



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0107571
 (43) 공개일자 2014년09월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 8/11 (2006.01) *B01J 13/16* (2006.01)
C11D 3/50 (2006.01) *A61Q 13/00* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2014-7020496
 (22) 출원일자(국제) 2012년12월21일
 심사청구일자 없음
 (85) 번역문제출일자 2014년07월22일
 (86) 국제출원번호 PCT/EP2012/076560
 (87) 국제공개번호 WO 2013/092958
 국제공개일자 2013년06월27일
 (30) 우선권주장
 11290604.5 2011년12월22일
 유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
지보당 에스아
 스위스 체하-1214 베르니에 슈멩 드 라 파르뤼르
 리 5
 (72) 발명자
제프로이 쉐드릭
 프랑스 에프-86000 프와티에 비에뜨 임파쓰 드 라
 페티트 1
슈레이버 소피 소니아
 프랑스 에프-95150 타베르니 비스 튀 드 파리 139
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
제일특허법인

전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 **향수의 캡슐화에서의 또는 그와 관련된 개선**

(57) 요약

향수-함유 오일 코어를 둘러싸고 캡슐화하는 중합체성 셀을 포함하고, 캡슐의 평균 직경(D50)이 약 5 내지 250 마이크로미터이며, 캡슐이 2 밀리뉴턴(mN) 미만의 파열력 하에서 파열되어 코어에 함유된 향수를 방출하도록 조정된, 소비재를 향기롭게 하기에 적합한 코어-셀 캡슐.

(72) 발명자

구달 마커스 제임스

영국 하이드 켄트 씨티21 6이엔 에스티 레오나즈
로드 31

파텔 아디

프랑스 에프-75016 파리 튀 르 라 폼프 82

해리슨 이안 마이클

프랑스 에프-78300 프와씨 아비뉴 모리스 베르또
69

특허청구의 범위

청구항 1

향수-함유 오일 코어를 둘러싸고 캡슐화하는 중합체성 셀을 포함하는 코어-셀 캡슐로서, 캡슐의 평균 직경(D50)이 약 5 내지 250 마이크론이고, 캡슐이 2 밀리뉴턴(mN) 미만의 과열력 하에서 과열되어 코어에 함유된 향수를 방출하도록 조정된, 코어-셀 캡슐.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

향수-함유 오일이 물과 계면을 형성할 수 있고, 오일-물 계면에서의 계면 장력이 약 5 내지 40 밀리뉴턴(mN), 더욱 구체적으로는 10 내지 35 mN, 더욱 더 구체적으로는 15 내지 30 mN인, 캡슐.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

계면 중합 공정에 의해 향수-함유 오일 액적 주위에 중합체성 셀을 형성함으로써 제조되는, 캡슐.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

중합체성 셀이 합성 중합체로 형성되는, 캡슐.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

중합체성 셀이 폴리우레아, 폴리아미드, 또는 유기 및 무기 단량체 또는 올리고머의 혼합물로부터 형성된 혼성 중합체로 형성되는, 캡슐.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서,

중합체성 셀이 가교되는, 캡슐.

청구항 7

소비재, 특히 가정 또는 개인 관리 제품을 향기롭게 하기 위한, 제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 정의된 캡슐의 용도.

청구항 8

가정 또는 개인 관리 제품과 같은 소비재의 냄새 특성을 부여, 증진, 개선 또는 개질하는 방법으로서, 상기 제품에 제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 정의된 캡슐을 첨가하는 단계를 포함하는, 방법.

청구항 9

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 정의된 캡슐을 포함하는, 인간 또는 동물 피부 또는 헤어를 향기롭게 하기 위한 소비재.

청구항 10

제 9 항에 있어서,

헹굼(rinse-off) 또는 유지(leave-on) 제품인 소비재.

청구항 11

제 9 항 또는 제 10 항에 있어서,

테오도란트, 예를 들어, 롤-온(roll-on) 또는 부착 테오도란트 또는 발한 억제 에어로졸 스프레이와 같은 겨드랑이 테오도란트, 또는 바디 로션, 또는 바디 스프레이, 또는 크림, 또는 빗질용 크림과 같은 헤어 크림, 또는 탈컴 파우더(talcum powder)인, 소비재.

청구항 12

제 9 항 또는 제 10 항에 있어서,

샤워 젤, 고체 또는 액체 비누, 샴푸 또는 컨디셔너인 소비재.

청구항 13

제 9 항 내지 제 12 항 중 어느 한 항에 있어서,

캡슐의 평균 직경(D50)이 2 내지 75 마이크로, 더욱 구체적으로는 5 내지 10 마이크로 또는 10 내지 15 마이크로 또는 10 내지 75 마이크로인, 소비재.

청구항 14

제 9 항, 제 10 항, 제 12 항 또는 제 13 항에 있어서,

헝겍 제품이고, 캡슐의 평균 직경(D50)이 5 내지 10 마이크로인, 소비재.

청구항 15

제 9 항, 제 10 항, 제 11 항 또는 제 13 항에 있어서,

바디 크림 또는 빗질용 크림으로부터 선택되는 유지(leave-on) 제품이고, 캡슐의 평균 직경(D50)이 10 내지 15 마이크로인, 소비재.

청구항 16

제 9 항, 제 10 항, 제 11 항 또는 제 13 항에 있어서,

롤-온 종류의 겨드랑이 테오도란트 제품으로부터 선택되는 유지 제품이고, 캡슐의 평균 직경(D50)이 10 내지 15 마이크로인, 소비재.

청구항 17

제 9 항, 제 10 항, 제 11 항 또는 제 13 항에 있어서,

에어로졸 테오도란트인 유지 제품이고, 캡슐의 평균 직경(D50)이 10 내지 75 마이크로인, 소비재.

청구항 18

계면 중합 공정에 의해 향수-함유 오일 액적의 주변에 중합체성 셀을 형성하는 단계를 포함하는, 제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 정의된 캡슐의 제조방법.

청구항 19

제 18 항에 있어서,

향수-함유 오일이 물과 계면을 형성할 수 있는 것인지에 기초하여 선택되고, 오일-물 계면에서의 계면 장력이 약 5 내지 35 밀리뉴턴(mN)인, 방법.

청구항 20

제 19 항 또는 제 20 항에 있어서,

오일 상이 캡슐화된 향수 및 계면 중합에 의한 캡슐 셀의 형성에서 반응물로서 적합한 단량체 또는 올리고머를 함유하도록 형성되는 제 1 단계;

오일 상이 수성 연속상에서 분산(예컨대, 유화)되되, 분산된 액적이 실질적으로 형성될 캡슐의 크기인, 제 2 단계;

상기 오일 상에 함유된 단량체 또는 올리고머에 대한 반응물로서 적합한 단량체 또는 올리고머를 분산 또는 에멀전의 수상에 첨가하여 두 성분들의 사이에서 계면 반응을 발생시켜 분산된 오일 상 주위에 캡슐 셸이 형성되도록 하는, 제 3 단계; 및 선택적으로

형성된 캡슐에 대하여, 예를 들어 온도, 체류 시간 및/또는 추가적인 보조 물질들을 포함하는 후속 처리를 수행하여 캡슐을 경화하는, 제 4 단계

를 포함하는 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 향수-함유 캡슐 및 이의 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명은 또한 상기 캡슐을 함유하는 소비재, 특히, 인간 또는 동물의 몸을 향기롭게 하는 데 사용되는 소비재에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 향수-함유 캡슐은 이 기술 분야에 알려져 있다. 캡슐은 향수 및 캡슐화되는 것이 바람직한 임의의 다른 성분들을 함유하는 코어의 주변에 형성되는 일반적으로 구형인 셸로 구성되는, 이른바 "코어-셸(core-shell)" 캡슐일 수 있다. 셸은 장벽의 기능을 함으로써 향수를 캡슐 외부의 환경으로부터 보호할 수 있으나, 향수의 방출을 조절하는 수단으로 작용할 수도 있다.

