



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년12월05일

(11) 등록번호 10-1925269

(24) 등록일자 2018년11월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B01J 13/14 (2006.01) B01J 13/16 (2006.01)

C08G 18/71 (2006.01) C08J 5/00 (2006.01)

C08L 77/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2012-7033516

(22) 출원일자(국제) 2011년03월05일

심사청구일자 2016년02월17일

(85) 번역문제출일자 2012년12월21일

(65) 공개번호 10-2013-0121697

(43) 공개일자 2013년11월06일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2011/001098

(87) 국제공개번호 WO 2011/160733

국제공개일자 2011년12월29일

(30) 우선권주장

10167305.1 2010년06월25일

유럽특허청(EPO)(EP)

(56) 선행기술조사문헌

US05011885 A*

US20090149596 A1*

WO2007096592 A1*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

코그니스 아이피 매니지먼트 게엠베하

독일 몬하임 레인프로메네이드 1 (우: 40789)

(72) 발명자

데널 볼프강

독일 40591 뒤셀도르프 게르버슈트라쎄 37

호츠 유타

스위스 체하-8006 취리히 오티커슈트라쎄 7

(74) 대리인

특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 19 항

심사관 : 신창훈

(54) 발명의 명칭 마이크로캡슐의 제조 방법

(57) 요 약

본 출원은 쉘이 에멀젼 형태인 2 개의 구조적으로 상이한 디이소시아네이트의 반응에 의해 수득되는, 폴리우레아로 만들어진 쉘을 함유하고 이 쉘이 그 내부에 수불용성 오일을 둘러싸고 있는 마이크로캡슐의 제조 방법을 기재하고 있다.

명세서

청구범위

청구항 1

에멀젼이 형성될 때까지 수불용성 액체 중 2 개 이상의 구조적으로 상이한 2관능성 이상의 디이소시아네이트 (A) 및 (B) 의 혼합물의 용액과 보호 콜로이드의 수용액을 화합시키고, 여기에 이후 2관능성 이상의 아민을 첨가하고 이를 이후 마이크로캡슐이 형성될 때까지 60 °C 이상의 온도로 가열하는, 액체 수불용성 물질의 코어 및 쉘을 함유하는 마이크로캡슐의 제조 방법으로서, 상기 이소시아네이트 (B) 가 음이온적으로 개질된 이소시아네이트로부터 선택되고 이소시아네이트 (A) 가 비하전되고 산화폴리에틸렌-함유 이소시아네이트가 아니며, 단 마이크로캡슐의 제조 동안 이소시아네이트 (A) 와 (B) 사이의 중량비가 10:1 내지 1:10 의 범위인, 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 폴리비닐파롤리돈이 보호 콜로이드로서 사용되는 방법.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 이소시아네이트 (A) 가 헥산 1,6-디이소시아네이트, 헥산 1,6-디이소시아네이트 뷰렛 또는 헥산 1,6-디이소시아네이트의 올리고머, 또는 디시클로헥산메틸렌 디이소시아네이트로부터 선택되는 방법.

청구항 4

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 이소시아네이트 (B) 가 분자에 하나 이상의 술폰산기를 함유하는 음이온적으로 개질된 디이소시아네이트의 군으로부터 선택되는 방법.

청구항 5

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 사용된 2관능성 이상의 아민이 폴리에틸렌이민인 방법.

청구항 6

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 이소시아네이트 (A) 와 (B) 사이의 중량비가 5:1 내지 1:5 의 범위인 방법.

청구항 7

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 마이크로캡슐의 코어-쉘 비율 (w/w) 이 20:1 내지 1:10 인 방법.

청구항 8

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 하기 단계를 포함하는 마이크로캡슐의 제조 방법:

- (a) 프리믹스 (I) 이 물 및 보호 콜로이드로부터 제조되는 단계;
- (b) 이 프리믹스가 5 내지 12 범위의 pH 로 조절되는 단계;
- (c) 추가적인 프리믹스 (II) 가 이소시아네이트 (A) 및 (B) 와 함께 액체, 수불용성 물질로부터 제조되는 단계;
- (d) 2 개의 프리믹스 (I) 및 (II) 를 에멀젼이 형성될 때까지 화합시키는 단계; 및
- (e) 이후, 2관능성 이상의 아민이 단계 (d)로부터의 에멀젼 내로 계량되는 단계, 및
- (f) 이후, 에멀젼이 마이크로캡슐이 형성될 때까지 60 °C 이상의 온도로 가열되는 단계.

청구항 9

제 8 항에 있어서, 방법의 단계 (b) 에서 pH 가 8 내지 12 로 조절되는 방법.

청구항 10

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 하기 단계를 포함하는 마이크로캡슐의 제조 방법:

- (a) 프리믹스 (I) 이 물 및 보호 콜로이드로부터 제조되는 단계;
- (b) 이러한 프리믹스가 5 내지 12 범위의 pH 로 조절되는 단계;
- (c) 추가 프리믹스 (II) 가 이소시아네이트 (A) 와 함께 21 °C 에서 액체인 수불용성 물질로부터 제조되는 단계;
- (d) 에멀젼이 교반에 의해 프리믹스 (I) 및 (II)로부터 형성되는 단계; 및
- (e) 상기에 제 2 이소시아네이트 (B) 가 첨가된 후, 에멀젼의 pH 가 5 내지 10 의 값으로 조절되는 단계;
- (f) 이후 2관능성 이상의 아민이 단계 (e)로부터의 에멀젼에 계량되는 단계; 및
- (g) 이후 마이크로캡슐이 형성될 때까지 60 °C 이상의 온도로 가열되는 단계.

청구항 11

제 10 항에 있어서, 단계 (e) 의 pH 가 7.5 내지 9.0 으로 조절되는 방법.

청구항 12

수불용성 액체의 액체 코어 및 2 개 이상의 상이한 2관능성 이상의 이소시아네이트 (A) 및 (B) (이소시아네이트 (A) 는 비하전되고 산화폴리에틸렌-함유 이소시아네이트가 아니며, 이소시아네이트 (B) 는 음이온적으로 개질된 이소시아네이트여야 함) 및 2관능성 이상의 아민의 반응 생성물의 쉘을 포함하는 무향료 마이크로캡슐로서, 단 마이크로캡슐의 제조 동안 이소시아네이트 (A) 와 (B) 사이의 중량비가 10:1 내지 1:10 의 범위인, 무향료 마이크로캡슐.

청구항 13

제 12 항에 있어서, 직경이 1 내지 50 μm 인 마이크로캡슐.

청구항 14

제 12 항에 있어서, 수성 분산액의 형태로 존재하는 마이크로캡슐.

청구항 15

제 12 항에 있어서, 포름알데히드가 없는 마이크로캡슐.

청구항 16

제 12 항 내지 제 15 항 중 어느 한 항에 있어서, 텍스타일, 종이 또는 부직물의 마감을 위해 사용되는 마이크로캡슐.

청구항 17

제 12 항 내지 제 15 항 중 어느 한 항에 따른 마이크로캡슐을 포함하는 화장 조성물.

청구항 18

제 12 항 내지 제 15 항 중 어느 한 항에 따른 마이크로캡슐을 포함하는 세탁 조성물.

청구항 19

제 12 항 내지 제 15 항 중 어느 한 항에 따른 마이크로캡슐을 포함하는 세정 조성물.

발명의 설명

기술 분야

본 출원은 마이크로캡슐의 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [0002] 마이크로캡슐은 코어 및 코어를 둘러싸고 있는 벽 물질로 이루어지는 분말 또는 입자이고, 여기서 코어는 고체, 일반적으로 중합체성 벽 물질로 둘러싸여진 고체, 액체 또는 기체 물질이다. 이는 즉 단일 물질로 이루어진 고체일 수 있다. 마이크로캡슐은 평균적으로 1 내지 1000 μm 의 직경을 갖는다.
- [0003] 다수의 켈 물질이 마이크로캡슐을 제조하기 위해 공지되어 있다. 켈은 천연, 반합성 또는 합성 물질로 이루어질 수 있다. 천연 켈 물질은 예를 들어, 아라비아 검, 한천, 아가로오스, 말토덱스트린, 알긴산 또는 이의 염, 예를 들어 나트륨 알기네이트 또는 칼슘 알기네이트, 지방 및 지방산, 세틸 알코올, 콜라겐, 키토산, 레시틴, 젤라틴, 알부민, 셀락, 다당류, 예컨대 전분 또는 텍스트란, 폴리펩티드, 단백질 가수분해 생성물, 수크로오스 및 왁스이다. 반합성 켈 물질은 그 중에서도 화학적으로 개질된 셀룰로오스, 특히 셀룰로오스 에스테르 및 셀룰로오스 에테르, 예를 들어 셀룰로오스 아세테이트, 에틸 셀룰로오스, 히드록시프로필셀룰로오스, 히드록시프로필메틸셀룰로오스 및 카르복시메틸셀룰로오스, 및 또한 전분 유도체, 특히 전분 에테르 및 전분 에스테르이다. 합성 켈 물질은 예를 들어 중합체 예컨대 폴리아크릴레이트, 폴리아미드, 폴리비닐 알코올 또는 폴리비닐파롤리돈이다.
- [0004] 켈 물질 및 제조 방법의 유형에 따라, 마이크로캡슐은 직경, 크기 분포 및 물리적 및/또는 화학적 특성 면에서, 각 경우에서 상이한 특성과 함께 형성된다.
- [0005] 따라서 맞춰진 특성을 갖는 마이크로캡슐을 제공할 수 있게 하기 위한 신규 제조 방법을 개발하는 것이 계속 요구되고 있다.

발명의 내용

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0006] 따라서, 본 출원의 제 1 주제는 에멀젼이 형성될 때까지 수불용성 액체 중 2 개 이상의 구조적으로 상이한 2관능성 이상의 이소시아네이트 (A) 및 (B)의 혼합물의 용액과 보호 콜로이드의 수용액을 화합시키고, 여기에 이후 2관능성 이상의 아민을 첨가하고, 이를 이후 마이크로캡슐이 형성될 때까지 60 °C 이상의 온도로 가열하는, 수불용성 액체 물질로 만들어진 켈 및 코어를 함유하는 마이크로캡슐을 제조하는 방법에 관한 것으로서, 상기 이소시아네이트 (B) 가 음이온적으로 개질된 이소시아네이트 또는 산화폴리에틸렌-함유 이소시아네이트 또는 이러한 유형들의 혼합물로부터 선택되고, 이소시아네이트 (A) 가 비하전되지만 산화폴리에틸렌-함유 이소시아네이트가 아닌 방법에 관한 것이다.
- [0007] 상기 방법은, 미리 주어진 크기 또는 크기 분포의 마이크로캡슐이 목표로 하는 방식으로 제조될 수 있고, 여기서 특히 10 내지 60 μm 의 직경을 갖는 비교적 작은 마이크로캡슐을 제조할 수 있다는 이점을 갖는다. 또한, 더 큰 기계적 안정성을 갖는 캡슐이 수득된다. 이때, 특히 이러한 캡슐은 액체 성분에 대해 낮은 투과성만을 갖는 켈이 수득된다.
- [0008] 이론적으로, 보호 콜로이드의 수용액이 항상 제조되며, 이를 위해 이소시아네이트 (A) 및 (B)는 이후 마이크로캡슐의 코어를 형성하는 수불용성 액체에 용해되고; 이후 아민 성분이 첨가되고 이 혼합물은 에멀젼이 형성될 때까지 가열된다. 아민 성분과 이소시아네이트의 반응을 위한 온도는 충분히 빠른 반응 진행을 확실하게 하기 위해 60 °C 이상, 더 양호하게는 70 °C, 바람직하게는 75 내지 90 °C, 특히 85 내지 90 °C 이어야한다.
- [0009] 여기서, 이후 반응의 완료가 뒤따를 때까지 온도를 단계적으로 (예를 들어 각 경우에서 10 °C) 증가시키고, 이 분산액을 실온 (21 °C)으로 냉각시키는 것이 바람직할 수 있다. 반응 시간은 전형적으로 사용된 양 및 온도에 가변적이다. 그러나, 일반적으로 마이크로캡슐을 형성하기 위한 상승 온도는 약 60 분 내지 6 시간 또는 8 시간 이하로 설정된다.
- [0010] 본 교시에 따르면, 아민의 첨가는 또한 바람직하게는 예를 들어 교반 장치를 사용하는 것에 의해, 에너지 투입과 함께 이루어진다.
- [0011] 본 발명의 방법에서 에멀젼을 형성하기 위해, 각각의 혼합물은 당업자에게 공지된 방법에 의해, 예를 들어 혼합물이 에멀젼화될 때까지 적합한 교반기를 사용한 교반을 통해 혼합물에 에너지를 도입하는 것에 의해 에멀젼화된다. pH는 바람직하게는 수성 베이스를 사용하여 조절되고, 수산화나트륨 용액 (예를 들어, 5 중량% 농도)을 사용하는 것이 바람직하다.

