(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0071702
(43) 공개일자 2017년06월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 3/02 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08J 3/02 (2013.01)
B01J 13/16 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0179695
(22) 출원일자 2015년12월16일
심사청구일자 2015년12월16일

(71) 출원인
주식회사 대하맨텍
경기도 안산시 단원구 별망로 516, 반월공단 8블럭 3호 (원시동)
(72) 발명자
양동연
경기도 안양시 동안구 동안로 75, 905동 1003호 (호계동, 목련아파트)
김현
경기도 안산시 단원구 광덕동로 26, 112동 501호 (고잔동, 푸르지오아파트)
차승환
경기도 성남시 수정구 복정로 20번길 20-3, 102호 (복정동)
(74) 대리인
고길수

전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 **우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은, 비방향족계 이소시아네이트와 심물질을 혼합하는 단계와, 알코올계 고분자를 물에 용해시켜 유화제를 형성하는 단계와, 상기 유화제에 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질의 혼합물을 투입하고 교반하여 유상/수상 에멀젼을 형성하는 단계와, 상기 유상/수상 에멀젼을 우레탄 반응시켜 캡슐벽이 형성되게 하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻는 단계를 포함하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 의하면, 포름알데히드를 포함하지 않고 더불어 방향족계 이소시아네이트를 포함하고 있지 않아 건강 및 환경 유해성이 없으며, 캡슐벽의 치밀성을 높여 심물질을 잘 보호할 수 있고, 압력반응성이 좋으며, 보관안정성이 우수한 우레탄계 마이크로 캡슐을 제조할 수 있다.

(52) CPC특허분류
C08G 18/0876 (2013.01)
C08G 18/72 (2013.01)
C08J 3/07 (2013.01)
C08J 2375/04 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

(a) 비방향족계 이소시아네이트와 심물질을 혼합하는 단계;

(b) 알코올계 고분자를 물에 용해시켜 유화제를 형성하는 단계;

(c) 상기 유화제에 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질의 혼합물을 투입하고 교반하여 유상/수상 에멀젼을 형성하는 단계;

(d) 상기 유상/수상 에멀젼을 우레탄 반응시켜 캡슐벽이 형성되게 하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 (c) 단계에서 알코올계 당류를 더 혼합하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 알코올계 당류는 상기 비방향족계 이소시아네이트 100 중량부에 대하여 10~100중량부 혼합하고,

상기 알코올계 당류는 만니톨, 소르비톨, 말티톨, 에리스리톨, 자일리톨, 트레이톨, 아라비톨, 리비톨, 갈락티톨, 락티톨, 글리세롤, 푸시톨, 아이디톨, 이노시톨, 볼레미톨, 이소말트 및 폴리글리시톨 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 (c) 단계에서 가수분해된 실란류를 더 혼합하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 가수분해된 실란류는 상기 비방향족계 이소시아네이트 100 중량부에 대하여 10~50중량부 혼합하고,

상기 가수분해된 실란류는 물에 가수분해되는 실란류를 혼합하고 pH를 2~6으로 조절하여 산성으로 만든 후에 가수분해시킨 것을 사용하며,

상기 가수분해되는 실란류는 트리메톡시카프리릴실란(Trimethoxycaprylylsilane), 트리에톡시카프리릴실란(Triethoxycaprylylsilane), 스테아릴 트리에톡시실란(Stearyl triethoxysilane), 스테아록시트리메틸실란(Stearoxytrimethylsilane), 레티녹시트리메틸실란(Retinoxytrimethylsilane), 퍼플루오로옥틸 트리에톡시실란(Perfluorooctyl triethoxysilane), 아미노프로필 트리에톡시실란(Aminopropyl triethoxysilane), 비스-PEG-18 메틸 에테르 디메틸 실란(Bis-PEG-18 methyl ether dimethyl silane) 및 헥실트리메톡시실란(Hexyltrimethoxysilane) 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 우레탄 반응 후에 보호콜로이드를 더 투입하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻고,

상기 보호콜로이드는 중량 평균 분자량이 40,000~1,500,000인 고분자 계면활성제를 포함하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 보호콜로이드는 상기 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액에 0.01~1.0중량% 함유되게 투입하고,

상기 보호콜로이드는 폴리비닐피롤리돈을 포함하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 우레탄 반응 후에 방부제를 더 투입하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 9

제8항에 있어서, 상기 방부제는 상기 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액에 0.01~1.0중량% 함유되게 투입하고,

상기 방부제는 부틸파라벤, 에틸파라벤, 이소부틸파라벤, 메틸파라벤, 프로필파라벤, 페녹시에탄올, 벤질알코올, 이미다졸리닐우레아, 디아졸리디닐우레아, 15쿼터늄, 디엠디엠 히다토인, 프로필렌클라이콜, 1,2-헥산디올 및 에칠헥실글리세린 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 비방향족계 이소시아네이트는 4,4'-디시클로헥실메탄 디이소시아네이트(4,4'-Dicyclohexylmethane diisocyanate), 트랜스-1,4-시클로헥산 디이소시아네이트(trans-1,4-Cyclohexane diisocyanate), 이소포론 디이소시아네이트(Isophorone diisocyanate), 헥사메틸렌 디이소시아네이트(Hexamethylene diisocyanate) 및 트리메틸 헥사메틸렌 디이소시아네이트(Trimethyl hexamethylene diisocyanate) 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 상기 알코올계 고분자는 폴리에틸렌글리콜계 고분자 및 폴리비닐알코올계 고분자 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 상기 폴리에틸렌글리콜계 고분자는 화학식 $HO-(CHR-CHRO)_n-OH$로 표기되는 고분자로, R은 수소 또는 탄소수 1 ~ 6의 알킬기이며, 상기 알킬기는 선형 또는 가지형 저급 포화지방족 탄화수소이며,

상기 폴리비닐알코올계 고분자는 수평균 중합도가 500~4,000으로 이루어진 군에서 선택되는 것을 특징으로 하

는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 13

제1항에 있어서, 상기 비방향족계 이소시아네이트 및 상기 심물질의 혼합물과 상기 유화제는 1:1~5(혼합물:유화제)의 중량비로 혼합하고,

상기 알코올계 고분자는 상기 유화제에 0.5~10중량% 함유되게 하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

청구항 14

제1항에 있어서, 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질은 1:5~25의 중량비로 혼합하는 것을 특징으로 하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 인체에 유해하지 않으면서도 캡슐의 성능 및 보관안정성이 우수한 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 마이크로 캡슐화 방법은 외부 환경으로부터 보호하고자 하는 심물질의 종류와 마이크로 캡슐에 요구되는 물성에 따라 캡슐 벽재 물질의 종류가 정해지고 이에 맞는 캡슐화 방법이 채택되어 진다.

