(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년01월17일
(11) 등록번호 10-2490105
(24) 등록일자 2023년01월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
*A61K 8/9789* (2017.01) *A61Q 19/02* (2006.01)
(52) CPC특허분류
*A61K 8/9789* (2017.08)
*A61Q 19/02* (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-0121435
(22) 출원일자 2020년09월21일
심사청구일자 2020년09월21일
(65) 공개번호 10-2022-0038966
(43) 공개일자 2022년03월29일
(56) 선행기술조사문헌
Eun Ju Shin 등, Food Sci. Biotechnol., 2019.03.26., Vol. 28, Iss. 5, pp. 1439-1446.
*(뒷면에 계속)*

(73) 특허권자
**세종대학교산학협력단**
서울특별시 광진구 능동로 209 (군자동, 세종대학교)
(72) 발명자
**임태규**
경기도 성남시 분당구 내정로165번길 35, 517동 1605호(수내동, 양지마을한양아파트)
(74) 대리인
**특허법인리채**

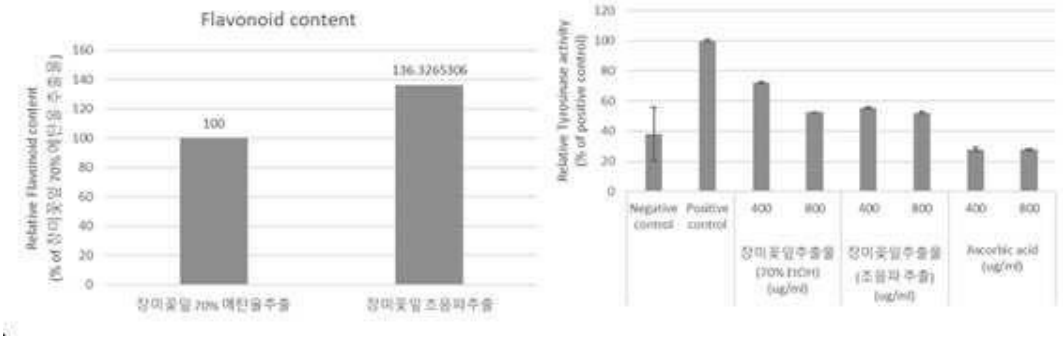
전체 청구항 수 : 총 6 항 심사관 : 김지은

(54) 발명의 명칭 **장미 꽃잎 추출물을 포함한 피부 미백용 화장료 조성물**

## (57) 요 약

본 발명은 장미 꽃잎에서 플라보노이드를 효율적으로 추출하고, 추출물의 티로시나아제 활성 억제효과가 현저하여 이로 인한 멜라닌 생성 억제 및 피부 미백 효과가 뛰어난 피부 미백용 장미 꽃잎 추출물의 제조방법에 관한 것이다.

*대 표 도* - 도1



(52) CPC특허분류
*A61K 2800/782* (2013.01)
*A61K 2800/82* (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌
Min Um 등, Food Sci. Biotechnol., 2018, Vol. 27, Iss. 2, pp. 375-382.
Roxana-Elena Ghitescu 등, Ultrasonics Sonochemistry, 2015, Vol. 22, pp. 535-541.
Young-Ran Song 등, J. Med. Food., 2020.08., Vol. 23, Iss. 8, pp. 870-878.
KR1020020062513 A
KR1020180065001 A

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

| | |
|---|---|
| 과제고유번호 | 1711115551 |
| 과제번호 | 2020R1C1C1004670 |
| 부처명 | 과학기술정보통신부 |
| 과제관리(전문)기관명 | 한국연구재단 |
| 연구사업명 | 개인기초연구(과기정통부)(R&D) |
| 연구과제명 | 피부노화관련 표적 단백질 발굴 및 Computer modeling기반 천연소재 개발 연구 |
| 기 여 율 | 1/1 |
| 과제수행기관명 | 세종대학교 |
| 연구기간 | 2020.03.01 ~ 2021.02.28 |

공지예외적용 : 있음

# 명 세 서

## 청구범위

### 청구항 1

장미 꽃잎에 60% 내지 80% (v/v) 에탄올 수용액을 첨가하고, 비 가열 조건에서 펄스 10 내지 30 s/s의 초음파를 2시간 내지 4시간 가하는 단계를 포함하고,

상기 초음파는 상온의 에탄올 수용액에 가하는 것인 플라보노이드의 추출 방법.

### 청구항 2

청구항 1에 있어서, 상기 에탄올 수용액은 장미 꽃잎 대비 50배 내지 150 배 (v/w) 첨가되는 것인, 플라보노이드의 추출 방법.