[0003] 셸의 성질 및 조성은 향수가 코어-셸 캡슐로부터 방출되는 방식에 영향을 줄 수 있다. 따라서, 셸은 수용성 또는 수팽윤성일 수 있고, 향수의 방출은 캡슐을 수분 환경에 노출하는 것에 대응하여 작동될 수 있다. 유사하게는, 셸이 온도 감응성인 경우, 캡슐은 증가된 온도에 대응하여 향수를 방출할 것이다. 캡슐은 또한 캡슐의 표면에 가해지는 전단력에 대응하여 향수를 방출할 수 있다.

[0004] 코어-셸 캡슐의 제조를 위한 다양한 방법이 알려져 있다. 그러한 하나의 방법은 계면 중합법(interfacial polymerisation)이다. 계면 중합법은 전형적으로 수성 연속 상(aqueous continuous phase)에서의 오일 액적(오일 액적은 향수 또는 캡슐화될 임의의 다른 물질들을 함유할 것이다)의 미세한 분산의 형성에 따라 진행된다. 분산된 액적은 미래의 캡슐의 코어를 형성하고, 분산된 액적의 규모는 차후의 캡슐의 크기를 직접적으로 결정한다.

[0005] 캡슐 벽-형성 물질(단량체 또는 올리고머)은 분산되는 상(오일 액적) 및 수성 연속 상 모두에 함유되고, 그들은 상 계면에서 서로 반응하여 오일 액적 주변에 중합체성 벽을 구축함으로써, 액적을 캡슐화하고 코어-셸 캡슐을 형성한다. 벽-형성 물질의 적절한 선택에 의하여, 중합체 벽이 형성됨에 따라 가교를 형성할 수 있다. 가교의 정도는 캡슐 벽의 경도, 취성, 및 투과성과 같은 요인들에 영향을 줄 수 있다.

[0006] 계면 중합법은 제조자에게 기타 성분들 뿐만 아니라 향수를 캡슐화하기 위한 편리하고 다목적의 수단을 제공한다. 이 다목적 공정은 넓은 범위의 규모를 갖는 캡슐을 형성하기 위해 사용될 수 있다. 그러나, 상대적으로 작은 캡슐, 즉, 약 1 내지 250 마이크로, 더욱 구체적으로는 2 내지 50 마이크로 범위의 평균 직경(D50)을 갖는 캡슐은 제조하기 더욱 복잡할 수 있고, 일단 캡슐화된 향수가 그와 같은 작은 캡슐로부터 더욱 침출되기 쉬워질 수 있으며, 이는 캡슐이 상대적으로 얇은 셸을 갖도록 의도된 경우에는 특히 그러하다.

[0007] 처리 및 보관 동안 안정하고, 또한 소비재에 사용되었을 때에 압축에 의해 파열되어 향수를 방출하는, 상대적으로 작은 치수를 갖는 코어-셸 캡슐을 제공할 필요가 남아있다. 또한, 그러한 코어-셸 캡슐을 제조하는 신뢰성 있는 방법에 대한 필요가 남아있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 출원인은 종래 기술의 문제점들을 극복한 코어-셸 캡슐 및 이의 제조방법을 제공한다.

과제의 해결 수단

- [0009] 본 발명은 일 측면에서, 향수-함유 오일 코어를 둘러싸고 캡슐화하는 중합체성 셸을 포함하는 코어-셸 캡슐을 제공하며, 상기 캡슐의 평균 직경(D50)은 약 1 내지 250 마이크로, 더욱 구체적으로는 2 내지 50 마이크로, 더욱 더 구체적으로는 약 3 내지 약 20 마이크로이고, 상기 캡슐은 2 밀리뉴턴(mN) 미만, 더욱 구체적으로는 1.5 mN 미만, 더욱 더 구체적으로는 1.0 mN 미만, 예를 들어 2 mN 내지 0.025 mN의 파열력 하에서 파열되어 코어에 함유된 향수를 방출하도록 조정된다.
- [0010] 캡슐을 파열하는 데에 필요한 파열력은 당해 기술 분야에 마이크로-조작(micro-manipulation)으로 알려진 기술에 의해 측정될 수 있다. 마이크로-조작 기술의 원리는 두 평행한 표면들 사이에서 단일 마이크로캡슐들을 압축하는 것이다. 단일 마이크로캡슐들은 압축 및 대기, 압축 및 완화, 및 압축되어 예정된 속도에서 크게 변형되거나 파열된다. 동시에, 그들에 가해진 힘 및 그들의 변형을 측정할 수 있다. 이 기술은 캡슐 샘플의 표면에 수직으로 위치한 약 10 μ m 직경의 미세 탐침을 사용한다. 이 탐침은 주어진 속도에서 이동하도록 프로그램될 수 있는 3차원 마이크로-조작기에 장착된 반력계(force transducer)에 연결된다. 전체 공정은 도립 현미경(inverted microscope) 상에서 수행된다. 힘 대 표분화 시간의 곡선으로부터, 힘과 마이크로캡슐이 파열되는 변형과의 관계, 및 그의 초기 직경이 얻어진다.
- [0011] 마이크로-조작 기술은 본원에 참조로서 포함된 장(Zhang), Z., 사운더스(Saunders), R. 및 토마스(Thomas), C. R.의 문헌["단일 마이크로캡슐의 파열 강도의 마이크로조작 측정(Micromanipulation measurements of the bursting strength of single microcapsules)", *Journal of Microencapsulation* 16(1), 117-124(1999)]에 더욱 상세히 설명되어 있다.
- [0012] 평균 직경(D50) 값은 레이저 회절에 의해 측정된다. 레이저 회절 방법 및 이를 측정하기 위한 장치는 기술분야에 잘 알려져 있고, 본원에서 상세하게 논의하지 않는다.
- [0013] 본 발명은 일 구현예에서, 0.2 마이크로 미만의 셸 두께를 갖는, 본원에 기재된 캡슐을 제공한다. 셸 두께는 주사 전자 현미경과 같은 현미경을 사용하여 시각적으로 측정될 수 있다.
- [0014] 본 발명은 일 구현예에서, 계면 중합법에 의해 향수-함유 오일 액적 주위에 중합체성 셸을 형성하는 것에 의해 제조되는, 본원에 기재된 캡슐을 제공한다.
- [0015] 본 발명의 일 구현예에서, 중합체성 셸은 계면 중합법에 의해 셸을 형성하도록 사용될 수 있는 임의의 물질로 형성될 수 있다.
- [0016] 본 발명의 일 구현예에서, 중합체성 셸은 합성 중합체로 형성될 수 있다.
- [0017] 본 발명의 일 구현예에서, 캡슐 중합체성 셸은 폴리우레아, 폴리아미드, 유기 및 무기 단량체 또는 올리고머의 혼합물로 이루어지는 혼성 중합체, 또는 계면 중합 공정에 의해 코어 주위에 형성될 수 있는 임의의 다른 중합체로 형성된다.
- [0018] 혼성 중합체는 아이소시아네이트와 적절하게 기능화된 폴리실록산, 예를 들어 아미노폴리실록산의 반응으로부터 형성된 중합체들, 및 특히 본원에 전체가 참조로서 포함된 US2011/0118161에 개시된 혼성 중합체들을 포함한다.
- [0019] 본 발명의 일 구현예에서, 중합체성 셸 물질은 가교된다.
- [0020] 본 발명은 일 구현예에서, 향수-함유 오일이 물과 계면을 형성할 수 있고, 오일-물 계면에서의 계면 장력이 약 5 내지 40 밀리뉴턴(mN), 더욱 구체적으로는 10 내지 35 mN, 더욱 더 구체적으로는 15 내지 30 mN인, 본원에 개시된 바와 같은 캡슐을 제공한다.
- [0021] 본 발명의 캡슐에 모든 종류의 향수와 기타 성분들을 캡슐화하는 것이 가능한 한편, 만약 향수-함유 오일 상이 이 오일 상과 물 사이에 형성된 계면의 계면 장력이 상술한 제한 내에 속하도록 주의를 기울인다면, 향수 누출의 면에서 특히 안정한 작은 코어-셸 캡슐을 제조하는 것이 가능하다.
- [0022] 향수-함유 오일 상이 물과의 계면에서 나타내는 계면 장력은 그의 제조 동안 캡슐 셸에 영향을 미칠 수 있고, 캡슐이 사용되는 동안 성능에도 영향을 줄 수 있다고 믿어진다. (물과의 계면에서의) 오일 상이 상기 기재된 범위의 계면 장력을 나타내도록 하는 것은, 공정이 필요한 강성 및 파열성, 수불용성, 무-기공, 비-투과성, 캡슐의 안정성과 성능에 기여하는 두께 및 경도를 갖는 셸을 갖는 캡슐을 제공하도록 할 수 있다. 캡슐 셸 안정

