

소풍산을 첨가한 크림의 안정성 및 물성 변화

안봉전* · 이진영 · 이창언 · 손준호 · 박정미 · 박태순

대구한의대학교 화장품약리학과

Stability and Rheology of Cream Containing Sopoongsan

Bong-Jeon An*, Jin-Young Lee, Chang-Eon Lee, Jun-Ho Son, Jung-Mi Park and Tae-Soon Park

Department of Cosmeceutical Science, Daegu Haany University, Kyungsan 712-715, Korea

Received July 5, 2005; Accepted November 11, 2005

Sopoongsan is an oriental medicinal composition including 12 medicinal herbs. Sopoongsan is known to have anti-inflammatory, antimicrobial, anti-allergic, and anticancer effects on human skin. The results of stability test showed that the creams containing Sopoongsan extracts were very stable at both accelerated temperature conditions and sun-light. And pH and viscosity of each cream did not change greatly for 56 days. From the particle size and rheological measurements, it can be known that when the amount of the Sopoongsan extracts increases, the mean value of particle size decreases, and the value of the complex modulus and loss angle increases, which means the Sopoongsan extracts help stabilize the emulsion. From the result of human patch test to assess the safety of cream containing Sopoongsan extracts, there was no stimulus of negative reaction on skin. In result of the user tests, it can be known that the higher concentration of the Sopoongsan was preferred by customers.

Key words: Sopoongsan, oscillatory shear, surface tension, particle size, stability

서 론

消風散은 《東醫寶鑑》에 수록된 처방으로 荊芥, 甘草, 人參, 白茯苓, 白僵蠶, 川芎, 防風, 藿香, 蟬蛻, 羌活, 陳皮, 厚朴의 12가지 한약재로 구성되어 있다. 이 처방은 피부에 세균성 습진이나 피부알러지, 무좀 등의 피부질환이 생겨서 국소가 붓고, 가렵고, 진물이 날 때에 소염, 항균작용 및 항알러지, 항암작용과 피부, 점막의 부종을 완화하는 작용을 한다.¹⁾ 피부는 시간이 지남에 따라 신진대사를 조절하는 각종 호르몬의 분비가 감소하고, 면역 세포의 기능과 세포들의 활성이 저하되어 생체내에 필요한 면역 단백질 및 생체 구성 단백질들의 생합성이 줄어들게 되며, 각종 오염물질과 자외선에 의해 피부가 약아지며, 주름이 증가되고, 탄력이 감소될 뿐 아니라, 기미, 주근깨 및 검버섯이 증가하게 된다.^{2,3)} 그래서 최근에는 자연 지향적이고 환경 친화적인 소비추세에 맞추어, 화장품에 들어가는 유효성분도 화학물질뿐만 아니라 식물 유래의 천연물이 그 유용성을 기반으로 하여 여러 가지 형태로 화장품에 배합되어 사용되고 있으며, 특히, 자연주의의 바람을 타고 생약을 포함한 식물성 원료에서 해양원료에 이르기까지 다양한 천연소재를 이용한 화

장품의 개발이 이루어져 천연화장품 전성시대가 도래하고 있다.^{4,5)} 또한 한약재들로부터 암세포의 성장이나 활성산소를 저지할 수 있는 물질에 대한 연구가 활발히 진행되고 있으며,⁶⁻⁸⁾ 웰빙 트랜드를 반영한 신토불이 한약재를 이용한 한방화장품 개발에 높은 관심과 연구가 진행되고 있다. 따라서 본 연구에서는 소풍산을 첨가한 크림을 제조하여 한방화장품 소재로서의 적합성을 확인하기 위해 물성변화 및 안정성을 검토하였다.

재료 및 방법

재료. 본 실험에서 사용한 消風散¹⁾은 《東醫寶鑑》에 기록된 내용에 준하여 함량을 정하였으며, 시료로 사용된 약재는 동우 당제약(주)에서 구입하여 물로 세척하여 음건 후 사용하였다. 시료의 생약명과 학명 및 처방 함량은 Table 1과 같이 사용하였다.

시료 추출. 시료의 추출은 Fig. 1과 같이 추출하였다. 소풍산의 열수 추출물은 荊芥 15 g, 甘草 15 g, 人參 7.6 g, 白茯苓 7.6 g, 白僵蠶 7.6 g, 川芎 7.6 g, 防風 7.6 g, 藿香 7.6 g, 蟬蛻 7.6 g, 羌活 7.6 g, 陳皮 4.6 g, 厚朴 4.6 g에 1,000 mL의 증류수를 가하여 85°C에서 3시간 환류생각 추출하여 상등액과 침전물을 분리하여 3회 반복 추출하였다. 에탄올 추출은 12종의 한약재에 70% 에탄올 1,000 mL을 가하여 실온에서 24시간 침지한 후 상등액과 침전물을 분리하여 동일한 방법으로 3회 반복

*Corresponding author

Phone: 82-53-819-1429; Fax: 82-53-819-1429

E-mail: anbj@dhu.ac.kr

Table 1. Composition of Sopoongsan (消風散)

韓藥名	Botanical name	生藥名	重量(g)
荊芥	<i>Nepeta japonica</i> Max.	Nepetae Herba	15
甘草	<i>Glycyrrhiza uralensis</i> Fischer	Glycyrrhizae Radix	15
人參	<i>Panax ginseng</i> C. A. Meyer	Ginseng Radix Alba	7.6
白茯苓	<i>Poria cocos</i> Wolf.	Hoelen	7.6
白僵蠶	<i>Bombyx mori</i> L.	Bombyx Corpus	7.6
川芎	<i>Cnidium officinale</i> Makino	Cnidii Rhizoma	7.6
防風	<i>Peucedanum japonicum</i> Thunberg	Saposhnikoviae Radix	7.6
藿香	<i>Agastache rugosa</i> O. K.	Agastaches Herba	7.6
蟬蛻	<i>Dendrobium nobile</i> Lindley	Cicadidae Periostracum	7.6
羌活	<i>Angelica koreana</i> Kita.	Angelicae koreanae Radix	7.6
陳皮	<i>Citrus unshiu</i> Makino	Citri Pericarpium	4.6
厚朴	<i>Magnolia officinalis</i> Rehd.	Magnoliae Cortex	4.6
Total amount.			100

