

Amphiphilic Lipid를 활용한 Microemulsion의 안정성에 관한 연구

강현섭, 윤경로, 서봉석

The study on stability of microemulsion using amphiphilic lipid

Hyunseop Kang, Kyung-rho Yun, Bong-seok Seo

요약

Lipid를 이용하여 보다 안정한 microemulsion을 제조함에 있어 Zeta potential을 이용하여 비교분석하여 보았다. 실험시 Lipid Base와 Cetyl phosphate의 함량변화가 particle size와 zeta potential에 미치는 영향에 대하여 실험을 수행하였으며, zeta potential의 시간 경과에 따른 경시변화에 대하여도 조사하여 microemulsion의 적정조건을 찾을 수 있었다. microemulsion과 emulsion에 대하여 안전성을 비교 관찰 하였다.

1. 서 론

최근 화장품 개발시 기능성 제품을 추구하는 경향에 있어서 제품의 안전성과 안정성에 대한 많은 관심이 집중되고 있다. 이와같은 문제에 대하여 생각해 보고자 한다.

지질을 이용한 MLV에 대한 연구는 지속적으로 수행되어 왔다.

1961년에 Bangham에 의하여 수상에 함유한 lecithin 의 swelling 반응에 의하여 Vesicle 화에 성공하였다.(1) 그 후 W. S. Oleniacz에 의하여 Lecithin, dicetyl phosphate, sterol등을 이용하여 moisturizing agent의 효과를 높이기 위하여 MLV를 이용하였다.(2)

최근에 S.B. Kulkari 등이 MLV liposome을 형성하여 DDS에 응용하였으며 J.T. Simonnet 에 의하여 lipid vesicle 의 전반적인 이해와 nonionic lipids, dicetyl phosphate, cholesterol을 사용하여 Niosoms(vesicles)형성에 관한 연구를 발표하였다.(3,4)

Tomas M. Riddick에 의하여 1970년도에 Zeta potential을 이용하여 emulsion 의 안정성에 평가에 대한 기본적인 자료를 제공하였다.(5) B.R. Reedy 는 zeta potential을 이용하여 안정한 o/w emulsion의 적정조건을 찾을 수 있음을 보고하였다.(6)

A. Avrans는 o/w emulsion 의 zeta potential 과 DLVO이론을 근거로 하여 flocculation rate와의 관계에 대하여 연구하였다.(7)

이와 같은 연구를 기초로 하여 본연구에서는 tocopheryl acetate 5.00(w/w%), macademia nut oil 5.00(w/w%), 그리고 jojoba oil 2.00(w/w%) 의 유상을 lipid을 사용하여 보다 안정한 Micro emulsion을 제조하고자 한다.

2. 재료 및 실험방법

2-1. 실험재료

본 실험에서 사용된 tocopheryl acetate는 BASF사이며, Lipid base로 cholesterol, cholesteryl ester, lecthin 등을 원료로 사용하였으며, 계면활성제로 Cetyl phosphate를 사용하였다. 본 실험에 사용된 원료들은 화장품용으로 사용하였고, 물은 음·양이온 교환수지탑을 통과한 정제수를 사용하였다.

2-2. 실험방법(9,10)

