

기초화장용 제품 중 크림과 로션제의 안정성 평가방법

조혜영 · 이 석 · 백승희 · 최후균* · 이용복†

전남대학교 약학대학, *조선대학교 약학대학
(2003년 11월 9일 접수 · 2003년 12월 10일 승인)

Stability Test for the Cream and Lotion Among the Cosmetic Foundations

Hea-Young Cho, Suk Lee, Seung-Hee Baek, Hoo-Kyun Choi* and Yong-Bok Lee†

College of Pharmacy, Chonnam National University, Gwangju 500-757, Korea

*College of Pharmacy, Chosun University, Gwangju 501-759, Korea

(Received November 9, 2003 · Accepted December 10, 2003)

ABSTRACT—This study was attempted to develop the physicochemical and morphological stability test methods for the cream and lotion formulations among the cosmetic foundations and to provide the guidance for the stability methods with respect to basic emulsions and creams. With these developed stability test methods, we can evaluate the expired date or life time of the available basic cosmetics, especially basic lotions and creams. Also, the stability test methods established in this study can be used as a guideline to test physical and morphological stability of cosmetics in the future. Thus, we selected two types of basic cosmetics such as lotions and creams made by four different cosmetic companies and applied them to the stability test methods depending on the temperature changes such as temperature cycling and freezing-thawing cycling test. After the temperature changes, the conductivity, turbidity, particle size, creaming ratio and pH changes of the creams and lotions were evaluated and morphological changes such as crystal formation, odor, color and feeling of the creams and lotions were also tested. As the results of the stability tests, all the tested creams and lotions except for one lotion were stable. Therefore, it may be concluded that these short-term accelerated stability tests as physical stability test depending on the temperature change study were suitable for the stability testing methods for the basic cosmetics and may be useful for the establishment of the guideline for the stability test of cosmetics.

Key words—Cosmetics, Stability, Cream, Lotion

현재 국내에서는 수많은 화장품들이 시판되어 유통되고 있음에도 불구하고 화장품법이 약사법에서 분리된 지는 그리 오래되지 않았다. 그러나 화장품법이 시행되고 있음에도 불구하고 아직도 각 화장품에 대해 품질관리를 위한 기준 및 고시방법이 적절히 제시되어 있지 않을 뿐 아니라 아직도 약사법에 의한 내용을 준용하거나 약전의 내용을 준용하여 시행하고 있기에 유통 화장품의 품질을 평가하여 우수 화장품을 공급하도록 하는 제도적 장치가 미흡한 실정이다. 따라서 본 연구에서는 수많은 화장품들의 품질관리 방법을 수립해 나가는 연구의 일환으로, 우선 안정성이 우수한 화장품의 제조 및 유통에 일조하기 위하여 비교적 널리 사용되고 있는 기초화장품 중 로션과 크림제에 대한 안정성 시험을 통해 기준 및 시험방법을 제안하고자 하였다.

한편, 현재 가장 많이 사용 · 시판되고 있는 기초화장품 특히 로션과 크림제는 피부에 자극을 주지 않고 끈적임이 없

이 피부에 잘 흡수되는 수중유형의 유제가 대부분을 차지하고 있다.¹⁾ 수중유형 유제는 일반적으로 유화제가 포함된 수상에 유상을 섞어서 제조한다. 따라서 이러한 수중유형 유제의 물리 화학적 안정성을 확보하는 것은 화장품의 품질관리의 기초가 될 수 있다. 그러나 이러한 제품들의 안정성시험법에 대하여 고시화된 시험법은 없으며 제조사에 따라 시험조건, 시험방법 등이 조금씩 다르게 시행되고 있어 시험결과를 비교하기 어려운 경우가 많았다.