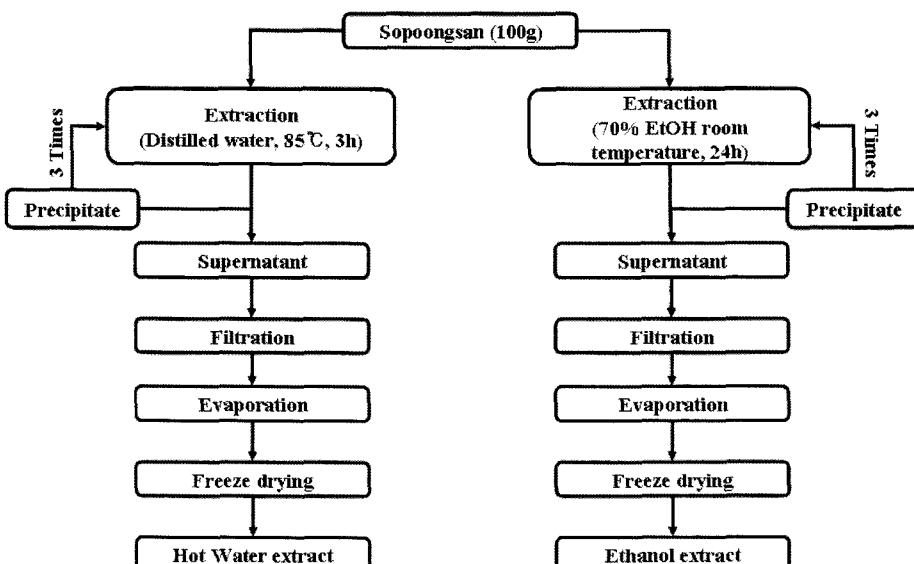


Fig. 1. The procedure for extraction from oriental medicine prescription Sopoongsan.

추출하였다. 각 추출물을 원심분리 및 여과, 농축하여 동결건조 후 냉장실에 보관하여, 시료로 사용하였다.

소풍산 크림의 제조 및 방법. 소풍산 크림은 보습제인 Glycerin, LP 70, 접착제인 Carbopol 940, 중화제인 T.E.A, 방부제인 Preservatives, 유화제인 GMS 205, Arlacel 60, 유화보조제인 Lanetto O 등과 소풍산 추출물을 Table 2에 따라 제조하였다. 수상과 유상을 나누어 80°C까지 가열하여 용해시킨 후, Homo mixer(T.K. Homo Mixer Mark II, Tokushu kika kogyo Co., Ltd. Japan)를 이용하여 3,000 rpm에서 2분간 유화하고, Triethanolamine(T.E.A)를 넣고 3,000 rpm 8분간 유화한 후, 50°C까지 냉각시키고, 소풍산 추출물을 넣은 후 3,000 rpm 3분간 유화시켜 30°C까지 냉각한 후 털포하였다.

색도 측정. 소풍산 크림의 색도 측정을 위하여 Color Difference Meter(Spectrophotometer CM-3600d, Minolta Co. Ltd., Japan)를 사용하여 측정하였으며, 기계는 표준흑판 및 백판으로 표준화 시킨 다음 유리 cell에 시료 10 ml를 옮기고 이것을 Hunter color값 즉, 명도(L: lightness), 적색도(a: redness), 황색도(b: yellowness)값으로 나타냈으며, 3회 반복하여 평균값

을 측정하였다.

표면장력 측정. 먼저 백금 ring을 무수 알코올로 씻고, 알코올 램프로 태우는 과정을 3~4회 반복한 후 건조시켜 $25 \pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 에서 측정하였다. Ring을 액에 넣은 다음 서서히 끌어 당겨 최고의 힘(Fmax)에 도달할 때의 값을 측정하였으며, 오차를 최소화하기 위해 실험은 각 농도마다 5번 이상 측정하고 평균치를 사용하였다. 표면장력 측정은 Surface tension(DST-30, Surface & Electro-Optics Corporation, Korea)의 기기를 이용하여 Du Noüy 고리법(ring method)^{9,10}으로 측정하였다.

pH 측정. pH 측정은 소풍산 추출물의 pH와 $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 에 보관한 소풍산이 첨가된 크림을 2 g 덜어 30 ml 중류수로 희석한 크림의 pH를 측정하였다. pH 측정은 Metrohm(Metrohm 691, Metrohm UK Ltd. Switzerland)사의 pH meter를 이용하여 측정하였다.

입자 크기 측정. 소풍산 크림의 입자 크기를 측정¹⁰⁻¹² 하기 위하여 실온에서 3개월 보관한 크림 1 g을 중류수에 15배 희석하여, 측정시의 온도는 $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$, start size는 0.01 μm , cycle은 4, scale 20을 사용하여 3회 반복하여 평균값으로 표시하였다.

