

명세서

발명의 명칭: 항산화 물질을 포함하는 화장품 조성물

기술분야

- [1] 본 개시는 항산화 물질의 산화 방지 효과가 우수한 화장품 조성물에 관한 것이다.
- [2] 관련 출원에 대한 상호 참조
- [3] 본 출원은 2019년 2월 14일자로 출원된 대한민국 특허출원 제 10-2019-0017316호에 대한 우선권을 주장하며, 이 출원 내용 전체가 본 출원에 참조로서 통합된다.

배경기술

- [4] 화장품에 사용되는 대표적인 항산화 물질인 비타민 C는 항산화 효과가 우수하지만 화학적으로 불안정하여 햇빛, 산소, 열, pH 변화 등에 의해 변질되어 그 역가가 떨어지는 문제가 있다. 이에 비타민 C의 효능은 유지하면서 산화 안정성을 향상시키기 위한 다양한 방법들이 연구되고 있다. 그 중 비타민 C의 유도체를 개발하여 안정성을 극복하고자 하는 노력이 있으나, 이러한 유도체는 비타민 C에 비해 가격 경쟁력이 좋지 못하다. 따라서, 비타민 C 자체를 화장품에 사용하면서도 산소에 쉽게 노출되지 않는 화장품 조성물의 개발이 필요한 실정이다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [5] 본 개시는 항산화 물질의 산화를 억제할 수 있는 화장품 조성물을 제공하고자 한다.

과제 해결 수단

- [6] 본 개시는 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여, 일 실시예로서 항산화 물질을 포함하는 층 및 상기 층의 표면을 덮는 오일층을 포함하는 이중층을 이중층을 포함하며, 상기 오일층은 디메치콘, 메틸트리메치콘, 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체, 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, C₁₈₋₂₁ 알칸, 및 천연 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상의 오일을 포함하는, 화장품 조성물을 제공하고자 한다.
- [7] 또한, 본 개시는 일 실시예로서 상기 조성물이 제1 오일층 및 제2 오일층으로 이루어진 2중층을 포함하고, 제1 오일층은 디메치콘, 메틸트리메치콘, 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체, 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, C₁₈₋₂₁ 알칸, 및 천연 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상의 오일을 포함하고, 제2 오일층은 제1 오일층 표면을 덮는 오일층으로 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체 또는 식물성 오일을 포함하는, 화장품 조성물을 제공하고자 한다.

발명의 효과

- [8] 본 개시의 일 실시예에 따른 화장료 조성물은 산소 차단 능력이 우수한 오일을 포함하거나, 오일층을 2층상으로 구성하여 산소차단 능력이 우수하다. 또한, 본 개시의 일 실시예에 따른 화장료 조성물은 이중층간의 분리시간이 짧아, 흔들어 사용하는 실사용 환경 고려 시, 빠른 이중층의 분리로 인하여 항산화 물질의 산소 노출 시간을 줄일 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [9] 도 1은 본 개시의 일 실험예로서 오일 종류에 따른 분리 속도 비교 실험 결과 사진이다.
- [10] 도 2는 본 개시의 일 실험예로서 계면활성제를 포함하는 조성물의 분리 속도 비교 실험 결과 사진이다.
- [11] 도 3은 본 개시의 일 실험예로서 점증제로 소듐 히알уро네이트를 사용하고 오일층의 오일 종류를 달리한 조성물의 분리 속도 비교 실험 결과 사진이다.
- [12] 도 4는 본 개시의 일 실험예로서 2중층으로 이루어진 오일층을 포함하는 조성물의 사진이다.
- [13] 도 5는 본 개시의 일 실험예로서 2중층으로 이루어진 오일층을 포함하는 조성물의 층분리 실험 결과 사진이다.
- [14] 도 6은 본 개시의 일 실험예로서 실시예의 변색 실험 결과 사진이다.
- [15] 도 7은 본 개시의 일 실험예로서 실시예의 변색 실험 결과로 색차계 그래프를 나타낸 도이다.
- [16] 도 8은 본 개시의 일 실험예로서 비교예의 변색 실험 결과 사진이다.
- [17] 도 9는 본 개시의 일 실험예로서 비교예의 변색 실험 결과로 색차계 그래프를 나타낸 도이다.
- [18] 도 10은 본 개시의 일 실험예로서 오일층을 포함하지 않는 조성물의 변색 실험 결과 사진이다.
- [19] 도 11는 본 개시의 일 실험예로서 오일층을 포함하지 않는 조성물의 변색 실험 결과로서 색차계 그래프를 나타낸 도이다.
- [20] 도 12은 본 개시의 일 실험예로서 요오드 산화-환원 반응 실험 결과 사진이다.
- [21] 도 13은 본 개시의 일 실험예로서 오일층에 지용성 항산화 물질을 포함하는 조성물의 사진이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [22] 본 개시의 일 실시예는 항산화 물질을 포함하는 층, 및 상기 층의 표면을 덮는 오일층을 포함하는 이중층을 포함하며, 상기 오일층은 디메치콘, 메틸트리메치콘, 하이드로제네이티드 C_{6-14} 올레핀 중합체, 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, C_{18-21} 알칸, 및 천연 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상의 오일을 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [23] 본 개시의 일 실시예는 항산화 물질을 포함하는 수상층; 및 상기 수상층 표면을 덮는 오일층의 이중층을 포함하는 화장료 조성물을 제공할 수 있다.