2-2-1. 에멀전 제조방법

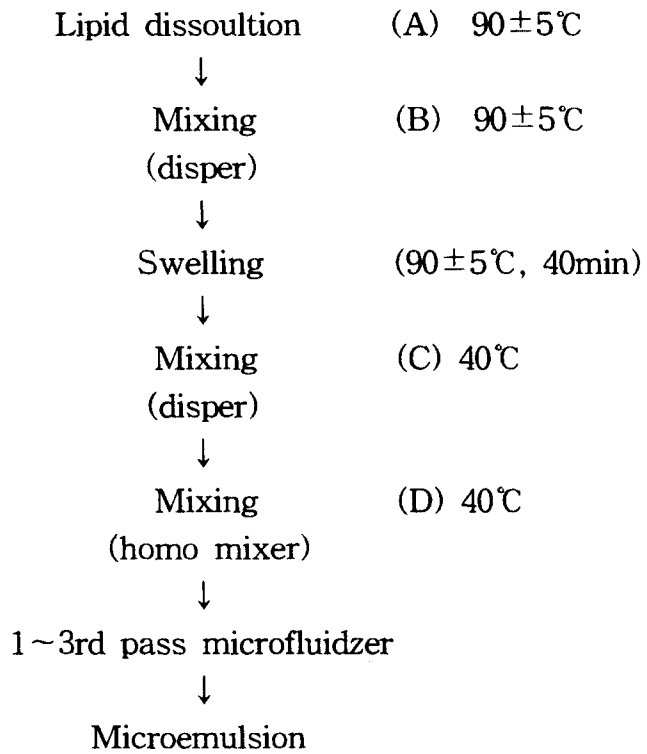


Figure 1. Method of Manufacture

Table 1. Formation of sample emulsion

Ingredients	함 량(%)	비고
A) Lipid base	8.00~16.00	
B) Glycerine	5.00	
P.G.	5.00	
Cetyl phosphate	0.00~0.40	
P-W	to make 100.00	
C) Honey extract	5.00	
D) Tocopheryl acetate	5.00	
Macademia Nut Oil	5.00	
Jojoba Oil	2.00	

2-2-2. Zeta potential 측정

Zeta potential을 측정하는 방법은 여러 가지가 있다. 본 연구에서는 electrophoretic mobility를 측정하여 이 값을 Henrg's equation에 대입하여 Zeta potential을 측정하는 Zetasizer 4(Malvern Instrument, U.K.)를 이용하여 측정하였다.

2-2-3. 에멀전의 입자 분포 측정

제조된 에멀전의 유화입자크기 및 분포는 Dynamic light scattering(DLS) 방법을 이용하는 4700 type particle size analyzer(Malvern Instrument, U.K.)를 사용하여 측정된 데이터는 Melvern 7023 correlater로 Cumulant 방법에 의해 분석하였다.(8)

2-2-4. 원심분리

원심분리는 EPPENDORF사의 CENTRIFUGE 5416를 사용하여 실시 하였다.

3. 결과 및 고찰

3-1. 지질의 영향

지질이 emulsion에 미치는 영향을 알아보기 위하여 Cetyl phosphate 0.4(w/w%)로 고정하고 Table 1의 처방과 같이 emulsion을 제조하였다.

3-1-1. 지질이 유화입자에 미치는 영향

지질에 포함되어 있는 양친매성 성분들이 emulsion 형성에 미치는 영향을 알아보기 위하여 지질의 양 8.00~16.00(W/W%)을 변화하여 particle size를 측정하였다.

Fig. 2에서 보는바와 같이 Lipid base의 함량이 10.00(W/W%)일 때, 작고 균일한 입자를 얻을 수 있었다.

3-1-2. 지질의 전기적 영향

지질이 emulsion의 안정성에 관계 있는 전기적 특성에 대하여 알아보기 위하여 유액을 1%로 희석하여 Zeta potential을 측정하였다.

Fig. 3에서 나타난 결과는 Lipid base의 함량이 10.00(W/W%)일 때 가장 좋은 분산성을 나타냄을 알 수 있었다.

3-2. Cetyl Phosphate의 영향

Emulsion의 안정성을 증대하기 위하여 소량의 음이온 계면활성제인 Cetyl Phosphate를 사용하였다.

3-2-1. Cetyl Phosphate에 의한 유화입자에 미치는 영향

지질의 양을 10.00(w/w%)로 고정하고 Cetyl Phosphate의 양 0.00~0.40(W/W%)을 변화하여 particle size를 측정하였다.

Fig. 4에서와 같이 Cetyl Phosphate의 양이 증가하면서 평균입자 크기는 작아지는 경향을 나타낸다. 그러나 0.3(w/w%)이상에서부터 평균입자크기는 작아지나 입자의 분포가 보다 넓게 분포되어 안정성에 영향을 줄 것으로 사료된다.