- [0012] 2 개 이상의 구조적으로 상이한 이소시아네이트 (A) 및 (B) 가 사용되는 것이 공정에 본질적이다. 이는 공정에서 서로 별도로 또는 혼합물의 형태로 보호 콜로이드를 함유하는 수성 프리믹스 (1) 에 첨가될 수 있고, 이후 에멀젼화되고 아민과 반응된다. 이는 또한 모든 (A) 와 (B) 의 혼합물, 및 또한 상이한 시간에 별도로 개별적 이소시아네이트 (A) 및 (B) 에 계량될 수 있다.
- [0013] 한 바람직한 구현예에서, 공정은 하기 단계와 같이 수행된다:
- [0014] (a) 프리믹스 (I) 이 물 및 보호 콜로이드로부터 제조되는 단계;
- [0015] (b) 이 프리믹스가 5 내지 12 범위의 pH 로 조절되는 단계;
- [0016] (c) 추가적인 프리믹스 (II) 가 이소시아네이트 (A) 및 (B) 와 함께 액체, 수불용성 물질로부터 제조되는 단계;
- [0017] (d) 2 개의 프리믹스 (I) 및 (II) 를 에멀젼이 형성될 때까지 화합시키는 단계; 및
- [0018] (e) 이후 2관능성 이상의 아민이 단계 (d) 로부터의 에멀젼 내로 계량되는 단계, 및
- [0019] (f) 이후 에멀젼이 마이크로캡슐이 형성될 때까지 60 °C 이상의 온도로 가열되는 단계.
- [0020] 단계 (b) 에서 pH 를 8 내지 12 의 값으로 조절하는 것이 유리할 수 있다. 여기서 적합한 것은 수성 베이스, 바람직하게는 수산화나트륨 수용액이다. 단계 (d), 또한 단계 (e) 에서, 에멀젼의 형성은 바람직하게는 적합한 교반기를 사용하여 확실해진다.
- [0021] 또한 마찬가지로 바람직한 구현예는 하기 단계와 같이 예상된다:
- [0022] (a) 프리믹스 (I) 이 물 및 보호 콜로이드로부터 제조되는 단계;
- [0023] (b) 이러한 프리믹스가 5 내지 12 범위의 pH 로 조절되는 단계;
- [0024] (c) 추가 프리믹스 (II) 가 이소시아네이트 (A) 와 함께 21 °C 에서 액체인 수불용성 물질로부터 제조되는 단계;
- [0025] (d) 에멀젼이 교반에 의해 프리믹스 (I) 및 (II) 로부터 형성되는 단계; 및
- [0026] (e) 상기에 제 2 이소시아네이트 (B) 가 첨가된 후, 에멀젼의 pH 가 5 내지 10 의 값으로 조절되는 단계;
- [0027] (f) 이후 2관능성 이상의 아민이 단계 (e) 로부터의 에멀젼 내로 계량되는 단계; 및
- [0028] (g) 이후 마이크로캡슐이 형성될 때까지 60 °C 이상의 온도로 가열되는 단계.
- [0029] 이러한 과정에서, 이소시아네이트 (A) 및 (B) 는 아민의 첨가 및 마이크로캡슐을 산출하기 위한 반응이 이루어지기 전에 보호 콜로이드와 별도로 첨가된다. 여기서 단계 (e) 에서의 혼합과 같은 에멀젼의 형성은 또한 바람직하게는 교반 장치를 사용함으로써 이루어진다.
- [0030] 단계 (e) 의 pH 는 바람직하게는 7.5 내지 9.0 의 값으로 조절된다. 단계 (b) 의 경우, 이 값은 마찬가지로 8 내지 12 로 조절될 수 있다. 이러한 목적에 적합한 것은 특히 수성 베이스, 바람직하게는 수산화나트륨 수용액이다.
- [0031] 마이크로캡슐
- [0032] 본 교시의 맥락에서, 마이크로캡슐은 2 개 이상의 상이한, 2관능성 이상의 이소시아네이트와 아민, 바람직하게는 폴리아민의 반응 생성물로 이루어진 웰을 갖는다. 반응은 폴리우레아 유도체를 야기하는 이소시아네이트 와 아민 사이의 중축합이다.
- [0033] 마이크로캡슐은 수성 분산액의 형태로 존재하는데, 캡슐 중 이러한 분산액의 중량 비율은 바람직하게는 15 내지 45 중량%, 바람직하게는 20 내지 40 중량% 이다. 마이크로캡슐은 1 내지 500 μm , 바람직하게는 1 내지 50 μm 또는 5 내지 25 μm 범위의 평균 직경을 갖는다.
- [0034] 마이크로캡슐은 수불용성 액체 또는 고체 성분, 예를 들어 오일을 함유한다. 이러한 오일의 비율은 캡슐의 중량을 기준으로 10 내지 95 중량% 의 범위 내에서 변화할 수 있고, 70 내지 90 중량% 의 비율이 유리할 수 있다. 공정의 결과로서, 전형적으로 20:1 내지 1:10, 바람직하게는 5:1 내지 2:1, 특히 4:1 내지 3:1 의 코어 /웰 비율 (w/w) 을 갖는 캡슐이 수득된다.
- [0035] 본 발명의 방법에 의해 제조된 마이크로캡슐은 바람직하게는 포름알데히드가 없다.

보호 콜로이드

[0036] 이소시아네이트와 아민 사이의 반응 동안, 보호 콜로이드가 존재해야 한다. 이는 바람직하게는 폴리비닐파롤리돈 (PVP)이다. 보호 콜로이드는 혼탁액 또는 분산액에서 에멀젼화, 혼탁 또는 분산된 물질들이 서로 뭉치는 것 (응집, 응고, 엉김)을 방지하는 중합체 시스템이다. 용매화 동안, 보호 콜로이드는 많은 양의 물을 결합하고, 수용액에서 농도에 따라 높은 점도를 산출한다. 본원에 기재된 방법의 맥락에서, 보호 콜로이드는 또한 에멀젼화 특성을 가질 수 있다. 보호 콜로이드 수용액은 또한 바람직하게는 교반에 의해 제조된다.

[0038] 보호 콜로이드는 본원에서 가능한 캡슐의 중량을 기준으로, 0.1 내지 15 중량% 이하, 바람직하게는 1 내지 5 중량%, 특히 1.5 내지 3 중량%의 범위의 양을 갖는 캡슐 쉘의 성분일 수 있으나, 반드시 그러할 필요는 없다.

이소시아네이트

[0040] 이소시아네이트는 시안산과 자유 상태로 호변이성인 이소시안산 (HNCO)의 N-치환 유기 유도체 ($R-N=C=O$)이다. 유기 이소시아네이트는 이소시아네이트 기 ($-N=C=O$)가 유기 라디칼에 결합되는 화합물이다. 다관능성이소시아네이트는 문자에 2 개 이상의 이소시아네이트 기를 갖는 화합물이다.

[0041] 본 발명에 따르면, 2관능성 이상, 바람직하게는 다관능성 이소시아네이트가 사용되는데, 즉 모든 방향족, 지환족 및 지방족 이소시아네이트는 2 개 이상의 반응성 이소시아네이트 기를 갖는 것이 적합하다.

[0042] 적합한 다관능성 이소시아네이트는 바람직하게는 평균 2 내지 4 개 이하의 NCO 기를 함유한다. 디이소시아네이트, 즉 이소시안산과 일반 구조 $O=C=N-R-N=C=O$ (식 중, R은 지방족, 지환족 또는 방향족 라디칼임)의 에스테르를 사용하는 것이 바람직하다.

[0043] 적합한 이소시아네이트는 예를 들어 1,5-나프틸렌 디이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄 디이소시아네이트 (MOI), 수소화 MDI (H12MDI), 자일릴렌 디이소시아네이트 (XDI), 테트라메틸자일롤 디이소시아네이트 (TMXDI), 4,4'-디페닐-디메틸메탄 디이소시아네이트, 디- 및 테트라알킬-디페닐메탄 디이소시아네이트, 4,4'-디벤질 디이소시아네이트, 1,3-페닐렌 디이소시아네이트, 1,4-페닐렌 디이소시아네이트, 툴릴렌 디이소시아네이트 (TDI)의 이성질체 (임의로 혼합물임), 1-메틸-2,4-디이소-시아네이토시클로헥산, 1,6-디이소시아네이토-2,2,4-트리메틸헥산, 1,6-디이소시아네이토-2,4,4-트리메틸헥산, 1-이소시아네이토메틸-3-이소시아네이토-1,5,5-트리메틸시클로헥산, 염화 및 브롬화 디이소시아네이트, 인-함유 디이소시아네이트, 4,4'-디이소시아네이토페닐-페플루오로에탄, 테트라메톡시부탄 1,4-디이소시아네이트, 부탄 1,4-디이소시아네이트, 헥산 1,6-디이소시아네이트 (HDI), 디시클로헥실메탄 디이소시아네이트, 시클로헥산 1,4-디이소시아네이트, 에틸렌 디이소시아네이트, 프탈산 비스이소시아네이토에틸 에스테르, 또한 반응성 할로겐 원자를 갖는 폴리이소시아네이트, 예컨대 1-클로로메틸페닐 2,4-디이소시아네이트, 1-브로모메틸페닐 2,6-디이소시아네이트, 3,3-비스클로로메틸 에테르 4,4'-디페닐디이소시아네이트이다. 황-함유 폴리이소시아네이트는 예를 들어 2 몰의 헥사메틸렌 디이소시아네이트와 1 몰의 티오디글리콜 또는 디히도록시디헥실 술피드를 반응시켜 수득된다. 또한 적합한 디이소시아네이트는 트리메틸헥사메틸렌 디이소시아네이트, 1,4-디이소시아네이토부탄, 1,2-디이소시아네이토도데칸 및 2량체 지방산 디이소시아네이트이다.

[0044] 본 발명의 방법의 한 본질적 특징은 2 개의 구조적으로 상이한 이소시아네이트 (A) 및 (B)의 의무적 사용이다.

[0045] 적합한 유형 (A)의 이소시아네이트는 2관능성 이상의 화합물 (즉, 2 개 이상의 이소시아네이트 기 $-N=C=O$ 를 함유하는 화합물)이다.

[0046] 전형적인 대표물은 헥사메틸렌 디이소시아네이트 (HDI), 또는 이의 유도체, 예를 들어 HDI 뷰렛 (예를 들어 Desmodur N3200으로 시판됨), HDI 3량체 (Desmodur N3300으로 시판됨) 또는 그밖에 디시클로헥실메탄 디이소시아네이트 (Desmodur W로 시판됨)일 수 있다. 툴루엔 2,4-디이소시아네이트 또는 디페닐메탄 디이소시아네이트가 또한 적합하다.

[0047] 유형 (B)의 제 2 이소시아네이트는 유형 (A)의 이소시아네이트와 구조적으로 상이하고 구체적으로 유형 (B)의 이소시아네이트는 음이온적으로 개질된 이소시아네이트 또는 산화폴리에틸렌-함유 이소시아네이트 (또는 이러한 2 개의 이소시아네이트 유형의 임의의 원하는 혼합물)이어야 한다.

[0048] 음이온적으로 개질된 이소시아네이트는 그 자체로 공지되어 있다. 바람직하게는, 이러한 유형 (B)의 이소시아네이트는 문자에 2 개 이상의 이소시아네이트 기를 함유한다. 하나 이상의 술품산 라디칼은 바람직하게는 음이온성 기로 존재한다. 바람직하게는, 올리고머, 특히 헥산 1,6-디이소시아네이트 (HDI)의 3량체인 유형

(B) 의 이소시아네이트가 선택된다. 이러한 음이온적으로 개질된 이소시아네이트의 시판 제품은 예를 들어 Bayhydur (Bayer) 의 상품명, 예를 들어 Bayhydur XP 로 공지되어 있다.

[0049] 산화폴리에틸렌-함유 이소시아네이트 (2 개 이상의 이소시아네이트기를 가짐) 가 또한 공지되어 있고 예를 들어 US 5,342,556 에 기재되어 있다. 이러한 이소시아네이트 중 일부는 물에서 자체-에멀젼화되는데, 이는 별도의 에멀젼화 단계를 생략할 수 있으므로 본 발명 방법의 맥락에서 유리할 수 있다.

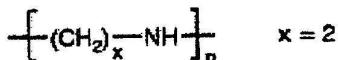
[0050] 두 이소시아네이트 (A) 와 (B) 의 중량비는 바람직하게는 10:1 내지 1:10 의 범위, 특히 5:1 내지 1:5 의 범위, 특히 3:1 내지 1:1 의 범위로 조절된다.