Table 2. The experimental formulation of the cream containing Sopoongsan

No.	Raw material	Chemical name	Content % (W/W)	#1	#2	#3	#4	#5
1	D.I. water	Deionized water	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100
2	Glycerin	Glycerin	10	10	10	10	10	10
3	Preservatives	Phenoxy ethanol, <i>p</i> -Oxybenzoic acid tridecyl ester	Q.S	Q.S	Q.S	Q.S	Q.S	Q.S
4	Carbopol 940	Carboxyvinylpolymer	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
5	Lanetto O	Cetearyl Alcohol	4	4	4	4	4	4
6	GMS 205	Glyceryl Monostearate	2	2	2	2	2	2
7	Arlacel 60	Sorbitan Stearate	2	2	2	2	2	2
8	T.I.O	Glyceryl Triotanoate	5	5	5	5	5	5
9	LP 70	Sodium laureth sulfate	7	7	7	7	7	7
10	T.E.A	Triethanolamine	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
11	Sopoongsan	Schizonepetiae Herba, Glycyrrhizae Radix etc.	0%	0.0001%	0.001%	0.01%	0.1%	1%

*Q.S (Quantum sufficit: Proper quantity)

기기는 Particle size analyzer(Mastersizer S MAM 5004, Malvern Instruments, Ltd., UK)를 이용하여 측정하였다.

점도 측정. 점도 측정^{13,14)}은 25°C에서 스픈들(spindle) No. 5를 선택하여 50 rpm에서 1분간 점도를 측정하였다. 기기는 Brookfield Viscometer(Brookfield DV-II+, Brookfield Engineering Laboratories, Inc., USA)를 이용하여 측정하였다.

동적 점탄성 측정(Oscillatory shear test). 동적 점탄성 측정을 위하여 콘(Cone)은 지름이 60 mm이고 기울기가 2도인 것을 이용하였으며, 콘과 플레이트(Plate) 사이의 측정거리는 60 μm로 실험종료까지 일정하게 하였다. 온도는 25±0.3°C로 일정하게 유지하였으며, 시료가 측정거리에 도달했을 때부터 5분간 기다린 후에 측정을 시작했다. Oscillation test¹⁵⁻²⁰⁾의 stress sweep의 응력 범위는 0.5968~600 Pa까지이며, 낮은 범위에서 더 정밀한 값을 얻기 위해 로그 스케일로 응력을 상승시켰으며, 측정 포인트간 쉬는 시간은 두지 않았다. 농도에 따른 소풍산 크림의 물리화학적 특성을 동적 점탄성 측정을 통하여 검증하였으며, 각 실험은 3회씩 반복하였으며, 평균치를 이용하여 저장 탄성률(storage modulus, G'), 손실 탄성률(loss modulus, G''), 복소 탄성률(complex modulus, G*)과 손실각(loss angle, δ)을 측정하였다. 동적 점탄성 측정기기는 Rheometer(AR550, TA Instruments Co. Ltd., USA)을 사용하여 측정하였다.

일반적 보존 시험

온도(Incubation)에 따른 안정성 시험법. 소풍산 크림의 온도(Incubation)에 따른 안정성 시험법²¹⁾은 소정의 온도 조건(0, 25, 40°C)에 보관하여, 1, 3, 5, 7, 14, 28, 56일 간격으로 변색, 발색, 변취, 산폐, pH 등의 경시적 상태변화를 육안으로 평가하였다.

광안정성 시험법

인공광(Artificial sun lamp) 노출 시험법. 투명 용기에 크림을 담아 Sun Lamp(WL-610, Labtron Co. Ltd., Korea)에 넣은 후 기내 온도는 40°C, 광원과의 거리는 20.3cm로 조절하여 인공 UV조사 후 0.5, 1, 2, 4, 6시간 동안의 변색, 발색, 변취, 산폐 등의 변화를 육안으로 평가하였다.

자연광 노출 시험법.

한여름 태양 하에서의 조건을 고려하여

Table 3. The expression method of patch test

Reaction	Expression
Negative	-
Imperfection erythema	±
Erythema	+
Small blister, Papule, Edema	++
Big blister, Necrosis	+++

투명용기에 크림을 담아 햇빛이 잘 드는 실외에 보관하여 7, 15일 동안의 변색, 발색, 변취, 산폐 등의 변화를 육안으로 평가하였다.

특수·가혹 보존 시험

온도순환(Cycle chamber)에 따른 안정성 시험법. 온도 순환에 따른 안정성은 소풍산 크림을 투명 용기에 담아 -15, -10, -5, 0, 5, 10, 15, 25, 37.5, 40°C에서 각각 24시간 보관한 후 이를 1 cycle로 하여 10회 반복 시행하여 4계절 동안의 온도 순환에 따른 안정성을 평가하였다. 평가방법은 변색, 발색, 변취, 산폐 등의 상태변화를 육안으로 평가하였다.²²⁻²⁷⁾

냉·해동순환(Freeze & Thaw cycling)에 따른 안정성 시험법. 소풍산 크림을 투명 용기에 담아 -10°C와 25°C에 각각 24시간 보관하여 이를 1cycle로 하여 3, 7일 동안의 안정성을 육안으로 평가하였다.

소풍산 크림의 안전성 실험

첨포 시험. 소풍산 크림의 안전성 실험인 첨포시험은 Waggoner 등,²⁷⁾ Matsumura 등,²⁸⁾ Aberer 등,²⁹⁾ 김의 방법³⁰⁾을 응용하여 상온에서 1개월 보관한 소풍산 크림을 팔 안쪽 부위의 피부에 Finn chamber on Scanpor 테이프를 사용하여 24시간 동안 밀폐 첨포 한 후 피부의 반응을 육안으로 확인하였으며, 판정기준은 국제 접촉피부염 연구회의 판정인 Table 3를 기준으로 판정하였다.²⁹⁾

소풍산 크림의 사용감 설문 평가. 소풍산 크림의 사용감 설문 평가를 위해 선정된 설문 요원은 충분한 훈련을 거쳐 사용감을 판별할 수 있는 능력을 갖춘 20대의 여자대학생 20명을 선발하였다. 평가항목은 보습감(moisturizing effect), 끈적임(no