따라서, 본 연구에서는 기초화장품 특히 로션과 크림제의 안정성에 영향을 미치는 요인으로는 온도, 광 및 미생물 등에 의한 영향을 들 수 있으나 장 · 단기 안정성시험^{2,6)}의 판정기준을 확립하기 위한 전단계로 온도변화에 따르는 여러 가지 시험방법과 물리화학적 특성을 파악하기 위한 시험방법을 제시하고자 하였다. 이러한 목적으로 우선 국내 시판 종류가 많은 수중유형 기초화장품, 즉 크림과 로션 각각 3 제품에 대하여 온도순환에 따른 안정성과 냉 · 해동순환에 따른 안정성을 측정하였다. 아울러, 각 제제의 물리적 및 형태학적 특성^{4,6,7)}을 파악하기 위하여 색상, 향취, 색상, 사용

†본 논문에 관한 문의는 이 저자에게로
Tel : 062)530-2931, E-mail : leeyb@chonnam.chonnam.ac.kr

감, pH, 전도도 및 탁도 등을 측정하였으며 그 이외에도 입자도 측정과 원심분리 안정성을 측정함으로써 안정성 시험법으로서 가능성을 검토하고자 하였다.⁶⁻¹⁰⁾ 나아가 이 결과를 바탕으로 각 제조사마다 다르게 설정되어 관리하고 있는 기초화장품의 안정성시험법을 설정하고 화장품 사용기한 판정에 관한 기초 자료를 제시하고자 하였다.

실험 방법

재료 및 시약

기초화장품 로션제로는 HP 에멀전(제조번호: QFD, 제조일자: 2003. 6. 18, 이하 시판품 A로션), WM 에멀전(제조번호: 014288, 제조일자: 2003. 4. 8, 이하 시판품 B로션) 및 BF 에멀전(제조번호: 25AJ1, 제조일자: 2003. 3. 15, 이하 시판품 C로션)을, 크림제로는 NH 크림(제조번호: FED, 제조일자: 2003. 5. 13, 이하 시판품 D크림), MI 크림(제조번호: A05234, 제조일자: 2003. 5. 8, 이하 시판품 E크림) 및 CS 크림(제조번호: H17K, 제조일자: 2003. 4. 6, 이하 시판품 F크림)을 구입하여 시료로 하였다. 시료 회석에 사용되는 물은 Milli Q(Millipore Co., Milford, MA, 미국)에서 18 M Ω -cm로 통과시킨 것을 사용하였으며 Silicon wax (Superior[®], Paul Marienfeld KG, Bad Mergentheim, 독일)는 원심분리 실험에 사용하였다.

기기

실험장비로는 전도도계(Cole-Parmer Instrument Co., Vernon Hills, IN, 미국), 탁도계(2100N Turbidimeter, HACH Company, Loveland, CO., 미국), 입도측정기(Autosizer Lo-C, MALVERN Instruments, Worcestershire, 영국), 초고속 원심분리기(H-31, Kokusan Inc., 동경, 일본), 모세관(I.D. 1.1~1.2 mm, Chase Scientific Glass Inc., Rockwood, TN, 미국), pH 측정기(Model IQ150, IQ Scientific Instruments Inc., San Diego, CA, 미국), 화학저울(AR1530, Ohaus Corp., Pine Brook, NJ, 미국), 현미경(CH40RF100, Olympus Optical Co., Ltd., 동경, 일본)등을 사용하였다.

기초화장품의 온도변화에 따른 안정성 시험⁴⁻⁸⁾

온도순환에 따른 안정성 시험-시판중인 각 3종의 로션과 크림을 각각 5°C에서 48시간 보관한 후 안정성 시험에 사용하고 있는 7가지 측정법에 따라 안정성을 측정하고 이어 45°C에서 48시간 보관한 후에도 동일한 방법으로 안정성을 측정하여 이를 1 cycle로 하고 cycle을 계속 5회 반복 시험함으로써 온도변화에 따른 안정성을 측정하였다.

냉·해동순환에 따른 안정성 시험-시판중인 각 3종의 로션과 크림을 각각 -20°C에서 24시간 보관한 후 이어 25°C에서 24시간 보관한 후 상기와 동일한 방법으로 안정성을 측정하여 이를 1 cycle로 하고 cycle을 5회 반복하여 측정하였다.

