성 반응 (홍반, 부종) +++ 심한 양성 반응 (홍반, 부종, 수포)						

[0146] 아토피성 피부질환을 갖는 사람을 대상으로 한 피부 자극 평가에서는 본 발명의 대나무 유래 실리카를 포함하는

제조예 1 및 2에서는 피부 자극이 전혀 없는 것으로 나타난 반면, 레티놀을 사용한 비교예의 경우 10명 중 7명이 홍반 양성 반응이 있는 것으로 나타났다.

[0148] 상기와 같은 결과를 통해, 본 발명의 대나무 유래 실리카 소재의 경우 건강한 피부를 갖는 사람 이외에도 아토피성 피부질환을 갖는 사람에게도 피부 자극을 주지 않는 것을 확인하였다. 특히, 레티놀의 경우 화장품 산업 분야에서 주름개선 소재로 가장 이용되는 소재에 해당하나, 피부질환이 있는 사람에게 사용하는 경우 피부 자극이 다소 있는 것으로 나타났다. 따라서, 피부주름 개선을 위한 소재로서 본 발명의 대나무 유래 실리카의 경우 레티놀을 대체할 수 있을 천연소재로서의 가능성을 확인하였다.

[0150] **제형예 1: 유연화장수(스킨로션)**

[0151] 하기 표에 나타난 바와 같이 유연화장수를 통상의 방법에 따라 제조하였다.

표 4

[0153] 본 발명의 유연화장수 제형예

배합성분	함량(중량%)
PBS /또는 PNS	1~5
1,3-부틸렌글리콜	6.0
글리세린	4.0
DL-판테놀	0.3
알란토인	0.1
폴리솔베이트 20	0.5
에탄올	15.0
벤조페논-9	0.05
향, 방부제	미량
정제수	to 100

[0155] **제형예 2: 영양화장수(밀크로션)**

[0156] 하기 표에 나타난 바와 같이 영양화장수를 통상의 방법에 따라 제조하였다.

표 5

[0158] 본 발명의 영양화장수 제형예

배합성분	함량(중량%)
PBS /또는 PNS	1~5
글리세릴 스테아레이트 SE	1.5
세테아릴알콜	1.5
라놀린	1.5
폴리솔베이트 60	1.3
솔비타스테아레이트	0.5
경화식물유	4.0
광물유	5.0
트리옥타노인	2.0
디메치콘	0.8
초산 토코페롤	0.5
카르복시비닐 폴리머	0.12
글리세린	5.0
1,3-부틸렌글리콜	3.0

소듐히아루로네이트	5.0
트리에탄올아민	0.12
유니사이드-유 13	0.02
향	미량
증류수	to 100

[0160] 제형예 3: 영양크림

[0161] 하기 표에 나타난 바와 같이 영양크림을 통상의 방법에 따라 제조하였다.

표 6

[0163] 본 발명의 영양크림 제형예

배합성분	함량(중량%)
PBS /또는 PNS	1~5
친유형 모노스테아린산 글리세린	1.5
세테아릴알콜	1.5
스테아린산	1.0
폴리솔베이트 60	1.5
솔비타스테아레이트	0.6
이소스테아릴 이소스테레이트	5.0
스쿠알란	5.0
광물유	35.0
디메치콘	0.5
히드록시에틸셀룰로오스	0.12
글리세린	6.0
트리에탄올아민	0.7
유니사이드-유13	0.02
향	미량
증류수	to 100

[0165] 제형예 4: 마사지크림

[0166] 하기 표에 나타난 바와 같이 마사지크림을 통상의 방법에 따라 제조하였다.

표 7

[0168] 본 발명의 마사지크림 제형예

배합성분	함량(중량%)
PBS /또는 PNS	1~5
프로필렌글리콜	6
글리세린	4.0
트리에탄올아민	0.5
밀납	2.0
토코페릴아세테이트	0.1
폴리솔베이트 60	3.0
솔비탄세스퀴올레이트	2.5
세테아릴알코올	2.0
유동과라핀	30.0
카르복시비닐폴리머	0.5

항	미량
중류수	to 100

[0170] 제형예 5: 팩

[0171] 하기 표에 나타난 바와 같이 팩을 통상의 방법에 따라 제조하였다.