- [24] 일 실시예로서, 상기 오일은 화장료에 사용되는 오일이면 제한되지 않으나, 예를 들어 디메치콘, 메틸트리메치콘, 하이드로제네이티드 C_{6-14} 올레핀 중합체, 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, C_{18-21} 알칸, 및 천연 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상의 오일을 포함할 수 있다. 일 실시예에 있어서, 상기 천연 오일은 화장료에 사용되는 천연 오일이라면 제한되지 않고 모두 포함될 수 있으나, 예를 들어 동백오일, 설플라워 씨드 오일, 메도우폼 씨드오일, 올리브유, 포도씨유 및 림난테스알바씨드 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다. 일 실시예로서 상기 동백오일은 발효 동백 오일을 포함할 수 있다. 본 발명은 일 실시예로서 상기와 같은 오일을 포함함으로써, 상기 오일과 항산화 물질과의 이중층을 포함하는 제형을 흔들어서 사용하는 경우 층분리가 단시간에 일어난다. 이로써 본 발명은 항산화 물질이 산소와 접촉하는 시간을 최소화 할 수 있어, 항산화 물질의 산화 방지 효과가 우수하다. 또한, 오일층을 포함하지 않은 종래 제형의 경우 항산화 물질이 쉽게 변질되어 제형의 변식도가 심하다는 문제가 있었지만, 본 발명은 항산화 물질의 산화 방지 효과가 우수하므로, 사용 중 제형의 색이 변색되는 것도 효과적으로 방지할 수 있다.
- [25] 일 구현예에 있어서, 상기 항산화 물질은 비타민 C를 포함할 수 있다.
- [26] 일 구현예에 있어서, 상기 항산화 물질을 포함하는 층은 점증제를 더 포함할 수 있다. 본 명세서에서 용어 "점증제"는 조성물의 점도를 높이기 위한 용도뿐만 아니라, 조성물의 물리적 안정성과 사용시 사용감을 개선하기 위해 사용되는 성분을 모두 포함하는 최광의의 의미로 사용된다.
- [27] 일 구현예에 있어서, 상기 점증제는 화장료에서 사용되는 점증제이고 항산화 물질을 포함하는 층과 오일층 분리속도에 영향을 미치지 않는 것이면 제한되지 않으나, 예를 들어 히알루론산염, 잔탄검, 베타글루칸 및 바이오사카라이드 검-1으로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.
- [28] 일 구현예에 있어서, 스쿠알란 및 지용성 항산화 물질을 더 포함할 수 있으며, 예를 들어 상기 스쿠알란 및 지용성 항산화 물질은 오일층에 포함될 수 있다.
- [29] 일 구현예에 있어서, 상기 지용성 항산화 물질은 화장료 조성물에 사용되는 지용성 항산화 물질이면 제한되지 않으나, 예를 들어 토코페롤, 라이코펜 및 레티놀로 이루어진 군 중에서 선택된 1 이상을 포함할 수 있다.
- [30] 일 구현예에 있어서, 상기 화장료 조성물은 계면활성제를 포함하지 않을 수 있다.
- [31] 일 구현예에 있어서, 상기 오일은 제1 오일층 및 제2 오일층으로 이루어진 2중층으로 포함될 수 있다. 일 구현예로서, 상기 제1 오일층은 화장료에 사용되는 오일이면 제한되지 않으나, 예를 들어 디메치콘, 메틸트리메치콘, 하이드로제네이티드 C_{6-14} 올레핀 중합체, 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, C_{18-21} 알칸, 및 천연 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상의 오일을 포함할 수 있다. 일 구현예로서, 상기 제2 오일층은 하이드로제네이티드 C_{6-14} 올레핀

중합체 또는 식물성 오일을 포함할 수 있다. 일 구현예로서, 상기 제1 오일층은 항산화 물질을 포함하는 층의 표면을 덮는 오일층일 수 있으며, 상기 제2 오일층은 상기 제1 오일층을 덮는 오일층일 수 있다.

