



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년09월22일
(11) 등록번호 10-1658938
(24) 등록일자 2016년09월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 13/14 (2006.01) A01N 25/28 (2006.01)
C11D 3/37 (2006.01) C11D 3/50 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2010-7018080
(22) 출원일자(국제) 2009년01월13일
심사청구일자 2014년01월10일
(85) 번역문제출일자 2010년08월13일
(65) 공개번호 10-2010-0114895
(43) 공개일자 2010년10월26일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2009/050319
(87) 국제공개번호 WO 2009/090169
국제공개일자 2009년07월23일
(30) 우선권주장
08100495.4 2008년01월15일
유럽특허청(EPO)(EP)
(56) 선행기술조사문헌
JP2003524689 A*
JP평성05212271 A
JP2007083167 A
JP2003284939 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
바스프 에스이
독일 루트빅샤펜, 칼-보쉬-스트라쎄 38 (우:
67056)
(72) 발명자
헨체 한스-페터
핀란드 에프아이-02160 에스포 웨스텐딘티 93 에
프 35
융 마르크 루돌프
독일 67551 보름스 인 덴 노인모르겐 4
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김진희

전체 청구항 수 : 총 14 항

심사관 : 박범용

(54) 발명의 명칭 방출 거동이 향상된 향기 포함 마이크로캡슐

(57) 요약

본 발명은 마이크로캡슐, 마이크로캡슐 제제 및 이를 포함하는 세제 및 세정제에 관한 것이며, 상기 마이크로캡슐은 그 코어에, 상기 마이크로캡슐의 코어로부터의 방출 거동이 1 이상의 가교제의 사용에 의해 상당히 감소되는 1 이상의 냄새 또는 향(들)을 포함한다.

(72) 발명자

코플린 토비아스 요아힘

독일 67063 루드빅샤펜 에센바흐슈트라쎄 40

데데링 위르겐

독일 67117 림부르거호프 로베르트-코흐-백 5

명세서

청구범위

청구항 1

냄새(scent) 또는 향(fragrance)을 포함하는 코어 (a), 및

- 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 1 이상의 C_1-C_{24} -알킬 에스테르(들), 및

- 2 이상의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체

의 중합에 의해 얻어질 수 있는 쉘 (b)

를 포함하는 마이크로캡슐.

청구항 2

제1항에 있어서, 서로 독립적으로

- (a)는 1 이상의 소수성 물질을 포함하고,

- (b)는 자유 라디칼 중합에 의해 제조할 수 있으며,

- 마이크로캡슐 중 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{24} -알킬 에스테르(들)의 양은 1~99.99 질량%이고,

- 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{18} -알킬 에스테르(들)이 존재하며,

- 상기 마이크로캡슐 중 2 이상의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체의 양은 0.01~70 질량%이고,

- 자유 라디칼 중합가능한 기를 갖는 2개, 3개, 4개 또는 5개의 상이한 단량체가 존재하며,

- 마이크로캡슐 중 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 1작용성 비닐계 단량체의 양은 0~50 질량%이고,

- 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 추가의 1작용성 단량체는 마이크로캡슐에 0~40 질량%의 양으로 존재하는 것인 마이크로캡슐.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 서로 독립적으로

- (a)는 1 이상의 소수성 물질 및 1 이상의 냄새 또는 향으로 구성되거나

(a)는 1 이상의 냄새 또는 향으로 구성되고,

- (b)는 자유 라디칼 중합에 의해 제조되며,

- 마이크로캡슐 중 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{24} -알킬 에스테르(들)의 양은 20~80 질량%이고,

- 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{12} -알킬 에스테르(들)이 존재하며,

- 상기 마이크로캡슐 중 2 이상의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체의 양은 5~50 질량%이고,

- 2불포화 또는 다불포화되고 자유 라디칼 중합가능한 기를 갖는 2개 또는 3개의 상이한 단량체가 존재하며,

- 마이크로캡슐 중 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 1작용성 비닐계 단량체의 양은 10~40 질량%이고,