표 8

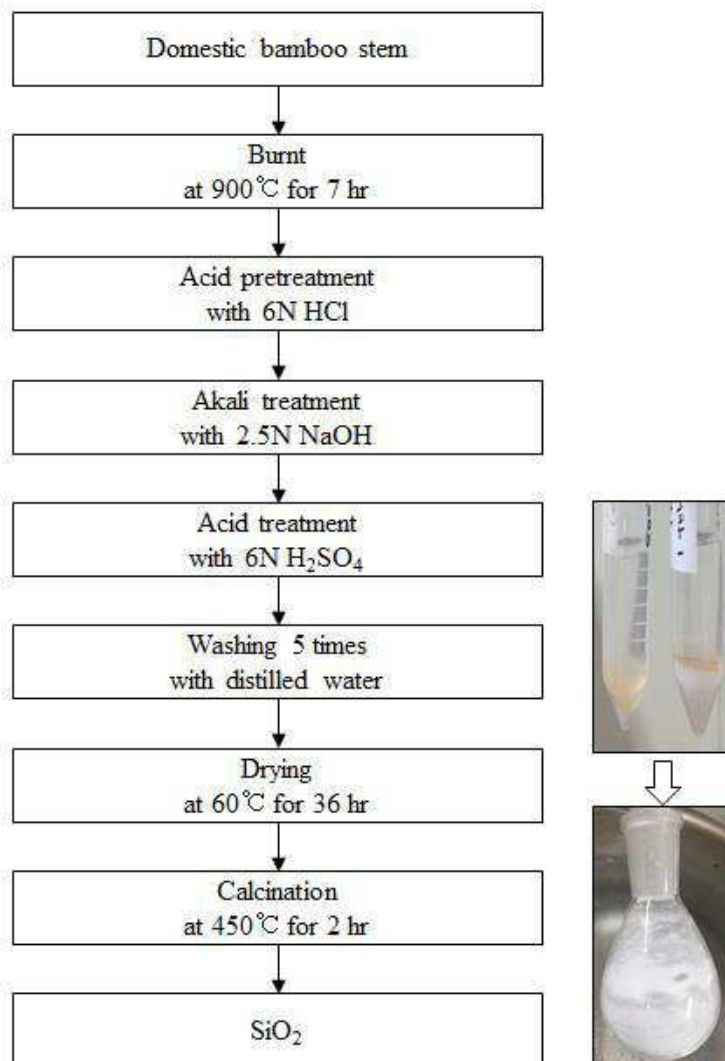
[0173] 본 발명의 팩 제형예

배합성분	함량(중량%)
PBS /또는 PNS	1~5
글리세린	10.0
베타인	5.0
REG 1500	2.0
알란토인	0.1
DL-판테놀	0.3
EDTA-2Na	0.02
벤조페논-9	0.04
히드록시에틸 셀룰로오스	0.1
소듐 히아루로네이트	80.
카르복시비닐폴리머	0.2
트리에탄올아민	0.18
옥틸도데칸올	0.3
옥틸도데세스-16	0.4
에탄올	6.0
유니사이드-유13	0.01
항	미량
중류수	to 100

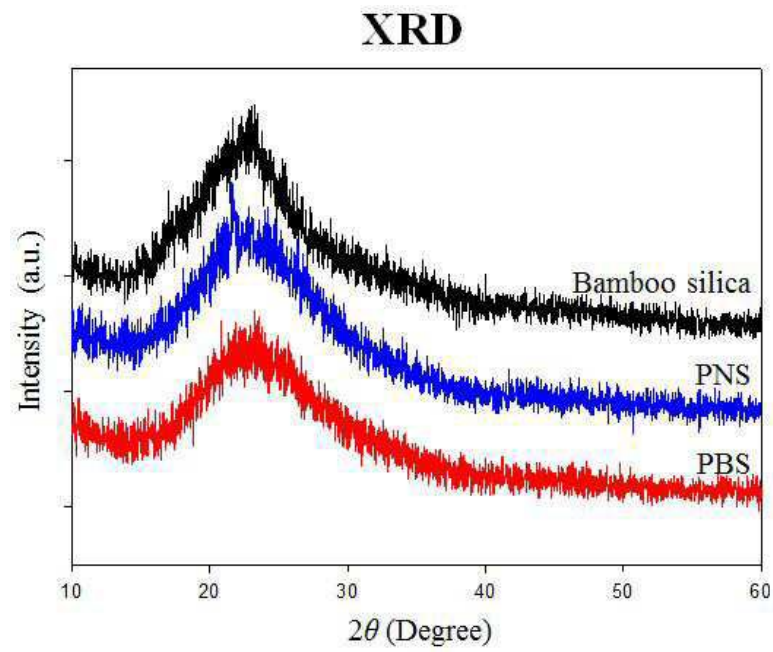
[0175] 이제까지 본 발명에 대하여 그 바람직한 실시예들을 중심으로 살펴보았다. 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 변형된 형태로 구현될 수 있음을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 개시된 실시예들은 한정적인 관점이 아니라 설명적인 관점에서 고려되어야 한다. 본 발명의 범위는 전술한 설명이 아니라 특허청구범위에 나타나 있으며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 차이점은 본 발명에 포함된 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