[0051] 유형 (A) 및 (B) 의 상이한 이소시아네이트의 혼합물을 또한 사용할 수 있다. 이소시아네이트 (A) 및 (B) 이외에, 추가로 이소시아네이트가 또한 본 발명에 따른 방법에서 추가적으로 사용될 수 있다.

[0052] 그러나, 바람직하게는 음이온적으로 개질된 이소시아네이트만이 본 발명의 방법에서 성분 (B) 로서 사용된다.

[0053] 아민

[0054] 2관능성 이상의 아민, 바람직하게는 폴리에틸렌아민 (PEI) 은 본 발명에 따른 방법에서 추가 성분으로 사용된다. 폴리에틸렌아민은 일반적으로 하기와 같이 각 경우에 2 개의 메틸렌기에 의해 서로 분리되는 NH 기가 주쇄에 있는 중합체이다:



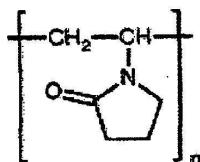
[0055]

폴리에틸렌아민은 고분자전해질 및 복합 중합체에 속한다. 상응하는 높은 비율의 1차 아미노기를 갖는 단쇄, 선형 폴리에틸렌아민, 즉 화학식 $\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{H}$ ($n=2$: 디에틸렌트리아민; $n=3$: 트리에틸렌테트라민; $n=4$: 테트라에틸렌펜타민) 의 생성물은 때로는 폴리에틸렌아민 또는 폴리알킬렌폴리아민으로 불린다.

[0057] 본 발명에 따른 방법에서, 500 g/mol 이상, 바람직하게는 600 내지 30000 또는 650 내지 25000 g/mol, 특히 700 내지 5000 g/mol 또는 850 내지 2500 g/mol 의 분자량을 갖는 폴리에틸렌아민이 바람직하게는 사용된다.

[0058] 보호 콜로이드

[0059] 본 발명에 따른 방법에서, PVP 가 보호 콜로이드로서 사용된다. PVP 는 폴리비닐피롤리돈 (또한 폴리비돈으로 공지됨) 의 약어이다. Roempp Chemie Lexikon, 온라인판 3.6, 2010 에 따르면, 이는 [폴리(1-비닐피롤리딘-2-온)], 즉 하기 화학식에 따른 중합체 (비닐 중합체) 이다:



[0060]

[0061] 표준 시판 폴리비닐피롤리돈은 K 값을 나타내는 것을 특징으로 하는 약 2500-750000 g/mol 범위의 몰 질량을 갖고, K 값에 따라 130 내지 175 °C 의 유리 전이 온도를 갖는다. 이는 백색, 흡습성 분말 또는 수용액으로 공급된다.

[0062] 본 발명에 따른 방법에서, 고분자량, 즉 400 000 g/mol 초과, 바람직하게는 500 000 g/mol 내지 2 000 000 g/mol 의 고분자량을 갖는 PVP 를 사용하는 것이 바람직하다. 또한 폴리비닐피롤리돈은 60 초과, 바람직하게는 75 초과, 특히 80 초과의 K 값을 갖는 것이 바람직하다. K 값에 바람직한 범위는 65 내지 90 이다.

[0063] 수불용성 액체 물질

[0064] 상기 기재된 방법을 사용하여 제조된 마이크로캡슐은 바람직하게는 수불용성이고 21 °C 에서 액체인 물질 (즉, 21 °C 에서 물 1 l 중에 최대 10 g 의 물질이 용해될 수 있음) 을 내부에 함유한다. 이는 모든 유형의 소수성 수불용성 액체, 및 이의 임의의 배합물을 포함한다. 상기 물질로서 제외되는 것은 임의의 착향료 또는 향료이다.

[0065] 이러한 물질은 또한 아래에서 "오일" 로 나타내어진다. 이러한 오일은 본 발명의 방법에서 이를 사용할 수

있게 하기 위해 바람직하게는 보조제 없이 이소시아네이트를 용해시킬 수 있어야 한다. 오일이 이소시아네이트의 충분한 용해도를 보장하지 않는다면, 적합한 용해도 촉진제를 사용하여 이러한 단점을 극복하는 선택 사항이 있다.

[0066] 상기 언급된 오일 이외에, 마이크로캡슐은 또한 임의로 액체 또는 고체인, 오일 중에 용해, 분산 또는 에멀젼화되는 성분을 마이크로캡슐에 추가로 가질 수 있다.

[0067] 본 발명의 맥락에서 구절 "오일"은 모든 유형의 오일 바디 (oil body) 또는 오일 성분, 특히 식물성 오일, 예를 들어 평지씨 오일, 해바라기 오일, 대두 오일, 올리브 오일 등, 개질된 식물성 오일, 예를 들어 알콕실화 해바라기 또는 대두 오일, 합성 (트리)글리세리드, 예를 들어 C6-C22 지방산의 모노, 디 및 트리글리세리드의 기술적 혼합물, 지방산 알킬 에스테르, 예를 들어 식물성 오일의 메틸 또는 에틸 에스테르 (Agnique® ME 18 RD-F, Agnique® ME 18 SD-F, Agnique® ME 12C-F, Agnique® ME1270, Cognis GmbH, Germany 의 모든 제품), 상기 C6-C22 지방산 기반의 지방산 알킬 에스테르, 미네랄 오일 및 이의 혼합물을 포함한다. 이러한 예에 대해 본 발명을 제한하지 않는 적합한 소수성 담체의 성질을 보여주는 예시는 하기와 같다: 탄소수 6 내지 18, 바람직하게는 8 내지 10 의 지방 알코올을 기반으로 하는 게르베 알코올, 선형 C6-C22-지방산과 선형 또는 분지형 C6-C22-지방 알코올의 에스테르 또는 분지형 C6-C13-카르복실산과 선형 또는 분지형 C6-C22-지방 알코올의 에스테르, 예를 들어 미리스틸 미리스테이트, 미리스틸 팔미테이트, 미리스틸 스테아레이트, 미리스틸 이소스테아레이트, 미리스틸 올레이트, 미리스틸 베헤네이트, 미리스틸 에루케이트, 세틸 미리스테이트, 세틸 팔미테이트, 세틸 스테아레이트, 세틸 이소스테아레이트, 세틸 올레이트, 세틸 베헤네이트, 세틸 에루케이트, 스테아릴 미리스테이트, 스테아릴 팔미테이트, 스테아릴 스테아레이트, 스테아릴 이소스테아레이트, 스테아릴 올레이트, 스테아릴 베헤네이트, 스테아릴 에루케이트, 이소스테아릴 미리스테이트, 이소스테아릴 팔미테이트, 이소스테아릴 스테아레이트, 이소스테아릴 이소스테아레이트, 이소스테아릴 올레이트, 이소스테아릴 베헤네이트, 이소스테아릴 올레일 미리스테이트, 올레일 팔미테이트, 올레일 스테아레이트, 올레일 이소스테아레이트, 올레일 올레이트, 올레일 베헤네이트, 올레일 에루케이트, 베헤닐 미리스테이트, 베헤닐 팔미테이트, 베헤닐 스테아레이트, 베헤닐 이소스테아레이트, 베헤닐 올레이트, 베헤닐 베헤네이트, 베헤닐 에루케이트, 에루실 미리스테이트, 에루실 팔미테이트, 에루실 스테아레이트, 에루실 이소스테아레이트, 에루실 올레이트, 에루실 베헤네이트 및 에루실 에루케이트. 또한 적합한 것은 선형 C6-C22-지방산과 분지형 알코올, 특히 2-에틸헥산올의 에스테르, C18-C38-알킬하드록시 카르복실산과 선형 또는 분지형 C6-C22-지방 알코올의 에스테르, 특히 디옥틸 말레이트, 선형 및/또는 분지형 지방산과 다가 알코올 (예를 들어, 프로필렌 글리콜, 다이머디올 또는 트리머트리올) 및/또는 게르베 알코올의 에스테르, C6-C10-지방산 기반의 트리글리세리드, C6-C18-지방산 기반의 액상 모노-/디-/트리글리세리드 혼합물, C6-C22-지방 알코올 및/또는 게르베 알코올과 방향족 카르복실산, 특히 벤조산의 에스테르, C2-C12-디카르복실산과 탄소수 1 내지 22 의 선형 또는 분지형 알코올 또는 탄소수가 2 내지 10 이고 히드록실기 수가 2 내지 6 인 폴리올의 에스테르, 식물성 오일, 분지형 1차 알코올, 치환된 시클로헥산, 선형 및 분지형 C6-C22-지방 알코올 카르보네이트, 예를 들어 디카프릴릴 카르보네이트 (Cetiol® CC), 게르베 카르보네이트 (탄소수 6 내지 18, 바람직하게는 8 내지 10 의 지방 알코올 기반), 벤조산과 선형 및/또는 분지형 C6-C22-알코올의 에스테르, 알킬기 당 탄소수 6 내지 22 의 선형 또는 분지형, 대칭형 또는 비대칭형 디알킬 에테르, 예를 들어 디카프릴릴 에테르, 폴리올에 의한 에폭시화 지방산 에스테르의 개환 생성물, 실리콘 오일 (시클로메티콘, 실리콘 메티콘 등급 등), 지방족 또는 나프텐족 탄화수소, 예를 들어 스쿠알란, 스쿠알렌 또는 디알킬시클로헥산 및/또는 미네랄 오일이다.

[0068] 본 발명의 맥락에서, 바람직한 오일은 탄소수 6 내지 18, 바람직하게는 8 내지 10 의 지방 알코올 기반 게르베 알코올, 선형 C6-C22-지방산과 선형 또는 분지형 C6-C22-지방 알코올의 에스테르 또는 분지형 C6-C13-카르복실산과 선형 또는 분지형 C6-C22-지방 알코올의 에스테르, 예를 들어 미리스틸 미리스테이트, 미리스틸 팔미테이트, 미리스틸 스테아레이트, 미리스틸 이소스테아레이트, 미리스틸 올레이트, 미리스틸 베헤네이트, 미리스틸 에루케이트, 세틸 미리스테이트, 세틸 팔미테이트, 세틸 스테아레이트, 세틸 이소스테아레이트, 세틸 올레이트, 세틸 베헤네이트, 세틸 에루케이트, 스테아릴 미리스테이트, 스테아릴 팔미테이트, 스테아릴 스테아레이트, 스테아릴 이소스테아레이트, 스테아릴 올레이트, 스테아릴 베헤네이트, 스테아릴 에루케이트, 이소스테아릴 미리스테이트, 이소스테아릴 팔미테이트, 이소스테아릴 스테아레이트, 이소스테아릴 이소스테아레이트, 이소스테아릴 올레이트, 이소스테아릴 베헤네이트, 이소스테아릴 올레일 미리스테이트, 올레일 이소스테아레이트, 올레일 올레이트, 올레일 베헤네이트, 올레일 에루케이트, 베헤닐 미리스테이트, 베헤닐 팔미테이트, 베헤닐 스테아레이트, 베헤닐 이소스테아레이트, 베헤닐 올레이트, 베헤닐 베헤네이트, 베헤닐 에루케이트, 에루실 미리스테이트, 에루실 팔미테이트, 에루실 스테아레이트

트, 에루실 이소스테아레이트, 에루실 올레아이트, 에루실 베헤네이트 및 에루실 에루케이트이다.

[0069] 또한 바람직한 오일은 선형 C6-C22-지방산과 분지형 알코올, 특히 2-에틸헥산올의 에스테르, C18-C38-알킬 히드록시카르복실산과 선형 또는 분지형 C6-C22-지방 알코올, 선형 또는 분지형 C6-C22-지방 알코올의 에스테르, 특히 디옥틸 말레이트, 선형 및/또는 분지형 지방산과 다가 알코올 (예를 들어, 프로필렌 글리콜, 다이머디올 또는 트리머트리올) 및/또는 게르베 알코올의 에스테르, C6-C10-지방산 기반의 트리글리세리드, C6-C18-지방산 기반의 액상 모노-/디-/트리글리세리드 혼합물, C6-C22-지방 알코올 및/또는 게르베 알코올과 방향족 카르복실산, 특히 벤조산의 에스테르, C2-C12-디카르복실산과 탄소수 1 내지 22 의 선형 또는 분지형 알코올 또는 탄소수가 2 내지 10 이고 히드록실기 수가 2 내지 6 개인 폴리올의 에스테르, 식물성 오일, 분지형 1차 알코올, 치환된 시클로헥산, 선형 및 분지형 C6-C22-지방 알코올 카르보네이트, 예를 들어 디카프릴릴 카르보네이트 (Cetiol TM CC), 탄소수 6 내지 18, 바람직하게는 8 내지 10 의 지방 알코올 기반의 게르베 카르보네이트, 벤조산과 선형 및/또는 분지형 C6-C22-알코올의 에스테르 (예를 들어, Finsolv TM TN), 알킬기 당 탄소수 6 내지 22 의 선형 또는 분지형, 대칭형 또는 비대칭형 디알킬 에테르, 예를 들어 디카프릴릴 에테르 (Cetiol TM OE), 폴리올에 의한 에폭시화 지방산 에스테르의 개환 생성물, 실리콘 오일 (시클로메티콘, 규소 메티콘 유형 등) 및/또는 지방족 또는 나프텐족 탄화수소, 예를 들어 스쿠알란, 스쿠알렌 또는 디알킬시클로헥산이다.