### 청구항 3

삭제

### 청구항 4

청구항 1에 있어서, 상기 초음파를 주파수 10KHz 내지 30KHz, 출력 550와트 내지 950와트의 조건으로 가하는, 플라보노이드의 추출 방법.

### 청구항 5

청구항 1에 있어서, 상기 초음파를 펄스 15 내지 25 s/s, 주파수 15KHz 내지 25KHz, 출력 650와트 내지 850와트의 조건으로 2.5시간 내지 3.5시간 가하는, 플라보노이드의 추출 방법.

### 청구항 6

청구항 1에 있어서, 상기 초음파를 펄스 17 내지 23 s/s, 주파수 17kHz 내지 23KHz, 출력 700와트 내지 800와트의 조건으로 2.5시간 내지 3.5시간 가하는, 플라보노이드의 추출 방법.

### 청구항 7

청구항 1에 있어서, 상기 초음파를 펄스 20 s/s, 주파수 20KHz, 출력 750와트의 조건으로 3시간 가하는, 플라보노이드의 추출 방법.

## 발명의 설명

### 기 술 분 야

[0001] 본 발명은 피부 미백용 화장료 조성물에 관한 것이다.

### 배 경 기 술

[0003] 1999년 약사법으로부터 화장품 법이 독립 제정되었다. 기능성 화장품을 제조하는데 약사법 안에 있는 화장품조

항으로는 커버할 수 없는 한계가 있었기 때문이다. 보건복지부에서 정하는 기능성 화장품이란 피부의 미백에 도움을 주는 제품, 피부의 주름 개선에 도움을 주는 제품 그리고 피부를 곱게 태워주거나 자외선으로부터 피부를 보호하는데 도움을 주는 3가지 유형의 제품을 말한다. 그 중 미백 화장품 시장은 전통적으로 하얀 얼굴을 선호하는 한국인의 선호도와 외모 가꾸기 신드롬에 힘입어 눈부신 성장을 이루고 있다.

[0004] 일반적으로 사람의 피부가 검게 되는 원인은 여러가지가 있으나, 특히 주된 원인은 자외선에 의한 피부의 노출이다. 자외선에 피부가 노출되면, 피부 세포의 일종인 멜라노사이트(melanocyte) 내에서 멜라닌(melanin)이 합성되고 방출되어 피부가 검게 된다. 멜라노사이트에서 멜라닌이 합성되는 과정을 살펴보면, 세포내의 티로신(tyrosine)을 기질로 하여 티로시나아제(tyrosinase)라는 효소가 작용하여 도파퀴논 (dopaquinone)을 생성시키며, 도파퀴논으로부터 자발적인 반응과 효소반응 을 거쳐 공중합체 흑색색소인 멜라닌이 생성된다. 따라서 피부가 검게 되는 것을 막기 위하여는 멜라닌 생성과정 중의 일부반응을 저해함으로써 상기 멜라닌의 합성을 억제하거나 침착된 멜라닌 색소를 엷게 하는 방법이 일반적으로 용이하게 행해지고 있다.

[0005] 국내 기능성 화장품 시장은 연간 4조원에 육박하고 있고, 화장품 업계 추산 국내 미백 화장품 시장 규모는 2011년 기준 약 8,000억원이며, 2000년 이후 연평균 5% 이상의 성장 추세에 있는바, 기존의 알려진 미백기능을 가지는 천연 원료들의 문제점을 극복하면서 피부안정성이 뛰어난 다양한 천연 식물 원료들로부터 이제까지 밝혀지지 않은 미백 화장품으로서의 새로운 용도를 개발할 필요성이 대두되고 있다.

[0006] 이에, 본 발명은 꽃잎으로부터 유효물질을 추출하기 위해 일반적으로 사용하는 단순 열수추출법 또는 에탄올 추출법 대비하여 물리화학적으로 안정적이고 효율적으로 유효성분을 추출하는 최적화된 초음파 추출법 조건을 확립하였다.

## 선행기술문헌

### 특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 한국 공개특허 10-2015-0000977호

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0009] 본 발명은 장미 꽃잎 추출물을 포함하는 피부 미백용 화장료 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

### 과제의 해결 수단

[0011] 1. 장미 꽃잎에 60% 내지 80% (v/v) 에탄올 수용액을 첨가하고, 비 가열 조건에서 펄스 10 내지 30 s/s의 초음파를 2시간 내지 4시간 가하는 단계를 포함하는 플라보노이드의 추출 방법.