성은 상대적으로 작은 평균 직경, 즉, 약 3 내지 약 29 마이크론의 평균 직경을 갖는 캡슐의 경우, 또는 계면활성제 또는 캡슐 쉘의 온전함(integrity)을 위태롭게 할 수 있는 기타 시약들을 함유하는 액체 성분들에 부유하는 소비재 용도에서의 캡슐에 특히 문제가 될 수 있다.

- [0023] 따라서, 본 발명의 일 구현예에서, 계면 중합 공정에 의해 향수-함유 오일 액적 주변에 중합체성 쉘을 형성함에 의해 제조되고, 상기 공정이 상술한 제한의 계면 장력을 갖는 오일-물 계면을 형성하는 향수-함유 오일 상을 형성하는 단계를 포함하는, 본원에서 기재된 바와 같은 캡슐이 제공된다.
- [0024] 액체-액체 계면에서 계면 장력의 측정은 당해 기술분야에 잘 알려져 있으며, 본원에서 상세하게 기재하지 않는다. 상이한 밀도의 두 액체의 분자들 간의 상호작용은 계면을 형성시킨다. 이 계면을 변형하기 위해서는 에너지의 투입이 요구되며, 이러한 변형을 위해 필요한 일은 계면 장력으로 알려져 있다. 이 파라미터는 가벼운 액체 상이 기체로 대체된 경우인 표면 장력의 원리와 유사하다.
- [0025] 계면 장력 측정은 오일/물 계면에서 드 누이(Du Nouy) 고리 방법에 따라 장력을 측정하여 결정된다. 측정은 장력계, 예를 들어 KRUSS K100 장력계를 사용하여 이루어질 수 있다.
- [0026] 수상은 증류수, 특히 80 마이크로S/cm 미만의 전도도를 나타내는 증류수로 구성된다.
- [0027] 숙련된 기술자는 계면 장력을 측정하는 방법과 그와 같은 측정에 사용되는 장치를 인지하고 있다. 앞서 인용된 K100과 같은 장력계는 탐침(또는 드 누이 고리 방법의 경우 고리), 상기 탐침이 매달린 정밀 저울 및 요구되는 수직 이동을 제공하는 자동화 샘플 캐리어를 포함한다. 고리는 알려진 원주를 갖고, 백금-이리듐 합금으로 만들어진다. 상기 저울은 표면 또는 계면과의 접촉이 만들어지자마자 힘을 기록할 수 있다. 이러한 힘은 고리의 원주와 함께 IFT를 계산하기 위해 필요한 값들을 제공한다.
- [0028] 측정 동안, 고리는 고밀도의 상에서 출발하고, 그 후 고밀도 액체의 필름이 가벼운 상으로 끌려 들어가도록 액체가 낮아져서, 박막층(lamella)을 형성한다. 다른 장력 측정과 같이, 박막층은 최대힘이 도달할 때까지 늘어나고, 그 후 액체는 최대 힘의 백분율에 의해 추가로 들어 올려지며, 순환이 반복된다.
- [0029] 계면 장력은 다음의 방정식을 사용하여 계산될 수 있다:
- [0030]
$$\sigma = (F_{max} - F_v) / (L \cdot \cos \theta)$$
- [0031] (σ = 계면 장력; F_{max} = 최대힘; F_v = 들어 올려진 액체 체적의 중량; L = 젖은 길이; θ = 접촉각)
- [0032] 접촉각은 힘이 증가함에 따라 감소하되, 더 큰 연장에 의해 최대힘에 도달하여 힘 벡터가 이동 방향과 평행하게 되어 접촉각이 0° 로 될 때까지 감소한다. 이는 $\cos \theta$ 가 1의 값이 되도록 한다.
- [0033] 본원에 정의된 캡슐은 가정 및 개인 관리 제품에서 사용되어 이들에 향기를 부여할 수 있다.
- [0034] 따라서, 본 발명의 다른 측면에서, 소비재, 특히 가정 또는 개인 관리 제품을 향기롭게 하기 위한, 본원에 개시된 캡슐의 용도가 제공된다.
- [0035] 본 발명의 또 다른 측면에서, 소비재, 예를 들어 가정 또는 개인 관리 제품의 냄새 특성을 부여, 증진, 개선 또는 개량하는 방법이 제공되며, 상기 방법은 상기 제품에 본원에 개시된 바와 같은 캡슐을 첨가하는 단계를 포함한다.
- [0036] 본 발명의 캡슐은 압축 하에서 과열가능하거나 균열가능하다. 따라서, 그들은 인간의 피부 또는 의류 등의 직물이 캡슐의 표면을 가로질러 스쳐갈 때 경험할 수 있는 바와 같은, 쉘 표면을 가로지르는 마찰력의 적용에 응답하여 향수를 방출한다.
- [0037] 최근의 공보 W02010/049235는 수불용성, 다소간의 취약성 및 전단-감응성인 것으로 개시된 코어-쉘 캡슐을 함유하는 발한억제제 조성물을 개시하고 있다. 향수 방출은 피부에 대한 의류의 움직임과 같은 마찰력의 적용에 의해 주로 발생한다. 이 문헌에 개시된 캡슐은 가교된 젤라틴으로 형성된다.
- [0038] 그러나, 균열가능한 젤라틴 캡슐을 만드려는 시도에도 불구하고, 그들은 압축 하에서 명확하게 과열가능하지 않다. 캡슐 내부의 압력을 감소시켜서 코어에 함유된 향수 오일을 쉘과 분리시키려는 경향이 있다. 이와 같이, 일정 시간의 기간 동안, 젤라틴 캡슐은 압축될 때 스폰지와 같이 행동하는 경향이 있다. 게다가, 가교된 젤라틴은 부분적으로 물에 의해 팽윤가능하여, 니트(neat) 상태에서 및 수분의 존재에서 시간이 흐른 경우 향수가 확산되게 한다.