3-2-2. Cetyl Phosphate에 의한 전기적 영향

Cetyl Phosphate의 전기적 영향을 알아보기 위하여 1.00(w/w%)로 희석하여 Zeta potential을 측정하였다.

Fig. 5에서 Cetyl Phosphate가 증가하면서 초기에는 높은 기울기를 가지며 증가하다가 0.1(w/w%)이상에서 매우 낮은 기울기로 증가함을 알 수 있었다.

3-3. 시간의 영향

제조된 emulsion은 시간이 경과함에 따라 Zeta potential은 감소하는 경향을 나타낸다. Zeta potential이 감소하면 전기적 반발력이 감소하여 emulsion의 안정성에 영향을 준다. 시간이 경과하면서 Zeta potential의 감소는 lipid Base의 영향보다 Cetyl Phosphate의 함량이 많은 영향을 주는데 이를 25℃ 항온조에 보관하여 일부를 취하여 1(w/w%)로 희석하여 Zeta potential을 측정하였다.

Fig. 6에서 보는바와 같이 0.1~0.2(w/w%)사이에서 가장 낮은 감소율을 나타낼 수 있었다.

3-4. microemulsion 과 emulsion 의 비교

O/W emulsion(A,B,C) 와 microemulsion(D)를 원심분리와 열안정성에 대하여 측정하였다.

3-4-1. 열안정성

열안정성은 80℃ 항온조에서 3주동안 방치후 분리정도를 육안으로 관찰하였다. Fig. 7에서와 같이 sample A), B), C)에서는 분리현상을 보이고 있으나 sample D)에서는 분리현상을 관찰 할수 없었다.

3-4-2. 원심분리

원심분리는 CENTRIFUGE 5416를 이용하여 1시간동안 20,000rpm으로 25℃에서 실시했다.

결과는 Fig. 8에서 보는바와 같이 sampl A), B), C)에서는 분리 현상을 관찰 할 수 있었으나 Sample D)에서는 어떠한 변화도 나타나지 않았다.

4. 결론

본 연구에서는 제품의 안정성에 영향을 미치는 여러 요소중 전기적 영향과 입자의 크기나 분포에 대하여 연구하였다. 본 연구에 사용된 유상에서 emulsion 제조시 최적조건을 찾을 수 있었고 다음과 같은 결과를 얻을 수 있었다.

1. 작고 균일한 microemulsion은 lipid base 10.00(w/w%)에서 얻을 수 있었다.
2. 제품의 안정도에 많은 영향을 주는 Zeta potential은 0.1(w/w%)이상에서는 수렴하는 경향을 나타낸다.
3. 시간이 경과하면서 감소하는 Zeta potential은 지질보다 Cetyl Phosphate의 영향이 지배적이며 0.1~0.2(w/w%)에서 낮은 감소율을 나타내었다.
4. 양친매성 지질을 활용한 microemulsion은 원심분리 및 열안정성에서 O/W emulsion 보다 우수한 안정성을 나타냄을 알수 있었다.
5. 안정성에 많은 영향을 주는 원료에 양친매성 지질을 이용하여 고기능성제품에 응용이 가능할 것으로 사료 된다.

참고문헌

- 1) A. D. Bangham, D. Deamer, Biochimica at Biophysica Acta, Vol 433, 629(1976).
- 2) W. S. Oleniacz, Ringwood N. T., U.S. Patent, 3,957,971 Lever(1976).
- 3) S. B. Kulkari, E. I. Vargha-Butler, Colloid and Surface B: Vol 4, 77(1995).
- 4) J. T. Simonnet, Applied Research Series (SKIN CARE) C&T, 69(1995).
- 5) Tomas M. Riddick, American Perfumer and Cosmetics, Vol 85, 31(1970).
- 6) B. Rami Reddy, A. K. Dorle, C&T, Vol 96, 45, (1981)

- 7) A. Avranas, G. stalids and G. Ritzoulis, Coll. & Poly. Sci. Vol 266, 937(1988).
- 8) Berne D. J., Perora R., Dynamics Light Scattering, Wiley-International, NewYork(1976)
- 9) 지홍근, 서봉석, 손근욱, 정민석. 대한화장품학회지 22권, 1호, 40(1996).
- 10) 김인영, 김중희, 박성순, 서봉석. 대한화장품학회지 22권, 1호, 38(1995).