[0070] 또한 적합한 오일 또는 오일 성분은 UV 필터 물질일 수 있다. 전형적인 유용성 UV-B 필터 또는 넓은 스펙트럼의 UV A/B 필터는 예를 들어 3-벤질리덴캠퍼 또는 3-벤질리덴노르캠퍼 및 이의 유도체, 예를 들어 3-(4-메틸벤질리덴)-캠퍼, 3-(4'-트리메틸암모늄)-벤질리덴보르난-2-온 메틸슬레이트 (Mexoryl SO), 3,3'-(1,4-페닐렌디메틴)비스(7,7-디메틸-2-옥소-비사이클-[2.2.1]헵탄-1-메탄슬픈산) 및 염 (Mexoryl SX), 3-(4'-술포)벤질리덴보르난-2-온 및 염 (Mexoryl SL), N-{(2 및 4)-[2-옥소보론-3-일리덴]메틸}벤질]아크릴아미드의 중합체 (Mexoryl SW), 2-(2H-벤조트리아졸-2-일)-4-메틸-6-(2-메틸-3-(1,3,3,3-테트라메틸-1-(트리메틸실릴옥시)디실록사닐)프로필)-페놀 (Mexoryl SL), 4-아미노벤조산 유도체, 바람직하게는 2-에틸헥실 4-(디메틸아미노)벤조에이트, 2-옥틸 4-(디메틸아미노)벤조에이트 및 아밀 4-(디메틸아미노)벤조에이트; 신남산의 에스테르, 바람직하게는 2-에틸헥실 4-메톡시신나메이트, 프로필 4-메톡시신나메이트, 이소아밀 4-메톡시신나메이트, 2-에틸헥실 2-시아노-3,3-페닐신나메이트 (옥토크릴렌); 살리실산의 에스테르, 바람직하게는 2-에틸헥실 살리실레이트, 4-이소프로필벤질 살리실레이트, 호모멘틸 살리실레이트; 벤조페논의 유도체, 바람직하게는 2-히드록시-4-메톡시벤조페논, 2-히드록시-4-메톡시-4'-메틸벤조페논, 2,2'-디히드록시-4-메톡시벤조페논; 벤잘말론산의 에스테르, 바람직하게는 디-2-에틸헥실 4-메톡시벤즈말로네이트; 트리아진 유도체, 예를 들어 2,4,6-트리아닐리노(p-카르보-2'-에틸-1'-헥실옥시)-1,3,5-트리아진 및 2,4,6-트리스[p-(2-에틸헥실옥시카르보닐)아닐리노]-1,3,5-트리아진 (Uvinul T 150) 또는 비스(2-에틸헥실) 4,4'-[(6-[4-((1,1-디메틸에틸)아미노카르보닐)페닐아미노]-1,3,5-트리아진-2,4-디일)디이미노]비스벤조에이트 (Uvasorb® HEB); 2,2-(메틸렌비스(6-(2H-벤조트리아졸-2-일)-4-(1,1,3,3-테트라메틸부틸)페놀 (Tinosorb M); 2,4-비스[4-(2-에틸헥실옥시)-2-히드록시페닐]-6-(4-메톡시페닐)-1,3,5-트리아진 (Tinosorb S); 프로판-1,3-디온, 예를 들어 1-(4-tert-부틸페닐)-3-(4'-메톡시페닐)-프로판-1,3-디온; 케토트리시클로(5.2.1.0)데칸 유도체, 디메티코디에틸벤잘말로네이트 (Parsol SLX) 이다.

[0071] 또한, 액상 선형 및/또는 분지형 및/또는 포화 또는 불포화 탄화수소 또는 이의 임의의 원하는 혼합물이 본 발명의 맥락에서 오일로 사용될 수 있다. 이는 예를 들어 탄소수 4 내지 22, 바람직하게는 6 내지 18 의 알칸 또는 이의 임의의 원하는 혼합물일 수 있다. 또한 적합한 것은 탄소수 4 내지 22 의 불포화 탄화수소, 또는 동일한 탄소 수의 불포화 탄화수소, 및 이러한 탄화수소의 임의의 원하는 혼합물이다. 시클릭 탄화수소 및 방향족, 예를 들어 톨루엔 및 이의 혼합물은 또한 본 발명의 맥락에서 또한 오일일 수 있다. 또한 적합한 것은 실리콘 오일이다. 모든 명시된 코어 물질의 임의의 원하는 혼합물이 또한 적합하다.

[0072] 또한 기타 액체, 바람직하게는 수불용성 물질, 예컨대 증점제, 실리콘 소포제, 유용성 부식 저해제 및 유사 첨가제, 예컨대 극암 첨가제, 황색 금속 탈활성화제 등, 염료 또는 유용성 약제, 연화제, 냄새 흡수 화합물, 화장용 오일 상, 펠름 형성 첨가제, 진주색화제 (pearlizer), 비타민, 염료, 살생물제가 사용되고 마이크로캡슐에 존재할 수 있다. 이러한 추가 물질의 임의의 원하는 혼합물이 또한 마이크로캡슐에 존재할 수 있다. 상기 물질이 유용성이 아닌 경우, 이를 분산 또는 에멀젼화하기 위해 첨가제가 사용될 수 있다. 다르게는, 많은 활성 물질, 예를 들어 살생물제 또는 염료는 흔히 오일성 용매와의 배합물로서만 이용될 수 있다. 이러한 조성물은 또한 본 발명의 맥락에서 유용하다. 본 발명의 마이크로캡슐에서 가장 바람직한 것은 살생물제, 연화제, 염료, 및 UV-필터의 사용이다.

[0073]

살생물제

[0074]

살생물제는 제약, 농업, 임업 및 모기 방제와 같은 분야에서 사용되는 상이한 형태의 살아있는 유기체를 죽일 수 있는 화학적 물질이다. 일반적으로 살생물제는 하기 2 개의 하위 군으로 나뉘어진다:

[0075]

- 살진균제, 제조체, 살충제, 살조제, 살폐제, 살비제 및 살서제를 포함하는 농약, 및

[0076]

- 살균제, 항생제, 항박테리아제, 항바이러스제, 항진균제, 항원생동물제 및 항기생충제를 포함하는 항미생물제.

[0077]

살생물제는 또한 기타 물질 (전형적으로 액체)에 첨가되어 생물체의 침입 및 성장으로부터 물질을 보호할 수 있다. 예를 들어, 특정 유형의 4차 암모늄 화합물 (quat)이 수영장 물 또는 산업용수 시스템에 첨가되어 살조제로서 작용하고, 조류의 침입 및 성장으로부터 물을 보호할 수 있다.

[0078]

농약: 미국 환경 보호국 (EPA: Environmental Protection Agency)은 농약을 "임의의 해충을 방지, 박멸, 퇴치 또는 경감시키는 것으로 의도된 임의의 물질 또는 물질의 혼합물"로 정의한다. 농약은 식품에 대해 인간과 경쟁하거나, 재산을 파괴하거나, 질환을 퍼뜨리거나, 방해가 되는 곤충, 식물 병원균, 잡초, 연체동물, 조류, 포유류, 어류, 선충류 (회충) 및 미생물을 포함하는 해충에 대해 사용되는 화학 물질 또는 생물학적 작용제 (예컨대 바이러스 또는 박테리아)일 수 있다. 하기 예에서, 본 발명에 따른 농약 조성물에 적합한 농약이 주어진다:

[0079]

살진균제: 살진균제는 해충 방제 (이 경우 곰팡이의 화학적 방제)의 3 가지 주요 방법 중 하나이다. 살진균제는 농장 및 작물에서의 곰팡이 퍼짐을 방지하는데 사용되는 화학적 화합물이다. 살진균제는 또한 곰팡이 감염에 대항하는데 사용된다. 살진균제는 접촉성 또는 침투성일 수 있다. 접촉성 살진균제는 곰팡이 표면에 분무되었을 때 곰팡이를 죽인다. 침투성 살진균제는 곰팡이가 죽기 전에 곰팡이에 의해 흡수되어야 한다. 본 발명에 따르면, 적합한 살진균제의 예는 하기 종을 포함한다: (3-에톡시프로필)수은 브로마이드, 2-메톡시에틸-수은 클로라이드, 2-페닐페놀, 8-히드록시퀴놀린 술페이트, 8-페닐수은옥시-퀴놀린, 아시벤졸랄, 아실아미노산 살진균제, 아시페탁, 알디모르프, 지방족 질소 살진균제, 알릴 알코올, 아미드 살진균제, 암프로필포스, 아닐라진, 아닐리드 살진균제, 항생제 살진균제, 방향족 질소 살진균제, 오레오편진, 아자코나졸, 아지티람, 아족시스트로빈, 바륨 폴리솔피드, 베날락실, 베날락실-M, 베노다닐, 베노밀, 벤퀴녹스, 벤탈루론, 벤티아발리카르브, 벤즈알코늄 클로라이드, 벤자마크릴, 벤자미드 살진균제, 벤자모르프, 벤자닐리드 살진균제, 벤지미다졸 살진균제, 벤지미다졸 전구체 살진균제, 벤지미다졸릴카르바메이트 살진균제, 벤조히드록삼산, 벤조티아졸 살진균제, 베톡사진, 비나파크릴, 비페닐, 비테르타놀, 비티오놀, 블라스티시딘-S, 보르독스 혼합물, 보스칼리드, 가교 디페닐 살진균제, 브로무코나졸, 부피리메이트, 베건디 혼합물, 부티오베이트, 부틸아민, 칼슘 폴리솔피드, 카프타풀, 카프탄, 카르바메이트 살진균제, 카르바모르프, 카르바닐레이트 살진균제, 카르벤다짐, 카르복신, 카르프로파미드, 카르본, 체스현트 혼합물, 키노메티오네이트, 클로벤티아존, 클로라니포르메탄, 클로라닐, 클로르페나졸, 클로로디니트로나프탈렌, 클로로네브, 클로로피크린, 클로로탈로닐, 클로르퀴녹스, 클로졸리네이트, 시클로피록스, 클립바졸, 클로트리마졸, 코나졸 살진균제, 코나졸 살진균제 (이미다졸), 코나졸 살진균제 (트리아졸), 구리(II) 아세테이트, 구리(II) 카르보네이트, 염기성, 구리 살진균제, 구리 히드록시드, 구리 나프테네이트, 구리 올레에이트, 구리 옥시클로라이드, 구리(II) 술페이트, 구리 술페이트, 염기성, 구리 아연 크로메이트, 크레졸, 쿠프라네브, 쿠프로팜, 쿠프로스 옥시드, 시아조파미드, 시클라푸라미드, 시클릭 디티오카르바메이트 살진균제, 시클로헥시미드, 시플루페나미드, 시목사닐, 시펜다졸, 시프로코나졸, 시프로디닐, 다조메트, DBCP, 테바카르브, 테카펜틴, 테히드로아세트산, 디카르복시미드 살진균제, 디클로로플루아니드, 디클론, 디클로로페닐, 디클로로페닐, 디카르복시미드 살진균제, 디클로졸린, 디클로부트라졸, 디클로시메트, 디클로메진, 디클로란, 디에토펜카르브, 디에틸 퍼로카르보네이트, 디페노코나졸, 디플루메토립, 디메티리몰, 디메토모르프, 디목시스트로빈, 디니코나졸, 디니트로페놀 살진균제, 디노부톤, 디노카프, 디녹톤, 디노펜톤, 디노솔론, 디노테르본, 디페닐아민, 디피리티온, 디솔피람, 디탈립포스, 디티아논, 디티오카르바메이트 살진균제, DNOC, 도데모르프, 도디신, 도다인, 도나토다인 (DONATODINE), 드라족솔론, 에디펜포스, 에폭시코나졸, 에타코나졸, 에템, 에타복삼, 에티리몰, 에톡시퀸, 에틸수은 2,3-디히드록시프로필 메르캅티드, 에틸수은 아세테이트, 에틸수은 브로마이드, 에틸수은 클로라이드, 에틸수은 포스페이트, 에트리디아졸, 파목사돈, 페나미돈, 페나미노솔프, 페나파닐, 페나리몰, 펜부코나졸, 펜푸람, 펜헥사미드, 페니트로판, 페녹사닐, 펜페클로닐, 펜프로피모르프, 펜틴, 페르밤, 페림존, 플루아지남, 플루디옥소닐, 플루메토베르, 플루모르프, 플루오피콜리드, 플루오로이미드, 플루오토트리마졸, 플루옥사스트로빈, 플루퀸코나졸, 플루실라졸, 플루솔파미드, 플루톨라닐, 플루트리아폴, 폴페트, 포름알데히드, 포세틸, 푸베리다졸, 푸랄락실, 푸라메트페르, 푸르아미드 살진균제, 푸르아닐리드