- [32] 일 구현예에 있어서, 상기 제2 오일층의 식물성 오일은 화장료에 사용되는 식물성 오일이면 제한되지 않으나, 예를 들어 메도우폼 씨드오일 (Meadowfoam Seed Oil), 선플라워 씨드 오일 (Helianthus Annuus (Sunflower) Seed Oil), 동백오일 (Camellia Japonica Seed Oil), 올리브유 (Olive oil), 포도씨유 (Grapeseed Oil) 및 림난테스알바씨드 오일 (Limnanthes alba seed Oil)로 이루어진 군 중에서 선택된 1 이상일 수 있다. 일 실시예로서 상기 동백오일은 동백 씨드 오일을 포함할 수 있다. 일 실시예로서 상기 동백오일은 발효 동백 오일을 포함할 수 있다.
- [33] 일 구현예에 있어서, 상기 제2 오일층은 토크페롤 및 지용성 항산화 물질을 더 포함할 수 있다.
- [34] 일 구현예에 있어서, 상기 지용성 항산화 물질은 화장료에 사용되는 지용성 항산화 물질이면 제한되지 않으나, 예를 들어 토크페롤, 라이코펜 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.
- [35] 일 구현예에 있어서, 상기 항산화 물질의 함량은 조성물 전체 중량에 대하여 15 내지 35 중량%일 수 있다. 구체적으로, 상기 비타민 C의 함량은 조성물 전체 중량에 대하여 15 중량% 이상, 18 중량% 이상, 20 중량% 이상, 21 중량% 이상, 22 중량% 이상, 23 중량% 이상, 24 중량% 이상 또는 25 중량% 이상이며, 35 중량% 이하, 32 중량% 이하, 30 중량% 이하, 29 중량% 이하, 28 중량% 이하, 27 중량% 이하, 또는 26 중량% 이하일 수 있다.
- [36] 일 구현예에 있어서, 상기 오일층의 함량은 조성물 총 중량에 대하여 3 내지 50 중량%일 수 있다. 구체적으로 상기 오일층의 함량은 조성물 총 중량에 대하여 3 중량% 이상, 8 중량% 이상, 13 중량% 이상, 18 중량% 이상, 19 중량% 이상, 20 중량% 이상, 21 중량% 이상, 22 중량% 이상, 23 중량% 이상, 24 중량% 이상 또는 25 중량% 이상이며, 50 중량% 이하, 45 중량% 이하, 40 중량% 이하, 35 중량% 이하, 30 중량% 이하, 29 중량% 이하, 28 중량% 이하, 27 중량% 이하, 또는 26 중량% 이하일 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 오일층의 함량은 조성물 총 중량에 대하여 3 중량% 이상, 4 중량% 이상, 5 중량% 이상, 6 중량% 이상 또는 7 중량% 이상이며, 12 중량% 이하, 11 중량% 이하, 10 중량% 이하, 9 중량% 이하, 또는 8 중량% 이하일 수 있다.
- [37] 일 구현예에 있어서, 상기 제1 오일층:제2 오일층의 중량비는 30:1 내지 1:30일 수 있다. 구체적으로는 27:1 이상, 24:1 이상, 21:1 이상, 18:1 이상, 15:1 이상, 12:1 이상, 9:1 이상, 8:1 이상, 7:1 이상, 6:1 이상, 5:1 이상, 4.5:1 이상, 4:1 이상, 3.5:1 이상, 3:1 이상, 2.5:1 이상, 2:1 이상 또는 1.5:1 이상이며, 1:30 이하, 1:27 이하, 1:24 이하, 1:21 이하, 1:18 이하, 1:15 이하, 1:12 이하, 1:9 이하, 1:8 이하, 1:7 이하, 1:6 이하, 1:5 이하, 1:4.5 이하, 1:4 이하, 1:3.5 이하, 1:3 이하, 1:2.5 이하, 또는 1:2 이하일 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 제1 오일층:제2 오일층의 중량비는 2:1

이상, 1.9:1 이상, 1.8:1 이상, 1.5:1 이상, 1.4:1 이상, 1.3:1 이상, 1.2:1 이상 또는 1.1:1 이상이며, 1:1.9 이하, 1:1.8 이하, 1:1.7 이하, 1:1.6 이하, 1:1.5 이하, 1:1.4 이하, 1:1.3 이하, 또는 1:1.2 이하일 수 있다.

발명의 실시를 위한 형태

[38] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어 자명할 것이다.

[39]

오일 종류에 따른 분리 속도 비교 실험

[40] 향산화 물질로서 비타민 C를 포함하는 층 위에 오일층을 띄운 2층상 화장료 조성물을 흔들어 2중층이 분리되는 시간을 비교하는 실험을 진행하였다. 실험에 사용한 조성물은 표 1에 나타내었다.

[42]

[표 1]

INCI	실시 예 1	실시 예 2	실시 예 3	비교 예 1	실시 예 4	비교 예 2	비교 예 3	실시 예 5
water	To 100							
DISODIUM EDTA	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
PROPANEDIOL	10	10	10	10	10	10	10	10
Ascorbic Acid	25	25	25	25	25	25	25	25
ACID YELLOW 23	0.00 07	0.00 07	0.00 07	0.00 07	0.00 07	0.00 07	0.00 07	0.00 07
GLUTATHIONE	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
SODIUM HYALURONATE	-	-	-	-	-	-	-	-
XANTHAN GUM	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
Beta-Glucan	-	-	-	-	-	-	-	-
BIOSACCHARIDE GUM-1	-	-	-	-	-	-	-	-
DIMETHICONE	5					-	-	
HYDROGENATED C OLEFINPOLYMERS	-	-	-	-	5	-	-	-
METHYL TRIMETHICONE	-	5	-	-	-	-	-	-
DIPHENYLSILOXY PHENYL TRIMETHICONE	-	-	5	-	-	-	-	-
C ₁₈₋₂₁ ALKANE	-	-	-	-	-	-	-	-
MEADOWFOAM SEED OIL	-	-	-	-	-	-	-	5
HELIANTHUS ANNUUS (SUNFLOWER) SEED OIL	-	-	-	-	-	-	-	-
SQUALANE	-	-	-	5	-	-	-	-
TOCOPHEROL	-	-	-	-	-	-	-	-
SOLANUM LYCOPERSICUM (TOMATO) FRUIT LIPIDS	-	-	-	-	-	-	-	-
CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE	-	-	-	-	-	5	-	-
CETYL 2-ETHYL HEXANOATE	-	-	-	-	-	-	5	-
POLYSORBATE 20	-	-	-	-	-	-	-	-

PEG-60 HYDROGENATED CASTOR OIL	-	-	-	-	-	-	-	-
FRAGRANCE	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15