물리적 및 형태학적 안정성 측정법⁴⁻¹⁰⁾

전기전도도 측정-상기 기술한 온도순환과 냉·해동 순환에 따른 각 3종의 로션과 크림을 각 cycle마다 일정량 취하여 각각의 시료를 증류수로 100배 희석한 다음 전도도계를 이용하여 동일한 방법으로 전기전도도를 측정하였다.

탁도 측정-상기 기술한 온도순환과 냉·해동 순환에 따른 각 3종의 로션과 크림을 각 cycle마다 일정량 취하여 각각의 시료를 증류수로 200배 희석한 다음 탁도계를 이용하여 동일한 방법으로 탁도를 측정하였다.

입자도 측정-상기 기술한 온도순환과 냉·해동 순환에 따른 각 3종의 로션과 크림을 각 cycle마다 일정량 취하여 각각의 시료를 증류수로 200배 희석한 다음 입자 크기 분석기를 이용하여 동일한 방법으로 입자도를 측정하였다.

원심분리 측정-상기 기술한 온도순환과 냉·해동 순환에 따른 각 3종의 로션과 크림을 각 cycle마다 일정량 취하여 모세관에 각각 로션과 크림을 채우고 그 끝을 silicon wax로 단단히 봉인한 다음 초고속원심분리기를 이용하여 10,000 g에서 10분간 원심분리 시킨 후 크리밍 분율을 구하였다.

pH 측정-상기 기술한 온도순환과 냉·해동 순환에 따른 각 3종의 로션과 크림을 각 cycle마다 시료 원액에 pH probe를 꽂아 pH 변화를 측정하여 시험 전에 측정된 값의 ± 0.3 이내의 값을 안정하다고 판정하였다.

현미경 관찰-상기 기술한 온도순환과 냉·해동 순환에 따른 각 3종의 로션과 크림을 각 cycle마다 일정량 취하여 1~2시간 실온에서 방치한 후 유리판에 전연한 다음 면상태의 변화 및 결정성 물질의 석출 유무를 확인하였다.

성상, 변색, 변취 및 사용감-상기 기술한 온도순환과 냉·해동 순환에 따른 각 3종의 로션과 크림을 각 cycle마다 일정량 취하여 육안으로 관찰하여 외관의 변화 및 변성에 따른 냄새의 변화를 알아보고 피부에 도포하여 사용감 등의 변화를 관찰하였다.

결과 및 고찰

시판 로션 및 크림제 3종은 모두 수중유형의 유제로 각각 7가지 안정성 시험법에 따라 시험한 결과 시판품 모두에서 온도순환과 냉·해동 순환에 따른 전도도와 탁도에서는 유

의성 있는 차이를 나타내지 않았으나 시판품 C로션의 경우 온도순환과 냉·해동 순환의 횟수가 증가함에 따라 크리밍 분율의 증가와 입자크기의 감소, 성장 및 사용감의 변화가 관찰되었으며 시판품 D크림의 경우에는 입자크기의 감소가 관찰되었다.

온도순환 및 냉·해동 순환에 따른 물리적 안정성

시판 로션 및 크림제 각 3종의 안정성을 비교하기 위해 온도순환(5°C 또는 45°C 각 온도에서 48시간 보관이 1 cycle) 및 냉·해동순환(-20°C와 25°C에서 각각 24시간 보관이 1 cycle) 조건에서 각각 5회씩 순환시키고 각 순환시기 별로 각각 6회씩 전기전도도, 탁도, 입자도, creaming 분율, pH 변화를 측정한 결과, 다음과 같은 결과를 얻었다.

전기전도도-다중 유화(multiple emulsion)의 최내수상에

전해질을 첨가하여 시간에 따라 외수상으로 유출되는 정도에 따라 안정도를 예측하는 방법으로서 시판품 A, B 및 C로션에 대하여 온도순환 및 냉·해동 순환 횟수를 증가시키면서 전도도를 측정된 결과, 유의성 있는 변화는 관찰되지 않았으며, 또한 시판품 D, E 및 F크림에서도 온도순환 및 냉·해동 순환의 횟수가 증가함에도 불구하고 전도도에 있어서 유의성 있는 변화는 관찰되지 않았다(Figure 1).