살진균제, 푸르카르바닐, 푸르코나졸, 푸르코나졸-시스, 푸르푸랄, 푸르메시클록스, 푸로파네이트, 글리오딘, 그리세오플빈, 구아자틴, 할라크리네이트, 핵사를로로벤젠, 핵사를로로부타디엔, 핵사를로로펜, 핵사코나졸, 핵실티오포스, 히드라르가펜, 히멕사졸, 이마잘릴, 이미벤코나졸, 이미다졸 살진균제, 이미녹타딘, 무기 살진균제, 무기 수은 살진균제, 요오도메탄, 이프코나졸, 이프로벤포스, 이프로디온, 이프로발리카르브, 이소프로티올란, 이소발레디온, 카수가마이신, 크레족심-메틸, 라임 술푸르, 만코페, 만코제브, 마네브, 메베닐, 메카르빈지도, 메파니피림, 메프로닐, 수은 염화물, 수은 산화물, 제1수은 염화물, 수은 살진균제, 메탈락실, 메탈락실-M, 메탐, 메타족솔론, 메트코나졸, 메타술포카르브, 메트푸록삼, 메틸 브로마이드, 메틸 이소티오시아네이트, 메틸수은 벤조에이트, 메틸수은 디시안디아미드, 메틸수은 펜타클로로페녹시드, 메티람, 메토미노스트로빈, 메트라페논, 메트술포박스, 밀네브, 모르풀린 살진균제, 미클로부타닐, 미클로졸린, N-(에틸수은)-p-톨루엔술폰아닐리드, 나밤, 나타미신, 니트로스티렌, 니트로탈-이소프로필, 누아리몰, OCH, 옥틸리논, 오푸라세, 유기수은 살진균제, 유기인 살진균제, 유기주석 살진균제, 오리사스트로빈, 옥사덕실, 옥사틴 살진균제, 옥사졸 살진균제, 옥신 구리, 옥스포코나졸, 옥시카르복신, 페푸라조에이트, 펜코나졸, 펜시쿠론, 펜타클로로페놀, 펜티오피라드, 페닐수은우레아, 페닐수은 아세테이트, 페닐수은 클로라이드, 피로카테콜의 페닐수은 유도체, 페닐수은 니트레이트, 페닐수은 살리실레이트, 페닐술파미드 살진균제, 포스디펜, 프탈리드, 프탈리미드 살진균제, 피록시스트로빈, 피페랄린, 폴리카르바메이트, 중합체성 디티오카르바메이트 살진균제, 폴리옥신, 폴리옥소립, 폴리술피드 살진균제, 칼륨 아자이드, 칼륨 폴리술피드, 칼륨 티오시아네이트, 프로베나졸, 프로클로라즈, 프로시미돈, 프로파모카르브, 프로피코나졸, 프로피네브, 프로퀴나지도, 프로티오카르브, 프로티오코나졸, 피라카르볼리드, 피라클로스트로빈, 피라졸 살진균제, 피라조포스, 피리딘 살진균제, 피리디니트릴, 피리페녹스, 피리메타닐, 피리미딘 살진균제, 피로케론, 피록시클로르, 피록시푸르, 피롤 살진균제, 퀴나세톨, 퀴나자미드, 퀸코나졸, 퀴놀린 살진균제, 퀴논 살진균제, 퀴녹살린 살진균제, 퀴녹시펜, 퀸토젠, 라벤자졸, 살리실아닐리드, 실티오팜, 시메코나졸, 나트륨 아자이드, 나트륨 오르토페닐페녹시드, 나트륨 펜타클로로페녹시드, 나트륨 폴리술피드, 스피록사민, 스트렙토마이신, 스트로빌루린 살진균제, 술폰아닐리드 살진균제, 황, 술트로펜, TCMTB, 테부코나졸, 테클로프탈람, 테크나젠, 테코람, 테트라코나졸, 티아벤다졸, 티아디플루오르, 티아졸 살진균제, 티시오펜, 티플루자미드, 티오카르바메이트 살진균제, 티오클로르펜, 티오메르살, 티오파네이트, 티오파네이트-메틸, 티오펜 살진균제, 티오퀴녹스, 티람, 티아디닐, 티옥시미드, 티베도, 톨클로포스-메틸, 톨나프테이트, 톨릴플루아니드, 톨릴수은 아세테이트, 트리아디메폰, 트리아디메놀, 트리아미포스, 트리아리몰, 트리아즈부틸, 트리아진 살진균제, 트리아졸 살진균제, 트리아족시드, 트리부틸주석 산화물, 트리클라미드, 틀리시클라졸, 트리데모르프, 트리플록시스트로빈, 트리플루미졸, 트리포린, 트리티코나졸, 비분류된 살진균제, 운데실렌산, 유니코나졸, 우레아 살진균제, 발리다마이신, 발린아미드 살진균제, 빈클로졸린, 자릴아미드, 아연 나프테네이트, 지네브, 지람, 족사미드 및 이의 혼합물.

[0080] 제초제: 제초제는 원치 않는 식물을 죽이는데 사용되는 농약이다. 선택적 제초제는 특정 표적을 죽이면서 상대적으로 해가 되지 않는 원하는 작물은 살려둔다. 이중 일부는 잡초의 생장을 저해함으로써 작용하고 흔히 식물 호르몬을 기반으로 한다. 불모지를 정리하는데 사용되는 제초제는 비선택적이고 이것이 접촉되는 모든 식물 물질을 죽인다. 제초제는 농업 및 조경 잔디 관리에 널리 사용된다. 이는 고속도로 및 철도의 유지를 위한 전체 잡초 제거 (TVC: total vegetation control) 프로그램에 적용된다. 더 적은 양이 삼림관리, 목초지 체계, 및 야생 서식지 주변 지역의 관리에 사용된다. 하기에, 많은 수의 적합한 제초제가 나와 있다:

[0081] ○ 2,4-D, 잔디 및 무경운지 작물 생산에서 사용되는 폐녹시 군의 활엽 제초제. 지금은 상승제로서 작용하는 기타 제초제와의 배합물로 주로 사용되며, 이는 세계에서 가장 널리 사용되는 제초제이고, 미국에서 세 번째로 가장 통상적으로 사용됨. 이는 합성 옥신 (식물 호르몬)의 예임.

[0082] ○ 아트라진, 활엽 잡초 및 풀의 방제를 위한 옥수수 및 수수에 사용되는 트리아진 제초제. 이는 낮은 비용으로 인해 및 다른 제초제와 사용되는 경우에 상승제로서 작용하기 때문에 여전히 사용되고, 이는 광시스템 II 저해제임.

[0083] ○ 클로피랄리드, 잔디, 방목장 및 유해한 영경퀴의 방제에 주로 사용되는 피리딘 군의 활엽 제초제. 퇴비에서 그 능력이 계속되는 것으로 널리 알려져 있음. 이는 합성 옥신의 또다른 예임.

[0084] ○ 디캄바, 잡초 및 옥수수 밭에서 사용되는, 토양에서 유효한 지속성 활엽 제초제. 이는 합성 옥신의 또다른 예임.

[0085] ○ 글리포세이트, 무경운 전소지에서 및 제초제 효과에 저항하기 위해 유전적으로 개질된 작물에서의 잡초 방제

를 위해 사용되는 흡수성 비선택적 (이는 임의의 유형의 식물을 죽임) 제초제. 이는 EPSP 저해제의 예임.

[0086] ○ 이마자피르, 지상 일년생 및 다년생 풀 및 활엽 허브, 나무 종, 및 수변 및 신생 수생 종을 포함하는 넓은 범위의 잡초 방제에 사용되는 비선택적 제초제.

[0087] ○ 이마자피, 일부 일년생 및 다년생 풀 및 일부 활엽 잡초의 발아전 및 발아후 방제 모두를 위한 선택적 제초제. 이마자피은 단백질 합성 및 세포 성장에 필요한 분지쇄 아미노산 (발린, 루신 및 이소루신)의 생성을 저해함으로써 식물을 죽인다.

[0088] ○ 메토알라클로르, 옥수수 및 수수에서 일년생 풀을 방제하는데 널리 사용되는 발아전 제초제; 이는 대체로 이러한 용도를 위한 아트라진을 대체함.

[0089] ○ 파라쿠아트, 무경운 전소지 및 마리화나 및 코카 나무 조림의 항공 폐괴에 사용되는 비선택적 접촉성 제초제. 광범위한 상업적 용도의 임의의 기타 제초제보다 인간에게 매우 더 독성임.

[0090] ○ 피클로람, 목초지 및 들판의 가장자리에서 원치 않는 나무를 방제하는데 주로 사용되는 피리딘 제초제. 이는 또다른 합성 옥신임.

[0091] ○ 트리클로피르.

[0092] 살충제: 살충제는 모든 발달 형태의 곤충에 대해 사용되는 농약이다. 이는 곤충의 알 및 애벌레에 대해 사용되는 살란제 및 살유충제를 포함한다. 살충제는 농업, 제약, 산업 및 가정에서 사용된다. 하기에, 적합한 살충제가 언급된다:

[0093] ○ 염화 살충제, 예를 들어 캄페클로르, DDT, 헥사클로로-시클로헥산, 감마-헥사클로로시클로헥산, 메톡시클로르, 웬타클로로페놀, TDE, 알드린, 클로르단, 클로르데콘, 디엘드린, 엔도술판, 엔드린, 헵타클로르, 미렉스 및 이의 혼합물;

[0094] ○ 유기인 화합물, 예를 들어 아세페이트, 아진포스-메틸, 벤-술라이드, 클로르에톡시포스, 클로르피리포스, 클로르피리포스-메틸, 디아지논, 디클로르보스, (DDVP), 디클로토포스, 디메토에이트, 디술포톤, 에토프로프, 페나미포스, 페니트로티온, 웬티온, 포스티아제이트, 말레티온, 메타미도포스, 메티다티온, 메틸-파라티온, 메빈포스, 날레드, 오메토에이트, 옥시데메톤-메틸, 파라티온, 포레이트, 포실론, 포스메트, 포스테부피림, 피리미포스-메틸, 프로페노포스, 테르부포스, 테트라클로르빈포스, 트리부포스, 트리클로르폰 및 이의 혼합물;

[0095] ○ 카르바메이트, 예를 들어 알디카르브, 카르보푸란, 카르바릴, 메토밀, 2-(1-메틸프로필)페닐 메틸카르바메이트 및 이의 혼합물;

[0096] ○ 피레트로이드, 예를 들어 알레트린, 비펜트린, 엘타메트린, 페르메트린, 레스메트린, 수미트린, 테트라메트린, 트랄로메트린, 트란스플루트린 및 이의 혼합물;

[0097] ○ 식물 독소 유래 화합물, 예를 들어 데리스 (로테논), 제충국분 (Pyrethrum), 님나무 (Neem) (아자디라크틴), 니코틴, 카페인 및 이의 혼합물.