- [43] 실시예 1 내지 5 및 비교예 1 내지 3은 오일의 종류만 달리하고 다른 성분은 동일한 함량으로 사용하였다. 실시예 1은 디메치콘, 실시예 2는 메틸트리메치콘, 실시예 3은 디페닐실록시페닐트리메치콘, 비교예 1은 스쿠알란, 실시예 4는 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체, 비교예 2는 카프릴릭/카프릭 트리글리세라이드, 비교예 3은 세틸 2-에틸 헥사노에이트, 실시예 5는 메도우폼 씨드오일을 사용하였다. 실험 결과 오일의 종류에 따라 층이 분리되는 시간에 차이가 발생하는 것을 발견하였다. 혼합 전, 혼합 15분 후 및 혼합 15시간 후의 분리된 사진을 도 1에 나타내었다. 혼합 15분 후, 15시간 후의 결과를 살펴보면, 디메치콘 및 메틸트리메치콘을 제외한 비교예의 다른 오일은 층분리가 거의 진행되지 않았음을 확인할 수 있었다. 따라서, 항산화 물질을 포함하는 층과 오일층이 나누어진 제품을 흔들어서 사용하는 경우, 디메치콘 또는 메틸트리메치콘을 오일층에 사용하는 것이 층분리가 단시간에 일어나기 때문에, 항산화 물질인 비타민 C가 산소와 접촉하는 시간을 줄일 수 있고 그에 따라 산화 방지 효과가 우수하다고 볼 수 있다.

[44]

[45] 계면활성제 유무에 따른 분리 속도 실험

- [46] 계면활성제가 오일층에 존재하는 경우에, 계면활성제가 분리속도에 미치는 영향을 실험하였다. 해당 실험은 하기 표 2의 조성으로 진행하였고, 결과는 도 2에 나타내었다.

[47]

[표 2]

INCI	실시예 6	실시예 7	비교예 4	비교예 5
water	To 100	To 100	To 100	To 100
DISODIUM EDTA	0.05	0.05	0.05	0.05
PROPANEDIOL	10	10	10	10
Ascorbic Acid	25	25	25	25
ACID YELLOW 23	0.0007	0.0007	0.0007	0.0007
GLUTATHIONE	0.1	0.1	0.1	0.1
SODIUM HYALURONATE	0.4	0.4	0.4	0.4
XANTHAN GUM	-	-	-	-
Beta-Glucan	-	-	-	-
BIOSACCHARIDE GUM-1	-	-	-	-
DIMETHICONE	5	5	-	-
HYDROGENATED C ₆₋₁₄ OLEFIN POLYMERS	-	-	-	-
METHYL TRIMETHICONE	-	-	-	-
DIPHENYLSILOXY PHENYL TRIMETHICONE	-	-	-	-
C ₁₈₋₂₁ ALKANE	-	-	-	-
MEADOWFOAM SEED OIL	-	-	-	-
HELIANTHUS ANNUUS (SUNFLOWER) SEED OIL	-	-	-	-
SQUALANE	-	-	-	-
TOCOPHEROL	0.5	0.5	-	-
SOLANUM LYCOPERSICUM (TOMATO) FRUIT LIPIDS	0.0005	0.0005	-	-
CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE	-	-	5	5
CETYL 2-ETHYL HEXANOATE	-	-	-	-
POLYSORBATE 20	0.5	-	0.5	-
PEG-60 HYDROGENATED CASTOR OIL	-	0.5	-	0.5

FRAGRANCE	0.15	0.15	0.15	0.15
-----------	------	------	------	------

- [48] 실시예 6 및 비교예 4는 폴리소르베이트 20, 실시예 7 및 비교예 5는 PEG-60 하이드로제네이티드 캐스터 오일을 계면활성제로 사용하였다. 유성층에 계면활성제를 포함하는 경우, 흔들어서 유성층과 항산화 물질을 포함하는 층을 섞으면 유성층의 계면활성제로 인하여 분리속도가 느려지고, 계면활성제로 인해 물과 오일이 혼합된 불투명한 층이 형성됨을 확인할 수 있었다. 분리 속도가 느려 비타민 C가 공기 중에 노출되는 시간이 길어지며, 분리 후 형성되는 불투명한 층에 의해 미관이 좋지 않으며, 또한 계면활성제로 인해 항산화 물질을 포함하는 층에 오일이 혼합되어 오일층의 두께가 줄어들어 산화 차단력에 악영향을 미친다고 유추할 수 있다.
- [49] 점증제 사용에 따른 분리속도 비교 실험
- [50] (1) 점증제를 달리한 비교 실험
- [51] 층분리가 늦을수록, 비타민 C의 공기 노출 시간이 늘어 더 많이 산화될 것이고, 점증제는 사용감을 증진시키기 위해 화장료에 포함되어야 하므로 층분리 속도가 빠른 점증제를 선택하여 사용할 필요가 있다. 이에, 오일상으로는 디메치콘을 사용하고 점증제를 달리한 표 3의 조성을 이용하여, 점증제 사용에 따른 분리속도 비교실험을 진행하였다.
- [52]

[표3]