[0004] 공업적으로 많이 활용되고 있는 마이크로 캡슐은 멜라민-포름알데히드 수지를 캡슐벽 물질로 사용한 멜라민 마이크로 캡슐이다. 멜라민 마이크로 캡슐은 입도 분포가 균일하고, 기계적 강도와 같은 물성과 재현성 등이 우수할 뿐만 아니라, 양산성에서도 장점이 있으므로 공업적으로 많이 사용되고 있다.

[0005] 이와 같이 많은 장점에도 불구하고 멜라민 마이크로 캡슐을 활용함에 있어서의 문제점은 제조 후 포름알데히드의 잔류가 불가피하고, 이러한 포름알데히드는 인체의 여러 부위에 강한 자극을 주고 건강에 위해성을 지니며, 환경오염을 유발하는 물질이기 때문에 그 사용 및 잔류량에 대한 규제가 날로 심화되고 있으며, 인체에 사용하는 제품에는 사용이 제한된다는 단점을 가지고 있다.

[0006] 멜라민 마이크로 캡슐과 더불어 활용성이 좋은 캡슐로 평가되는 우레탄/우레아 캡슐이 있다.

[0007] 우레탄/우레아 캡슐은 포름알데히드가 존재하지 않아 건강 및 환경에 대한 유해성이 적고 심물질의 방출속도 조절이 용이한 것으로 알려져 농약이나 살충성분을 캡슐화 하는 분야에 주로 사용되어 왔다.

[0008] 이와 같은 장점에도 불구하고 우레탄/우레아 캡슐은 유해성이 큰 방향족계(페닐기가 포함된) 이소시아네이트를 반응물의 일부분으로 사용하는 경우가 많으며, 캡슐 제조 후 잔류할 가능성이 있다. 또한, 서방형 캡슐이라 하여 농약이나 살충성분과 같은 불안정하고 유해한 성분이지만 지속적으로 효과를 발휘해야 하는 분야에서 심물질의 방출속도를 조절하는 용도로 활용하려고 하나 일관된 방출속도를 제어하기 힘들고, 지속적 방출과 상반되는 물성인 보관 안정성이 떨어지는 문제점을 가지고 있다. 그리고, 다가 아민 화합물을 이소시아네이트 화합물과 우레아 반응을 시키는 경우, 반응 속도가 너무 빨라 반응속도 조절이 어렵고, 캡슐 벽재 조직의 치밀성이 떨어져 캡슐의 성능 및 보관 안정성에 부정적인 영향을 끼친다.

[0009] 공개특허공보 10-2015-0013789에서는 비료 및 살생물제를 포함하는 향상된 가용성 및 내구성을 갖는 폴리우레탄 캡슐을 제조함에 있어 방향족 이소시아네이트, 방향족 아민-기재 개시제로부터 유도된 폴리올을 사용하고 있으며, 더불어 폴리우레탄 층위에 실란트를 추가 적용하는 것을 포함하고 있다.

[0010] 그러나, 방향족 이소시아네이트를 사용하게 되면 건강 및 환경 유해성이 있고, 제 1 코팅 층인 폴리우레탄 층에

실란트 층을 다시 코팅하게 되면 균일한 막 형성이 어렵고 경제성이 떨어지는 단점을 가지고 있다.

[0011] 공개특허공보 10-2013-0122930에서는 크기가 작고 기계적 안정성이 크며 액체 성분에 대해 낮은 투과성만을 갖는 캡슐을 개시하고 있다.

[0012] 이를 위해 2개 이상의 상이한 이소시아네이트를 사용함에 있어서 방향족 이소시아네이트가 다수 포함되어 있어 건강 및 환경에 대한 유해가능성 있으며, 또한 2관능성 아민 생성물 및 음이온 개질된 이소시아네이트를 사용하고 있는데, 2관능성 아민에 기반한 생성물은 캡슐 벽재의 치밀성이 떨어질 뿐만 아니라 반응성 조절도 어려울 가능성이 있으며, 음이온 개질된 이소시아네이트는 이온성으로 인해 폭넓은 활용에 제약이 된다.

선행기술문헌

특허문헌

[0014] (특허문헌 0001) 공개특허공보 10-2015-0013789

(특허문헌 0002) 공개특허공보 10-2013-0122930

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 포름알데히드를 포함하지 않고 더불어 방향족계 이소시아네이트를 포함하고 있지 않아 건강 및 환경 유해성이 없으며, 캡슐벽의 치밀성을 높여 심물질을 잘 보호할 수 있고, 압력반응성이 좋으며, 보관안정성이 우수한 우레탄계 마이크로 캡슐을 제조하는 방법을 제공함에 있다.

과제의 해결 수단

[0017] 본 발명은, (a) 비방향족계 이소시아네이트와 심물질을 혼합하는 단계와, (b) 알코올계 고분자를 물에 용해시켜 유화제를 형성하는 단계와, (c) 상기 유화제에 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질의 혼합물을 투입하고 교반하여 유상/수상 에멀젼을 형성하는 단계와, (d) 상기 유상/수상 에멀젼을 우레탄 반응시켜 캡슐벽이 형성되게 하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻는 단계를 포함하는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법을 제공한다.