발명의 효과

- [0039] 인간 또는 동물 피부에 대한 피부의 마찰력 또는 식물 등의 무생물 표면에 대한 피부의 마찰력 같은 전단력이 가해졌을 때 신뢰성 있게 그들의 향수를 방출하는, 본원에 개시된 바와 같은 코어-셸 캡슐을 함유하는 소비재, 특히, 가정 및 개인 관리 제품의 제공은 해소되지 않는 요구사항이다.
- [0040] 또한, 본 발명에 의하면, 향수 성분들을 매우 작은 캡슐에 캡슐화하면서 캡슐이 상당한 누출을 허용하지 않도록 하는 것이 가능하다.
- [0041] 작은 캡슐은 특정 개인 관리 용도에 특히 매력적이다. 본 출원인은 놀랍게도, 캡슐이 행굼물 또는 땀과 같은 습한 환경에 노출된 경우에도 인간의 피부에 끈덕지게 달라붙어 있다는 것을 발견하였다. 그러나, 작은 직경 캡슐이 습한 환경에서의 사용에 바람직하지만, 그럼에도 불구하고, 이들은 캡슐화된 향수의 주어진 질량에 대하여 더 많은 수의 캡슐을 제공하여 향기 효과가 더 장시간 지속되도록 하기 때문에, 또한 모든 용도와 제품 타입에 걸쳐서 사용되기에 유익하다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0042] 본 발명의 특정 구현예에서, 본원에 정의된 바와 같은 캡슐을 포함하는, 인간 또는 동물의 피부 또는 헤어를 향기롭게 하기 위한 개인 관리 제품이 제공된다.
- [0043] 본 발명의 일 구현예에서, 본원에 정의된 캡슐을 포함하는, 인간 또는 동물 피부 또는 헤어를 향기롭게 하기 위한 개인 관리 제품이 제공되며, 이는 행굼(rinse-off) 또는 유지(leave-on) 제품이다.
- [0044] 본 발명의 일 구현예에서, 유지 제품은 데오도란트, 예를 들어, 롤-온(roll-on) 또는 부착 데오도란트 또는 발한 억제제 에어로졸 스프레이와 같은 거드랑이 데오도란트, 또는 바디 로션, 또는 바디 스프레이, 또는 크림, 또는 빗질용 크림과 같은 헤어 크림, 또는 토텔캡 파우더(talcum powder)일 수 있다.
- [0045] 본 발명의 일 구현예에서, 행굼 제품은 샤워 젤, 고체 또는 액체 비누, 샴푸 또는 컨디셔너일 수 있다.
- [0046] 본 발명의 일 구현예에서, 제품은 1 내지 75 마이크론, 특히 구체적으로는 2 내지 50 마이크론 또는 3 내지 20 마이크론 또는 4 내지 15 마이크론의 평균 직경(D50)을 갖는 캡슐들을 함유한다.
- [0047] 본 발명의 일 구현예에서, 행굼 제품에서 캡슐은 5 내지 10 마이크론의 평균 직경(D50)을 갖는다.
- [0048] 본 발명의 일 구현예에서, 바디 크림 또는 빗질용 크림인 유지 제품에서 캡슐은 10 내지 15 마이크론의 평균 직경(D50)을 갖는다.
- [0049] 롤-온 종류의 거드랑이 데오도란트 제품의 유지 제품인 본 발명의 일 구현예에서, 캡슐은 10 내지 15 마이크론의 평균 직경(D50)을 갖는다.
- [0050] 에어로졸 데오도란트 타입의 유지 제품인 본 발명의 일 구현예에서, 캡슐은 10 내지 75 마이크론 사이의 평균 직경(D50)을 갖는다.
- [0051] 에어로졸 조성물이 사용되었을 경우, 캡슐 평균 직경(D50)은 넓은 제한 내에서 변할 수 있다. 하한에서 평균 직경은 스프레이 동안 미세한 입자의 폐 침투를 고려할 때 10 마이크론보다 낮으면 안된다. 상한은 표준 스프레이 노즐을 통한 입자들의 자유로운 이동을 고려하여 조절된다. 현재, 일반적인 노즐에 대해서, 평균 직경(D50)은 75 마이크론을 초과하여선 안되는 것으로 이해된다.
- [0052] 본원에 개시된 캡슐은 소비재, 및 특히 개인 관리 제품에 유용한 모든 종류의 향수 성분을 캡슐화하기 위해 사용될 수 있다.
- [0053] 개괄적인 용어로, 향수 성분들은 알코올, 케톤, 에스테르, 에테르, 아세테이트, 니트릴, 터펜 탄화수소, 질소 또는 황 헤테로환 화합물 및 필수 오일에 따라 달라지는 화학 부류에 속하고, 상기 향수 공-성분들은 천연 또는 합성 유래일 수 있다. 이들 공-성분들의 다수가 어느 경우에도 향수 기술분야의 풍부한 특허 문헌 뿐만 아니라 S. 아르칸더(Arctander)의 서적[향수 및 향신료 화학물(Perfume and Flavor Chemicals), 1969, 몬클레어(Montclair), 뉴 저지, 미국] 또는 그의 더욱 최신 버전, 또는 유사한 성질의 다른 작업물과 같은 참고 문서들에 나열되어 있다. 또한, 상기 성분들은 다양한 종류의 향수 화합물을 조절된 방식으로 방출하는 것으로 알려진 화합물일 수 있다고 이해된다.
- [0054] 본 발명의 소비재는, 본원에 개시된 바와 같은 향수 캡슐을 함유하는 것에 추가로, 캡슐화되지 않은 형태의 향

수, 또는 본 발명의 캡슐과 상이한 다른 캡슐에 캡슐화된 향수를 추가적으로 포함할 수 있다. 예를 들어, 소비자는 수분에 대한 노출의 결과로서 향수를 전달하는 향수 캡슐화제를 함유할 수 있다.