탁도-유화 입자의 현탁도의 변화로 입자의 안정성을 평가하는 방법으로서 시판품 A, B 및 C로션에 대하여 온도순환 및 냉·해동 순환 횟수를 증가시키면서 탁도를 측정된 결과, 유의성 있는 변화는 관찰되지 않았으며, 또한 시판품 D, E, 및 F크림에서도 온도순환 및 냉·해동 순환의 횟수가 증가함에도 불구하고 탁도에 있어서 유의성 있는 변화는 관찰되지 않았다(Figure 2).

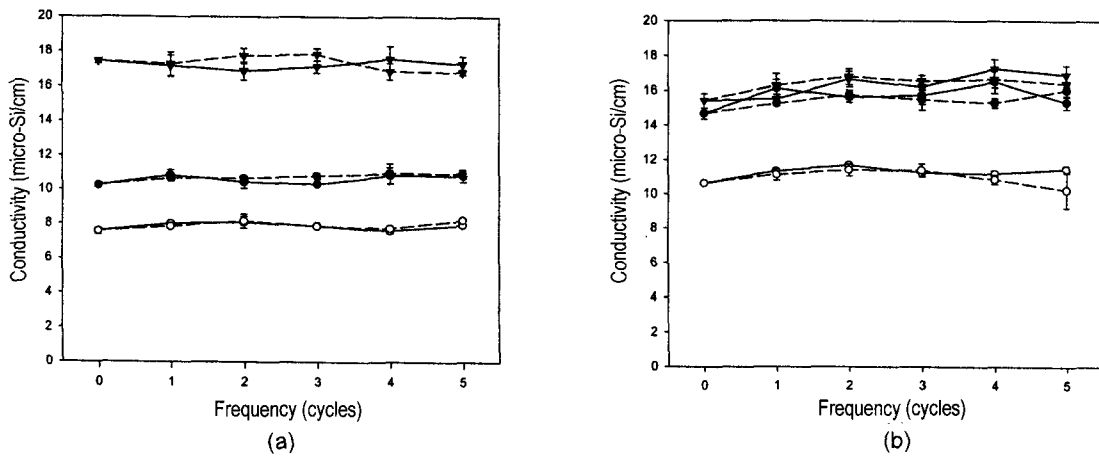


Figure 1-Conductivity changes of lotions (a) and creams (b) as temperature cycling (solid line) and freezing-thawing cycling (short dash line). Keys : (a) ● : A lotion, ○ : B lotion, ▼ : C lotion, (b) ● : D cream, ○ : E cream, ▼ : F cream. Each value represents the mean±S.D. (n=6).