[0018] 상기 (c) 단계에서 알코올계 당류를 더 혼합할 수 있다.

[0019] 상기 알코올계 당류는 상기 비방향족계 이소시아네이트 100 중량부에 대하여 10~100중량부 혼합하는 것이 바람직하다.

[0020] 상기 알코올계 당류는 만니톨, 소르비톨, 말티톨, 에리스리톨, 자일리톨, 트레이톨, 아라비톨, 리비톨, 갈락티톨, 락티톨, 글리세롤, 푸시톨, 아이디톨, 이노시톨, 볼레미톨, 이소말트 및 폴리글리시톨 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다.

[0021] 상기 (c) 단계에서 가수분해된 실란류를 더 혼합할 수 있다.

[0022] 상기 가수분해된 실란류는 상기 비방향족계 이소시아네이트 100 중량부에 대하여 10~50중량부 혼합하는 것이 바람직하다.

[0023] 상기 가수분해된 실란류는 물에 가수분해되는 실란류를 혼합하고 pH를 2~6으로 조절하여 산성으로 만든 후에 가수분해시킨 것을 사용하는 것이 바람직하다.

[0024] 상기 가수분해되는 실란류는 트리메톡시카프리릴실란(Trimethoxycaprylylsilane), 트리에톡시카프리릴실란(Triethoxycaprylylsilane), 스테아릴 트리에톡시실란(Stearyl triethoxysilane), 스테아록시트리메틸실란(Stearoxytrimethylsilane), 레티녹시트리메틸실란(Retinoxytrimethylsilane), 퍼플루오로옥틸 트리에톡시실란(Perfluorooctyl triethoxysilane), 아미노프로필 트리에톡시실란(Aminopropyl triethoxysilane), 비스-PEG-18

메틸 에테르 디메틸 실란(Bis-PEG-18 methyl ether dimethyl silane) 및 헥실트리메톡시실란(Hexyltrimethoxysilane) 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다.

[0025] 상기 우레탄 반응 후에 보호콜로이드를 더 투입하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻을 수 있다.

[0026] 상기 보호콜로이드는 중량 평균 분자량이 40,000~1,500,000인 고분자 계면활성제를 포함하는 것이 바람직하다.

[0027] 상기 보호콜로이드는 상기 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액에 0.01~1.0중량% 함유되게 투입하는 것이 바람직하다.

[0028] 상기 보호콜로이드는 폴리비닐피롤리돈을 포함할 수 있다.

[0029] 상기 우레탄 반응 후에 방부제를 더 투입하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻을 수 있다.

[0030] 상기 방부제는 상기 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액에 0.01~1.0중량% 함유되게 투입하는 것이 바람직하다.

[0031] 상기 방부제는 부틸파라벤, 에틸파라벤, 이소부틸파라벤, 메틸파라벤, 프로필파라벤, 페녹시에탄올, 벤질알코올, 이미다졸리닐우레아, 디아졸리디닐우레아, 15쿼터늄, 디엠디엠 히다토인, 프로필렌클라이콜, 1,2-헥산디올 및 에칠헥실글리세린 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다.

[0032] 상기 비방향족계 이소시아네이트는 4,4'-디시클로헥실메탄 디이소시아네이트(4,4'-Dicyclohexylmethane diisocyanate), 트랜스-1,4-시클로헥산 디이소시아네이트(trans-1,4-Cyclohexane diisocyanate), 이소포론 디이소시아네이트(Isophorone diisocyanate), 헥사메틸렌 디이소시아네이트(Hexamethylene diisocyanate) 및 트리메틸 헥사메틸렌 디이소시아네이트(Trimethyl hexamethylene diisocyanate) 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다.

[0033] 상기 알코올계 고분자는 폴리에틸렌글리콜계 고분자 및 폴리비닐알코올계 고분자 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다.

[0034] 상기 폴리에틸렌글리콜계 고분자는 화학식 $HO-(CHR-CHRO)_n-OH$로 표기되는 고분자로, R은 수소 또는 탄소수 1 ~ 6의 알킬기이며, 상기 알킬기는 선형 또는 가지형 저급 포화지방족 탄화수소일 수 있다.

[0035] 상기 폴리비닐알코올계 고분자는 수평균 중합도가 500~4,000으로 이루어진 군에서 선택되는 것이 바람직하다.

[0036] 상기 비방향족계 이소시아네이트 및 상기 심물질의 혼합물과 상기 유화제는 1:1~5(혼합물:유화제)의 중량비로 혼합하는 것이 바람직하다.

[0037] 상기 알코올계 고분자는 상기 유화제에 0.5~10중량% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0038] 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질은 1:5~25의 중량비로 혼합하는 것이 바람직하다.

발명의 효과

[0040] 본 발명에 의하면, 포름알데히드를 포함하지 않고 더불어 방향족계 이소시아네이트를 포함하고 있지 않아 건강 및 환경 유해성이 없으며, 캡슐벽의 치밀성을 높여 심물질을 잘 보호할 수 있고, 압력반응성이 좋으며, 보관안정성이 우수한 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 제조할 수 있다.

[0041] 또한, 본 발명에 의하면, 알코올계 당류 또는 가수분해된 실란류를 조절된 반응조건 내에서 사용함으로써 우레탄/우레아 캡슐에 일반적으로 쓰이는 폴리올이나 아민류를 사용하는 것보다 캡슐벽의 치밀성을 높여 캡슐의 성능 및 보관 안정성이 향상될 수 있다.

[0042] 본 발명에 따라 제조된 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액은 일반 생활용품이나 인체에 직접 사용하는 제품에 적용가능하고, 특히 유해성이 없어 화장품에 사용이 가능하며, 사용조건이 제한된 각종 기능성 물질의 활용성을 증대시킬 수 있으며, 적용제품의 기능성 및 가치를 향상시킬 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0044] 이하, 본 발명에 따른 바람직한 실시예를 상세하게 설명한다. 그러나, 이하의 실시예는 이 기술분야에서 통상적인 지식을 가진 자에게 본 발명이 충분히 이해되도록 제공되는 것으로서 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으

며, 본 발명의 범위가 다음에 기술되는 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0045] 이하에서, 마이크로로 함은 마이크로미터(㎛) 단위의 크기로서 1~1000㎛ 범위의 크기를 의미하며, 마이크로 캡슐이라 함은 1~1000㎛ 범위의 크기를 갖는 캡슐을 의미하는 것으로 사용한다.