- [0055] 본 발명의 소비자는 또한 쾌적한 냄새를 제공하기 위한 것 이외의 제품에 일반적으로 사용되는 모든 종류의 성분들을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 성분들은 제품을 프로세싱하는 보조제로서 작용하도록 선택될 수 있으며, 또는 이는 처리 또는 저장을 개선할 수 있다. 그것은 또한 소비자에게 인간의 피부 또는 헤어에 색감 또는 질감을 주는 것과 같은 제품에 요구되는 혜택을 제공하는 성분들일 수 있다. 그것은 또한 제품에 함유된 하나 이상의 성분들에 대한 화학적 안정성 또는 빛 저항성을 주는 성분일 수 있다. 그러한 제품들에 일반적으로 사용되는 성분들의 성질 및 종류의 자세한 설명을 완벽하게 할 수는 없으나, 상기 성분들은 당해 기술분야의 숙련된 기술자에게 잘 알려져 있다. 성분들의 예는 용매 및 공-용매; 계면활성제 및 유화제; 점도 및 유동 개질제; 농조화제(thickening agent) 및 겔화제; 방부제 물질; 안료, 염료 및 착색제; 증량제(extender), 충전제 및 강화제; 열과 빛의 해로운 효과에 대한 안정화제, 벌크화제, 완충제, 향산화제 등을 포함한다.
- [0056] 또한, 본 발명의 캡슐은 현대의 향수 제조의 모든 분야에 사용되어 상기 캡슐이 첨가된 제품의 냄새에 긍정적인 영향을 주거나 냄새를 개질하는 데에 사용될 수 있다.
- [0057] 향수 제품의 성분들의 성질 및 종류는 본원에서 더욱 자세하게 설명되지 않고, 어떠한 경우에도 완전할 수 없으며, 통상의 기술자는 일반적인 지식에 기초하고 상기 제품의 요구되는 효과 및 성질에 따라서 그들을 선택할 수 있다.
- [0058] 적합한 제품의 예는 향수 비누, 샴푸 또는 배스 솔트(bath salt), 무스, 오일 또는 젤, 위생 제품 또는 샴푸와 같은 헤어 관리 제품, 바다-관리 제품, 데오도란트 및 발한 억제제를 포함한다.
- [0059] 캡슐이 개인 관리 제품에 포함될 수 있는 비율은 넓은 범위의 값들 사이에서 달라진다. 이들 값은 향수화될 제품의 성질 및 요구되는 후각 효과에 의존한다. 그러나, 전형적으로, 제품들은 캡슐화된 향수를 5 중량% 이상까지 포함할 수 있다.
- [0060] 계면 중합 기술을 이용하여 코어-셸 캡슐을 제조하기 위한 다양한 방법들이 알려져 있다. 공정들은 전형적으로 향수-함유 오일의 미세한 분산(일반적으로는 에멀전)을 물의 연속상에서 형성하는 것으로 진행된다. 에멀전(또는 분산된 입자들)의 액적은 미래의 캡슐의 코어를 형성한다. 분산된 상 입자들의 규모는 차후의 캡슐의 크기를 직접적으로 결정한다. 오일 상의 계면 장력은 앞서 정의된 범위에서, 특히, 캡슐을 작은 직경으로 만드는 것이 바람직한 경우, 즉, D50이 대략 1 내지 50 마이크로, 더욱 구체적으로는 2 내지 40 마이크로, 더욱 더 구체적으로는 3 내지 20 마이크로톤의 수준에서 유지될 수 있다.
- [0061] 계면 중합 공정에서 단량체 또는 올리고머는 캡슐 셸을 형성하도록 반응해야 한다. 반응성 단량체 또는 올리고머는 분리된 상들에 함유되고, 그들은 연속상과 분산되거나 불연속적인 상 사이의 계면에서 반응한다. 이러한 방식으로, 그들이 상 계면에서 서로 반응함에 따라, 형성된 중합체는 이미 상 계면에 위치한다. 그러므로 이러한 종류의 방법은 기술적으로 간단하고 재현가능한 방식으로 수행될 수 있다.
- [0062] 본 발명의 특정 구현예에서, 코어-셸 캡슐을 형성하는 공정은 다음을 포함한다:
- [0063] 오일 상이 캡슐화된 향수 및 캡슐 셸 형성에서의 반응물로서 적합한 단량체 또는 올리고머를 함유하도록 형성되는, 제 1 단계;
- [0064] 오일 상이 수성 연속 상에서 분산(즉, 유화)되되, 분산된 액적이 실질적으로 제조될 캡슐의 크기인, 제 2 단계;
- [0065] 상기 오일 상에 함유된 단량체 또는 올리고머에 대한 반응물로서 적합한 단량체 또는 올리고머를 분산액 또는 에멀전의 수상에 첨가하여 두 성분들의 사이에서 계면 반응을 일으켜 캡슐 벽이 형성되도록 하는, 제 3 단계; 및 선택적으로
- [0066] 갓 형성된 캡슐에 예를 들어 온도, 체류 시간 및/또는 추가적인 보조 물질들을 포함하는 후속 처리를 수행하여 캡슐을 경화하는, 제 4 단계.
- [0067] 오일 상에 함유되는 단량체 또는 올리고머는 (폴리)아이소사이아네이트 또는 다이아실 클로라이드와 같이 다관능성 친전자체일 수 있다. 그러면 수상은 다관능성 아민과 같은, 다관능성 친핵체를 함유할 수 있다. 만약 캡슐 셸을 가교시키고자 하는 의도가 있다면, 분산된 상 또는 연속상의 성분들 중 하나 이상은 3-작용성 이상일 것이다.
- [0068] 비록 제 3 단계가 분산액 또는 에멀전이 형성된 이후에 단량체 또는 올리고머를 첨가하는 것으로 설명되었지만,

단량체 또는 올리고머를 분산 또는 에멀전화 이전에 수상에 첨가하는 것 또한 가능하다.