INCI	실시예8	실시예9	실시예10	실시예11	실시예12
water	To 100	To 100	To 100	To 100	To 100
DISODIUM EDTA	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
PROPANEDIOL	10	10	10	10	10
Ascorbic Acid	25	25	25	25	25
ACID YELLOW 23	0.0007	0.0007	0.0007	0.0007	0.0007
GLUTATHIONE	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
SODIUM HYALURONATE	-	0.4	-	-	-
XANTHAN GUM	-	-	0.4	-	-
Beta-Glucan	-	-	-	3	-
BIOSACCHARIDE GUM-1	-	-	-	-	3
DIMETHICONE	5	5	5	5	5
HYDROGENATED C ₆₋₁₄ OLEFINPOLYMERS	-	-	-	-	-
METHYL TRIMETHICONE	-	-	-	-	-
DIPHENYLSILOXY PHENYL TRIMETHICONE	-	-	-	-	-
C ₁₈₋₂₁ ALKANE	-	-	-	-	-
MEADOWFOAM SEED OIL	-	-	-	-	-
HELIANTHUS ANNUUS (SUNFLOWER) SEED OIL	-	-	-	-	-
SQUALANE	-	-	-	-	-
TOCOPHEROL	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
SOLANUM LYCOPERSICUM (TOMATO) FRUIT LIPIDS	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE	-	-	-	-	-
CETYL 2-ETHYL HEXANOATE	-	-	-	-	-
POLYSORBATE 20	-	-	-	-	-
PEG-60 HYDROGENATED	-	-	-	-	-

CASTOR OIL					
FRAGRANCE	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15

- [53] 실시예 8은 점증제를 사용하지 않았고, 실시예 9는 소듐히알уро네이트를 사용하였으며, 실시예 10은 잔탄검을, 실시예 11은 베타 글루칸을, 실시예 12는 바이오사카라이드 검-1을 점증제로 사용하였다.
- [54] 분리속도를 비교한 결과 실시예 8, 실시예 9, 실시예 11, 실시예 12, 실시예 10 순으로 분리속도가 느려졌다. 실시예 8은 1분 이내, 실시예 9는 2분 이내, 실시예 11은 2분 30초 이내, 실시예 12는 3분 이내에 상이 분리되었고, 실시예 10은 10분 이상 걸렸다. 이에 실시예 9에서 사용한 소듐 히알уро네이트를 포함하는 경우가 분리속도가 우수함을 확인할 수 있었다.
- [55]
- [56] (2) 동일한 점증제에 오일을 달리한 실험
- [57] 상기 실험예에서 확인된 분리속도에 영향을 미치지 않는 소듐 히알уро네이트를 포함하고 오일을 달리한 분리속도 비교 실험을 진행하였다. 실험은 하기 표 4의 조성으로 진행하였고, 그 결과는 도 3에 나타내었다.
- [58]

[표4]

INCI	실시 예 13	실시 예 14	실시 예 15	비교 예6	실시 예16	비교 예7	비교 예8	실시 예17	실시 예 18	실시 예 19
water	To 100	To 100	To 100	To 100	To 100	To 100	To 100	To 100	To 100	To 100
DISODIUM EDTA	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
PROPANEDIOL	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Ascorbic Acid	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
ACID YELLOW 23	0.000 7	0.000 7	0.000 7	0.000 7	0.000 7	0.000 7	0.000 7	0.000 7	0.000 7	0.000 7
GLUTATHION E	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
SODIUM HYALURONAT E	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
XANTHAN GUM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Beta-Glucan	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
BIOSACCHARI DE GUM-1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
DIMETHICONE	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-
HYDROGENAT ED C ₆₋₁₄ OLEFINPOLYM ERS	-	-	-	-	5	-	-	-	-	-
METHYL TRIMETHICON E	-	5	-	-	-	-	-	-	-	-
DIPHENYLSIL OXY PHENYL	-	-	5	-	-	-	-	-	-	-

TRIMETHICONE										
C ₁₈₋₂₁ ALKANE	-	-	-	-	-	-	-	-	5	-
MEADOWFOAM SEED OIL	-	-	-	-	-	-	-	5	-	-
HELIANTHUS ANNUUS (SUNFLOWER) SEED OIL	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5
SQUALANE	-	-	-	5	-	-	-	-	-	-
TOCOPHEROL	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
SOLANUM LYCOPERSICUM (TOMATO) FRUIT LIPIDS	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	-	-	0.0005	0.0005	0.0005
CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE	-	-	-	-	-	5	-	-	-	-
CETYL 2-ETHYL HEXANOATE	-	-	-	-	-	-	5	-	-	-
POLYSORBATE 20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
PEG-60 HYDROGENATED CASTOR OIL	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
FRAGRANCE	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15

- [59] 실시예 13 내지 19 및 비교예 6 내지 8은 모두 점증제로서 소듐 히알уро네이트를 포함하였다. 실시예 13은 디메치콘, 실시예 14는 메틸트리메치콘, 실시예 15는 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, 비교예 6은 스쿠알란, 실시예 16은 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체, 비교예 7은 카프릴릭/카프릭 트리글리세라이드, 비교예 8은 세틸 2-에틸 헥사노에이트,

실시에 17은 메도우폼 씨드오일, 실시에 18은 C_{18-21} 알칸, 실시에 19는 선플라워 씨드 오일을 오일층에 사용하였다. 그 결과 모두 흔들어 혼합한 후 3분 이내에 상 분리가 일어났다. 특히, 실리콘류 오일을 사용한 실시에 13 내지 15, 18 및 19의 경우, 흔들어 혼합한 후 30초 후부터 층분리가 일어나, 항산화 물질을 포함하는 층의 공기 노출 시간을 최소화 하는 것을 확인하였다.