Table 4. Changes in the Hunter color value of the cream containing Sopoongsan

Sample	Color	Concentration (%)					
		0	0.0001	0.001	0.01	0.1	1
SPS-W ¹	L ³	91.24±0.08 ^a	91.29±0.06 ^a	89.91±0.08 ^b	88.76±0.06 ^c	87.09±0.07 ^d	82.50±0.5 ^e
	a ⁴	-0.58±0.23 ^b	-0.54±0.27 ^b	-0.52±0.20 ^b	-0.45±0.20 ^b	-0.29±0.34 ^b	1.54±1.83 ^a
	b ⁵	-0.80±0.14 ^c	-0.75±0.14 ^c	-1.04±0.21 ^c	-0.67±0.11 ^c	1.76±0.53 ^b	8.37±2.13 ^a
SPS-E ²	L	91.24±0.08 ^a	91.41±0.07 ^a	91.10±0.07 ^b	90.00±0.04 ^c	89.64±0.08 ^d	86.9±0.43 ^e
	a	-0.58±0.23 ^a	-0.56±0.26 ^a	-0.55±0.38 ^a	-0.55±0.19 ^a	-0.47±0.22 ^a	-0.49±1.77 ^a
	b	-0.80±0.14 ^c	-0.99±0.19 ^c	-0.81±0.16 ^c	-0.63±0.09 ^c	1.87±0.61 ^b	9.47±2.73 ^a

1: The cream containing Sopoongsan extracted with water, 2: The cream containing Sopoongsan extracted with ethanol, 3: Lightness, 4: Redness, 5: Yellowness

*: Means in the same row with different letters differ significantly ($p < 0.05$).

sticky-feel), 색(color), 피부상태(skin condition), 바름성(spreadability), 추천여부(recommendation)의 6가지 문항으로 평가했다. A에서 F는 소풍산 0%를 첨가한 크림이 좋을 때 F에 높은 점수를, 1%의 크림이 좋을 때에는 A에 높은 점수를 주어 0, 0.0001, 0.001, 0.01, 0.1, 1%를 각각 A에서 F까지 나타내어 점수를 주는 5점 법 평가방법으로 기호도 검사를 실시하였으며, 설문 항목에 대해(매우 좋다: 5점, 좋다: 4점, 보통이다: 3점, 나쁘다: 2점, 매우 나쁘다: 1점)으로 평가한 후, SPSS 통계 처리 프로그램을 이용하여 통계처리 하였다.

결과 및 고찰

소풍산 크림의 제조. 소풍산을 0, 0.0001, 0.001, 0.01, 0.1, 1% 첨가된 크림을 제조한 결과 소풍산 열수 추출물과 에탄올 추출물 모두 농도가 증가할수록 크림의 색이 연한 갈색을 나타났다. 또한 56일 동안 관찰한 결과 상의 분리가 없었고, 응집과 침전 현상이 일어나지 않아 안정성을 유효로 확인할 수 있었다.

소풍산 크림의 색도 측정. 소풍산 열수 추출물 1%를 첨가한 크림은 명도(L)값이 82.50으로 소풍산을 첨가하지 않은 크림의 91.24에 비해 색이 어두워짐을 알 수 있었고, 적색도(a)값은 1.54로 소풍산이 첨가되지 않은 크림에 비해 증가하였으며, 황색도(b)값도 증가됨을 알 수 있었다. 그러나 소풍산 열수 추출물 1%를 제외한 나머지 농도의 크림은 유의적인 차이가 없었다. 소풍산 에탄올 추출물 1%를 첨가한 크림의 명도(L)값은 소풍산이 첨가하지 않은 크림에 비해 86.9로 농도가 증가함에 따라 어두워짐을 알 수 있었고, 적색도(a)값은 유의적인 차이가 없었고, 황색도(b)값은 증가함을 보였다. 소풍산의 농도를 증가함에 따라 크림의 색도가 어두워짐을 명도(L)값으로 확인할 수 있었다. 또한 적색도(a)값은 유의적인 차이가 없었으며, 황색도(b)값은 1%에서 증가함을 확인할 수 있었다(Table 4).

소풍산 및 소풍산 크림의 pH 측정. 소풍산 열수 추출물은 0.001%에서 7.17, 0.01%은 6.73, 0.1%은 6.68, 1%은 6.51, 10%은 6.3으로 소풍산의 농도가 증가할수록 pH가 감소함을 알 수 있었고, 소풍산 에탄올 추출물도 0.001%에서 6.34, 0.01%은 6.19, 0.1%은 5.46, 1%은 5.07, 10%은 4.9로 농도가 증가할수록 pH가 감소함을 알 수 있었다. 또한 소풍산 에탄올 추출물이 열수 추출물보다 pH가 낮음을 확인할 수 있었다. 실온(25°C)

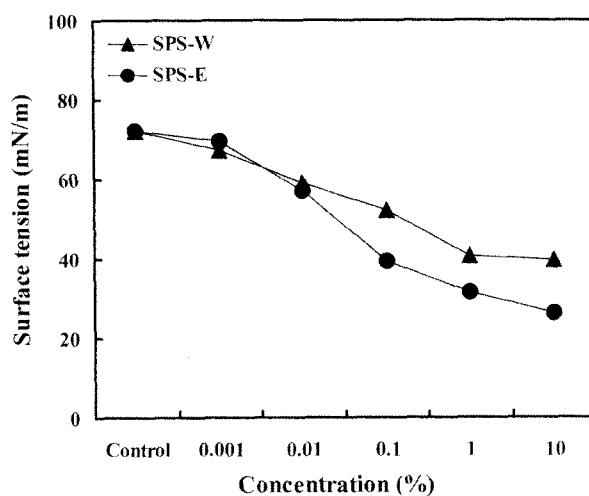


Fig. 2. Surface tension (mN/m) plotted against increasing concentration of Sopoongsan at 25°C. SPS-W: Sopoongsan extracted with water, SPS-E: Sopoongsan extracted with ethanol.