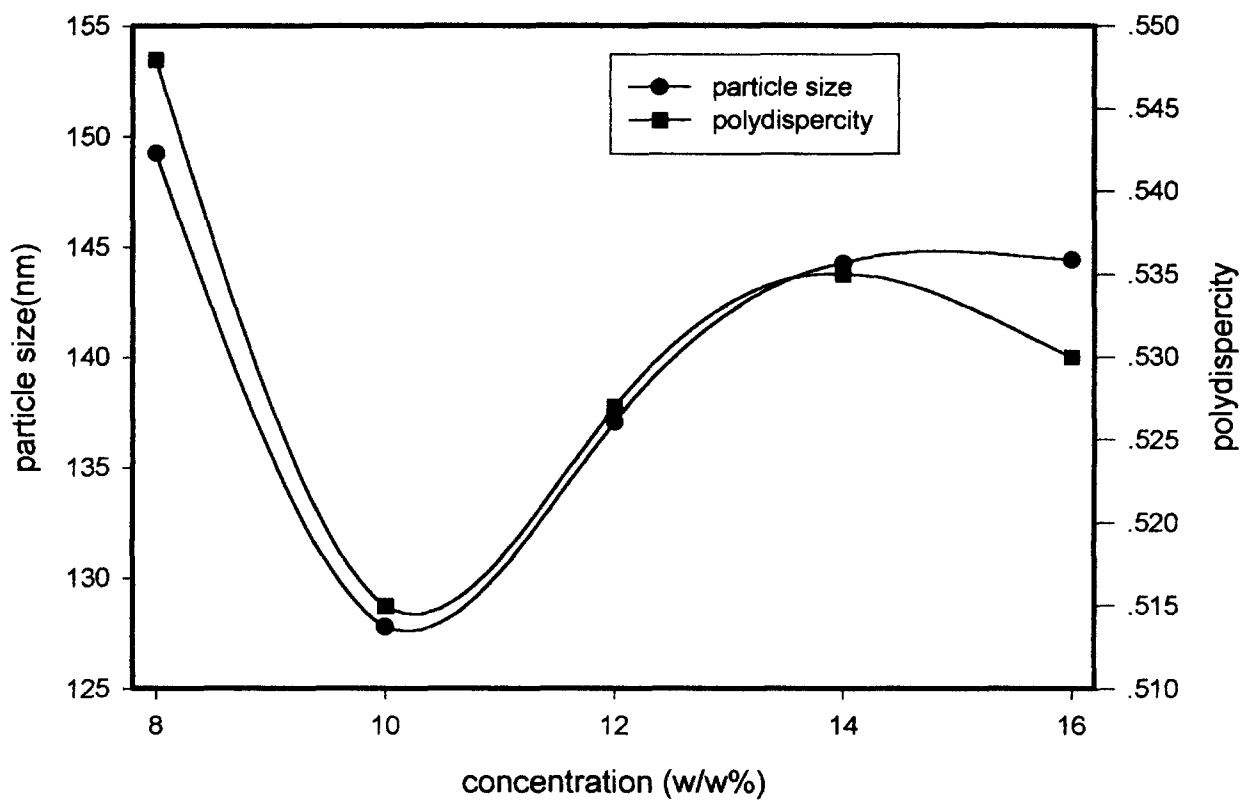


Figure 2. Changes particle size of the emulsion as a function of lipid base

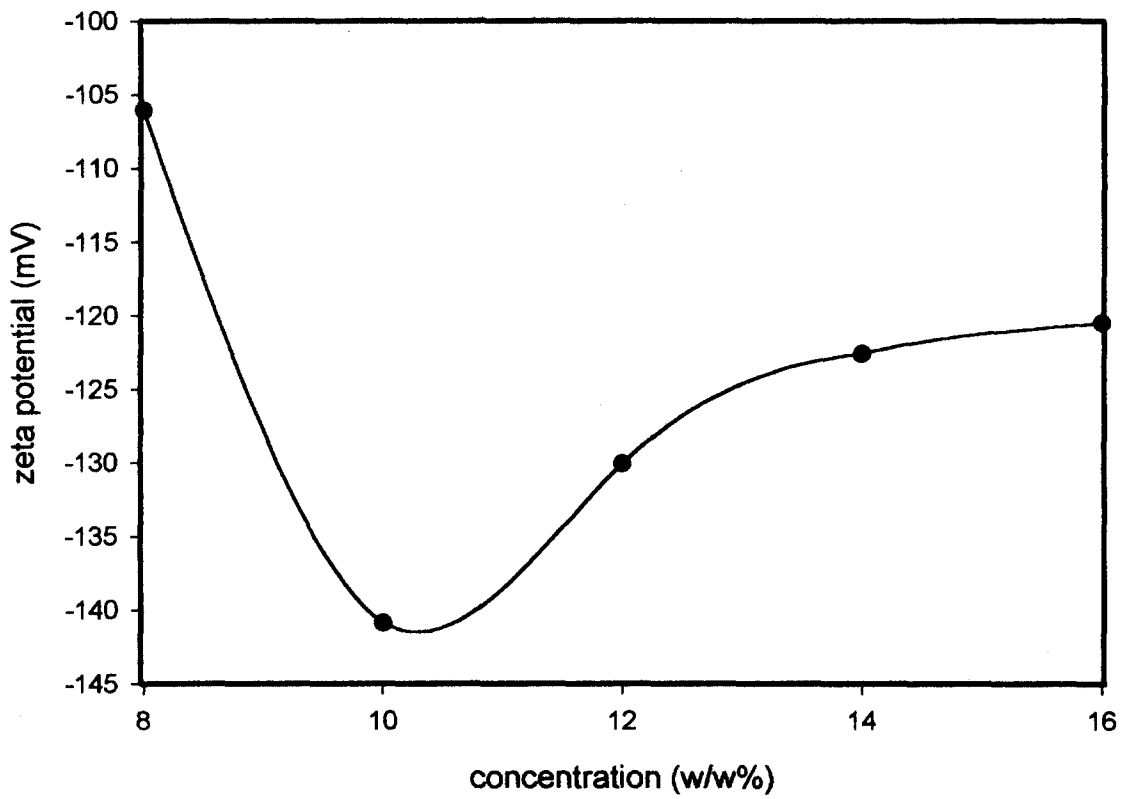