[0046] 본 발명은 포름알데히드 및 방향족 이소시아네이트와 같은 유해물질이 포함되어 있지 않으면서 캡슐벽재(캡슐벽)의 치밀성을 높여 캡슐의 성능 및 보관 안정성이 향상되고, 일반 생활용품 뿐만 아니라 화장품 등과 같이 인체에 직접 사용하는 제품에 적용 가능한 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법을 제시한다.

[0047] 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법은, (a) 비방향족계 이소시아네이트와 심물질을 혼합하는 단계와, (b) 알코올계 고분자를 물에 용해시켜 유화제를 형성하는 단계와, (c) 상기 유화제에 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질의 혼합물을 투입하고 교반하여 유상/수상 에멀젼을 형성하는 단계와, (d) 상기 유상/수상 에멀젼을 우레탄 반응시켜 캡슐벽이 형성되게 하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻는 단계를 포함한다.

[0048] 상기 (c) 단계에서 알코올계 당류를 더 혼합할 수 있다.

[0049] 상기 알코올계 당류는 상기 비방향족계 이소시아네이트 100 중량부에 대하여 10~100중량부 혼합하는 것이 바람직하다.

[0050] 상기 알코올계 당류는 만니톨, 소르비톨, 말티톨, 에리스리톨, 자일리톨, 트레이톨, 아라비톨, 리비톨, 갈락티톨, 락티톨, 글리세롤, 푸시톨, 아이디톨, 이노시톨, 볼레미톨, 이소말트 및 폴리글리시톨 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다.

[0051] 상기 (c) 단계에서 가수분해된 실란류를 더 혼합할 수 있다.

[0052] 상기 가수분해된 실란류는 상기 비방향족계 이소시아네이트 100 중량부에 대하여 10~50중량부 혼합하는 것이 바람직하다.

[0053] 상기 가수분해된 실란류는 물에 가수분해되는 실란류를 혼합하고 pH를 2~6으로 조절하여 산성으로 만든 후에 가수분해시킨 것을 사용하는 것이 바람직하다.

[0054] 상기 가수분해되는 실란류는 트리메톡시카프리릴실란(Trimethoxycaprylylsilane), 트리에톡시카프리릴실란(Triethoxycaprylylsilane), 스테아릴 트리에톡시실란(Stearyl triethoxysilane), 스테아록시트리메틸실란(Stearoxytrimethylsilane), 레티녹시트리메틸실란(Retinoxytrimethylsilane), 퍼플루오로옥틸 트리에톡시실란(Perfluorooctyl triethoxysilane), 아미노프로필 트리에톡시실란(Aminopropyl triethoxysilane), 비스-PEG-18 메틸 에테르 디메틸 실란(Bis-PEG-18 methyl ether dimethyl silane) 및 헥실트리메톡시실란(Hexyltrimethoxysilane) 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다.

[0055] 상기 우레탄 반응 후에 보호콜로이드를 더 투입하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻을 수 있다.

[0056] 상기 보호콜로이드는 중량 평균 분자량이 40,000~1,500,000인 고분자 계면활성제를 포함하는 것이 바람직하다.

[0057] 상기 보호콜로이드는 상기 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액에 0.01~1.0중량% 함유되게 투입하는 것이 바람직하다.

[0058] 상기 보호콜로이드는 폴리비닐피롤리돈을 포함할 수 있다.

[0059] 상기 우레탄 반응 후에 방부제를 더 투입하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻을 수 있다.

[0060] 상기 방부제는 상기 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액에 0.01~1.0중량% 함유되게 투입하는 것이 바람직하다.

[0061] 상기 방부제는 부틸파라벤, 에틸파라벤, 이소부틸파라벤, 메틸파라벤, 프로필파라벤, 페녹시에탄올, 벤질알코올, 이미다졸리닐우레아, 디아졸리디닐우레아, 15쿼터늄, 디엠디엠 히다토인, 프로필렌클라이콜, 1,2-헥산디올 및 에칠헥실글리세린 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다.

[0062] 상기 비방향족계 이소시아네이트는 4,4'-디시클로헥실메탄 디이소시아네이트(4,4'-Dicyclohexylmethane diisocyanate), 트랜스-1,4-시클로헥산 디이소시아네이트(trans-1,4-Cyclohexane diisocyanate), 이소포론 디이소시아네이트(Isophorone diisocyanate), 헥사메틸렌 디이소시아네이트(Hexamethylene diisocyanate) 및 트리메틸 헥사메틸렌 디이소시아네이트(Trimethyl hexamethylene diisocyanate) 중에서 선택된 1종 이상의 물질

을 포함할 수 있다.

[0063] 상기 알코올계 고분자는 폴리에틸렌글리콜계 고분자 및 폴리비닐알코올계 고분자 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다.

[0064] 상기 폴리에틸렌글리콜계 고분자는 화학식 HO-(CHR-CHRO)$_n$-OH로 표기되는 고분자로, R은 수소 또는 탄소수 1 ~ 6의 알킬기이며, 상기 알킬기는 선형 또는 가지형 저급 포화지방족 탄화수소일 수 있다.

[0065] 상기 폴리비닐알코올계 고분자는 수평균 중합도가 500~4,000으로 이루어진 군에서 선택되는 것이 바람직하다.

[0066] 상기 비방향족계 이소시아네이트 및 상기 심물질의 혼합물과 상기 유화제는 1:1~5(혼합물:유화제)의 중량비로 혼합하는 것이 바람직하다.

[0067] 상기 알코올계 고분자는 상기 유화제에 0.5~10중량% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0068] 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질은 1:5~25의 중량비로 혼합하는 것이 바람직하다.