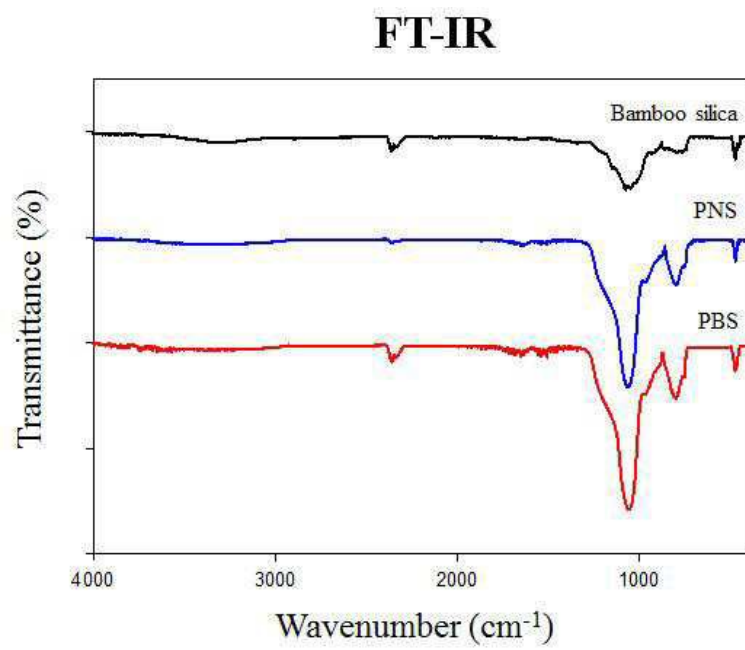
도면1



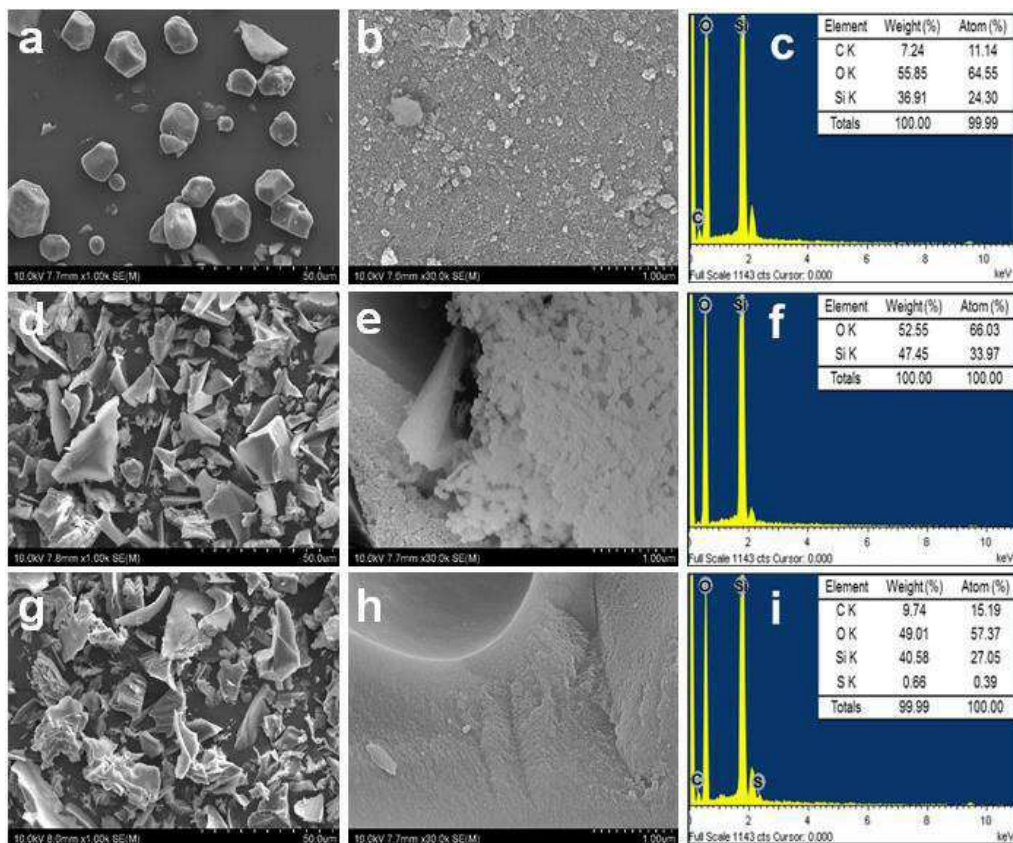
도면2



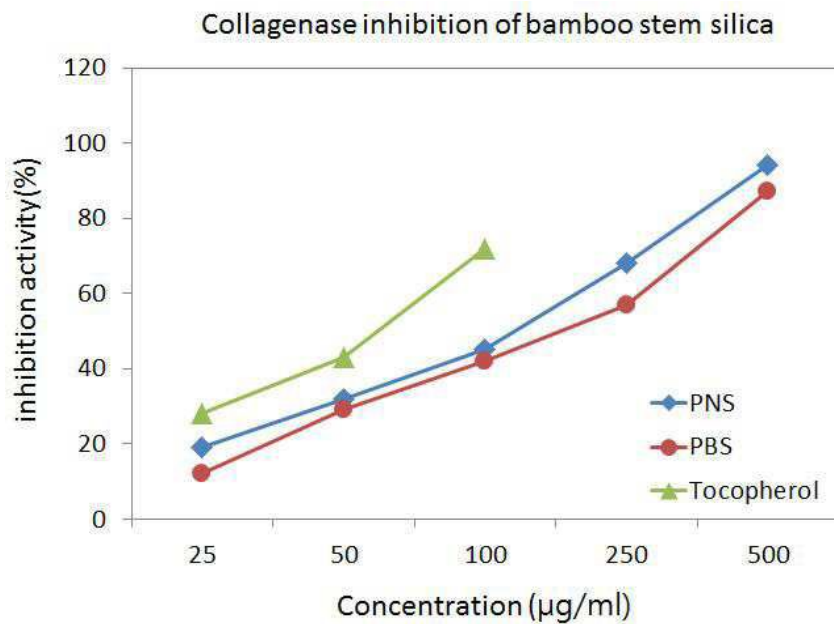