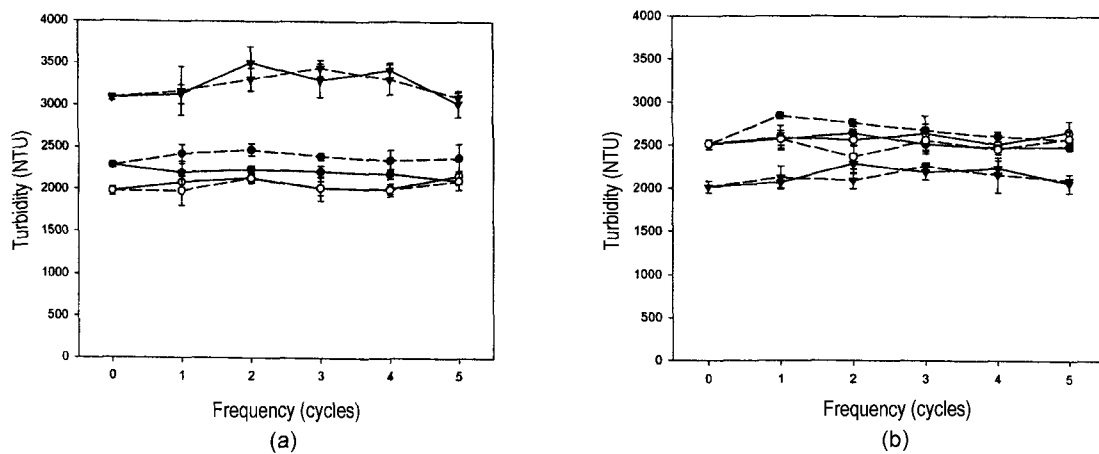


Figure 2-Turbidity changes of lotions (a) and creams (b) as temperature cycling (solid line) and freezing-thawing cycling (short dash line). Keys : (a) ● : A lotion, ○ : B lotion, ▼ : C lotion, (b) ● : D cream, ○ : E cream, ▼ : F cream. Each value represents the mean±S.D. (n=6).

입자도 측정-시간 경과에 따른 입자의 크기와 분포도 변화로 안정도를 예측하는 방법으로서 시판품 A, B 및 C로션의 온도순환과 냉·해동 순환에 따른 입자도 변화를 측정할 결과, 시험 전에 평균 약 213 nm이었던 입자도가 cycle을 거치는 동안 시판품 A와 B로션은 입자도에 변화가 거의 없는 반면 시판품 C로션은 점점 감소하기 시작하여 5 cycle이 지난 후에는 평균 약 132 nm까지 감소하였다. 또한 시판품 D, E 및 F크림에서도 시험 전에 평균 약 207 nm이었던 입자도가 cycle을 거치는 동안 시판품 D와 E크림은 입자도에 변화가 거의 없는 반면 시판품 F크림은 점점 감소하기 시작하여 5 cycle이 지난 후에는 평균 약 125 nm까지 감소하였다(Figure 3). 이와 같이 C로션과 F크림의 입자도가 감소하는 것은 온도순환에 따라 로션과 크림의 안정성이 파괴되어 표면특성이 변화하고 입자도 측정과정 중에 재분산됨으로 인

해 입자도가 작아졌기 때문으로 사료되었다.⁷⁾ 즉, 로션이나 크림의 입자도가 감소하였다고 하여 안정성이 증가되었다고 판단해서는 안됨을 알 수 있었다.

원심분리 측정-원심분리를 이용하여 내외상의 밀도차에 의해 유발되는 유화의 불안정성을 예측하는 방법으로서 시판품 A, B 및 C로션에 대하여 온도순환 및 냉·해동 순환에 따른 안정성을 비교하기 위해 초고속원심분리기를 이용하여 10,000 g에서 10분간 원심분리 시켜 크리밍 분율을 측정할 결과, 시판품 C로션의 경우 횡수가 증가하는 동안 유의성 있는 변화가 나타나기 시작하여 5 cycle이 지난 후에는 온도순환에서는 평균 0.55±0.01, 냉·해동 순환에서는 0.50±0.00까지 증가하였다. 한편 시판품 D, E 및 F크림에서는 온도순환 및 냉·해동 순환 횡수가 증가하는 동안, 유의성 있는 변화는 관찰되지 않았다(Figure 4).