[0098] 살서제: 살서제는 설치류를 죽이는 것을 목적으로 하는 해충 방제 화학물질의 카테고리이다. 설치류는 이들의 먹이섭취 습성이 청소동물처럼 그들의 장소를 반영하기 때문에 독으로 죽이기가 어렵다. 이들은 무언가를 조금 먹고 기다렸다가, 아프지 않으면 계속 먹는다. 효과적인 살서제는 치사 농도에서 무미 및 무향이어야 하며, 자연 효과를 가져야 한다. 이하, 적합한 살서제의 예를 제시한다:

[0099] ○ 항응고제는 만성 (치사량 섭취 1 내지 2 주 후, 드물게는 그보다 빨리 사망하는 경우), 단회-투여 (제 2 세대) 또는 복수 투여 (제 1 세대)의 누적 살서제로서 정의된다. 치사량의 항응고제, 예컨대 브로디파쿰, 쿠마테트랄릴 또는 와파린에 의해 치명적 내부 출혈이 야기된다. 이러한 유효량의 성분은 항비타민 K로서, 이는 효소 K1-2,3-에폭시드-환원효소 (이 효소는 우선적으로 4-히드록시쿠마린/4-히드록시티아쿠마린 유도체에 의해 차단됨) 및 K1-퀴논-환원효소 (이 효소는 우선적으로 인단디온 유도체에 의해 차단됨)를 차단하여 유기체에게서 활성 비타민 K1의 공급을 박탈시킨다. 이는 비타민 K 주기의 파괴를 일으켜, 필수적인 혈액-응고 인자 (주로, 응고인자 II (프로트롬빈), VII (프로콘버틴), IX (크리스마스 인자) 및 X (스튜어트 인자))의 생성 불능을 초래한다. 이러한 특이적인 대사 파괴 외에도, 독성 용량의 4-히드록시쿠마린/4-히드록시티아쿠마린 및 인단디온 항응고제는 미세한 혈관 (모세관)에 손상을 일으키고, 이의 투과성을 증가시켜, 내부 출혈 확산을 초래한다 (대량 출혈). 이러한 효과는 점진적으로 일어나며; 며칠에 걸쳐 진전하며, 어떤 통증적 징조, 예컨대, 통증 또는 격통도 수반하지 않는다. 중독의 마지막 단계에서, 탈진된 설치류는 저혈량 순환계

쇼크 또는 심한 빈혈로 쓰러져 조용히 죽게 된다. 살서제 항응고제는 제 1 세대 작용제 (4-히드록시쿠마린 유형: 와파린, 쿠마테트랄릴; 인단디온 유형: 편돈, 디파시논, 클로로파시논)로서, 일반적으로 고농도 (통상 0.005 내지 0.1 %), 치사량을 축적하기 위한 수일간에 걸친 연속 섭취, 단회 섭취 후 덜 활동적이거나 비활동적인 것, 그리고 제 2 세대 제제인 4-히드록시쿠마린 (디페나쿰, 브로디파쿰, 브로마디올론 및 플로쿠마펜) 또는 4-히드록시-1-벤조티인-2-온 (4-히드록시-1-티아쿠마린, 종종 4-히드록시-1-티오쿠마린으로 잘못 지칭됨, 이유에 대하여는 헤테로시클릭 화합물을 참조)의 유도체, 즉 디페티알론보다 독성이 적은 것이 요구된다. 제 2 세대 작용제는 제 1 세대 작용제보다 훨씬 독성이 강하며, 일반적으로 저농도로 미끼에 넣어지며 (통상 0.001 내지 0.005 % 정도), 미끼의 단회 섭취 후 치명적이며, 또한 제 1 세대 항응고제에 대해 내성을 갖게 된 설치류 종에 대하여도 효과적이며; 따라서, 제 2 세대 항응고제는 종종 "수퍼와파린"이라고 불린다. 때때로, 항응고제 살서제는 항생제, 가장 일반적으로는 설파퀴녹살린에 의해 강력해진다. 이러한 조합 (예컨대, 와파린 0.05 % + 설파퀴녹살린 0.02 %, 또는 디페나쿰 0.005 % + 설파퀴녹살린 0.02 % 등)의 목적은 항생제/정균제가 비타민 K의 공급원을 대표하는 창자/내장 공생 마이크로플로라를 억제하는 것이다. 따라서, 공생 박테리아가 죽거나, 이의 대사가 손상되고, 이에 의한 비타민 K의 생산이 감소되어, 논리상 항응고제의 작용에 기여하는 효과가 있다. 설파퀴녹살린 이외의 항생제, 예컨대, 코-트리목사졸, 테트라시클린, 네오마이신 또는 메트로니다졸이 사용될 수 있다. 살서제 미끼에 사용되는 추가의 상승작용제는 항응고제와 비타민 D-활성을 갖는 화합물, 즉, 콜레칼시페롤 또는 에르고칼시페놀 (아래 참조)의 조합이다. 사용되는 전형적인 제형은 예컨대 와파린 0.025~0.05 % + 콜레칼시페놀 0.01 %이다. 일부 국가에서는, 심지어 정해진 3-성분 살서제, 즉, 항응고제 + 항생제 + 비타민 D, 예컨대, 디페나쿰 0.005 % + 설파퀴녹살린 0.02 % + 콜레칼시페롤 0.01 %도 존재한다. 비록 일부 제 2 세대 항응고제 (즉, 브로디파쿰 및 디페티알론)는 0.0025~0.005 %의 미끼 농도에서는 알려진 내성을 갖지 않음을 정도로 독성이이며, 심지어 어떠한 다른 유도체에 대해서도 내성을 갖는 설치류라도 상기 최고 독성의 항응고제의 적용에 의하여 확실히 박멸되긴 하지만, 제 2 세대 항응고제와 항생제 및/또는 비타민 D의 조합은 심지어 가장 내성이 강한 설치류 종에 대해서도 효과적인 것으로 여겨진다.

[0100]

비타민 K1은 우연히 또는 고의로 (애완동물에 대한 독약 공격, 자살시도) 항응고성 독소에 노출된 애완동물 또는 인간을 위한 해독제로서 제안되고 성공적으로 사용되고 있다. 추가로, 이러한 독소 중 일부는 간 기능을 저해함으로써 작용하고, 중독의 진행 단계에서 여러 혈액-응고 인자뿐 아니라 순환 혈액의 총 부피가 부족하게 되므로, 부주의로 이를 섭취한 사람의 생명을 수혈 (선택적으로는 존재하는 혈액 인자와 함께)로 구할 수 있어, 일부 예전의 독소에 비해 유리하다.

[0101]

○ 금속 인화물은 설치류를 죽이는 수단으로써 사용되며, 단회-투여 속효성 살서제 (통상 단회 미끼 섭취 후 1 내지 3 일 내 사망 발생)로 여겨진다. 음식 및 인화물 (통상 인화아연)로 이루어진 미끼를 설치류가 먹을 수 있는 위치에 둔다. 설치류의 소화계 내 산은 인화물과 반응하여 독성이 있는 포스핀 가스를 생성한다. 이러한 유해 야생동물 방제 방법은 설치류가 일부 항응고제에 내성을 갖는 장소에서, 특히 집쥐 및 들쥐의 방제를 위하여 사용될 수 있으며; 인화아연 미끼는 또한 대부분의 제 2 세대 항응고제보다 저렴하여, 때로는 설치류에 의한 대규모 감염의 경우에는, 방대한 양의 인화아연 미끼를 적용하여 그 개체수를 우선 줄이고, 그 다음 초기 속효성 독소에 대해 살아남은 나머지 개체들을 항응고성 미끼를 연장 섭취하게 하여 박멸시킨다. 역으로, 항응고성 미끼 중독에서 살아남은 개개의 설치류 (나머지 개체들)는 1 또는 2 주 동안 무독성 미끼를 머리 먹이고 (이는 미끼 기피를 극복하고, 설치류에게 특정 장소에서 특정 음식물을 공급하여 먹는 것에 길들이게 하기 위해 특히 래트 박멸시에 있어서 중요하다), 이후 모든 미끼의 소비를 마칠 때까지 (통상 2 내지 4 일 이내) 미리 주었던 미끼에 사용된 것과 동일한 종류의 독이 든 미끼를 가하여 박멸시킬 수 있다. 이처럼 살서제를 다른 작용 방식으로 대체하는 방법은 미끼의 수용성/기호성이 좋다면 (즉, 설치류가 그것을 쉽게 먹는다면) 그 지역 내 설치류 집단의 실제로 또는 거의 100 % 박멸을 제공한다.

[0102]

○ 인화물은 다소 속효성 래트 독소이므로, 그 결과 래트는 통상 감염된 건물 대신 개방된 지역에서 죽어간다. 전형적인 예로는 인화알루미늄 (훈증제로만), 인화칼슘 (훈증제로만), 인화마그네슘 (훈증제로만) 및 인화아연 (미끼에 넣어) 이 있다. 인화아연은 전형적으로 약 0.75 내지 2 %의 양으로 설치류 미끼에 첨가된다. 미끼는 가수분해에 의해 방출되는 포스핀이 특징으로 갖는 강력한 자극성 마늘과 같은 냄새를 지닌다. 이 냄새는 설치류를 유인하지만 (또는 적어도 쫓지는 아니함), 다른 포유동물을 쫓는 효과를 가진다; 그러나 조류 (특히 야생 칠면조)는 상기 냄새에 민감하지 않아 그 미끼를 먹어, 부수적인 피해를 입게 된다.

[0103]

○ 고칼슘혈증. 칼시페롤 (비타민 D), 콜레칼시페롤 (비타민 D3) 및 에르고칼시페롤 (비타민 D2)이 살서제로서 사용되는데, 이는 이들이 포유동물에 이로운 것과 동일한 이유로 설치류에게는 독성을 나타낸다: 이들은

체내 칼슘 및 인산염 항상성에 영향을 끼친다. 비타민 D는 필수적인 양이 미량이며 (매일 체중 1 kg 당 소량의 IU, 이는 단지 1 밀리그램의 정도임), 대부분의 지용성 비타민과 마찬가지로 이들은 소위 비타민과다증, 간단히 말해 비타민에 의한 중독을 초래하기 쉽기 때문에 대량의 용량에서는 독성을 나타낸다. 만약 중독이 충분히 심각하다면 (즉, 독성성분의 용량이 충분히 높은 경우), 결국 사망에 이르게 한다. 상기 살서제가 든 미끼를 섭취한 설치류에서는, 주로 음식으로부터 칼슘 흡수를 증가시키고, 골-기질-고정 칼슘을 이온화 형태로 이동시켜 (주로, 혈장 단백질에 부분 결합된, 모노하이드로겐카르보네이트 칼슘 양이온, $[\text{CaHCO}_3^+]$), 혈장에 용해된 채 순환시킴으로써 칼슘 수준을 상승시켜 고칼슘혈증을 초래하고, 치사량의 섭취 후 유리 칼슘 수준이 충분히 상승하여 혈관, 심장, 위벽 및 폐가 광물화/석회화 (조직 내에서 칼시피케이트, 칼슘염/착물의 결정을 형성하여 손상시킴) 되어 추가로 심장 문제 (심근은 심근수축성 및 심방과 심실 사이의 자극 전파 모두에 영향을 미치는 유리 칼슘 수준의 변화에 민감함) 를 일으키고, (모세관 손상으로 인해) 출혈이 일어나고, 신부전을 일으킬 가능성도 있다. 단회-투여 또는 누적성 (사용되는 농도에 따름; 보통 0.075 % 의 미끼 농도는 많은 양의 미끼를 한 번 섭취한 후에 대부분의 설치류에 있어서 치명적임), 아만성 (통상 미끼의 섭취 후 수일 내지 1 주일 이내 사망 발생) 인 것으로 고려된다. 적용된 농도는 단독 사용시 0.075 % 콜레칼시페롤 및 0.1 % 에르고칼시페롤이다. 칼시페롤의 중요한 독성학적 특징은 항응고성 독소와 상승작용을 나타낸다는 점이다.

이는 동일한 미끼 내 항응고제와 칼시페롤의 혼합물이 미끼 내 항응고제 및 칼시페롤의 독성의 합 보다 독성이 강하여서, 미끼에 실질적으로 더 적은 칼시페롤 함량에 의해서 엄청난 고칼슘혈증 효과가 달성될 수 있다는 것 및 그 반대의 경우도 그러하다는 것을 의미한다. 칼시페롤이 존재할 때에, 더욱 현저한 항응고/출혈 효과가 관찰된다. 효과적인 농도의 칼시페롤이 효과적인 농도의 대부분의 항응고제보다 더 비싸기 때문에 이러한 상승작용제는 칼시페롤이 적은 미끼에서 주로 사용된다. 역사적으로 살서제 미끼에 칼시페롤을 가장 먼저 적용한 사례는 실제로 1970년대 초반의 와파린 0.025 % + 에르고칼시페롤 0.1 % 를 포함하는, 소렉스 제품 Sorexa® D (오늘날의 Sorexa® D 와 상이한 제형) 이었다. 오늘날, Sorexa® CD 는 0.0025 % 디페나콤 + 0.075 % 콜레칼시페롤 조합물을 포함한다. 칼시페롤 0.075 내지 0.1 % (예를 들면, 0.075 % 콜레칼시페롤을 포함하는 Quintox®) 를 단독으로 또는 칼시페롤 0.01 내지 0.075 % 와 항응고제의 조합을 포함하는 수많은 다른 상품들이 시판되고 있다.

[0104] 살비제, 살폐제 및 살선충제: 살비제는 진드기를 죽이는 농약이다. 항생 살비제, 카르바메이트 살비제, 포름아미딘 살비제, 진드기 성장 조절제, 유기염소, 페르메트린 및 유기인산염 살비제 모두가 본 카테고리에 속한다. 살폐제는 연체동물, 예컨대 나방, 민달팽이 및 달팽이를 방제하기 위하여 사용되는 농약이다. 이들 성분들에는 메트알데히드, 메티오카르브 및 알루미늄 설페이트가 포함된다. 살선충제는 기생 선충 (벌레 문) 을 죽이기 위하여 사용되는 일종의 화학 농약이다. 살선충제는 님나무의 깻묵; 즉 님 씨앗에서 오일을 추출하고 남은 찌꺼기에서 얻어진다. 님나무는 전세계에 다양한 이름으로 알려져 있으나, 고대 이래로 인도에서 최초로 경작되었다.