- [0069] 일반적으로, 보호 콜로이드가 수상에 첨가될 수 있으며, 예를 들어, 폴리비닐 알코올, 카복시메틸셀룰로오스, 유화제 및/또는 안정화제이다. 이들 물질들은 전형적으로 분산된 상 액적의 병합을 막는 데에 사용된다.
- [0070] 본 발명의 특정 구현예에서, 캡슐 셸은 폴리우레아 중합체로 형성될 수 있다. 계면 중합 공정에 의해 폴리우레아 캡슐을 제조하는 방법이 아래에 제공되지만, 숙련된 기술자는 분산된 오일 상을 형성하는 일반적인 조건들 및 다음의 셸-형성 조건들이 혼성 캡슐들뿐만 아니라 폴리아미드, 멜라민, 폴리아크릴 등의 다른 캡슐들의 제조에 사용될 수 있다는 것을 이해할 것이다.
- [0071] 폴리우레아 캡슐은 다음의 일반적인 공정에 따라 제조될 수 있다: 수상은 계면활성제 및/또는 아래에 지시된 바와 같은 보호 콜로이드가 첨가된 물로 제조될 수 있다. 상기 상은 단지 수 초부터 수 분까지의 시간 동안 강하게 교반될 수 있다. 그리고 나서, 소수성 상이 첨가될 수 있다. 소수성 상은 캡슐화될 향수 오일, 및 아이소사이아네이트를 함유할 것이다. 소수성 상은 또한 적합한 용매를 포함할 수 있다. 강하게 교반한 후에, 에멀전이 얻어진다. 교반의 속도는 수상 내의 소수성 상의 액적의 크기에 영향을 미치도록 조정될 수 있다.
- [0072] 아이소사이아네이트에 대한 반응성이 있는 아민을 함유하는 수성 용액이 그 후 첨가되어 중첨가(polyaddition) 반응이 발생한다. 도입되는 아민의 양은 유리(free) 아이소사이아네이트 기를 우레아 기로 변환하기 위해 필요한 화학양론적 양과 비교하여 과량일 수 있다.
- [0073] 중첨가 반응은 일반적으로 대략 0 내지 100도 범위의 온도에서 수 분에서 수 시간 범위의 기간 동안 수행될 수 있다.
- [0074] 숙련된 기술자는 아이소사이아네이트를 아실 클로라이드와 같은 아민을 위한 적합한 공-반응물로 대체하는 것과 유사한 방식에 의해 폴리아미드가 형성될 수 있다는 것을 인식할 것이다.
- [0075] 계면 중첨가에 의해 캡슐을 제조하기 위한 조건은 당해 기술분야에 잘 알려져 있으며, 추가의 일반적인 논의는 본원에서 필요하지 않다. 캡슐의 제조에 관한 구체적인 기술은 아래의 실시예에서 제공된다.
- [0076] 캡슐의 형성에 유용한 아민은 아이소사이아네이트 또는 아실 할라이드와 반응하여 각각 폴리우레아 또는 폴리아미드 결합을 형성할 수 있는 하나 이상의 1차 또는 2차 아민기를 함유하는 화합물을 포함한다. 아민이 오직 하나의 아미노기를 함유하는 경우, 화합물은 중합 반응을 통하여 네트워크를 형성하게 되는 하나 이상의 추가적인 관능기를 함유할 것이다.
- [0077] 적합한 아민의 예는 1,2-에틸렌디아민, 1,3-다이아미노프로판, 1,4-다이아미노부탄, 1,6-다이아미노헥산, 히드라진, 1,4-다이아미노사이클로헥산 및 1,3-다이아미노-1-메틸프로판, 다이에틸렌트리아민, 트리에틸렌테트라아민 및 비스(2-메틸아미노에틸)메틸아민을 포함한다.
- [0078] 기타 유용한 아민은 에틸렌아민, 다이에틸렌아민, 에틸렌 다이아민, 트리에틸렌테트라아민, 테트라에틸렌펜타아민과 같은 폴리 에틸렌아민($(CH_2CH_2NH)_n$); 바스프(BASF)에서 판매되는 폴리 비닐아민($(CH_2CHNH_2)_n$)(다른 등급의 루파민(Lupamine)); 바스프에서 루파졸(Lupasol) 등급 하에 판매되는 폴리 에틸렌아민 $(CH_2CH_2N)_x-(CH_2CH_2NH)_y-(CH_2CH_2NH_2)_z$; 폴리 에테르아민(헌츠만(Huntsman)으로부터의 제프아민(Jeffamine)); 구아니딘, 구아니딘 염, 멜라민, 히드라진 및 우레아를 포함한다.
- [0079] 특히 바람직한 아민은 폴리에틸렌아민(PEI), 더욱 구체적으로는 바스프에서 공급하는 루파졸 범위의 PEI, 더욱 더 구체적으로는 루파졸 PR8515이다.
- [0080] 폴리우레아 마이크로캡슐의 제조에 유용한 아이소사이아네이트는 1,6-다이아이소사이아네이트로헥산, 1,5-다이아이소사이아네이트-2-메틸펜탄, 1,5-다이아이소사이아네이트-3-메틸펜탄, 1,4-다이아이소사이아네이트-2,3-다이메틸부탄, 2-에틸-1,4-다이아이소사이아네이트부탄, 1,5-다이아이소사이아네이트펜탄, 1,4-다이아이소사이아네이트부탄, 1,3-다이아이소사이아네이트프로판, 1,10-다이아이소사이아네이트데칸, 1,2-다이아이소사이아네이트사이클로부탄, 비스(4-아이소사이아네이트사이클로헥실)메탄, 또는 3,3,5-트리메틸-5-아이소사이아네이트메틸-1-아이소사이아네이트사이클로헥산과 같은 2- 및 3-관능화 아이소사이아네이트를 포함한다.
- [0081] 다른 유용한 아이소사이아네이트는 또한 1,6-다이아이소사이아네이트로헥산의 단독 중합체와 같은, 상기 아이소사이아네이트 단량체에 기반한 올리고머를 포함한다. 그러한 모든 단량체 및 올리고머는 베이어(Bayer)에 의해 상표명 데스모더(Desmodur)로 판매된다. 또한, 개질된 아이소사이아네이트 및 특히, 핵사메틸렌 다이아이소사이아네이트에 기반한 친수성 지방족 폴리아이소사이아네이트(Hydrophilic Aliphatic Polyisocyanate; 베이하이

더(BAYHYDUR)의 이름으로 판매됨)과 같은 수 분산성 아이소사이아네이트도 포함된다.

- [0082] 폴리아미드 마이크로캡슐의 제조에 유용한 아실 할라이드는 말로닐 할라이드, 글루타릴 할라이드, 아디포일 할라이드, 피멜로일 할라이드, 세바코일 할라이드를 비롯한 선형 할라이드, 또는 프탈로일, 아이소프탈로일 또는 테트라프탈로일 할라이드, 벤젠 트리카보닐 트리클로라이드를 비롯한 환형 할라이드 등의, 2- 및 3-관능화 아실 할라이드, 통상적으로 아실 클로라이드를 포함한다.
- [0083] 사용될 수 있는 보호 콜로이드 또는 유화제의 부류는 비닐 에테르와 말레산 무수물 또는 산의 공중합체, 리그노술포산 나트륨, 말레산 무수물/스티렌 공중합체, 에틸렌/말레산 무수물 공중합체와 같은 말레산-비닐 공중합체, 및 프로필렌 산화물, 에틸렌다이아민 및 에틸렌 산화물의 공중합체, 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐 알코올, 폴리옥시에틸레네이티드 솔비톨의 지방산 에스테르, 및 나트륨 도데실설페이트를 포함한다.
- [0084] 적합한 용매는 지방족 탄화수소, 염소화 지방족 탄화수소, 지환족 탄화수소, 염소화 지환족 탄화수소, 및 방향족 또는 염소화 방향족 탄화수소를 포함한다. 더욱 구체적으로, 용매는 사이클로헥산, 옥타데칸, 테트라클로로에틸렌, 카본 테트라클로라이드, 자일렌, 톨루엔, 클로로벤젠 및 알킬나프탈렌을 포함한다.
- [0085] 본원에 개시된 발명의 구현예들은 단독으로 이해될 수 있고, 또는 그들은 임의의 조합으로 함께 이해되어 발명의 구체적인 구현예를 형성할 수 있다.
- [0086] 본 발명 및 이의 장점들을 추가로 설명하기 위하여, 다음의 구체적인 실시예들이 주어지며, 이들은 단지 설명을 위한 것일 뿐, 제한적으로 이해되어서는 안된다.