도면3



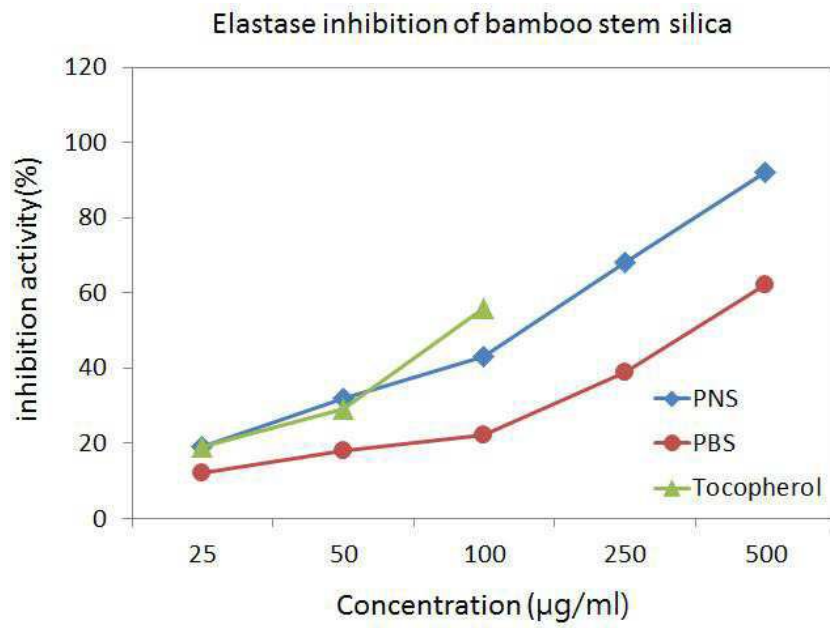
도면4



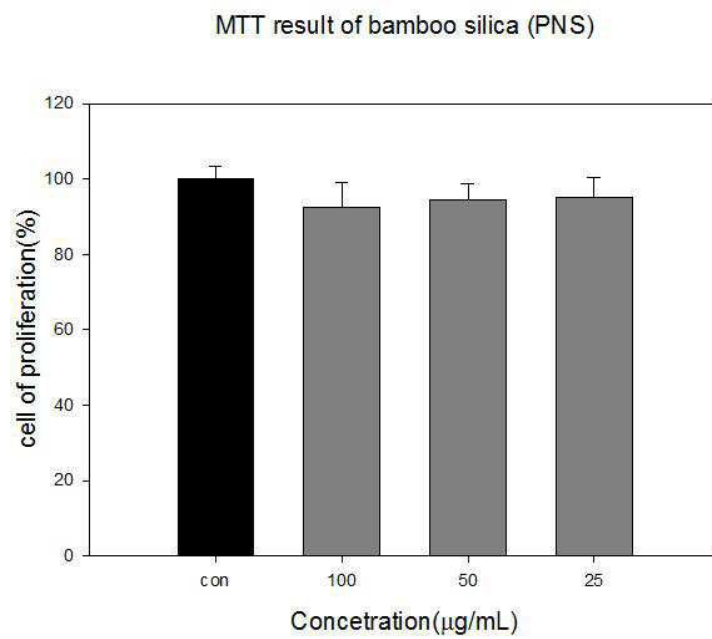
도면5a