[0105] 항미생물제: 하기 예에서, 본 발명에 따른 농약 조성물에 적합한 항미생물제를 제공한다. 주로 사용되는 살균 소독약은 다음과 같은 것이 이용된다:

[0106] ○ 활성 염소 (즉, 차아염소산염, 클로라민, 디클로로이소시아누레이트 및 트리클로로이소시아누레이트, 습윤 염소, 이산화염소 등),

[0107] ○ 활성 산소 (과산화물, 예컨대, 파아세트산, 과황산칼륨, 과붕산나트륨, 과탄산나트륨 및 우레아 퍼히드레이트),

[0108] ○ 요오드 (요오드포비돈 (포비돈-요오드, 베타딘), 루골 (Lugol) 용액, 요오드 텅크, 요오드화 비이온성 계면 활성제),

[0109] ○ 농축 알코올 (주로, 에탄올, 1-프로판올 (또한 n-프로판올로도 불림), 2-프로판올 (또한 이소프로판올로도 불림) 및 이들의 혼합물; 추가로, 2-페녹시에탄올 및 1- 및 2-페녹시프로판올이 사용됨),

[0110] ○ 페놀성 물질 (예컨대 페놀 (또한 "석탄산" 이라 불림), 크레졸 (액체 칼륨 비누와 조합하여 "리졸 (Lysole)" 이라 불림), 할로겐화 (염소화, 브롬화) 페놀, 예컨대, 헥사클로로펜, 트리클로로산, 트리클로로페놀, 트리브로모페놀, 펜타클로로페놀, 디브로몰 및 이들의 염),

[0111] ○ 양이온성 계면활성제, 예컨대, 일부 4차 암모늄 양이온 (예컨대, 벤즈알코늄 클로라이드, 세틸 트리메틸암모늄 브로마이드 또는 클로라이드, 디데실디메틸암모늄 클로라이드, 세틸피리디늄 클로라이드, 벤제토늄 클로라이드) 및 기타, 비-4차 화합물, 예컨대, 클로르헥시딘, 글루코프로타민, 옥테니딘 디히드로클로라이드 등),

- [0112] ○ 강력한 산화제, 예컨대 오존 및 과망간산염 용액;
- [0113] ○ 중금속 및 이들의 염, 예컨대, 콜로이드 은, 질산은, 염화수은, 페닐수은 염, 황산구리, 산화구리-클로라이드 등. 중금속 및 이들의 염은 가장 독성이 강하며, 환경적으로 위험한 항균제이며, 따라서 이들의 사용은 강력하게 억제되거나 금지되어 있음; 추가로, 또한
- [0114] ○ 적절히 농축된 강산 (인산, 질산, 황산, 아미도황산, 툴루엔설판산) 및
- [0115] ○ 알칼리 (수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화칼슘), pH < 1 또는 > 13 사이, 특히 상승된 온도 (60°C 초과) 아래에서 박테리아를 죽이는 것.
- [0116] 소독제 (즉, 인간 또는 동물 신체, 피부, 점막, 상처 등에 사용될 수 있는 살균제)로서, 상기 언급된 소독약 중 일부가 적절한 조건 (주로, 농도, pH, 온도 및 사람/동물에 대한 독성) 하에서 이용될 수 있다. 이들 중에 하기 것들이 중요하다:
- [0117] ○ 일부 적절히 희석된 염소 제제 (예컨대, 데이킨 용액, 0.5 % 하이포아염소산 나트륨 또는 칼륨 용액, pH 7 내지 8로 pH-조정된 것, 또는 0.5 내지 1 % 나트륨 벤젠설포클로라미드 용액 (클로라민 B)), 일부
- [0118] ○ 요오드 제제, 예컨대 다양한 갈레닉 제제 (연고, 용액, 상처 고약) 내의 요오도포비돈, 과거에는 또한 루꼴액,
- [0119] ○ 과산화물, 예컨대 우레아 퍼히드레이트 용액 및 pH-완충 0.1 내지 0.25 % 과아세트산 용액,
- [0120] ○ 피부 소독을 위하여 주로 사용되는, 소독용 첨가제가 들어있거나 들어있지 않은 알코올,
- [0121] ○ 약한 유기산, 예컨대, 소르브산, 벤조산, 락트산 및 살리실산
- [0122] ○ 일부 폐놀성 화합물, 예컨대, 헥사클로로펜, 트리클로란 및 디브로몰, 및
- [0123] ○ 양이온-활성 화합물, 예컨대, 0.05 내지 0.5 % 벤즈알코늄, 0.5 내지 4 % 클로르헥시딘, 0.1 내지 2 % 옥테니딘 용액.
- [0124] 살균성 항생제는 박테리아를 죽이고; 정균성 항생제는 단지 이들의 성장 또는 번식을 늦출 뿐이다. 페니실린은 세팔로스포린과 같은 항균제이다. 아미노글리코사이드 항생제는 살균 방식 (세포벽 전구체를 파괴하여 용해를 야기하는 것에 의함), 또는 정균 방식 (30s 리보솜 서브유닛에 연결되어 번역 정확성을 감소시켜 단백질 합성을 부정확하게 하는 것에 의함)의 두 가지로 작용할 수 있다. 본 발명에 따른 다른 살균성 항생제에는 폴루오로퀴놀론, 니트로푸란, 반코마이신, 모노박탐, 코-트리목사졸 및 메트로니다졸이 포함된다. 바람직한 살생물제는 옥시풀루오르펜, 글리포세이트, 테부카노졸, 데스메디팜, 펜메디팜, 에토푸메세이트 및 이의 혼합물로 이루어지는 군으로부터 선택된다.
- [0125] 연화제
- [0126] 마이크로캡슐은 또한 연화제를 함유할 수 있다. 연화제는 피부를 연화시키거나, 부드럽게 하거나, 유연하게 하거나, 코팅하거나, 윤활하게 하거나, 촉촉하게 하거나, 세정하는 물질이다. 연화제는 전형적으로 이러한 목적 예컨대 피부의 진정, 보습 및 윤활 중 몇 가지를 달성한다. 적합한 연화제는 대부분 상기 기재된 오일로부터 선택된다. 본 발명에 유용한 연화제는 석유-기반, 지방산 에스테르 유형, 알킬 에톡실레이트 유형, 지방산 에스테르 에톡실레이트, 지방 알코올 유형, 폴리실록산 유형 또는 이러한 연화제의 혼합물일 수 있다.
- [0127] 염료
- [0128] 마이크로캡슐은 또한 염료, 바람직하게는 화장품 용도에 적합하고 승인된 임의의 염료를 함유할 수 있다. 예는 코치닐 레드 A (C.I. 16255), 페이턴트 블루 V (C.I. 42051), 인디고틴 (C.I. 73015), 클로로필린 (C.I. 75810), 퀴놀린 엘로우 (C.I. 47005), 티타늄 이산화물 (C.I. 77891), 인단트렌 블루 RS (C.I. 69800) 및 매더 레이크 (C.I. 58000)를 포함한다. 이러한 염료는 보통 전체 혼합물을 기준으로 0.001 내지 0.1 중량%의 농도로 사용된다.
- [0129] 상기 언급된 화합물 이외에, 본 발명의 마이크로캡슐은 또한 임의의 원하는 오일 배합물, 및 에멀젼 형태의 오일과 물의 배합물을 함유할 수 있다. 임의의 유형의 에멀젼 (유중수 또는 수중유, 또는 다중 에멀젼)이 가능하다.
- [0130] 이러한 목적을 위해 에멀젼화제가 필요하다: 본 발명에 따른 마이크로캡슐은 또한 하나 이상의 에멀젼화제

를 함유할 수 있다. 적합한 예멸전화제는 예를 들어 하기 군 중 하나 이상으로부터의 비이온성 계면활성제이다: 선형 C.sub.6-22 지방 알코올, C.sub.12-22 지방산, 알킬기의 탄소수가 8 내지 15 인 알킬 페놀, 및 알킬기의 탄소수가 8 내지 22 인 알킬아민에 대한 2 내지 30 몰 산화에틸렌 및/또는 0 내지 5 몰 산화프로필렌 첨가의 생성물; 알킬기의 탄소수가 8 내지 22 인 알킬 올리고글리코시드 및 이의 에톡실화 유사체; 피마자 오일 및/또는 수소화 피마자 오일에 대한 1 내지 15 몰 산화에틸렌의 첨가 생성물; 피마자 오일 및/또는 수소화 피마자 오일에 대한 15 내지 60 몰 산화에틸렌의 첨가 생성물; 탄소수 12 내지 22 의 불포화, 선형 또는 포화, 분지형 지방산 및/또는 탄소수 3 내지 18 의 히드록시카르복실산과 글리세롤 및/또는 소르비탄의 부분 에스테르 및 이의 1 내지 30 몰 산화에틸렌에 대한 첨가 생성물; 폴리글리세롤 (2 내지 8 의 평균 자체-축합도), 폴리에틸렌 글리콜 (분자량 400 내지 5,000), 트리메틸올프로판, 펜타에리트리톨, 당 알코올 (예를 들어 소르비톨), 알킬 글루코시드 (예를 들어, 메틸 글루코시드, 부틸 글루코시드, 라우릴 글루코시드) 및 폴리글루코시드 (예를 들어 셀룰로오스) 와 탄소수 12 내지 22 의 포화 및/또는 불포화, 선형 또는 분지형 지방산 및/또는 탄소수 3 내지 18 의 히드록시카르복실산의 부분 에스테르 및 이의 1 내지 30 몰 산화에틸렌에 대한 첨가 생성물; 펜타에리트리톨, 지방산, 시트르산 및 지방 알코올의 혼합 에스테르 및/또는 탄소수 6 내지 22 의 지방산, 메틸 글루코오스 및 폴리올, 바람직하게는 글리세롤 또는 폴리글리세롤의 혼합 에스테르, 모노-, 디- 및 트리알킬 포스페이트 및 모노-, 디- 및/또는 트리-PEG-알킬 포스페이트 및 이의 염, 울 왁스 알코올, 폴리실록산/폴리알킬/폴리에테르 공중합체 및 상응하는 유도체, 블록 공중합체, 예를 들어 폴리에틸렌글리콜-30 디폴리히드록시스테아레이트; 중합체 예멸전화제, 예를 들어 Goodrich 의 페뮬렌 (Pemulen) 유형 (TR-1, TR-2); 폴리알킬렌 글리콜 및 글리세롤 카르보네이트 및 산화에틸렌 첨가 생성물.

[0131] 마찬가지로 상기 성분은 마이크로캡슐의 코어로부터 (즉, 코어에 존재하는 오일 및/또는 추가 물질) 쉘로 이동될 수 있다.

[0132] 본 발명은 또한 분산액의 총 중량을 기준으로 상기 방법에 의해 제조될 수 있는 마이크로캡슐을 5 내지 50 중량%, 바람직하게는 15 내지 40 중량% 포함하는 수성 분산액을 제공한다. 또한 바람직한 범위는 20 내지 35 중량%이다. 이러한 수성 분산액은 바람직하게는 상기 기재된 방법으로부터 직접 수득된다.

[0133] 본 발명의 방법에 의해 수득되는 마이크로캡슐 분산액은 오일 유형에 따라, 많은 상이한 적용물에 사용될 수 있다. 와이프 (wipe) (예를 들어 화장 또는 세정 목적을 위한 습식 와이프 또는 건식 와이프) 와 같은 모든 유형의 부직물의 가공, 또한 가공 종이 (벽지, 화장지 또는 책 및 신문지용 종이), 가공 기저귀 또는 생리대 및 유사 위생 제품 또는 텍스타일 (예를 들어 염료 또는 방충제를 갖는 종이 또는 텍스타일 마감용), 또는 화장 조성물 (예를 들어 마이크로캡슐 형태의 UV 필터를 포함하는 자외선차단 조성물 제조용)에 마이크로캡슐을 사용하는 것이 바람직하다. 다른 사용은 기저귀 또는 생리대 및 유사 위생 제품과 관련된다. 또한, 마이크로캡슐은 마사지 오일 또는 크림 또는 개인 윤활제 및 쥐약 (예를 들어 항염증 활성제를 갖는 이러한 제품을 제공하기 위함)에 사용될 수 있다.

[0134] 본 발명은 또한 바람직하게는 포름알데히드가 없고 수불용성 액체 또는 소수성 물질의 액체 코어 및 2 개 이상의 상이한 2관능성 이상의 이소시아네이트 (A) 및 (B) (상기 이소시아네이트 (B)는 음이온적으로 개질된 이소시아네이트 또는 산화폴리에틸렌 함유 이소시아네이트 또는 상기 유형들의 혼합물이어야 함), 및 2관능성 이상의 아민의 반응 생성물의 쉘을 함유하는 무향료 마이크로캡슐을 제공하는데, 단 마이크로캡슐의 제조 동안 이소시아네이트 (A) 와 (B)의 중량비는 10:1 내지 1:10 의 범위이다. 바람직하게는, 상기 언급된 중량비가 조절될 수 있는데, 이때 3:1 내지 1:1 의 비율이 특히 중요하게 기여될 수 있다.