에서 보관한 소풍산 크림의 pH를 56일 동안 측정한 결과, 소풍산이 첨가되지 않은 크림일 경우 pH가 7.20~7.55로 pH의 변화가 거의 없었으며, 소풍산 열수 추출물 1%를 제외한 나머지 농도에서는 소풍산이 첨가되지 않은 크림과 비슷한 pH 분포를 나타내었다. 소풍산 추출물 1%에서는 6.4~6.75로 다른 농도의 크림보다는 낮은 pH를 나타내었으나, 56일 동안의 pH 변화는 없었다. 소풍산 에탄올 추출물이 첨가된 크림도 1%를 제외한 나머지 농도에서는 7.0~7.5의 분포로 소풍산이 첨가되지 않은 크림과 비슷한 pH 분포를 나타내었으며, 1%에서는 6.45~6.9로 다른 농도의 크림보다는 낮은 pH를 나타내었으나, 모든 농도에서 56일 동안 측정한 pH는 수치상 큰 변화를 나타내지 않았다.

소풍산의 표면장력 측정. Du Noüy 고리법(ring method)으로 소풍산의 표면장력을 측정한 결과, Fig. 2와 같이 소풍산 추출물의 농도가 증가할수록 표면장력 값이 감소함을 알 수 있었다. 즉, 소풍산 추출물의 농도가 증가할수록 표면장력 값이 감소해서 Fig. 3에서와 같이 입자 크기도 농도가 증가함에 따라 작아진 것으로 사료된다. 또한 소풍산 열수 추출물보다 에탄올 추출물이 더 작은 표면장력 값을 나타내었으며, 이로 인해 계면 활성이 더 좋아지고, 표면장력 값도 감소한 것으로 판단된다.

소풍산 크림의 입자 크기 측정. 소풍산 추출물을 첨가한 크림을 입도 분석기를 이용해 입자 크기를 측정한 결과, 소풍산

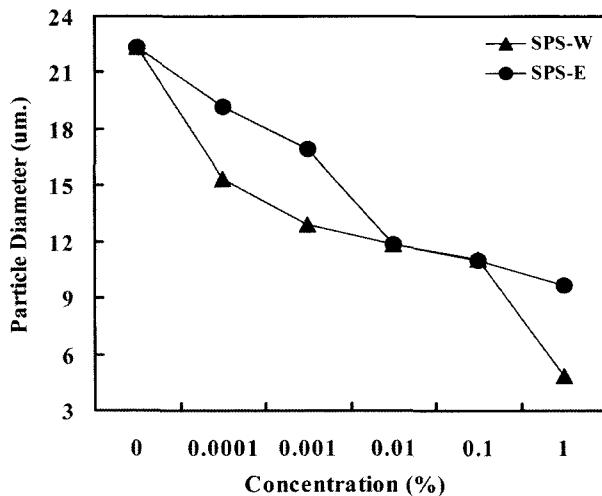


Fig. 3. Particle size change with concentration of the cream containing Sopoongsan in the concentration of 0 to 1.0%. SPS-W: The cream containing Sopoongsan extracted with water, SPS-E: The cream containing Sopoongsan extracted with ethanol.

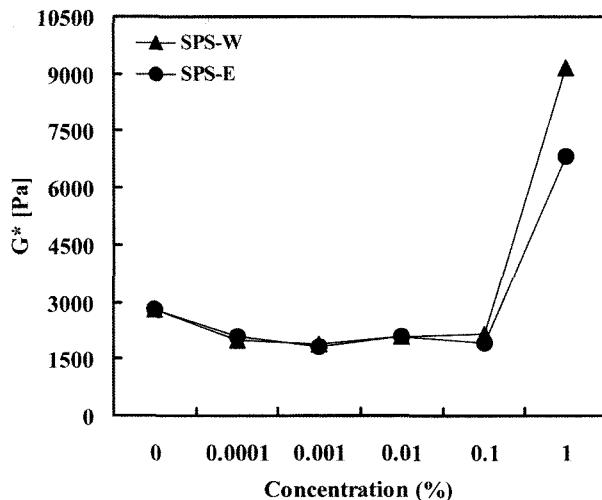


Fig. 4. Complex modulus change with concentration of the cream containing Sopoongsan. SPS-W: The cream containing Sopoongsan extracted with water, SPS-E: The cream containing Sopoongsan extracted with ethanol.

열수 추출물과 에탄올 추출물을 첨가한 크림 모두 농도가 증가 할수록 입자 크기가 작아지는 것을 확인할 수 있었다. 소풍산을 첨가하지 않은 크림은 $22.37 \mu\text{m}$ 였으나, 소풍산 열수 추출물을 1% 첨가한 크림은 $4.84 \mu\text{m}$ 로 입자 크기가 작아짐을 확인할 수 있었고, 소풍산 에탄올 추출물을 1% 첨가한 크림은 $9.67 \mu\text{m}$ 로 소풍산을 첨가하지 않은 크림에 비해 입자 크기가 작아짐을 확인할 수 있었다. 이것은 계면장력이 낮아짐으로 해서 자유에너지의 증가를 낮춰주며, 또한 계면막을 형성함으로써 크림 입자-입자 사이의 정전기적 또는 기계적 보호막 역할을 하여 입자가 서로 합쳐지는 것을 방지하여 크림이 보다 안정한 상태로 존재할 수 있도록 하는 역할을 한다고 판단된다.