[0087] **실시예 1**

[0088] **폴리우레아 캡슐의 제조**

- [0089] 데스모더 W(베이어) 및 베이히더 XP2547(베이어)을 각각 12.6% 및 3.4%의 수준에서 향수 오일에 첨가하여 오일 상을 제조하였다.
- [0090] 루비스콜(Luviskol) k90(바스프)를 4.5%의 수준에서 물에 첨가하여 수상(용액 S1)을 제조하였다. 용액의 pH는 0.5%의 pH=10 버퍼를 첨가하여 10으로 조정하였다.
- [0091] 루파졸 PR8515(바스프)를 20%의 수준에서 물에 첨가하여 수상(용액 S2)을 제조하였다.
- [0092] 다음의 절차에 따라 캡슐을 제조하였다:
- [0093] 1000rpm으로 작동하는 MIG 교반기가 장착된 1L 반응기에서 300g의 오일 상을 600g의 용액 S1과 혼합하여 수중 오일의 에멀전을 형성하였다. 30분간 혼합시킨 후, 100g의 용액 S2를 1분에 걸쳐 첨가하였다. 30분 후, 슬러리를 70℃(1시간)까지 가열하고, 70℃에서 2시간 유지한 후, 80℃로 가열하고 80℃에서 1시간 유지한 후, 85℃로 가열하고 85℃에서 1시간 유지한 후, 25℃로 최종 냉각하기 전에, 70℃로 냉각하고 70℃에서 1시간 유지하였다.

[0094] **실시예 2**

- [0095] 향수 A 내지 I를 실시예 1의 일반적인 방법에 따라 제조된 폴리우레아 캡슐에 캡슐화하였다. 캡슐들은 콜-온 테오도란트 용도로 만들어졌다.

[0096]

캡슐	캡슐화된 오일	측정된 IFT	평균 입자 크기 (d50, μm)	고체 함량(%)
1	향수 A	46	43	34.3
2	향수 B	30	12	37.8
3	향수 C	23	6	37.2
4	향수 D	12	15	28.3
5	향수 E	35	36	35.8
6	향수 F	19	7	36.9
7	향수 G	25	5	37.3
8	향수 H	31	21	36.5
9	향수 I	28	8	37.8

- [0097] 계면 장력 측정은 본원에 상술된 방법론에 따라 수행하였다.
- [0098] 입자 크기 분포를 말버른(Malvern)에 의하여 제공되는 마스터사이저(Mastersizer) 2000을 사용하여, 레이저 회절 기술을 사용하여 측정하였다. 상기 기술은 코히런트 소스(coherent source)로부터의 빛, 이 경우 레이저 빔이, 입자들이 빔을 통과함에 따라 입자들의 크기에 직접적으로 연관되는 산란된 빛의 각도로 산란될 것이라는 이론에 기초한 것이다. 입자 크기의 감소는 관측되는 산란 각에 있어서 대수적(logarithmic) 증가를 발생시킨다. 관측된 산란 강도는 또한 입자 크기에 좌우되고, 입자의 단면적과 연관되어 감소한다. 따라서, 큰 입자는 빛을 작은 각도와 큰 강도로 산란시키는 반면, 작은 입자는 넓은 각도와 낮은 강도로 산란시킨다. 탐지기가 넓은 범위의 각도에 걸쳐서 생성된 산란된 빛의 패턴을 측정하기 위하여 사용되어, 이로부터 적절한 광학 모델을 사용하여 샘플의 입자 크기 분포가 결정되었다.
- [0099] 입자 크기의 측정을 위해, 습윤 분산의 측정을 위한 마스터사이저 2000을 제공하는, 말버른 하이드로2000 SM 모델에 샘플을 위치시켰다. 제공된 소프트웨어는 측정된 산란된 빛 패턴을 입자 크기 분포로 변환하기 위해 사용되었다. 사용된 광학 모델 파라미터는 굴절률 및 흡수 계수(absorption index)에 대하여 각각 1.47 및 0이었다. 샘플 측정은 5000 측정 스냅을 사용하여 5초에 걸쳐 수행되었다.
- [0100] 향수 캡슐화의 효율은 고체 함량 또는 캡슐 분산의 건조 중량을 측정하여 결정되었다. 이를 위하여, 적외선 저울이 사용되었다. 이와 같은 저울은 메틀러-톨레도(Mettler-Toledo)에 의해 제공되는 것과 같은 수분 분석계(Moisture Analyzer) HR83이다. 약 2g의 캡슐 분산액을 메틀러-톨레도에 의해 제공되는 것과 같은, 적합한 셀룰로오스 또는 섬유유리 지지체를 사용하여 저울 위에 위치시켰다. 캡슐 분산액을 저울에 의해 일정하고 변하지 않는 중량으로 나타나는, 건조까지 120°C의 온도에서 가열하였다. 이 특정한 저울의 의도된 용도는 수분을 측정하는 것이기 때문에, 측정 결과는 캡슐 분산액으로부터의 수분 손실의 수준, 즉, 고체 함량 또는 건조 중량을 가리킨다. 이론적인 고체 함량은 37.4%이다. 다양한 캡슐화된 오일의 고체 함량 값들은 아래의 표에 주어졌다.
- [0101] 고체 함량 분석은 휘발분의 증발 후에 남은 물질의 측정이다. 이는 셀 완전성(다공성) 및 온도의 응력 조건 하에서 향수를 보유할 수 있는 능력의 평가를 제공한다. 이와 같이, 그것은 시간의 흐름에 따른 누출 및 안정성의 지표이다. 실시예 2의 캡슐들에 대하여, 고체 함량은 약 37.4%(대략적으로 25부의 향수 및 12부의 캡슐)일 것으로 예상된다. 따라서, 캡슐 1, 4 및 5는 캡슐화된 향수의 기대량의 10% 초과가 손실된 점으로 볼 때 좋지 않게 수행되었다.

[0102] **실시예 3**

[0103] 20가지 항목의 패널 시험을 물-온 수계 테오도란트 용도에서 캡슐 9[IFT 값 28; 입자 크기 8 마이크로톤] 및 캡슐 4[IFT 값 12; 입자 크기 15 마이크로톤]의 1% 분산액의 성능을 입증하기 위하여 이용하였다.

[0104] 성능은 니트(neat) 상태(소비자에게 새 샘플 및 적용 전으로 인식됨), 적용 후 1시간, 적용 후 5시간에 패널에 의해 평가되었다. 10시간 측정은 활성화(문지름) 이전과 이후에 수행되었고, 샤워 후 24시간도 문지름에 따라 측정되었다.