[0135] 이러한 마이크로캡슐은 바람직하게는 1 내지 50 μm , 바람직하게는 2 내지 45 μm 의 직경을 갖는다. 이는 수성 분산액의 형태로 존재할 수 있고, 이때 캡슐의 비율은 1 내지 90 중량%, 바람직하게는 5 내지 50 중량%일 수 있다.

0136] 실시예

[0137] 본 발명에 따른 방법을 사용하여 6 개의 마이크로캡슐 분산액을 제조하였다. 비교를 위해, 음이온적으로 개질된 이소시아네이트 (B)를 첨가하지 않은 마이크로캡슐 분산액을 제조하였고 각 경우에서 하기와 같이 캡슐의 입자 크기를 측정하였다:

0138] 입자 크기 측정

[0139] 정전 레이저 회절 (static laser diffraction)에 의해 실시예에 명시된 입자 크기 측정을 수행하였다. 명시된 d50 및 d99 값은 입자의 부피 분포를 기준으로 한다.

[0140] 비교예 (이소시아네이트 유형 (B) 를 가지지 않음 - 본 발명에 따르지 않음)

하나의 이소시아네이트 유형 (A) 만을 사용하여 하기와 같이 마이크로캡슐을 제조하였다: PVP K90 50 g 및 물 1160 g 으로부터 프리믹스 (I) 을 제조하고 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 pH 를 10.0 으로 조절하였다. Myritol[®] 318 (카프릴/카프르산 트리글리세리드) 500 g 및 Desmodur[®] W (디시클로헥실메탄 디이소시아네이트) 90 g 으로부터 프리믹스 II 를 제조하였다. 2 개의 프리믹스를 조합하고 1000 rpm 의 속도로 실온에서 30 분 동안 Mig 교반기의 도움으로 에멀젼화하였다. 에멀젼의 pH 를 이후 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 8.5 로 조절하였다. 이후, 실온에서 및 1000 rpm 의 교반과 함께, 물 160 g 중 Lupasol[®] PR8515 (폴리에틸렌이민) 40 g 의 용액을 1 분에 걸쳐 첨가하였다. 이후 반응 혼합물을 하기 온도 프로그램에 적용하였다: 60 분 내에 60 °C 로 가열하고, 60 분 동안 이 온도에서 유지한 후, 70 °C 에서 60 분, 80 °C 에서 60 분, 및 마지막으로 85 °C 에서 60 분 유지함. 이 혼합물을 이후 실온으로 냉각시켜, 34 % 의 비휘발성 성분의 분획을 갖고 하기 값에 따른 입자 크기 분포를 갖는 원하는 마이크로캡슐 분산액을 산출하였다: $d_{50} = 26 \mu\text{m}$ 및 $d_{90} = 53 \mu\text{m}$.

[0142] 실시예 1:

2 개의 상이한 유형 (A) 및 (B) 의 이소시아네이트를 사용하여, 마이크로캡슐을 하기와 같이 제조하였다: PVP K90 50 g 및 물 1169 g 으로부터 프리믹스 (I) 을 제조하고 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 pH 10.0 으로 조절하였다. Myritol[®] 318 (카프릴/카프르산 트리글리세리드) 500 g, Desmodur[®] W (디시클로헥실메탄 디이소시아네이트) 58 g 및 Bayhydur[®] XP 2547 (음이온성 HDI 올리고머) 39 g 으로부터 프리믹스 II 를 제조하였다. 이러한 2 개의 프리믹스를 조합하고 1000 rpm 의 속도로 실온에서 30 분 동안 Mig 교반기의 도움으로 에멀젼화하였다. 이후 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 에멀젼의 pH 를 8.5 로 조절하였다. 이후, 실온에서 및 1000 rpm 으로 교반하면서, 물 147 g 중 Lupasol[®] PR8515 (폴리에틸렌이민) 37 g 의 용액을 1 분에 걸쳐 첨가하였다. 반응 혼합물을 이후 하기 온도 프로그램에 적용하였다: 60 분 내에 60 °C 로 가열하고, 이러한 온도를 60 분 동안 유지한 후, 70 °C 에서 60 분, 80 °C 에서 60 분, 및 마지막으로 85 °C 에서 60 분 동안 유지함. 혼합물을 이후 실온으로 냉각시켜, 34 % 의 비휘발성 성분의 분획을 갖고 하기 값에 따른 입자 크기 분포를 갖는 원하는 마이크로캡슐 분산액을 산출하였다: $d_{50} = 6 \mu\text{m}$ 및 $d_{90} = 10 \mu\text{m}$.

[0144] 실시예 2:

2 개의 상이한 유형 (A) 및 (B) 의 이소시아네이트를 사용하여, 마이크로캡슐을 하기와 같이 제조하였다: PVP K90 50 g 및 물 1169 g 으로부터 프리믹스 (I) 을 제조하고 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 pH 10.0 으로 조절하였다. Myritol[®] 318 (카프릴/카프르산 트리글리세리드) 500 g, Desmodur[®] W (디시클로헥실메탄 디이소시아네이트) 58 g 으로부터 프리믹스 II 를 제조하였다. 이러한 2 개의 프리믹스를 조합하고 교반에 의해 사전에멀젼화하였다. 이후, 이 사전에멀젼에 Bayhydur[®] XP 2547 (음이온성 HDI 올리고머) 39 g 을 첨가하고 혼합물을 1000 rpm 의 속도로 실온에서 30 분 동안 Mig 교반기의 도움으로 에멀젼화하였다. 이후 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 에멀젼의 pH 를 8.5 로 조절하였다. 이후, 실온에서 및 1000 rpm 에서 교반하면서, 물 147 g 중 Lupasol[®] PR8515 (폴리에틸렌이민) 37 g 의 용액을 1 분에 걸쳐 첨가하였다. 이 반응 혼합물을 이후 하기 온도 프로그램에 적용하였다: 60 분 내에 60 °C 로 가열하고, 이러한 온도를 60 분 동안 유지한 후, 70 °C 에서 60 분, 80 °C 에서 60 분, 및 마지막으로 85 °C 에서 60 분 동안 유지함. 혼합물을 이후 실온으로 냉각시켜, 34 % 의 비휘발성 성분의 분획을 갖고 하기 값에 따른 입자 크기 분포를 갖는 원하는 마이크로캡슐 분산액을 산출하였다: $d_{50} = 9 \mu\text{m}$ 및 $d_{90} = 16 \mu\text{m}$.

[0146] 실시예 3:

2 개의 상이한 유형 (A) 및 (B) 의 이소시아네이트를 사용하여, 마이크로캡슐을 하기와 같이 제조하였다: PVP K90 40 g 및 물 1146 g 으로부터 프리믹스 (I) 을 제조하고 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 pH 10.0 으로 조절하였다. Myritol[®] 318 (카프릴/카프르산 트리글리세리드) 500 g, Desmodur[®] W (디시클로헥실메탄 디이소시아네이트) 94 g 으로부터 프리믹스 II 를 제조하였다. 이러한 2 개의 프리믹스를 조합하고 교반에 의해 사전에멀젼화하였다. 이후, 이 사전에멀젼에 Bayhydur[®] XP 2655 (음이온성 HDI 올리고머)

20 g 을 첨가하고 혼합물을 1000 rpm 의 속도로 실온에서 30 분 동안 Mig 교반기의 도움으로 에멀젼화하였다. 이후 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 에멀젼의 pH 를 8.5 로 조절하였다. 이후, 실온에서 및 1000 rpm 에서 교반하면서, 물 120 g 중 Lupasol[®] G 100 (폴리에틸렌이민) 80 g 의 용액을 1 분에 걸쳐 첨가하였다. 이 반응 혼합물을 이후 하기 온도 프로그램에 적용하였다: 60 분 내에 60 °C 로 가열하고, 이러한 온도를 60 분 동안 유지한 후, 70 °C 에서 60 분, 80 °C 에서 60 분, 및 마지막으로 85 °C 에서 60 분 동안 유지함. 혼합물을 이후 실온으로 냉각시켜, 35 % 의 비휘발성 성분의 분획을 갖고 하기 값에 따른 입자 크기 분포를 갖는 원하는 마이크로캡슐 분산액을 산출하였다: d 50 = 4 μm 및 d 90 = 8 μm .

[0148]

실시예 4:

[0149]

2 개의 상이한 유형 (A) 및 (B) 의 이소시아네이트를 사용하여, 마이크로캡슐을 하기와 같이 제조하였다: PVP K90 50 g 및 물 1134 g 으로부터 프리믹스 (I) 을 제조하고 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 pH 10.5 로 조절하였다. Eutanol[®] G (옥틸도데칸올) 300 g, Fitoderm (스쿠알렌) 300 g 및 Desmodur[®] N 3300 (HDI 3량체) 45 g 으로부터 Premix II 를 제조하였다. 이러한 2 개의 프리믹스를 조합하고 교반에 의해 사전에멀젼화하였다. 이후, 이 사전에멀젼에 Bayhydur[®] XP 2547 (음이온성 HDI 올리고머) 31 g 을 첨가하고 혼합물을 1000 rpm 의 속도로 실온에서 30 분 동안 Mig 교반기의 도움으로 에멀젼화하였다. 이후 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 에멀젼의 pH 를 8.7 로 조절하였다. 이후, 실온에서 및 1000 rpm 에서 교반하면서, 물 112 g 중 Lupasol[®] PR8515 (폴리에틸렌이민) 28 g 의 용액을 1 분에 걸쳐 첨가하였다. 이 반응 혼합물을 이후 하기 온도 프로그램에 적용하였다: 60 분 내에 60 °C 로 가열하고, 이러한 온도를 60 분 동안 유지한 후, 70 °C 에서 60 분, 80 °C 에서 60 분, 및 마지막으로 85 °C 에서 60 분 동안 유지함. 혼합물을 이후 실온으로 냉각시켜, 38 % 의 비휘발성 성분의 분획을 갖고 하기 값에 따른 입자 크기 분포를 갖는 원하는 마이크로캡슐 분산액을 산출하였다: d 50 = 8 μm 및 d 90 = 20 μm .

[0150]

실시예 5:

[0151]

유형 (B) 중 하나 및 유형 (A) 의 이소시아네이트 2 개를 사용하여, 마이크로캡슐을 하기와 같이 제조하였다: PVP K90 50 g 및 물 1130 g 으로부터 프리믹스 (I) 을 제조하고 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 pH 10.0 으로 조절하였다. Myritol[®] 318 (카프릴/카프르산 트리글리세리드) 500 g, Desmodur[®] W (디시클로헥실메탄 디이소시아네이트) 50 g, Desmodur[®] N 3300 (HDI 3량체) 50 g 및 Bayhydur[®] XP 2547 (음이온성 HDI 올리고머) 30 g 으로부터 프리믹스 II 를 제조하였다. 이러한 2 개의 사전에멀젼을 조합하고 1000 rpm 의 속도로 실온에서 30 분 동안 Mig 교반기의 도움으로 에멀젼화하였다. 이후 수산화나트륨 수용액 (5 중량% 농도) 을 사용하여 에멀젼의 pH 를 8.5 로 조절하였다. 이후, 실온에서 및 1000 rpm 에서 교반하면서, 물 152 g 중 Lupasol[®] FG (폴리에틸렌이민) 38 g 의 용액을 1 분에 걸쳐 첨가하였다. 이 반응 혼합물을 이후 하기 온도 프로그램에 적용하였다: 60 분 내에 60 °C 로 가열하고, 이러한 온도를 60 분 동안 유지한 후, 70 °C 에서 60 분, 80 °C 에서 60 분, 및 마지막으로 85 °C 에서 60 분 동안 유지함. 혼합물을 이후 실온으로 냉각시켜, 33 % 의 비휘발성 성분의 분획을 갖고 하기 값에 따른 입자 크기 분포를 갖는 마이크로캡슐 분산액을 산출하였다: d 50 = 8 μm 및 d 90 = 14 μm .

[0152]

실시예 6:

[0153]

Myritol[®] 318 500 g 대신에 Eusolex 2292 (옥틸 메톡시신나메이트) 350 g 및 Eusolex 9020 (부틸-메톡시디벤조일메탄) 150 g 을 포함하는 오일 바디를 사용하여 실시예 1 과 유사하게 마이크로캡슐을 제조하였다. 이는 34 % 의 비휘발성 성분의 분획을 갖고 하기 값에 따른 입자 크기 분포를 갖는 마이크로캡슐 분산액을 산출하였다: d 50 = 4 μm 및 d 90 = 20 μm .