소풍산 크림의 점도 측정. 실온(25°C)에서 보관한 소풍산 추출물을 첨가한 크림의 점도를 56일 동안 측정한 결과 소풍산이 첨가되지 않은 크림일 경우 점도가 $17,500\sim19,000 \text{ cP}$ 로 수

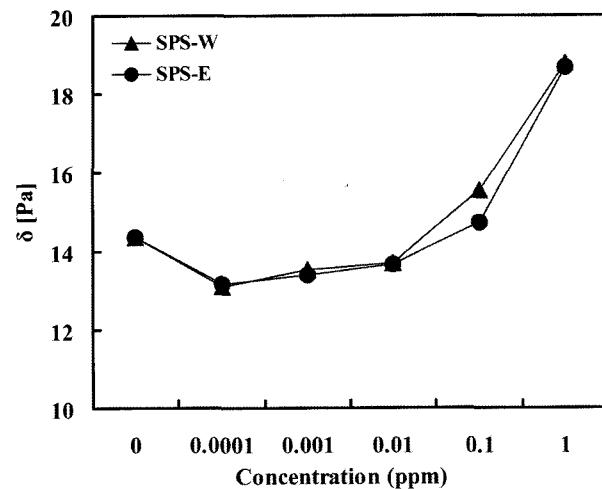


Fig. 5. Loss angle changes of the cream containing Sopoongsan. SPS-W: The cream containing Sopoongsan extracted with water, SPS-E: The cream containing Sopoongsan extracted with ethanol.

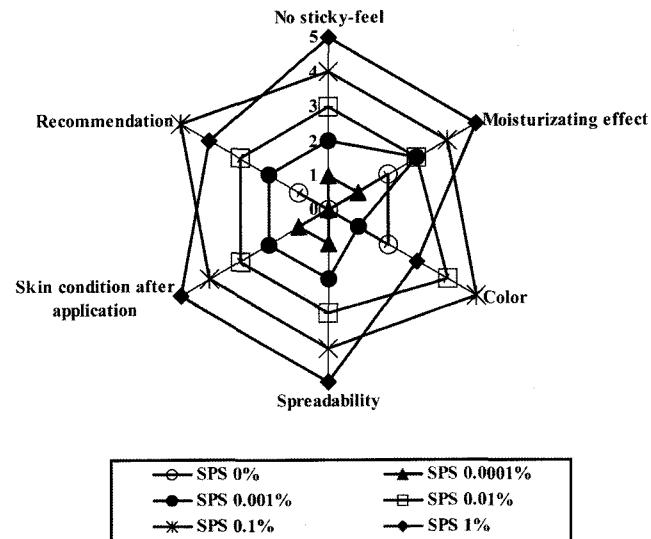


Fig. 6. Results of user test in the cream containing Sopoongsan.

치상의 큰 변화는 없었으며, 소풍산 열수 추출물이 0.0001, 0.001, 0.01, 0.1% 첨가된 크림은 $12,000\sim14,000 \text{ cP}$ 사이에 분포해 수치상의 큰 변화는 없었다. 1%은 $10,500 \text{ cP}$ 정도로 다른 농도에 비해 점도가 더 감소하였다. 소풍산 에탄올 추출물이 0.0001, 0.001, 0.01, 0.1, 1% 첨가된 크림도 $12,000\sim14,000 \text{ cP}$ 사이에 분포해 수치상의 큰 변화는 없었다. 즉 소풍산이 첨가된 크림은 소풍산이 첨가되지 않은 크림에 비해 점도가 모두 감소됨을 확인할 수 있었다.

소풍산 크림의 동적 점탄성(Oscillatory shear test) 측정

복소탄성률(Complex modulus, G^*) 측정. 소풍산 추출물을 첨가한 크림의 복소탄성률을 측정한 결과 Fig. 4와 같이 나타내었다. 소풍산 열수 추출물이 첨가된 크림은 농도가 증가할수록 크림의 복소탄성률(Complex modulus, G^*)이 증가됨을 알 수 있었다. 특히 1%의 농도에서는 복소탄성률이 9157 Pa 로 급격히 증가함을 확인할 수 있었다. 소풍산 에탄올 추출물이 첨

Table 5. Results for patch test of the cream containing Sopoongsan

Group	No. of patch tested	24hour
Female	20*	-
Male	-	-

*-: Negative

가 된 크림도 농도가 증가할수록 복소탄성률이 증가하였고, 1%의 농도에서는 6813 Pa로 소풍산 열수 추출물과 같이 급격히 증가함을 확인할 수 있었다. 소풍산 추출물을 1% 첨가한 크림은 복소탄성률이 급격히 증가함을 볼 수 있는데, 이것은 점성과 탄성이 모두 증가하여 외부 응력에 대한 저항이 크다는 것을 확인할 수 있다.

손실각(Loss angle, δ) 측정. 소풍산 추출물을 첨가한 크림의 손실각(Loss angle, δ)을 측정한 결과 Fig. 5와 같이 나타내었다. 소풍산 열수 추출물과 에탄올 추출물이 침가 된 크림 모두 농도가 증가할수록 크림의 손실각(Loss angle, δ)이 유의적으로 증가됨을 알 수 있었다. 소풍산이 침가 되지 않은 크림의 손실각은 14.4였으나 0.0001, 0.001, 0.01%의 소풍산이 첨가된 크림은 침가되지 않은 크림에 비해 손실각이 감소했으나, 농도가 증가할수록 증가하였으며, 0.1, 1%의 소풍산이 첨가된 크림은 침가하지 않은 크림에 비해 손실각이 증가함을 확인할 수 있었다. 손실각은 그 수치가 낮을수록 탄성의 경향이 크고, 높을수록 점성의 경향이 크다. 소풍산 열수 추출물과 에탄올 추출물을 0.1% 이상 첨가한 크림은 모두 손실각이 증가함을 확인할 수 있었다. 이것은 소풍산이 침가된 크림은 내부적으로 점성의 경향이 크다는 것을 의미한다. 즉, 소풍산을 많이 첨가할수록 복소탄성률과 손실각이 증가하였으므로 제형적으로 점도가 높고, 흐름성이 좋은 제형을 만들 수 있을 것으로 판단된다.