[0069] 이하에서, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 제조방법을 더욱 구체적으로 설명한다.

[0070] 유해성이 없고 캡슐의 성능 및 보관안정성이 우수한 우레탄계 마이크로 캡슐을 제조하기 위하여 비방향족계 이소시아네이트와 심물질을 1:5~25의 중량비로 혼합한다. 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질의 혼합물이 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액에 10~50중량% 함유되게 그 함량을 조절하는 것이 바람직하다.

[0071] 상기 심물질로는 기능성 물질, 예컨대 향료, 의약품, 수지, 잉크, 오일, 상전이물질(phase change material; PCM), 피톤치드, 염료, 살충제 등을 포함한 기능성 물질일 수 있으며, 캡슐화할 수 있는 기능성 물질이면 모두 가능하다.

[0072] 상기 비방향족계 이소시아네이트는 4,4'-디시클로헥실메탄 디이소시아네이트(4,4'-Dicyclohexylmethane diisocyanate; H_{12}MDI), 트랜스-1,4-시클로헥산 디이소시아네이트(trans-1,4-Cyclohexane diisocyanate; CHDI), 이소포론 디이소시아네이트(Isophorone diisocyanate; IPDI), 헥사메틸렌 디이소시아네이트(Hexamethylene diisocyanate; HDI) 및 트리메틸 헥사메틸렌 디이소시아네이트(Trimethyl hexamethylene diisocyanate; TMDI) 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 사용할 수 있다. 상기 비방향족계 이소시아네이트는 캡슐의 사용 용도 및 반응속도 등을 고려하여 단일 또는 복수로 사용할 수 있다. 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질을 1:5~25의 중량비로 균일하게 혼합하는 것이 바람직하다. 혼합비가 1:5보다 작은 경우(예컨대, 1:1 등의 경우)에는 캡슐벽이 너무 두꺼워 마이크로 캡슐의 성능이 떨어질 수 있으며, 마이크로 캡슐의 점도가 상승하거나 마이크로 캡슐 수성 분산액 상부에 비방향족계 이소시아네이트에 의한 두꺼운 막이 형성되어 보관 안정성 및 사용성이 저하되는 단점을 가질 수 있다. 또한, 혼합비가 1:25보다 큰 경우(예컨대, 1:50 등의 경우)에는 캡슐 벽재량이 너무 적어 심물질을 캡슐화하는 능력이 떨어져 캡슐 성능이 저하될 수 있고 심물질의 분리로 인해 보관 안정성이 떨어지는 문제점을 가질 수 있다.

[0073] 알코올계 고분자를 물에 용해시켜 유화제를 형성한다.

[0074] 상기 알코올계 고분자는 폴리에틸렌글리콜계 고분자, 폴리비닐알코올계 고분자 또는 이들의 혼합물을 사용할 수 있다. 상기 폴리에틸렌글리콜계 고분자는 화학식 HO-(CHR-CHRO)$_n$-OH로 표기되는 고분자로, R은 수소 또는 탄소수 1 ~ 6의 알킬기이며, 상기 알킬기는 선형 또는 가지형 저급 포화지방족 탄화수소를 의미하는 것으로 예컨대, 메틸, 에틸, n-프로필, 이소프로필, n-부틸, s-부틸, 이소부틸, t-부틸 및 n-펜틸기 등이 있을 수 있으며, 폴리에틸렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 폴리에틸렌프로필렌글리콜, 폴리부틸렌글리콜, 폴리프로필렌부틸렌글리콜 및 폴리에틸렌 옥시드로 이루어진 군에서 선택되는 것이 바람직하다. 상기 폴리비닐알코올계 고분자는 수평균 중합도가 500~4,000으로 이루어진 군에서 선택되는 것이 바람직하다. 상기 알코올계 고분자는 상기 유화제에 0.5~10중량% 정도 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0075] 상기 유화제에 상기 비방향족계 이소시아네이트와 상기 심물질의 혼합물을 투입하고 교반하여 유상/수상(Oil in Water; O/W) 에멀젼을 형성한다. 상기 비방향족계 이소시아네이트 및 상기 심물질의 혼합물과 상기 유화제는 1:1~5(혼합물:유화제)의 중량비로 혼합하는 것이 바람직하다.

[0076] 상기 유상/수상 에멀젼에 알코올계 당류를 더 혼합할 수도 있다. 알코올계 당류를 사용함으로써 캡슐벽의 치밀성을 높여 심물질을 잘 보호할 수가 있다. 폴리올이나 아민류를 사용하는 것보다 캡슐벽의 치밀성을 높여 캡슐

의 성능 및 보관 안정성이 향상될 수 있다.

[0077] 상기 알코올계 당류는 만니톨, 소르비톨, 말티톨, 에리스리톨, 자일리톨, 트레이톨, 아라비톨, 리비톨, 갈락티톨, 락티톨, 글리세롤, 푸시톨, 아이디톨, 이노시톨, 볼레미톨, 이소말트 및 폴리글리시톨 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 사용하는 것이 바람직하다. 상기 알코올계 당류는 단일 또는 복수로 사용할 수 있으며, 비방향족계 이소시아네이트 100 중량부에 대하여 10~100중량부를 사용하는 것이 바람직하다. 상기 알코올계 당류를 투입함에 있어 미리 물에 용해시켜 사용하거나 분말 형태로 유상/수상 에멀젼에 직접 투입하여도 무방하다.

[0078] 또한, 상기 유상/수상 에멀젼에 가수분해된 실란류를 더 혼합할 수도 있다. 가수분해된 실란류를 사용함으로써 캡슐벽의 치밀성을 높여 심물질을 잘 보호할 수가 있다. 폴리올이나 아민류를 사용하는 것보다 캡슐벽의 치밀성을 높여 캡슐의 성능 및 보관 안정성이 향상될 수 있다.