- 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 추가의 1작용성 단량체는 마이크로캡슐에 5~35 질량%의 양으로 존재하는 것인 마이크로캡슐.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 서로 독립적으로

- 상기 1 이상의 소수성 물질은 식물성 오일, 동물성 오일, 저점도 소수성 물질 및 무기 오일로 구성된 군으로

부터 선택되고,

- 상기 1 이상의 냄새 또는 향은 천연 냄새 또는 향, 합성 냄새 또는 향 및 반합성 냄새 또는 향으로 구성된 군 으로부터 선택되며,
- 마이크로캡슐 중 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{24} -알킬 에스테르(들)의 양은 40~60 질량%이고,
- 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_6 -알킬 에스테르(들)이 존재하며,
- 상기 마이크로캡슐 중 2 이상의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체의 양은 5~40 질량%이고,
- 2불포화 또는 다불포화되고 자유 라디칼 중합가능한 기를 갖는 2개의 상이한 단량체가 존재하며,
- 마이크로캡슐 중 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 1작용성 비닐계 단량체의 양은 20~30 질량%이고,
- 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 추가의 1작용성 단량체는 마이크로캡슐에 0~30 질량%의 양으로 존재하 는 것인 마이크로캡슐.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 평균 직경이 0.8~100 μm 범위에 있는 것인 마이크로캡슐.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 마이크로캡슐의 직경에 대한 쉘의 두께의 비율이 0.005~0.1 범위에 있는 것인 마이크로캡슐.

청구항 7

제1항에 따른 마이크로캡슐을 포함하는 화학 조성물.

청구항 8

제7항에 있어서, 계면활성제, 소독제, 염료, 산, 염기, 착화제, 살생물제, 가용화제, 증점제, 빌더(builder), 보조빌더(cobuilder), 효소, 표백제, 표백 활성화제, 부식 억제제, 표백 촉매, 색 보호 첨가제, 색 전이 억제제, 재침착 억제제, 방오 중합체(soil release polymer), 섬유 보호 첨가제, 실리콘, 살균제 및 보존제, 유기 용매, 용해도 촉진제, 용해 향상제 및 향료로 구성된 군으로부터 선택되는 1 이상의 물질을 포함하는 것인 화학 조성물.

청구항 9

제1항 또는 제2항에 따른 마이크로캡슐을 이용한 제7항 또는 제8항에 따른 조성물의 제조 방법.

청구항 10

제1항 또는 제2항에 따른 마이크로캡슐을 포함한 표면 처리제.

청구항 11

제1항 또는 제2항에 따른 마이크로캡슐을 포함한 식물 세정제.

청구항 12

제7항 또는 제8항에 따른 화학 조성물을 포함한 식물 세정제.

청구항 13

제1항 또는 제2항에 따른 마이크로캡슐을 갖는 제품.

청구항 14

제13항에 있어서, 그 표면에 마이크로캡슐을 갖는 제품.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 마이크로캡슐, 마이크로캡슐 제제 및 이들, 특히 세제 및 세정제를 포함하는 혼합물로서, 상기 마이크로캡슐은 그 코어에, 상기 마이크로캡슐의 코어로부터의 방출 거동이 1 이상의 가교제의 사용에 의해 상당히 감소되는 1 이상의 냄새 또는 향(들)을 포함하는 것에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 대부분의 세제 및 세정제 조성물은 냄새 또는 향을 함유하여 그 조성물 자체에 또는 그로써 처리된 직물 또는 표면에 즐거운 냄새를 부여한다. 상기 냄새 또는 향은 대부분 상이한 화학물 또는 산화에 대해서 대략 감응성인 복수의 컨주게이팅된 이중 결합을 갖는 화합물이다. 따라서, 세제 또는 세정제의 다른 성분들, 예를 들어 계면활성제 또는 표백제의 원치 않는 상호작용이 상기 냄새 또는 향이 분해되고 및/또는 냄새 분위기를 변경시키는 결과로서 발생하는 것이 가능하다. 추가적인 문제는 그 냄새 또는 향의 때때로 높은 휘발성이며, 이는 세제 또는 세정제에 원래 첨가된 냄새 또는 향의 양의 많은 부분이 사용 시간 전에 이미 증발되게 한다. 논의된 문제를 극복하기 위해서, 냄새 또는 향을 세제 또는 세정제에 마이크로캡슐화된 형태로 혼입하는 것이 이미 제안되었다. 이러한 유형의 마이크로캡슐이 이미 기술되어 있다:

[0003] WO 01/49817 (BASF)는 1 이상의 냄새 또는 향을 포함하는 소수성 물질의 코어, 및 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 1 이상의 C₁-C₂₄ 알킬 에스테르 30~100 질량%, 2작용성 또는 다작용성 단량체 0~70 질량%, 다른 단량체 0~40 질량%를 포함하는 에틸렌 불포화 단량체의 자유 라디칼 중합에 의해 얻을 수 있는 셸을 갖는 마이크로캡슐, 및 또한 이러한 마이크로캡슐을 포함하는 세제 및 세정제 조성물을 포함하는 마이크로캡슐 제제를 기술한다.

[0004] WO 05/105291 (Ciba)에는 특히 수용성 비닐계 단량체 10~75%, 2작용성 또는 다작용성 비닐계 단량체 10~75% 및 추가 비닐계 단량체 10~50%의 혼합물의 자유 라디칼 중합에 의해 셸이 구성되는 냄새 및 향 포함 마이크로캡슐이 기술된다.

[0005] WO 93/02144 (BASF)에는 냄새 또는 향을 포함하는 소수성 코어를 갖는 마이크로캡슐이 기술된다. 이러한 경우, 상기 셸은 이온발생 단량체 및/또는 에틸렌 다불포화 단량체 1 질량% 이상의 자유 라디칼 중합(여기서 결합들 중 1 이상이 염기성 또는 산성 가수분해가능함)에 의해 얻어진다.

[0006] US 4,798,691 (Japan Synthetic Rubber)에는 마찬가지로 소수성 코어를 갖고 단량체의 혼합물 및 가교가능한 단량체를 통해 수득가능한 셸을 가질 수 있는 마이크로캡슐이 개시되어 있다.

[0007] 그러나, 이러한 모든 마이크로캡슐은 이의 셸이 냄새 또는 향에 대해서 너무 투과성이거나 그 셸이 너무 안정적 이어서 정상적인 기계 응력 상에서 냄새 또는 향이 거의 방출되지 않거나 전혀 방출되지 않는 단점을 보유한다. 따라서, 본 발명의 목적은 마이크로캡슐의 기계적 안정성 및 코어에 위치하는 냄새 및 향에 대한 셸의 보유량은 종래 기술에 비해 냄새 및 향의 향상된 보유 및 방출 용량이 달성되도록 선택되는, 냄새 및 향을 포함하는 마이크로캡슐을 제공하는 것이다. 이는, 우선 냄새 또는 향의 방출이 장기간 실시되어야 하는 동시에 문지름의 결과로서 캡슐 파열 후의 '버스트 방출(burst release)' 효과가 또한 장기간에 걸쳐 확보된다는 것을 의미한다.

발명의 내용

[0008] 상기 목적은 놀랍게도 청구항 1~6에 따른 마이크로캡슐에 의해 달성된다. 청구항 7 및 8에 따른 화학 조성물, 청구항 9~12에 따른 용도, 청구항 13 및 14에 따른 주제는 본 발명의 주제를 또한 형성한다.

[0009] 본 발명은 냄새 또는 향을 포함하는 코어 (a), 및

[0010] - 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 1 이상의 C₁-C₂₄-알킬 에스테르(들), 및

[0011] - 2 이상의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체

[0012] 의 중합에 의해 얻어질 수 있는 셸 (b)

[0013] 를 포함하는 마이크로캡슐을 제공한다.