일반적 보존 시험

온도(Incubation)에 따른 안정성. 화장품의 자발적인 경시적 열화(劣化)현상과 화학적·물리적 변화를 알아보기 위해서 온도 안정성 평기를 실시한 결과, 0, 25, 40°C의 온도에 보관한 소풍산 추출물을 첨가한 크림은 56일 동안 모든 온도 조건에서 안정성을 나타내었다. 고온(40°C)에서는 외관의 산패, 변색, 변취, 점도, 증발, 부유, 침전, 탁도(투명도), 분리 등을 관찰하였고, 저온에서는 응고, 침전, 탁도(투명도), 결정 석출, 분리 등의 화학적·물리적 변화를 관찰하였다. 이들 현상은 사용성에 큰 영향을 줄뿐 아니라, 화장품이 갖는 미적외관, 이미지의 손실에도 영향을 준다. 일반적으로 화장품의 품질수명은 소비자가 끝까지 사용할 때 까지를 보증해야 하므로 안정성을 체크했으며, 소풍산 추출물을 첨가한 크림은 56일 동안 아무런 변화 없이 안정하였다.

광안정성

인공광(Artificial sun lamp) 노출. 소풍산을 첨가한 크림의 인공광에 대한 안정성을 실시한 결과, 0.5, 1, 2, 4, 6시간 동안의 변색, 빛색, 변취, 산패 등의 변화를 육안으로 관찰하였는데 모두 안정함을 나타내었다.

자연광 노출. 소풍산을 첨가한 크림을 햇빛이 잘 드는 실외에 보관하여 7, 15일 동안의 색조변화 및 냄새 변화를 관찰한 결과 모든 농도의 소풍산 추출물이 첨가된 크림은 색조변화와

냄새 변화 없이 안정함을 보였는데, 1%의 에탄올 추출물을 첨가한 크림은 15일차에 색의 변화가 있었다. 즉, 투명한 용기에 담은 크림은 햇빛이 직접적인 영향을 받으며, 농도가 증가할수록 색의 변화가 짙어지므로 최가혹 조건인 15일차에는 화학적 변화가 있었다. 단 불투명한 용기에서는 변색, 발색, 변취, 산패 등의 변화 없이 모두 안정함을 나타내었다.

특수·가혹 보존 시험

온도순환(Cycle chamber)에 따른 안정성. 소풍산 추출물이 첨가된 크림을 -15, -10, -5, 0, 5, 10, 15, 25, 37.5, 40°C에서 각각 24시간 보관한 후 온도 순환에 따른 안정성을 관찰한 결과, 10 cycle 모두에서 상의 분리와 변색, 변취 없이 안정함을 육안으로 확인할 수 있었다.

냉·해동순환(Freeze&Thaw cycling)에 따른 안정성. 가혹조건에서 화장품의 여러 가지 물리화학적 변화를 관찰하기 위하여 Freeze-Thaw 시험법을 실시하는데, 이 실험법은 Freeze와 Thaw를 반복하여 변화시켜 그 과정에서 물성이 안정한 경우와 불안정한 경우를 체크할 수 있다. 소풍산 추출물이 첨가된 크림을 급격한 온도 조건인 고온(25°C)과 저온(-10°C)의 온도 변화를 주어 각각 24시간 보관하여 3일과 7일차에 안정성을 관찰한 결과, 상의 분리와 변색, 변취 없이 모두 안정함을 육안으로 관찰할 수 있었다.

소풍산 크림의 안전성 측정

침포 시험. 개발된 원료나 제품을 이용할 때 피부염이 일어나지 않는 것을 확인하기 위해서 간편한 예비 실험으로서 사람의 팔과 등 부위에 침포 시험을 행한다. 본 실험은 남녀 대학생 20명을 대상으로 실시한 침포 시험의 결과 Table 5와 같이 나타내었다. 판정시간은 24시간 후에 침포를 벗겨내고 국제 접촉 피부염 연구회의 기준으로 피부과 전문의와 측정한 결과 모두 음성반응을 보였다. 이는 Waggoner 등,²⁷⁾ Matsumura 등,²⁸⁾ Aberer 등²⁹⁾ 및 김³⁰⁾의 보고에서와 같이 소풍산이 첨가된 크림이 모두 음성 확인되어 피부에 대한 안전성을 확인할 수 있었다.

소풍산 크림의 사용감. 소풍산이 첨가된 크림의 사용감 시험 결과, 6가지 문항에 대해서 끈적임이 없이 가장 부드러운 것은 1%의 소풍산이 들어간 크림이며, 보습감, 바른성, 바른 후의 피부상태가 가장 좋은 것은 1%의 소풍산이 첨가된 크림이었다. 반면에 크림의 색상이 가장 좋은 것은 0.1%의 소풍산이 첨가된 크림이 가장 좋은 반응을 보였다. 크림을 사용한 후 다른 사람에게 추천해주고 싶은 농도의 크림은 0.1%의 소풍산이 첨가된 크림으로 나타났다. 이 결과로 미루어 보아 소풍산이 많이 첨가 될수록 사용감면에서는 더 좋은 반응을 보였다(Fig. 6).

참고문헌

- Heo, J. (1994) «Donguibogam», Yeo-Gang Republic, 57. Korea.
- Gilchrest, B. A. (1989) Skin aging and photoaging: an overview. *J. Am. Acad. Dermatol.* **21**, 610-613.
- Bernstein, E. F., Chen, Y. Q., Tamai, K., Shepley, K. J., Resnik, K. S., Zhang, H., Tuan, R., Mauviel, A. and Uitto, J. (1994) Enhanced elastin and fibrillin gene expression in chronically photodamaged skin. *J. Invest. Dermatol.* **103**, 182-186.