[0079] 상기 가수분해된 실란류는 단일 또는 복수로 사용할 수 있으며, 비방향족계 이소시아네이트 100 중량부에 대하여 10~50중량부를 사용하는 것이 바람직하다. 상기 가수분해된 실란류는 생활용품, 화장품 등에 사용 가능한 것이 바람직하며, 온도, pH, 용매 및 실란의 농도 등 적절한 가수분해되는 조건의 조절이 필요하다. 상기 가수분해된 실란류는 물 100중량부에 대하여 가수분해되는 실란류 10~100중량부를 혼합하고, 여기에 산(acid) 촉매를 이용하여 pH를 2~6으로 조절하여 산성으로 만든 후, 소정 시간(예컨대, 1시간) 이상 가수분해시킨 것을 사용하는 것이 바람직하다. 가수분해 반응조건이 불충분하게 되면 반응하여 얻어지는 하이드록시기(-OH)를 갖는 실라놀(Silanol) 생성이 불완전하여 이의 반응으로서 얻게 되는 캡슐 벽의 형성이 어렵고 불균일해질 수 있으며, 반응 중 또는 반응 후에 석출 내지는 겔화 현상이 생겨 정상적인 마이크로 캡슐을 완성하지 못할 수 있다. 상기 가수분해되는 실란류는 트리메톡시카프리릴실란(Trimethoxycaprylylsilane), 트리에톡시카프리릴실란(Triethoxycaprylylsilane), 스테아릴 트리에톡시실란(Stearyl triethoxysilane), 스테아록시트리메틸실란(Stearoxytrimethylsilane), 레티녹시트리메틸실란(Retinoxytrimethylsilane), 퍼플루오로옥틸 트리에톡시실란(Perfluorooctyl triethoxysilane), 아미노프로필 트리에톡시실란(Aminopropyl triethoxysilane), 비스-PEG-18 메틸 에테르 디메틸 실란(Bis-PEG-18 methyl ether dimethyl silane) 및 헥실트리메톡시실란(Hexyltrimethoxysilane) 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 사용하는 것이 바람직하다. 상기 가수분해되는 실란류의 가수분해시 사용되는 산 촉매로는 카프로산(Caproic acid), 헵탄산(Heptanoic acid), 카프릴산(Caprylic acid), 펠라곤산(pelargonic acid), 카프르산(Capric acid), 운데칸산(Undecanoic acid), 라우르산(Lauric acid), 미리스트산(Myristic acid), 팔미트산(Palmitic acid), 스테아르산(Stearic acid), 시트르산(Citric acid) 및 락트산(Lactic acid) 중에서 선택된 1종 이상의 물질을 사용하는 것이 바람직하다.

[0080] 아래의 반응식 1에 가수분해되는 실란류의 가수분해 반응의 예를 나타내었다.

[0081] [반응식 1]

[0082] $nSi(OR)_4 + 4nH_2O \rightarrow nSi(OH)_4 + 4nROH$(R:$C_nH_{2n}$의 Alkyl계 탄화수소)

[0083] 상기 유상/수상 에멀젼을 우레탄 반응시켜 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻는다. 상기 우레탄 반응은 40~90℃ 정도의 온도에서 교반하면서 30분~5시간 동안 수행하는 것이 바람직하다. 상기 교반은 10~300rpm의 속도로 수행하는 것이 바람직하다. 상기 유상/수상 에멀젼을 혼합하여 반응시키게 되면 시간이 지남에 따라 경화되어 캡슐벽이 형성되고, 최종적으로는 우레탄 반응에 의하여 심물질이 캡슐벽으로 둘러싸인 우레탄계 마이크로 캡슐(또는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액)이 형성되게 된다.

[0084] 상기 우레탄 반응 후에 보호콜로이드를 더 투입하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻을 수도 있다. 상기 보호콜로이드는 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액에 0.01~1.0중량%, 더욱 구체적으로는 0.2~0.8중량% 함유되게 투입하는 것이 바람직하다. 상기 보호콜로이드를 첨가하게 되면 우레탄계 마이크로 캡슐의 안정성을 향상시킬 수 있고, 입자의 응집을 방지할 수 있으며, 장기보관성도 향상시킬 수가 있다. 상기 보호콜로이드는 폴리비닐피롤리돈(Polyvinylpyrrolidone)과 같은 고분자 계면활성제로 중량 평균 분자량이 2,000~2,000,000, 바람직하게는 40,000~1,500,000 일 수 있다.

[0085] 또한, 상기 우레탄 반응 후에 방부제를 더 투입하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 얻을 수도 있다. 상기 방부제는 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액에 0.01~1.0중량%, 더욱 구체적으로는 0.2~0.8중량% 함유되게 투입하는 것이 바람직하다. 상기 방부제를 첨가하게 되면 우레탄계 마이크로 캡슐의 안정성을 향상시킬 수 있고, 입자의 응집을 방지할 수 있으며, 장기보관성도 향상시킬 수가 있다. 상기 방부제는 부틸파라벤, 에틸파라벤, 이소부틸파라벤, 메틸파라벤, 프로필파라벤, 페녹시에탄올, 벤질알코올, 이미다졸리닐우레아, 디아졸리디닐우레아, 15쿼터늄, 디엠디엠 히다토인, 프로필렌클라이콜, 1,2-헥산디올 및 에칠헥실글리세린 중에서 선택된

1종 이상의 물질일 수 있다.

[0086] 이렇게 제조되는 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액은 입도 분포가 균일하고, 캡슐의 성능 및 보관 안정성이 향상되고, 유해성이 없으며, 재현성 등이 우수할 뿐만 아니라, 양산성에서도 장점이 있다.

[0087] 이하에서, 본 발명에 따른 실시예들을 구체적으로 제시하며, 다음에 제시하는 실시예들에 의하여 본 발명이 한정되는 것은 아니다.