[0014] 이와 관련해서, 특정 실시양태가 바람직하다. 따라서, 서로 독립적으로 하기의 특징의 마이크로캡슐이 바람직하

다:

- [0015] - (a)는 1 이상의 소수성 물질을 포함하고,
- [0016] - (b)는 자유 라디칼 중합에 의해 제조할 수 있으며,
- [0017] - 마이크로캡슐 중 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{24} -알킬 에스테르(들)의 양은 1~99.99 질량%이고,
- [0018] - 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{18} -알킬 에스테르(들)이 존재하며,
- [0019] - 상기 마이크로캡슐 중 2 이상의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체의 양은 0.01~70 질량%이고,
- [0020] - 2개, 3개, 4개 또는 5개의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체가 존재하며,
- [0021] - 마이크로캡슐 중 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 1작용성 단량체의 양은 0~50 질량%이고,
- [0022] - 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 추가의 1작용성 단량체는 마이크로캡슐에 0~40 질량%의 양으로 존재한다.
- [0023] 서로 독립적으로 하기의 특징의 마이크로캡슐이 특히 바람직하다:
- [0024] - (a)는 1 이상의 소수성 물질 및 1 이상의 냄새 또는 향으로 구성되거나
- [0025] (a)는 1 이상의 냄새 또는 향으로 구성되고,
- [0026] - (b)는 자유 라디칼 중합에 의해 제조되며,
- [0027] - 마이크로캡슐 중 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{24} -알킬 에스테르(들)의 양은 20~80 질량%이고,
- [0028] - 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{12} -알킬 에스테르(들)이 존재하며,
- [0029] - 상기 마이크로캡슐 중 2 이상의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체의 양은 5~50 질량%이고,
- [0030] - 2개 또는 3개의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체가 존재하며,
- [0031] - 마이크로캡슐 중 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 1작용성 단량체의 양은 10~40 질량%이고,
- [0032] - 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 추가의 1작용성 단량체는 마이크로캡슐에 5~35 질량%의 양으로 존재한다.
- [0033] 서로 독립적으로 하기의 특징의 마이크로캡슐이 매우 특히 바람직하다:
- [0034] - 상기 1 이상의 소수성 물질은 식물성 오일, 동물성 오일 및 무기 오일로 구성된 군으로부터 선택되고,
- [0035] - 상기 1 이상의 냄새 또는 향은 천연 냄새 또는 향, 합성 냄새 또는 향 및 반합성 냄새 또는 향으로 구성된 군으로부터 선택되며,
- [0036] - 마이크로캡슐 중 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{24} -알킬 에스테르(들)의 양은 35~60 질량%이고,
- [0037] - 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_6 -알킬 에스테르가 존재하며,
- [0038] - 상기 마이크로캡슐 중 2 이상의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체의 양은 20~40 질량%이고,
- [0039] - 2개의 상이한 2작용성 또는 다작용성 단량체가 존재하며,
- [0040] - 마이크로캡슐 중 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 1작용성 단량체의 양은 20~30 질량%이고,
- [0041] - 추가의 비-비닐계 작용기를 보유하는 추가의 1작용성 단량체는 마이크로캡슐에 10~30 질량%의 양으로 존재한다.
- [0042] 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C_1-C_{24} -알킬 에스테르(들)는 순수한 알킬 에스테르뿐만 아니라 변성된 화합물, 예컨대 아크릴산의 알킬아미드 또는 비닐 알킬 에테르를 의미하는 것으로 일반적으로 이해된다. 필수적인 예로는 tert-부틸아크릴아미드 및 아크릴아미드가 있다.
- [0043] 더욱이, 2작용성 또는 다작용성 단량체는 1 이상의 자유 라디칼 중합가능한 기를 보유하여 중합 중에 성장하여 3차원 구조를 제공하는 중합체 사슬과 연결할 수 있는 물질을 의미하는 것으로 이해된다. 여기서, 상기 다작용

성 단량체 이외에, 올리고머 가교제를 사용하는 것이 또한 가능하다.