[0012] 2. 위 1에 있어서, 상기 에탄올 수용액은 장미 꽃잎 대비 50배 내지 150 배 (v/w) 첨가되는 것인, 플라보노이드의 추출 방법

[0013] 3. 위 1에 있어서, 상기 초음파는 상온의 에탄올 수용액에 가하는 것인 플라보노이드의 추출방법.

[0014] 4. 위 1에 있어서, 상기 초음파를 주파수 10KHz 내지 30KHz, 출력 550와트 내지 950와트의 조건으로 가하는, 플라보노이드의 추출 방법.

[0015] 5. 위 1에 있어서, 상기 초음파를 펄스 15 내지 25 s/s, 주파수 15KHz 내지 25KHz, 출력 650와트 내지 850와트의 조건으로 2.5시간 내지 3.5시간 가하는, 플라보노이드의 추출 방법.

[0016] 6. 위 1에 있어서, 상기 초음파를 펄스 17 내지 23 s/s, 주파수 17kHz 내지 23KHz, 출력 700와트 내지 800와트의 조건으로 2.5시간 내지 3.5시간 가하는, 플라보노이드의 추출 방법.

[0017] 7. 위 1에 있어서, 상기 초음파를 펄스 20 s/s, 주파수 20KHz, 출력 750와트의 조건으로 3시간 가하는, 플라보노이드의 추출 방법.

### 발명의 효과

[0019] 본 발명의 추출물 제조방법은 기존의 열수추출과 달리 상온에서 초음파 추출하여 활성성분을 손상시키지 않고, 효율적으로 플라보노이드 성분을 추출할 수 있고, 타이로시나아제 활성 억제 효과가 현저하여 이로 인한 멜라닌 생성 억제 및 피부 미백 효과가 뛰어나다.

## 도면의 간단한 설명

[0021] 도 1은 추출방법에 따른 장미 꽃잎의 플라보노이드 함량 차이 확인를 확인한 결과이다.

도 2은 초음파 진동시간에 따른 페놀류 성분 또는 플라보노이드 함량 차이를 확인한 결과이다.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0022] 이하 본 발명을 상세히 설명한다.

[0024] 본 발명의 플라보노이드 추출방법에 따른 장미 꽃잎 추출물은  플라보노이드 추출 효율 및 타이로시나아제(tyrosinase) 저해 활성이 우수하다.

[0025] 본 발명의 추출 대상인 장미는 학명 *Rosa Gallica*로서, 이 종은  장미과에 속하는 꽃 식물 의한 종으로, 터키와 코카서스 동쪽으로 남부 및 중부 유럽에 서식하는 유럽에서 재배된 최초의 장미 종 중 하나이다.

[0026] 추출 용매는 예를 들면 물, 탄소수 1 내지 4의 알콜, 아세톤, 클로로포름, 메틸렌클로라이드, 에테르, 에틸아세테이트, 헥산 등을 들 수 있으며, 바람직하게는 에탄올일 수 있으며, 구체적으로, 50 내지 90% 에탄올, 보다 구체적으로 60 내지 80% 에탄올일 수 있다.

[0027] 용매의 양은 예를 들면 장미 꽃잎 대비 1배 내지 200배 (w/v), 10배 내지 180배 (w/v), 20배 내지 150배 (w/v), 50배 내지 150배 (w/v), 80배 내지 120배 (w/v) 등일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0028] 추출 방법은 초음파 추출로 1회 내지 10회 반복 추출할 수 있다.

[0029] 필요에 따라, 본 발명에 따른 추출물은 상기 추출 이후에 여과, 농축, 정제, 건조, 동결, 분말화 등의 과정을 거친 것일 수 있다.

[0030] 여과는 공지의 여과 방법에 의할 수 있으며, 예를 들어 여과망 또는 마이크로필터를 이용한 여과, 원심분리, 분액깔때기를 이용할 수 있다.

[0031] 농축은 공지의 농축 방법에 의할 수 있으며, 예를 들어 침전농축, 증발농축, 감압농축, 한외여과법, 역삼투법, 원심분리법 등을 이용할 수 있다.

[0032] 건조는 공지의 건조 방법에 의할 수 있으며, 예를 들어 동결 건조, 분무 건조 또는 열풍건조일 수 있다.

[0033] 분말화는 공지의 분말화 방법에 의할 수 있으며, 예를 들어 덱스트린 포접 등의 과정에 의해 분말화 될 수 있다.

[0034] 본 발명에 따른 상기 추출물은 피부 미백용 화장료 조성물 등에 포함될 수 있다.