[0088] <실시예 1>

[0089] 500㎖ 비이커에 프리지아향 오일 100g과 4,4'-디시클로헥실메탄 디이소시아네이트(4,4'-Dicyclohexylmethane diisocyanate; H_{12}MDI) 6.5g을 균일하게 혼합하여 3wt%의 농도로 미리 용해해 둔 PVA(Polyvinylalcohol) 유화제 250g에 투입한 후, 호모믹서기를 사용해 4,000rpm의 속도로 약 10분간 교반시켜 유상/수상(Oil in Water; O/W) 에멀젼을 제조하였다.

[0090] 트리에톡시카프리릴실란(Triethoxycaprylylsilane)과 물을 각각 10g, 40g 비율로 혼합하고, 여기에 구연산(citric acid) 0.001g을 가하여 pH를 3으로 맞춘 후, 2시간 동안 가수분해시켜 가수분해된 실란류를 얻었으며, 가수분해된 실란류 중에서 5.0g를 취했다.

[0091] 다음으로, 1ℓ 4구 플라스크에 상기 유상/수상 에멀젼을 투입한 후, 가수분해된 실란류 5.0g과 에리스리톨 2.5g을 서서히 투입하고 50℃에서 약 2시간 동안 교반하면서 우레탄 반응시켜 캡슐벽이 형성되게 하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 제조하였다. 상기 교반은 300rpm의 속도로 수행하였다.

[0092] <실시예 2>

[0093] 500㎖ 비이커에 프리지아향 오일 100g, 4,4'-디시클로헥실메탄 디이소시아네이트(4,4'-Dicyclohexylmethane diisocyanate; H_{12}MDI) 6.5g을 균일하게 혼합하여 3wt%의 농도로 미리 용해해 둔 PVA(Polyvinylalcohol) 유화제 250g에 투입한 후, 호모믹서기를 사용해 4,000rpm의 속도로 약 10분간 교반시켜 유상/수상(O/W) 에멀젼을 제조하였다.

[0094] 트리에톡시카프리릴실란(Triethoxycaprylylsilane), 헥실트리메톡시실란(Hexyltrimethoxysilane), 물을 각각 10g, 10g, 80g 비율로 혼합하고, 여기에 구연산(citric acid)을 가하여 pH를 3으로 맞춘 후, 2시간 동안 가수분해시켜 가수분해된 실란류를 얻었으며, 가수분해된 실란류 중에서 5.0g를 취했다.

[0095] 다음으로, 1ℓ 4구 플라스크에 상기 유상/수상 에멀젼을 투입한 후, 가수분해된 실란류 5.0g과 에리스리톨 2.5g을 서서히 투입하고, 50℃에서 약 2시간 동안 교반하면서 우레탄 반응시켜 캡슐벽이 형성되게 하여 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 제조하였다. 상기 교반은 300rpm의 속도로 수행하였다.

[0096] 상기 실시예 1 및 실시예 2의 특성을 보다 용이하게 파악할 수 있도록 본 발명의 실시예들과 비교할 수 있는 비교예들을 제시한다. 후술하는 비교예 1 내지 비교예 3은 실시예들의 특성과 단순히 비교하기 위하여 제시하는 것으로 본 발명의 선행기술이 아님을 밝혀둔다.

[0097] <비교예 1>

[0098] 1ℓ 4구 플라스크에 멜라민 10g, 증류수 40g, 35wt% 포름알데히드 수용액 20g, 0.05g의 수산화나트륨을 첨가하여 pH를 9로 조절하고, 80℃에서 30분간 교반하여 멜라민-포름알데히드 전중합체(Prepolymer)를 제조하였다. 상기 포름알데히드 수용액은 포름알데히드 수용액 100중량%에 대하여 포름알데히드 35중량%를 함유하는 수용액을 사용하였다. 상기 교반은 300rpm의 속도로 수행하였다.

[0099] 별도의 1ℓ 비이커에 에틸렌-말레인산 공중합 수지(상품명: EMA-31, Monsanto사 제품)를 수산화나트륨에 염화시켜 음이온 계면활성제 역할을 하는 유화제 200g을 제조하고, 여기에 심물질인 프리지아향 오일 100g을 투입하여 호모믹서기를 사용해 3,000rpm의 속도로 약 10분간 교반시켜 유상/수상(O/W) 에멀젼을 제조하였다. 상기 유화제는 유화제 100중량%에 대하여 에틸렌-말레인산 공중합 수지 5중량%를 함유하였다.

[0100] 상기 멜라민-포름알데히드 전중합체(Prepolymer)와 상기 유상/수상(O/W) 에멀젼을 혼합한 후, 70℃에서 약 2시간 동안 교반하면서 반응시켜 캡슐벽이 형성되게 하여 멜라민계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 제조하였다. 상기 교반은 300rpm의 속도로 수행하였다.

[0101] <비교예 2>

[0102] 500㎖ 비이커에 프리지아향 오일 100g과 톨루엔 디이소시아네이트(Toluene diisocyanate; TDI) 6.5g을 균일하게 혼합하여 3wt%의 농도로 미리 용해해 둔 PVA(Polyvinylalcohol) 유화제 250g에 투입한 후, 호모믹서기를 사용해 4,000rpm의 속도로 약 10분간 교반시켜 유상/수상(O/W) 에멀젼을 제조하였다.

[0103] 1ℓ 4구 플라스크에 상기 유상/수상(O/W) 에멀젼을 투입한 후, 글리세린 2.5g을 서서히 투입하고, 50℃에서 약 2시간 동안 교반하면서 우레탄 반응시켜 캡슐벽이 형성되게 하여 우레탄 마이크로 캡슐 수성 분산액을 제조하였다. 상기 교반은 300rpm의 속도로 수행하였다.

[0104] <비교예 3>

[0105] 500㎖ 비이커에 프리지아향 오일 100g과 4,4'-디시클로헥실메탄 디이소시아네이트(4,4'-Dicyclohexylmethane diisocyanate; $H_{12}MDI$) 6.5g을 균일하게 혼합하여 3wt%의 농도로 미리 용해해 둔 PVA(Polyvinylalcohol) 유화제 250g에 투입한 후, 호모믹서기를 사용해 4,000rpm의 속도로 약 10분간 교반시켜 유상/수상(O/W) 에멀젼을 제조하였다.