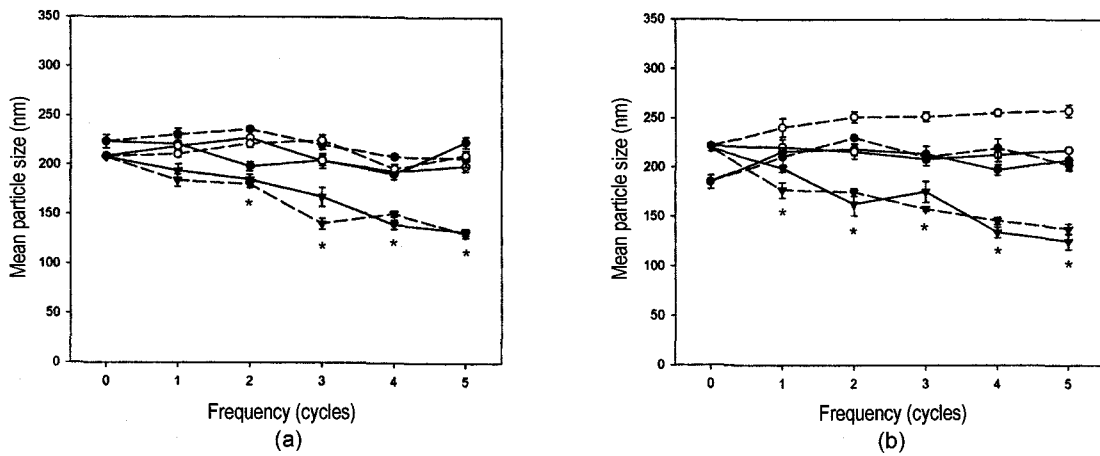


Figure 3—Mean particle size changes of lotions (a) and creams (b) as temperature cycling (solid line) and freezing-thawing cycling (short dash line). Keys : (a) ● : A lotion, ○ : B lotion, ▼ : C lotion, (b) ● : D cream, ○ : E cream, ▼ : F cream. Each value represents the mean±S.D. (n=6). *p<0.05 between zero time and cycling time.

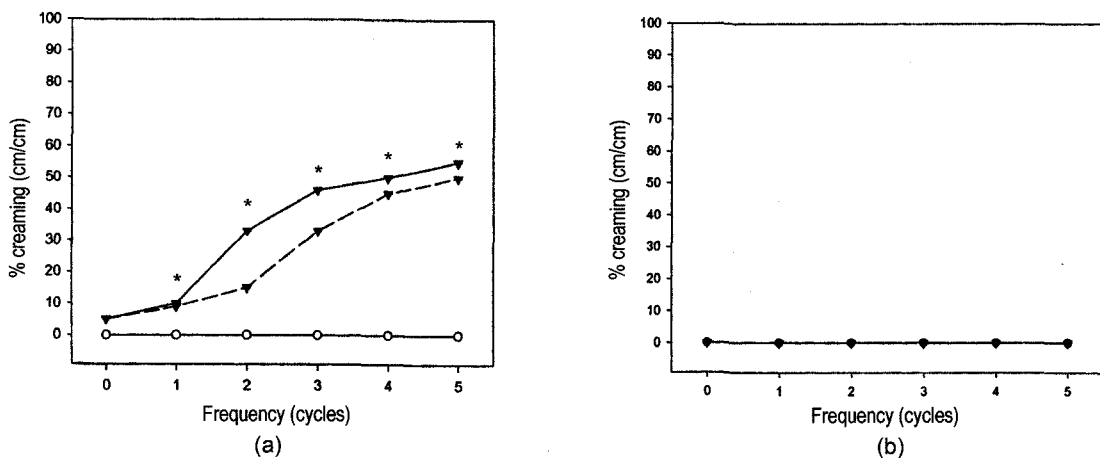


Figure 4—Changes of creaming ratio of lotions (a) and creams (b) as temperature cycling (solid line) and freezing-thawing cycling (short dash line). Keys : (a) ● : A lotion, ○ : B lotion, ▼ : C lotion, (b) ● : D cream, ○ : E cream, ▼ : F cream. Each value represents the mean±S.D. (n=6). *p<0.05 between zero time and cycling time.