[60]

[61] 오일층을 2층상으로 구성한 분리속도 비교 실험

[62] 실시에 18 내지 20, 및 비교예 9 내지 11은 오일층을 2층상으로 구성하였다. 즉, 비타민 C가 있는 항산화 물질을 포함하는 층 표면을 제1 오일층이 덮고, 제1 오일층의 표면을 제2 오일층이 덮도록 하였다. 실시에 18 내지 20, 및 비교예 9 내지 11의 제1 오일층은 디메치콘으로 하였고, 제2 오일층은 실시에 18은 하이드로제네이티드 C_{6-14} 올레핀 중합체, 실시에 19는 메도우폼 씨드오일, 실시에 20은 선플라워 씨드오일로 하였고, 비교예 9는 메틸트리메치콘, 비교예 10은 디페닐실록시페닐트리메치콘, 비교예 11은 C_{18-21} 알칸으로 하였다. 전체 조성은 하기 표 5와 같다.

[63]

[표5]

INCI	실시 예20	실시 예21	실시 예22	비교예 9	비교예 10	비교예 11
water	To 100	To 100	To 100	To 100	To 100	To 100
DISODIUM EDTA	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
PROPANEDIOL	10	10	10	10	10	10
Ascorbic Acid	25	25	25	25	25	25
ACID YELLOW 23	0.000 7	0.000 7	0.000 7	0.0007	0.0007	0.0007
GLUTATHIONE	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
SODIUM HYALURONATE	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
XANTHAN GUM	-	-	-	-	-	-
Beta-Glucan	-	-	-	-	-	-
BIOSACCHARIDE GUM-1	-	-	-	-	-	-
DIMETHICONE	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
HYDROGENATED C ₆₋₁₄ OLEFIN POLYMERS	1.85	-	-	-	-	-
METHYL TRIMETHICONE	-	-	-	1.85	-	-
DIPHENYLSILOXY PHENYL TRIMETHICONE	-	-	-	-	1.85	-
C ₁₈₋₂₁ ALKANE	-	-	-	-	-	1.85
MEADOWFOAM SEED OIL	-	1.85	-	-	-	-
HELIANTHUS ANNUUS (SUNFLOWER) SEED OIL	-	-	1.85	-	-	-
SQUALANE	-	-	-	-	-	-
TOCOPHEROL	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
SOLANUM LYCOPERSICUM (TOMATO) FRUIT LIPIDS	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.0005	0.0005	0.0005
CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE	-	-	-	-	-	-
CETYL 2-ETHYL HEXANOATE	-	-	-	-	-	-

POLYSORBATE 20	-	-	-	-	-	-
PEG-60 HYDROGENATED CASTOR OIL	-	-	-	-	-	-
FRAGRANCE	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15

- [64] 표 5의 화장품 조성물을 흔들어 혼합한 후 층분리가 일어나는 것을 관찰하였다. 실시예 20 내지 22는 흔들어 혼합한 후 다시 3층상으로 층분리가 일어나고 해당 층분리는 4분 이내에 이루어지는 것을 확인하였다. 그러나, 비교예 9 내지 11은 흔들어 혼합한 후에 다시 3층상으로 회복되지 못하고 제1 오일층과 제2 오일층이 서로 섞여있는 것을 확인하였다. 도 4는 실시예 22, 도 5는 실시예 21을 나타낸 것이다.. 이에, 제2 오일층으로는 실시예 20 내지 22에서 사용한 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체, 메도우폼 씨드오일 또는 선플라워 씨드오일을 사용하는 경우가 3층상으로의 분리가 잘 일어나는 것을 확인할 수 있었다.

[65] 오일층 유무에 따른 변색 실험

[66] (1) 오일층이 존재하는 경우

- [67] 표 5의 실시예 22 및 표 4의 비교예 7의 구성으로 변색 실험을 진행하였다. 색차계 데이터를 얻었고 이를 표 6 및 표 7에 나타내었다 (도 6 내지 9 참조). 비교예 7은 45°C에서 4주간 실험한 값이다.

[68] [표6]

	오일층 있음	L	a	b
1	실온	28.88	-3.84	33.09
2	실온 4주	29.28	-4.1	32.61
3	45°C 4주	20.09	17.22	34.07

[69] [표7]

		L	a	b
1	비교예7	10.12	18.86	16.7

- [70] 표 6 및 7에서 L은 명도값, a는 적색도 값, b는 황색도 값을 의미한다. 변색정도는 a, b값을 같이 보고 판단하며, 비타민 C의 경우 노란색이 진해지다, 더 변색이 진행되면 붉은 색을 더 많이 내게 된다. 표 6에 나타난 바와 같이 본 발명의 일 실시예인 실시예 22는 실온 및 45°C 모두에서 4주 보관시에도 노란색에 가까운 값을 나타내어 변색이 거의 일어나지 않았음을 확인할 수 있다. 45°C의 고온에 보관한 경우에도 황색도가 조금 증가한 정도에 그쳐, 변색이 거의 일어나지 않았다. 반면, 비교예 7은 a값이 더 강한 주홍에 가까운 값으로 변색되어, 변색이 많이 진행되었음을 알 수 있다.

[71] (2) 오일층이 존재하지 않는 경우

[72] 상기 실시예 22의 항산화 물질을 포함하는 층만으로 구성된 비교예 12의 구성으로 갈변 실험을 진행하였다. 색차계 데이터를 얻었고 이를 표 8에 나타내었다 (도 10 및 11 참조).