Figure 3. changes in zeta potential of the emulsion as a function of lipid base

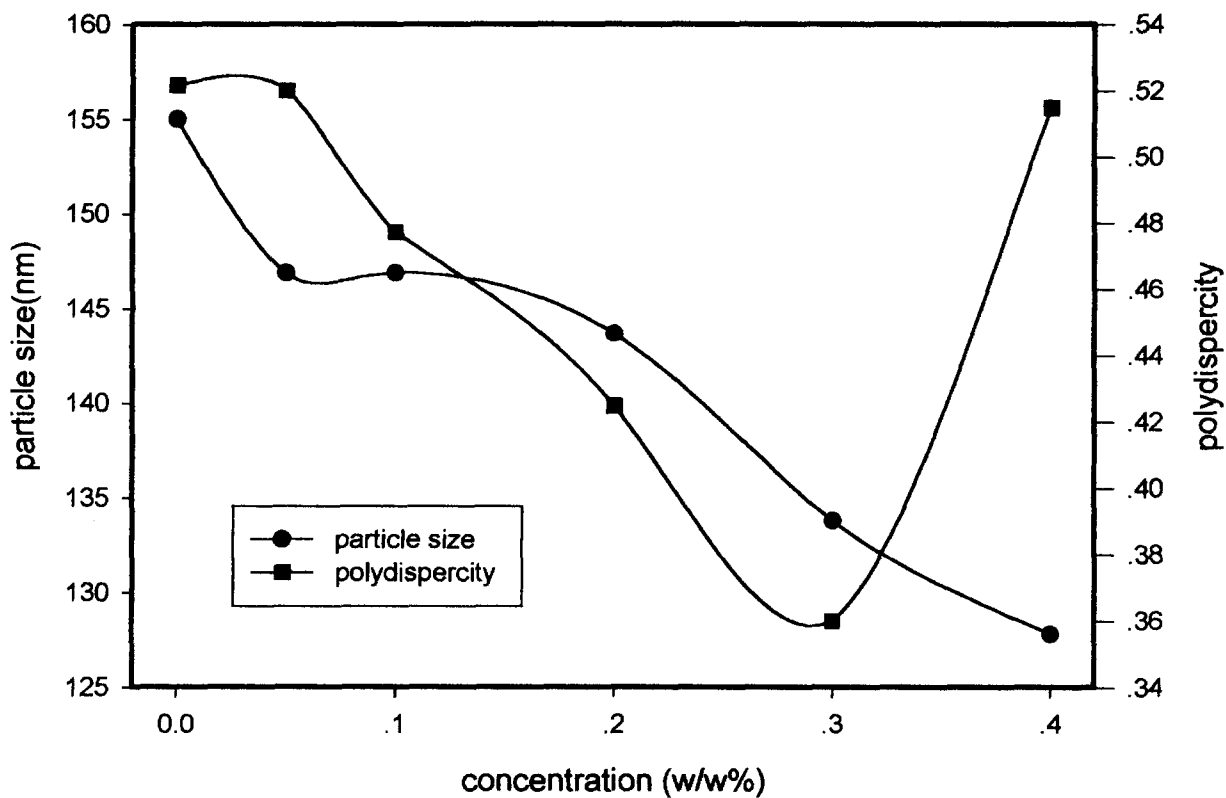


Figure 4. Changes in particle sizes of the emulsion as a function of cetyl phosphate con.