4. Lee, H. Y. (2004) A natural substances cosmetics. NEW BT, 35-41. Korea.
5. De philippis, R. M. Vincenzni. (1998) Exopolysaccharides from Cyanobacteria and their possible applications. *FEMS Microbiol. Rev.* **22**, 151-175.
6. Chihara, G., Hamuro, J., Maeda, Y., Arai, Y. and Fukuoka, F. (1970) Fractionation and purification of the polysaccharides with marked antitumor activity, especially lentinan, from *Lentinus edodes* (Berk.) Sing. (an edible mushroom). *Cancer Res.* **30**, 2776-2781.
7. Kosuge, T., Yokota, M., Sugiyama, K., Yamamoto, T., Ni, M. Y. and Yan, S. C. (1985) Studies on antitumor activities and antitumor principles of Chinese herbs. I. Antitumor activities of Chinese herbs. *Yakugaku Zasshi.* **105**, 791-795.
8. Ryu, B. H., Kim, D. S., Cho, K. J. and Sin, D. B. (1989) Antitumor activity of seaweeds toward sarcoma-180. *Korean J Food Sci Technol.* **21**, 595-600.
9. Du, Noüy. (1926) "Surface Equilibrium of Colloids". J. J. Little and Ives Co., New York.
10. Lee, M. S., Cho, H. Y. and Lee, Y. B. (2002) Preparation and evaluation of multivitamin emulsion. *J. Kor. Pharm. Sci.* **32**, 13-19.
11. Lee, S. H., An, S. K. and Lee, J. O. (2000) A study on the preparation of UPE resins with different glycol molar ratios and their physical properties: 3. estimation of viscoelastic and critical surface tension of UPE liquid resins. *Polymer Korea* **24**, 589-598.
12. Oh, J. Y., Han, C. G. and Zhoh, C. K. (1995) A study on the formation region, droplet size and stability of o/w microemulsion. *J. Soc. Cosmet. Scientists Korea* **21**, 22-48.
13. Chung, H. S., Kim, T. W., Kwon, M. Y., Kwon, I. C. and Jeong, S. Y. (2001) Oil components modulate physical characteristics and function of the natural oil emulsions as drug or gene delivery system. *J. Control. Release.* **71**, 339-350.
14. Kim, S. H., Nah, J. W. and Song, K. D. (2000) Enhancement of mechanical properties of EVA emulsion. *Applied Chemistry.* **4**, 280-283.
15. Park, J. O. (1994) Rotational Rheometry for polymeric materials (I): Basic concepts in Rheology. *Polymer (Korea)*, **5**, 275-284.
16. Dennis, Laba. (1993) The flow of cosmetics and toiletries: Rheological properties of cosmetics and toiletries. *Cosmetic Science and Technology Series.* **13**, 26-34.
17. Zs, Németh., L, Halász., J, Pálinskás., A, B?ta. and T, Horányi. (1998) Rheological behaviour of a lamellar liquid crystalline surfactant-water system. *Colloids and Surfaces.* **145**, 107-119.
18. Lee, S. J., Ro, Y. C. and Nam, K. D. (1996) The characteristics of a fine O/W emulsion by nonaqueous emulsification. *J. Kor. Ind. Eng. Chem.* **7**, 145-152.
19. D, Balzer., S, Varwig, and M, Weihrauch. (1995) Viscoelasticity of personnal care products. *Colloids and Surfaces.* **99**, 233-246.
20. Kassem, M. A. and Mattha, A. G. (1971) Rheological studies on dispersions of Guaran. I. General flow characteristics. *Pharm. Acta Helv.* **46**, 75-82.
21. J.B: Wilkinson, R. J. Moore (Eds.). (1982) Harry's cosmeticology. *Chemical Publishing Co., Inc*, New York. p. 749.
22. Gallarate, M., Carlotti, M. E., Trotta, M. and Bovo, S. (1999) On the stability of ascorbic acid in emulsified system for topical and cosmetic use. *Int. J. Pharm.* **188**, 233-241.
23. Carlo, A., Anna, M. M., Chiara, S. and Donatella, V. (2001) Stability studies of new cosmetic formulations with vegetable extracts as functional agents. *Farmaco*, **56**, 427-431.
24. Roland, I., Piel, G., Delattre, L. and Evrard, B. (2003) Systematic characterization of oil-water emulsions for formulation design. *Int. J. Pharm.* **263**, 85-94.
25. M, Bury., J, Gerhards., W, Erni. and A, Stamm. (1995) Application of a new method based on conductivity measurements to determine the creaming stability of o/w emulsions. *Int. J. Pharm.* **124**, 183-194.
26. Dennis, M., Eva-Maria, W., Angelika, T., Christine, T. and Heinz, H. (1999) O/W emulsions for cosmetics products stabilized by alkyl phosphates rheology and storage tests. *Colloids and Surfaces.* **152**, 155-160.
27. Waggoner, W. C. ed. (1990) Clinical safety and efficacy testing of cosmetic. *Cosmetic Science and Technology Series*. New York, Marcel Dekker, 105.
28. Matsumura, H., Oka, K., Umekage, K., Akita, H., Kawai, J., Kitazawa, Y., Suda, S., Tsubota, K., Ninomijya, Y. and Hirai, H. et al. (1995) Effect of occlusion on human skin. *Contact Dermatitis* **33**, 231-235.
29. Aberer, W., Andersen, K. E. and White, I. R. (1993) Should patch testing be restricted to dermatologists only. *Contact Dermatitis* **28**, 1-2.
30. Kim, J. I. (1997) Perspective views of evaluation methods of cosmetic safety and efficacy. *J. of the Society of Cosmetic Scientists of Korea*, **23**, pp. 159-184, Korea.