[73] [표8]

	오일층 없음	L	a	B
1	실온	29.79	-3.68	29.49
2	실온 4주	23.81	1.42	38.37
3	45°C 4주	4.79	13.25	7.96

[74] 오일층이 있는 경우와 없는 경우의, 실온 보관 초기의 명도, 적색도 및 황색도를 비교하여 보면 큰 차이는 없다. 그러나, 실온 보관 4주 후를 비교하여 보면 오일층이 없는 경우 명도값이 작아지고 적색도 및 황색도 값이 크게 증가함을 확인할 수 있었다. 또한 45°C 온도에서 보관한 경우를 비교하여 보면, 명도값이 크게 작아지고 적색도 값은 유사하고, 황색도 값은 오히려 작아졌으나, 이는 변색이 심화되어 거의 적색을 띄게 되었기 때문이다. 결국, 오일층이 있는 경우가 없는 경우보다 실온은 물론, 고온에서도 항산화 물질의 변질을 효과적으로 방지해주는 것을 알 수 있었다.

[75]

[76] 요오드 산화-환원 반응을 이용한 비타민 C 산화정도 실험

[77] 표 5의 실시예 22 및 표 4의 비교예 7을 이용하여 요오드 산화-환원 반응을 이용한 실험을 진행하였다. 산화제인 요오드와 환원제인 비타민 C의 산화-환원 반응을 하여 갈색의 요오드가 환원되어 무색이 되는지 관찰하였다. 그 결과, 실시예 22가 비교예 7보다 더 빨리 색이 밝아지는 것을 확인할 수 있었다. 결국, 실시예 22가 비교예 7보다 항산화 물질을 포함하는 층의 비타민 C 산화를 더 잘 방지하여 비타민 C가 높은 함량 유지 되는 것을 알 수 있었다 (도 12 참조).

[78]

[79] 오일층에 지용성 항산화 물질을 포함시키는 실험

[80] 디메치콘에는 지용성 항산화 성분이 용해되지 않는다. 그러나, 본 발명자들은 스쿠알란 오일에 먼저 지용성 항산화 성분을 용해시키고 그 다음 디메치콘과 혼합하여 용해할 수 있다는 것을 발견하였다.

[81] 일반적인 실리콘 계열 오일에 지용성 성분인 토크페롤을 혼합하면 도 13의 좌측처럼 섞이지 않고 분리된 상태로 존재한다. 그러나 스쿠알란에 토크페롤을 용해하고 그 다음 디메치콘을 혼합하면 도 13의 우측 이미지처럼 잘 용해되어, 장기 안정성이 우수하다는 것을 확인하였다. 이에, 오일층에서도 지용성 항산화 물질을 포함하면서, 항산화 물질을 포함하는 층의 항산화 물질의 산화를 차폐할 수 있는 오일층을 형성할 수 있음을 알 수 있다.

[82]

[83] 열 노출 대한 비타민 C의 함량 테스트

[84] 비타민의 역가 하락에 주로 영향을 미치는 외부요인은 열과 공기노출이 있다. 이에, 표 5의 실시예 22 및 표 4의 비교예 7 및 비교예 12의 시료를 열에 노출시킨 후 비타민 C 총 중량에 대한 노출 후의 비타민 C의 함량비를 측정하였다. 측정은 HPLC를 통하여 분석하였으며, 측정파장은 230 nm였다. 측정 결과를 표 9에 나타내었다.

[85] [표9]

	비타민 C의 함량 (중량%)
실시예 22	90.73
비교예 12	70.83
비교예 7	81.42

[86] 실시예 22는 디메치콘과 썬플라워 씨드 오일 2중층을 포함하고, 비교예 12는 오일층이 없으며, 비교예 7은 카프릴릭/카프릭 트리글리세라이드 오일층을 포함하는 시료이다. 실시예 22와 비교예 12는 45°C에서 4주간 보관한 후 함량을 측정하였고, 비교예 7은 30°C에서 3시간 방치한 결과이다. 이 결과를 통하여 오일층이 없어 공기층에 직접 노출 되는 비교예 12에 비하여 실시예 22는 비타민 C의 함량에 변화가 없어 역가가 유지되는 것을 알 수 있었다. 또한, 종래 사용되던 오일을 사용한 비교예 7에 비하여 더 고온에서 더 장시간 노출되었음에도 불구하고 더 많은 비타민 C를 함유하고 있음을 확인할 수 있었다. 그 결과 본 개시에 따른 비타민 C를 함유하는 화장료 조성물의 경우 공기 노출에 따른 산화방지 효과가 있을 뿐만 아니라 고온에서도 비타민 C의 파괴를 방지할 수 있음을 확인할 수 있었다.

[87] 본 발명은 일 실시예로서 다음의 실시형태들을 제공할 수 있다.

[88] 제1실시형태는, 항산화 물질을 포함하는 층 및 상기 층의 표면을 덮는 오일층을 포함하는 이중층을 포함하며, 상기 오일층은 디메치콘, 메틸트리메치콘, 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체, 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, C₁₈₋₂₁ 알칸, 및 천연 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상의 오일을 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.

[89] 제2실시형태는, 제1실시형태에 있어서, 상기 항산화 물질은 비타민 C를 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.

[90] 제3실시형태는, 제1실시형태 및 제2실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기 천연 오일은 동백오일, 썬플라워 씨드 오일, 메도우폼 씨드오일, 올리브유, 포도씨유 및 림난테스알바씨드 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.