[0035] 본 발명에 따른 추출물을 포함하는 피부 미백용 화장료 조성물의 경우, 상기 유효 성분 이외에 화장료 조성물에 통상적으로 이용되는 성분들을 포함할 수 있으며, 예컨대 항산화제, 안정화제, 용해화제, 비타민, 안료 및 향료와 같은 통상적인 보조제, 그리고 담체를 포함한다.

[0036] 본 발명의 화장료 조성물은 당업계에서 통상적으로 제조되는 어떠한 제형으로도 제조될 수 있으며, 예를 들어, 용액, 현탁액, 유탁액, 페이스트, 겔, 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, 아이 크림, 클렌징 크림, 클렌징 폼, 클렌징 워터, 팩, 스프레이 또는 파우더의 제형으로 제조될 수 있다.

[0037] 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.

[0038] 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, 프로필렌

글리콜, 1,3-부틸글리콜 오일, 글리세롤 지방족 에스테르, 폴리에틸렌글리콜 또는 소르비탄의 지방산 에스테르가 있다.

[0039] 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.

[0040] 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.

[0041] 본 발명의 제형이 계면활성제 함유 클렌징인 경우에는 담체 성분으로서 지방족 알코올 설페이트, 지방족 알코올 에테르 설페이트, 설포숙신산 모노에스테르, 이세티오네이트, 이미다졸리늄 유도체, 메틸타우레이트, 사르코시네이트, 지방산 아미드 에테르 설페이트, 알킬아미도베타인, 지방족 알코올, 지방산 글리세리드, 지방산 디에탄올아미드, 식물성 유, 라놀린 유도체 또는 에톡실화 글리세롤 지방산 에스테르 등이 이용될 수 있다.

[0042] 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 비 함유 클렌징 제형은 클렌징크림, 클렌징 로션, 클렌징 워터 및 클렌징 겔이며, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0044] 이하, 본 발명을 구체적으로 설명하기 위해 실시예를 들어 상세하게 설명하기로 한다.

[0045] **제조예- 장미 꽃잎 추출 방법**

[0046] Rosa gallica 10g과 70% 에탄올 1000ml을 혼합하여, 상온에서 초음파 추출기(VCX 750; Sonics & Materials, Newtown, USA)를 통해 상온에서 장미 꽃잎 물 추출물을 수득하였다. 구체적인 추출 조건은 출력 750와트, 진폭 80%, 주파수 20kHz로 설정되었으며, 펄스는 5초 초음파 진동을 가하고, 다시 5초 휴지하는 방식으로 총 3시간으로 초음파 진동시간을 설정하였다. 상기 추출물을 8㎛ 여과지로 여과하고, 동결 건조하여 분말 형태의 추출물을 수득한다.

[0047] **실시예**

[0048] **1. 장미 꽃잎 추출물 내 플라보노이드 함량 측정**

[0049] 96 well plate에 장미꽃잎추출물 및 표준적정곡선을 위한 Catechin 25 ㎕씩 넣어주고 그 위에 증류수 125 ㎕씩 분주한 후, 각 well에 5% NaNO2 8 ㎕씩 분주하고 shaker에서 5분간 반응시킨다. 그 다음 각 well에 10% AlCl3 15 ㎕씩 분주하고 shaker에서 6분간 반응시킨다. 다시 각 well에 1M NaOH 50㎕ 및 증류수 27㎕씩 분주하여 파이펫으로 잘 섞이게 한 후, 510nm에서 흡광도를 측정하여 표준적정곡선으로부터 구해진 Catechin의 함량을 기준으로 플라보노이드의 함량을 계산하였다.

[0050] **2. 장미 꽃잎 추출물 내 폴리페놀 함량 측정**

[0051] 96 well plate에 장미꽃잎추출물 및 표준적정곡선을 위한 Gallic acid를 농도별 40 ㎕씩 분주한 다음, 각 well에 1N 폴린-시오칼토 페놀 시약 20 ㎕ 및 20% Na2CO3 60 ㎕씩 분주한다. 이 후, 호일로 차광하여 shaker에서 30분간 반응 시킨 후 700 nm에서 흡광도를 측정하여 표준적정곡선으로부터 구해진 Gallic acid 함량을 기준으로 페놀 함량을 계산하였다.