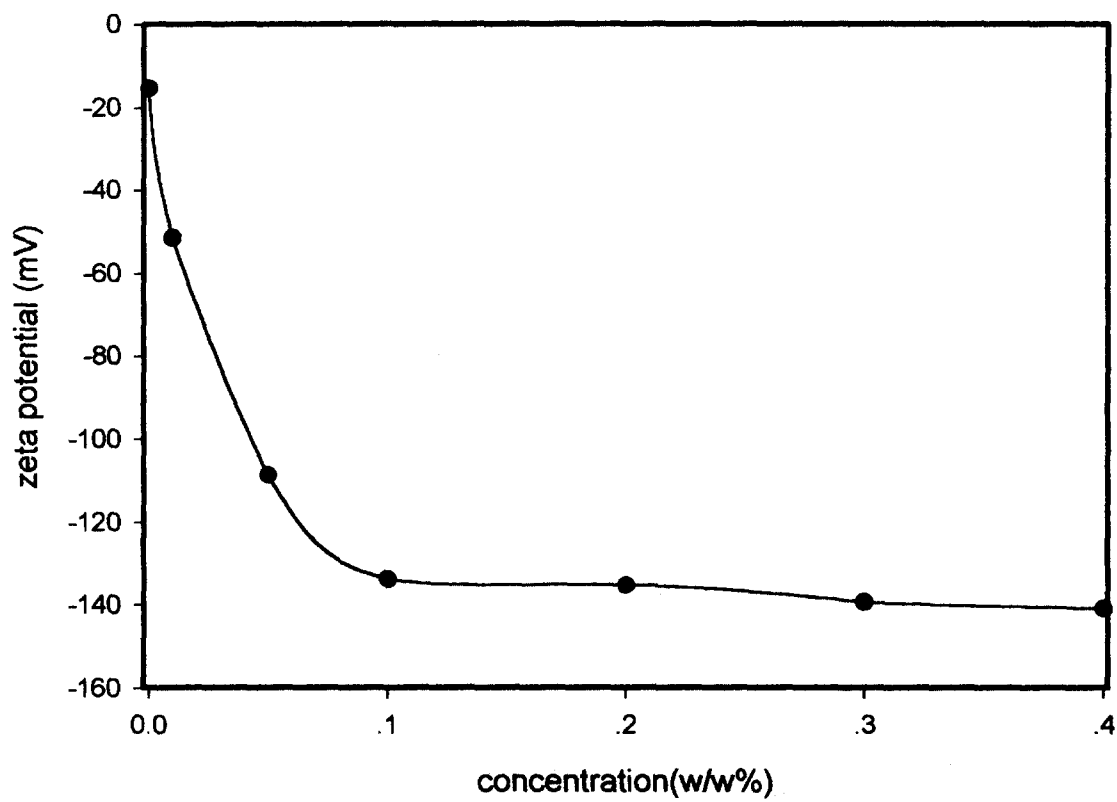


Figure 5. Changes in zeta potential of the emulsion as a function of cetyl phosphate con.