[91] 제4실시형태는, 제1실시형태 내지 제3실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기

항산화 물질을 포함하는 층은 점증제를 더 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.

- [92] 제5 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제4 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기 점증제는 히알루론산염, 잔탄검, 메타글루칸 및 바이오사카라이드 검-1으로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [93] 제6 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제5 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기 오일층은 스쿠알란 및 지용성 항산화 물질을 더 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [94] 제7 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제6 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기 지용성 항산화 물질은 토코페롤, 라이코펜, 및 레티놀로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [95] 제8 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제7 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기 오일층은 제1 오일층 및 제2 오일층으로 이루어진 2중층으로 포함되고, 제1 오일층은 디메치콘, 메틸트리메치콘, 하이드로제네이티드 C_{6-14} 올레핀 중합체, 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, C_{18-21} 알칸, 및 천연 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상의 오일을 포함하고, 제2 오일층은 제1 오일층 표면을 덮는 오일층으로, 하이드로제네이티드 C_{6-14} 올레핀 중합체 또는 식물성 오일을 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [96] 제9 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제8 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기 제2 오일층의 식물성 오일은 메도우폼 씨드오일 (Meadowfoam Seed Oil), 선플라워 씨드 오일 (Helianthus Annuus (Sunflower) Seed Oil), 동백오일 (Camellia Japonica Seed Oil), 올리브유 (Olive oil), 포도씨유 (Grapeseed Oil) 및 림난테스알바씨드 오일 (Limnanthes alba seed Oil)로 이루어진 군 중에서 선택된 1 이상을 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [97] 제10 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제9 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 스쿠알란 및 지용성 항산화 물질을 더 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [98] 제11 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제10 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기 지용성 항산화 물질은 토코페롤, 라이코펜 또는 이들의 조합을 포함하는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [99] 제12 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제11 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기 항산화 물질의 함량은 조성물 전체 중량에 대하여 15 내지 35 중량%인, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [100] 제13 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제12 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기 오일은 조성물 총 중량에 대하여 3 내지 12 중량%로 포함되는, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.
- [101] 제14 실시형태는, 제1 실시형태 내지 제13 실시형태 중 하나 이상에 있어서, 상기

제1 오일층:제2 오일층의 중량비는 30:1 내지 1:30인, 화장료 조성물을 제공할 수 있다.

[102]

청구범위

- [청구항 1] 향산화 물질을 포함하는 층 및 상기 층의 표면을 덮는 오일층을 포함하는 이중층을 포함하며,
상기 오일층은 디메치콘, 메틸트리메치콘, 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체, 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, C₁₈₋₂₁ 알칸, 및 천연 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상의 오일을 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 2] 제1항에 있어서, 상기 향산화 물질은 비타민 C를 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 3] 제1항에 있어서, 상기 천연 오일은 동백오일, 선플라워 씨드 오일 및 메도우폼 씨드오일, 올리브유, 포도씨유 및 림난테스알바씨드 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 4] 제1항에 있어서, 상기 향산화 물질을 포함하는 층은 점증제를 더 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 5] 제4항에 있어서, 상기 점증제는 히알루론산염, 잔탄검, 베타글루칸 및 바이오사카라이드 검-1으로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 6] 제1항에 있어서, 상기 오일층은 스쿠알란 및 지용성 향산화 물질을 더 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 7] 제4항에 있어서, 상기 지용성 향산화 물질은 토크페롤, 라이코펜, 및 레티놀로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 8] 제1항에 있어서, 상기 오일층은 제1 오일층 및 제2 오일층으로 이루어진 2중층으로 포함되고,
제1 오일층은 디메치콘, 메틸트리메치콘, 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체, 디페닐실록시 페닐 트리메치콘, C₁₈₋₂₁ 알칸, 및 천연 오일로 이루어진 군 중에서 선택된 1종 이상의 오일을 포함하고,
제2 오일층은 제1 오일층 표면을 덮는 오일층으로, 하이드로제네이티드 C₆₋₁₄ 올레핀 중합체 또는 식물성 오일을 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 9] 제8항에 있어서, 상기 제2 오일층의 식물성 오일은 메도우폼 씨드오일 (Meadowfoam Seed Oil), 선플라워 씨드 오일 (Helianthus Annuus (Sunflower) Seed Oil), 동백오일 (Camellia Japonica Seed Oil), 올리브유 (Olive oil), 포도씨유 (Grapeseed Oil) 및 림난테스알바씨드 오일 (Limnanthes alba seed Oil)로 이루어진 군 중에서 선택된 1 이상을 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 10] 제8항에 있어서, 스쿠알란 및 지용성 향산화 물질을 더 포함하는, 화장료 조성물.

- [청구항 11] 제10항에 있어서, 상기 지용성 항산화 물질은 토코페롤, 라이코펜 또는 이들의 조합을 포함하는, 화장료 조성물.
- [청구항 12] 제1항에 있어서, 상기 항산화 물질의 함량은 조성물 전체 중량에 대하여 15 내지 35 중량%인, 화장료 조성물.
- [청구항 13] 제1항에 있어서, 상기 오일은 조성물 총 중량에 대하여 3 내지 12 중량%로 포함되는, 화장료 조성물.
- [청구항 14] 제8항에 있어서, 상기 제1 오일층:제2 오일층의 중량비는 30:1 내지 1:30인, 화장료 조성물.