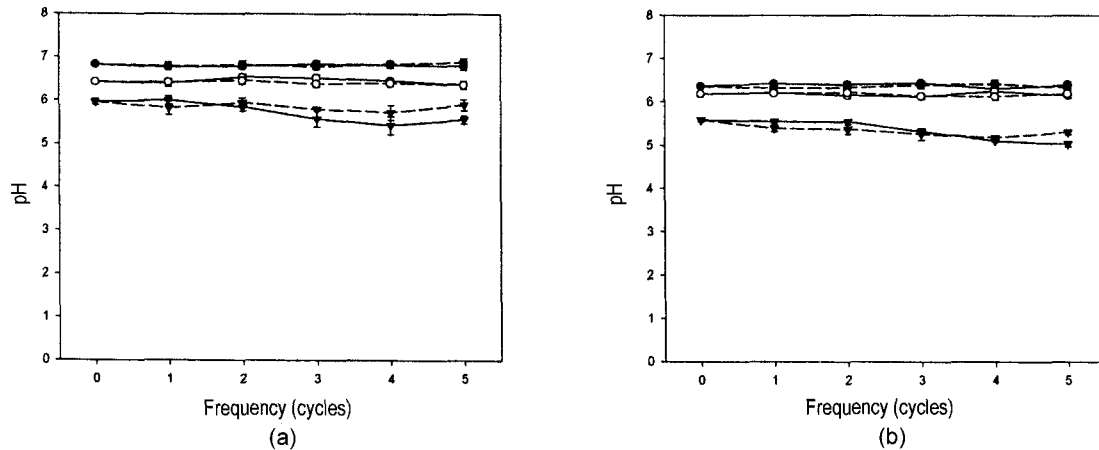


Figure 5—pH changes of lotions (a) and creams (b) as temperature cycling (solid line) and freezing-thawing cycling (short dash line). Keys : (a) ● : A lotion, ○ : B lotion, ▼ : C lotion, (b) ● : D cream, ○ : E cream, ▼ : F cream. Each value represents the mean±S.D. (n=6).

pH 측정—시판품 A, B 및 C로션에 대하여 온도순환 및 냉·해동 순환에 따른 pH 변화를 관찰한 결과, 시험 전 평균 약 6.4이었던 pH가 cycle을 거치는 동안 시판품 A와 B로션은 pH에 변화가 거의 없는 반면 시판품 C로션은 점점 감소하기 시작하여 5 cycle이 지난 후에는 평균 약 5.56까지 감소하였다. 또한 시판품 D, E 및 F크림에서도 시험 전에 평균 약 6.04이었던 pH가 cycle을 거치는 동안 시판품 D와 E크림은 pH에 변화가 거의 없는 반면 시판품 F크림은 점점 감소하기 시작하여 5 cycle이 지난 후에는 평균 약 5.03까지 감소하였다(Figure 5).

현미경 관찰—시판품 A, B 및 C로션과 D, E 및 F크림에 대하여 온도순환 및 냉·해동 순환에 따른 입자 형태의 변화와 결정성 물질의 석출을 유무를 관찰한 결과, A, B 및 C로션과 D, E 및 F크림 모두 형태의 변화는 관찰되지 않았으며 결정성 물질의 석출도 관찰되지 않았다.

성상, 변색, 변취 및 사용감—시판품 A, B 및 C로션과 D, E 및 F크림에 대하여 온도순환 및 냉·해동 순환에 따른 성상, 색상, 향취 및 사용감의 변화를 관찰한 결과, 시판품 A 및 B로션과 D, E 및 F크림은 시험 전과 비교하여 성상, 색상, 향취 및 사용감의 변화가 관찰되지 않았으나 C로션의 경우에는 색상과 향취에는 변화가 없었지만 cycle을 거치는 동안 상분리가 일어나기 시작하여 투명도가 점점 맑아지는 것을 관찰할 수 있었으며, 상층부 분리에 따른 오일감의 증가를 확인할 수 있었다.

결론

기초화장용 제품 중 크림과 로션제의 장·단기 안정성 시험법을 확립·제시하기 위하여 시판 수중유형 크림 및 로션

각각 3제품에 대하여 온도순환에 따른 안정성시험과 냉·해동순환에 따른 안정성시험을 각각 5회까지 수행하여, 매회 각 제제에 대하여 6회씩 현미경을 통한 형태의 변화 및 결정성 물질의 석출유무, 입자크기와 분포의 변화, 원심분리를 통한 크리밍분율의 변화, 성상, 향취, 색상 및 사용감 등 물리적 안정성을 평가하고 그 이외에 pH, 전도도 및 탁도의 변화를 측정·비교한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 선택된 시판 로션과 크림 중 C사의 로션을 제외한 대부분이 온도순환과 냉·해동순환에 따른 여러 평가방법에 있어 뛰어난 안정성을 나타냈다.