[0105] 결과를 아래에서 요약하였다:

인지된 강도	니트 상태	1시간	5시간	10 시간 (전/후)	샤워 후 24 시간 (전/후)
캡슐 9(향수 I 함유)	7	6	4	2/3	1/2
자유 향수 I	7	6	3	1/1	0/0
캡슐 4(향수 D 함유)	7	6	4	1/2	0/0
자유 향수 D	7	6	3	1/1	0/0

[0106]

[0107] 10 점 강도 등급이 양 케이스의 향수 성능의 강도를 평가하기 위해 사용되었다. 위에 실증된 바와 같이, 캡슐 화제 9를 함유하는 제제가 95% 초과 유의성(significance)으로 우수한 성능을 나타내었다. 특히, 캡슐이 샤워 후에도 피부에 남아 있었다는 점에 주목하여야 한다.

[0108] **실시예 4**

[0109] 아래의 절차는 제어된 실험실 조건 하 및 가정 사용 평가(home use test; HUT)에서 샤워 젤 제품 중의 캡슐 기

술의 성능을 측정하기 위해 사용된 세척 및 평가 방법들을 설명한다.

[0110] **샘플 제조**

[0111] 캡슐 샘플을 기재(base)에 첨가하고, 바닥부터 상부까지 혼합물의 움직임이 발생하도록 배치된 기계식 교반기를 사용하여 교반하였다. 프로펠러 교반기 또는 경사진 터빈 교반기(angled turbine stirrer)가 바람직하다.

[0112] **샤워 젤 기재**

[0113] 이 평가를 위하여 지보당 표준 샤워 젤 기재(DBA002)를 사용하였다.

성분	제조사	INCI명	%W/W
<u>상 A</u>			
텍사폰(TEXAPON) N40	코그니스(COGNIS)	라우레스 황산나트륨	38.00
데히톤(DEHYTON) K	헨켈(HENKEL)	코카미도프로필베타인	8.00
유퍼란(EUPERLAN) PK3000	시도브레 신노바 (SIDOBRE SINNOVA)	글리콜 디스테아레이트 & 라우레스 4 & 코카미도프로필베타인	5.00
증류수		물	qsp 100
<u>상 B</u>			
머쿠아트(MERQUAT) S	스미트-요르단 (SSCHMITT-JOURDAN)	폴리쿼터늄-7	0.40
니파가드(NIPAGUARD)	니파(NIPA)	DMDM 히단토인	
DMDMH			0.50
판테놀(PANTHENOL) 751	로슈(ROCHE)	판테놀	2.00
<u>상 C</u>			
염화 나트륨	프로라보(PROLABO)	염화 나트륨	1.20
트리론(TRILON) B	바스프	테트라소듐 EDTA	0.25
증류수		물	10.00
향수	지보당	향수	1.50

pH = 5.5 내지 6.5

% 계면활성제 활성 물질 - 15.87%

[0114]

[0115] **공정:**

[0116] 물을 제외한 상 A가 균질해질 때까지 교반기로 혼합한다. 물을 2부 첨가한다. 상 B의 성분들을 첨가한다. 미리 물에 용해시킨 상 C의 성분들을 첨가한다. pH를 6에서 5.5로 조정한다.

[0117] **세척 방법론(제어된 실험실 조건)**

[0118] 각 지원자는 시험 전에 향수화되지 않은 샤워 젤로 그들의 팔목을 세척하고 건조하였다. 각 지원자는 전형적으로 한쪽의 팔목을 대조 샘플로 처리하고, 나머지 팔목을 시험/캡슐 샘플로 처리하였다. 일괄적으로 샘플을 왼쪽 팔목에 먼저 적용하였다. 지원자는 흐르는 물(지원자에 의해 정의된 일정한 흐름과 온도)로 팔목을 적었다. 주사기를 사용하여 왼쪽 팔목의 바깥 부분에 2ml의 제품을 적용했다. 지원자는 그들의 자유로운 손을 사용하여, 원형 동작, 팔목의 길이 방향의 위 아래로, 제품을 팔에 네 차례 문질렀다. 이 시점에서 지원자는 그들의 팔목을 내밀어 적어도 4명의 평가자 그룹에 의해 평가되었다. 이것은 사용되고 있는 블룸(bloom)으로 기록되었다.

[0119] 그 다음 팔목은 다시 흐르는 물에 적셔졌고, 지원자는 추가로 네 차례 그들의 팔목을 문질렀다. 마지막으로, 팔목을 흐르는 물에 (지원자에 의해 정의된 시간 동안) 유지하여 임의의 거품이나 잔류 제품이 제거되도록 하였다. 그리고나서 지원자는 깨끗한 테리-타월 플란넬(terry-towel flannel)을 사용하여 그 부분을 가볍게 두드려서 건조했다. 팔을 다시 한번 내밀어 초기 건조 피부 성능을 평가하였다.

[0120] 절차를 오른팔에 대하여 반복하였다. 초기 평가가 완료되면 지원자들은 그들의 일상 업무로 돌아갈 수 있었다. 5시간 후 지원자들은 팔목을 문지르기 전과 후에 다시 평가되었다. 문지르는 단계는 깨끗한 테리-타월 플란넬을 사용하고, 부드럽게 팔목을 네 차례 위 아래 동작으로 문지름으로써 달성되었다.

[0121] **세척 방법론(HUT)**

[0122] 최소 10명의 지원자가 본 시험을 위해 필요하였다. 각 지원자는 집에 가져갈 30g 샘플의 샤워 젤과 작성할 설문지를 제공받았다. 지원자는 그들의 평소 제품을 대신하여 상기 샤워 젤 샘플을 그들의 일반적인 세척 방법으로 사용했다. 지원자는 그들의 바깥쪽 팔목을 다양한 시점, 전형적으로는, 최초, 30분, 1시간, 2시간, 4시간 및 6시간에 자가 평가하였다. 6시간 평가 후, 추가의 자가 평가 이전에(문지름 이후 6시간), 팔목을 깨끗한 테리-타월 프란넬(제공됨)로 부드럽게 네 차례 위 아래 동작으로 문질렀다. 지원자는 또한 요구에 따라 12 및 24 시간의 추가 시점에 평가하도록 요청되었다.

[0123] **피부의 평가**

[0124] 제품의 성능이 그와 같은 평가를 경험하고 훈련된 평가자들의 패널에 의해 평가되었다. 각 평가자는 성능에 대하여 각자의 기준으로 점수를 매기고, 그 결과는 수집되어, 평균화되고, 통계적 의미를 위해 분석된다(95% 신뢰 구간(터키 HSD)).

[0125] 표준 0-10 점수 시스템이 사용되었다:

[0126] 0 - 무취

[0127] 2 - 냄새가 간신히 인지됨

[0128] 4 - 약하지만 인지 가능한 향기

[0129] 6 - 쉽게 인지됨

[0130] 8 - 강함

[0131] 10 - 매우 강함

[0132]

		향기 강도 점수			
입자 크기	샘플	블룸	초기	5 시간	5시간 문지름
D(50)					
19µm	캡슐 1	5.9	2.4	1.9	2.9
14µm	캡슐 2	5.7	2.3	1.9	2.9
5µm	캡슐 3	5.7	3.2	1.9	4.6*
8µm	캡슐 4	5.7	3.4	2.0	4.8*

[0133] * 성능 이득(유효 p<0.05)