[0052] **3. 장미 꽃잎 추출물에 의한 티로시나제 활성 억제효능 분석**

[0053] 티로시나제 활성 억제 효능 분석은 튜브에 20 ml의 0.1 M potassium phosphate 버퍼를 넣고, 여기에 0.02 mg/ml mushroom tyrosinase를 20 ml 넣고 첨가한 후, 본 발명의 장미꽃잎초음파추출물을 농도별(400 또는 800 ug/ml)로 40 ml 첨가하여 25℃에서 10분간 반응시켰으며, 기질로 1 mM L-3,4-dihydroxyphenylalanine (L-DOPA)를 40ml 넣고 25℃ 에서 30분간 반응시켰다. 이후 475 nm 파장영역에서 흡광도를 측정하였으며, 이때 상기 과정을 총 3회 반복하였고 평균값을 측정하여 티로시나제 활성 억제 정도를 분석하였다.

[0054] **4. 장미 꽃잎 추출물의 펄스 조건에 따른 플라보노이드 함량 및 티로시나제 활성 비교 결과**

[0055] (1) 추출 방법에 따른 추출 효율 및 티로시나제 활성 차이 비교

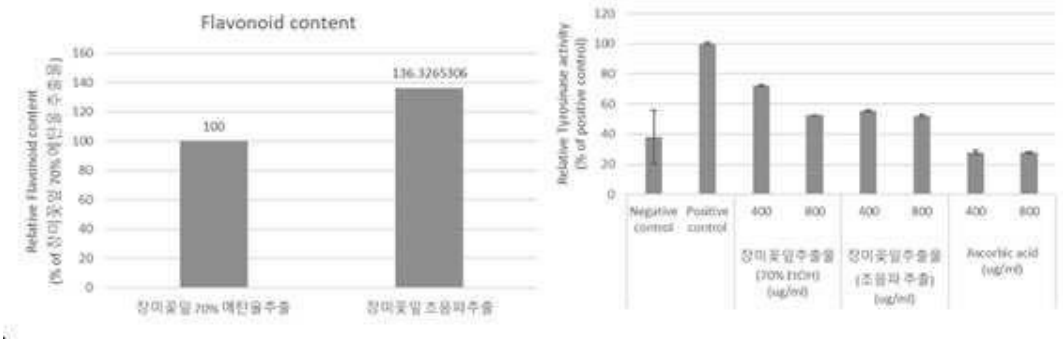
[0056] 장미꽃잎 70% 에탄올 추출물 (초음파처리 없이 가열하여 추출)보다 5초 단위로 초음파를 가하여 획득한 추출물에서 플라보노이드 수율이 36%이상 증가하였다. 티로시나제 활성에 대한 장미 꽃잎 추출물의 효능을 비교한 결과에서도, 초음파 추출법을 통해 획득한 추출물이 가열하여 획득한 추출물보다 티로시나제 활성이 현저하게 저해되는 것을 확인하였다 (도 1 참조).

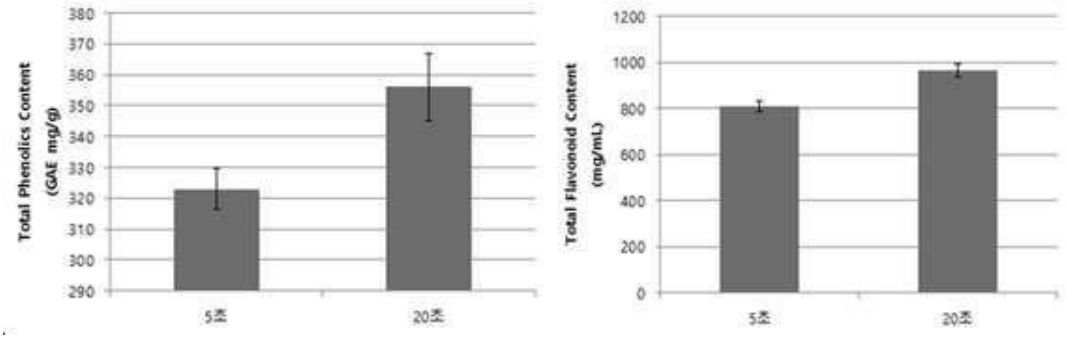
[0057] (2) 펄스 조건에 따른 추출 효율 차이 비교

[0058] 5초 단위로 펄스를 가한 경우 및 20초 단위로 펄스를 가한 경우의 추출물 내 총 페놀화합물 함량과 총 플라보노이드 함량을 비교한 결과, 20초 단위로 펄스를 가하고 다시 20초 휴지하는 방식으로 초음파 추출한 추출물에서 총 페놀화합물 및 플라보노이드가 5초 단위의 펄스를 가한 경우보다 높은 함량을 보이는 것을 확인하였다 (도 2 참조).

## 도면

### 도면1




### 도면2