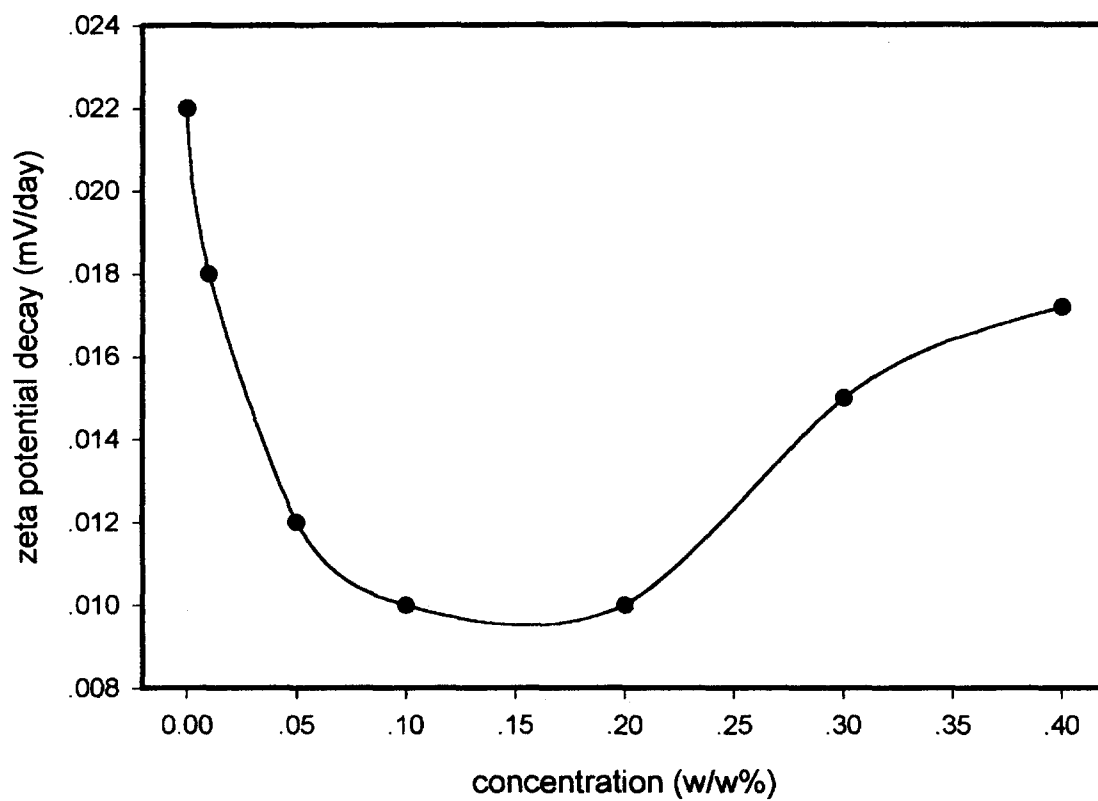


Figure 6. Rate of decrease of zeta potential as a function of cetyl phosphate con. (25°C)