[0106] 1ℓ 4구 플라스크에 상기 유상/수상(O/W) 에멀젼을 투입한 후, 디에틸렌트리아민(Diethylenetriamine; DETA) 2.5g을 서서히 투입하고 50℃에서 약 2시간 동안 교반하여 우레탄 반응시켜 캡슐벽이 형성되게 하여 우레아 마이크로 캡슐 수성 분산액을 제조하였다. 상기 교반은 300rpm의 속도로 수행하였다.

[0107] 아래의 실험예들은 본 발명에 따른 실시예 1 및 실시예 2의 특성을 보다 용이하게 파악할 수 있도록 본 발명에 따른 실시예들과 비교예 1 내지 비교예 3의 특성을 비교한 실험결과들을 나타낸 것이다.

[0108] <비교실험결과 1> 마이크로 캡슐 수성 분산액의 발향 성능 평가

[0109] 상기 비교예 1~3 및 실시예 1~2에 따라 프리지아향 오일을 심물질로 사용하여 제조된 마이크로 캡슐 수성 분산액에 대하여 발향 성능을 평가하였다. 물 100g에 마이크로 캡슐 수성 분산액 0.5g을 투입하여 0.5% 마이크로 캡슐 용액을 만든 후, 이 마이크로 캡슐 용액에 수건을 담궜다가 짜내어 50℃의 건조오븐(Dry Oven)에서 약 30분간 건조시켜 마이크로 캡슐 내의 심물질이 발향하는 성능을 평가하였다.

표 1

[0110]

구분		발향 성능
비교예	1	◎
	2	X
	3	X
실시예	1	◎
	2	◎

[0111] 발향 성능 평가는 각 비교예들과 실시예들의 수건 샘플별로 50명에 대해 관능평가를 실시하여 발향성이 비교예 1의 멜라민계 마이크로 캡슐 수성 분산액을 기준으로 하여, 이와 비슷하거나 더 좋다고 판단한 인원수로 평가하였다.

[0112] 40~50명 : ◎(매우좋음)

[0113] 30~40명 : ○(좋음)

[0114] 20~30명 : △(보통)

[0115] 20명 이하 : X(나쁨)

[0116] 상기 표 1에서 보는 바와 같이, 실시예 1 및 실시예 2에 따라 제조된 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 발향 성능이 비교예 1에 따라 제조된 멜라민계 마이크로 캡슐 수성 분산액과 비슷하게 우수하였고, 비교예 2 및 3에 따라 제조된 우레탄 또는 우레아 마이크로 캡슐 수성 분산액에 비해서도 발향 성능이 우수함을 알 수 있었다.

[0117] <비교시험결과 2> 마이크로 캡슐 수성 분산액의 보관 안정성 평가

[0118] 상기 비교예 1~3 및 실시예 1~2에 따라 프리지아향 오일을 심물질로 사용하여 제조된 마이크로 캡슐 수성 분산액 200㎖를 각각 준비하여 이를 PET(Polyethylene phthalate) 시약병에 넣은 후, 50℃ 항온조에 4주간 방치

하여 그 안정성 상태를 육안 관찰하였다.

표 2

[0119]

구분		안정성(50℃)			
		1주	2주	3주	4주
비교예	1	○	○	○	○
	2	○	X	X	X
	3	X	X	X	X
실시예	1	○	○	○	○
	2	○	○	○	○

[0120] 육안관찰 : 향 오일 분리 확인

[0121] ○ : 양호

[0122] X : 향 오일 분리

[0123] 상기 표 2에서 보는 바와 같이, 실시예 1 및 실시예 2에 따라 제조된 마이크로 캡슐 수성 분산액의 보관안정성이 비교예 1에 따라 제조된 멜라민계 마이크로 캡슐 수성 분산액과 비슷하게 우수하였고, 비교예 2 및 비교예 3에 따라 제조된 우레탄 또는 우레아 마이크로 캡슐 수성 분산액에 비해서는 현저한 차이를 보였다.

[0124] <비교실험결과 3> 마이크로 캡슐의 유해성 평가

[0125] 상기 비교예 1~3 및 실시예 1~2에 따라 프리지아향 오일을 심물질로 사용하여 제조된 마이크로 캡슐 수성 분산액에 대하여 마이크로 캡슐의 유해성 평가를 수행하였다. 증류수 추출법(KS K ISO 14184-1)으로 잔류 포름알데히드의 농도를 측정하였고, FT-IR을 이용해 코어(Core) 물질의 방향족 이소시아네이트의 함유 여부를 확인하였다.

표 3

[0126]

구분		잔류포름알데히드농도 (ppm)	방향족 이소시아네이트 함유여부
비교예	1	975	X
	2	0	○
	3	0	X
실시예	1	0	X
	2	0	X

[0127] 상기 표 3에서 보는 바와 같이, 비교예 1에 따라 제조된 멜라민계 마이크로 캡슐 수성 분산액은 다량의 잔류 포름알데히드가 검출되었고, 방향족계 이소시아네이트를 사용한 마이크로 캡슐의 코어(Core) 물질은 방향족 이소시아네이트가 검출되어 유해성이 있는 것으로 판단된다. 반면에, 실시예 1 및 실시예 2에 따라 제조된 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 경우, 포름알데히드와 방향족 이소시아네이트가 검출되지 않았다.

[0128] 또한, 실시예 1 및 실시예 2에 따라 제조된 우레탄계 마이크로 캡슐 수성 분산액의 경우, 비교예 2 및 비교예 3에 따라 포름알데히드나 방향족 이소시아네이트를 포함하지 않은 마이크로 캡슐 수성 분산액에 비해 발향 성능 및 보관 안정성이 좋아 전체적인 캡슐의 완성도 및 활용성이 가장 높은 것을 알 수 있었다.

[0130] 이상, 본 발명의 바람직한 실시예를 들어 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 기술적 사상의 범위 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러 가지 변형이 가능하다.