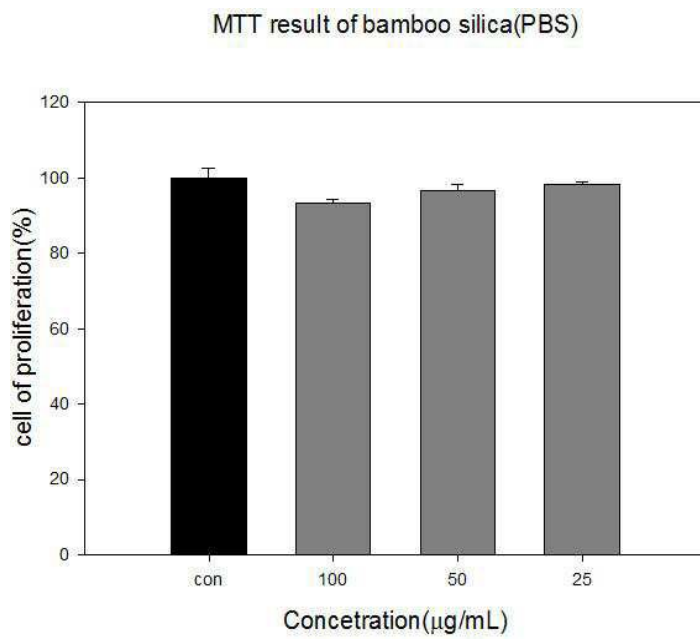
도면5b



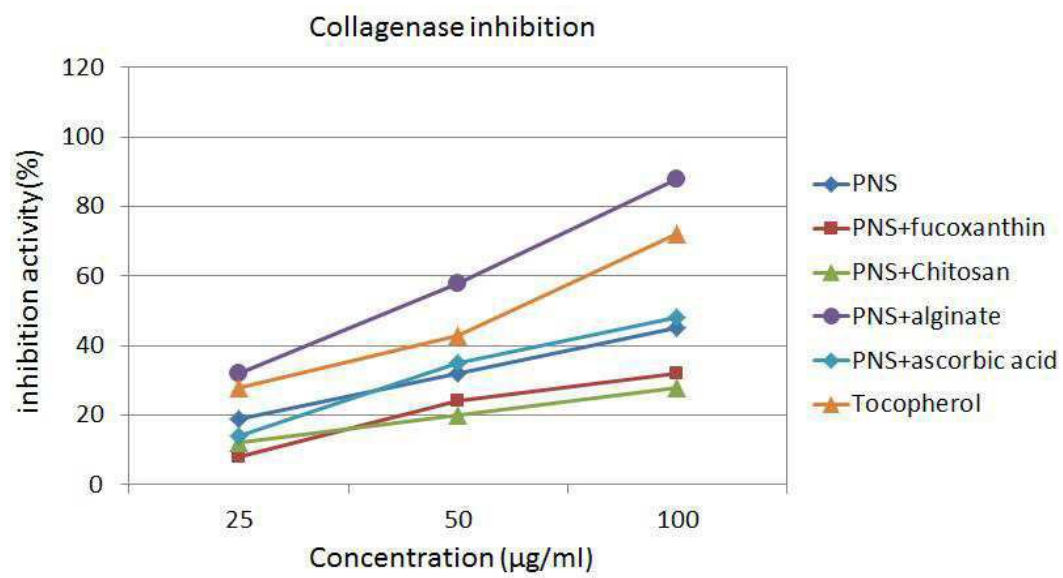
도면6a



도면6b



도면7a



도면7b