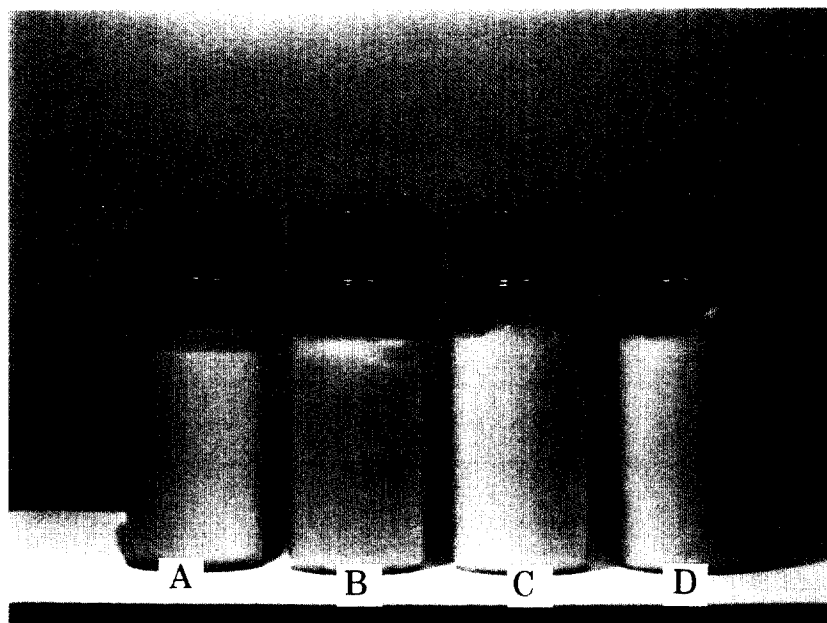


Figure 7. Comparison of microemulsion and emulsion in incubator

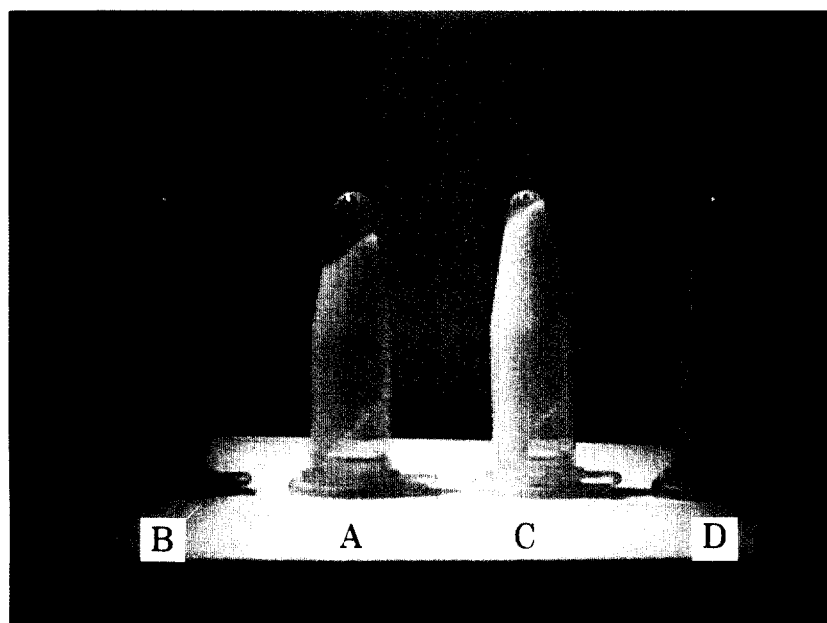


Figure 8. Comparison of microemulsion and emulsion in centrifuge