2. C사 로션의 경우, 온도순환과 냉·해동순환에 따른 크리밍 비율의 증가와 입자크기의 감소 및 성상, 사용감의 변화가 관찰되었다. 특히, 온도순환에 따른 안정성시험에서는 45°C에서 48시간 보관 후 관찰 시 보관용기를 좌우로 흔들어 보았을 때 그 안의 로션이 심하게 흔들렸고 점도 또한 현저히 낮아졌으며 사용감에 있어서도 상층부의 분리에 따른 오일감의 증가를 관찰할 수 있었다. 이러한 현상들은 온도순환의 횟수가 증가함에 따라 더욱 분명히 나타나 그 안정성이 다른 제품에 비해 크게 떨어짐을 확인할 수 있었다.

이로부터, 본 시험방법이 안정성의 미세한 변화까지 관찰하기에는 충분하지 않을 가능성을 배제할 수는 없으나 크림과 로션의 안정성 시험방법으로서 그 적용가치가 클 것으로 판단하였다. 본 시험의 결과 기초화장품 특히 크림과 로션의 장·단기 안정성 시험방법으로서 온도순환시험법, 냉·해동순환시험법 및 물리적 및 형태학적 측정시험법을 제시할 수 있었다고 사료되었다. 따라서, 본 실험을 통해 개발된 기초화장용 제품 중 크림과 로션제에 대한 안정성 평가방법을 통하여 크림과 로션의 사용기한과 유통기한의 적정성과 안정

성 시험방법의 가이드라인이 제시되면 품질이 우수한 크림과 로션의 개발에 일조하고 국내 향장품업계의 제조기술을 진작시키고 아울러, 국내 유통화장품의 안정성을 확보할 수 있어 화장품 사용기한에 대한 기초 자료를 제공할 수 있을 것으로 기대된다.

감사의 말씀

본 연구는 식품의약품안전청에서 시행한 기능성화장품 안전성관리사업(KFDA-03072-기화안-206)의 지원을 받아 전남대학교 약학대학에서 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

문 헌

- 1) 化粧品製劑學, 野呂俊一, 小石眞純 編, Fragrance Journal Ltd., 東京, pp. 103-197 (1983).
- 2) Stability testing of drug products, Ed. by W. Grimm, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH, Stuttgart, pp. 40-55 (1987).
- 3) Harry's cosmeticology, 7th Ed. by J.B. Wilkinson and R.J.

- Moore, George Godwin, London, pp. 50-90 (1982).
- 4) 化粧品の分析・試験法と機能効果の測定法, 義平那利 編, Fragrance Journal Ltd., 東京, pp. 237-243 (1985).
- 5) M. Gallarate, M.E. Carlotti, M. Trotta and S. Bovo, On the stability of ascorbic acid in emulsified system for topical and cosmetic use, *Int. J. Pharm.*, **188**, 233-241 (1999).
- 6) C. Anchisi, A.M. Maccioni, C. Sinico and D. Valenti, Stability studies of new cosmetic formulations with vegetable extracts as functional agents, *II Farmaco*, **56**, 427-431 (2001).
- 7) I. Roland, G. Piel, L. Delattre and B. Evrard, Systematic characterization of oil-water emulsions for formulation design, *Int. J. Pharm.*, **263**, 85-94 (2003).
- 8) M. Bury, J. Gerhards, W. Erni and A. Stamm, Application of a new method based on conductivity measurements to determine the creaming stability of o/w emulsions, *Int. J. Pharm.*, **124**, 183-194 (1995).
- 9) D. Miller, E.-M. Wiener, A. Turowski, C. Thunig and H. Hoffmann, O/W emulsions for cosmetics products stabilized by alkyl phosphates-rheology and storage tests, *Colloids and Surfaces*, **152**, 155-160 (1999)
- 10) 이문석, 조혜영, 이용복, 복합비타민 유제의 제조와 평가, *약제학회지*, **32**(1), 13-19 (2002).