- [0044] 필수적인 예로는 부탄디올 디아크릴레이트, 디프로필렌 글리콜 디아크릴레이트, 헥산디올 디아크릴레이트, 에톡실화 트리메틸올프로판 트리아크릴레이트, 트리프로필렌 글리콜 디아크릴레이트, 2,5-디메틸-2,5-헥산디올 디메타크릴레이트, 특히 바람직하게는 부탄디올 디아크릴레이트, 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트 및 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트가 있다.
- [0045] 코어 물질로서 사용될 수 있는 소수성 물질로는 모든 유형의 오일, 예컨대 식물성 오일, 동물성 오일, 무기 오일, 파라핀, 클로로파라핀, 불화 탄화수소 및 기타 합성 오일을 들 수 있다.
- [0046] 전형적이고 필수적이 예로는 해바라기 오일, 평지씨 오일, 올리브 오일, 땅콩 오일, 콩 오일, 케로센, 벤젠, 톨루엔, 부탄, 펜탄, 헥산, 시클로헥산, 클로로포름, 테트라클로로메탄, 염소화 디페닐 및 실리콘 오일을 들 수 있다. 비점이 높은 소수성 물질, 예를 들어 디에틸 프탈레이트, 디부틸 프탈레이트, 디이소헥실 프탈레이트, 디옥틸 프탈레이트, 알킬나프탈렌, 도데실벤젠, 테르페닐, 부분 수소화 테르페닐, 에틸헥실 팔미테이트, 카프릴산/카프르산 트리글리세라이드, PPG-2 미리스틸 에테르 프로피오네이트; PPG-5 세테트-20; C₁₂₋₁₅-알킬 벤조에이트, 무기 오일(CAS: 8042-47-5); 세테아릴 에틸헥사노에이트; 디메티콘; 폴리이소부틸렌(예를 들어, BASF: Glisopal®, Oppanol®)을 사용하는 것이 또한 가능하다.
- [0047] 적절한 경우 냄새 또는 향을 포함하는 또는 이로 구성된 소수성 물질은 이의 용점 및 물의 비점 사이의 온도에서 물에 유화될 수 있도록 선택된다. 여기서, 저점도 소수성 물질은 브룩필드 점도가 < 5 Pa*s이다(DIN EBN ISO 3219에 따라 크기 5의 스펀들 및 20 rpm을 적용하여 23°C에서 측정함).
- [0048] 냄새 또는 향은 요망되는 후각 특성을 보유하고 실질적으로 비독성인 모든 유기 물질을 의미하는 것으로 이해된다. 이는, 특히 세제 또는 세정제 조성물에 또는 향 제조에 통상적으로 사용되는 모든 냄새 또는 향을 포함한다. 이들은 천연, 반합성 또는 합성 기원의 화합물일 수 있다. 바람직한 냄새 또는 향이 물질의 탄화수소, 알데히드 또는 에스테르 부류에 부여될 수 있다. 상기 냄새 또는 향은 또한 오렌지 오일, 레몬 오일, 장미 추출물, 라벤더, 사향, 파출리, 발삼 에센스, 백단향 오일, 소나무 오일 및 시더 오일(cedar oil)과 같은 구성 성분의 복합 혼합물을 포함할 수 있는 천연 추출물 및/또는 에센스를 포함한다.
- [0049] 합성 및 반합성 냄새 또는 향의 비한정 예로는 7-아세틸-1,2,3,4,5,6,7,8-옥타히드로-1,1,6,7-테트라메틸나프탈렌, α-이오논, β-이오논, γ-이오논, α-이소메틸이오논, 메틸세드릴론, 메틸 디히드로자스모네이트, 메틸 1,6,10-트리메틸-2,5,9-시클로도데카트리엔-1-일 케톤, 7-아세틸-1,1,3,4,4,6-헥사메틸테트라린, 4-아세틸-6-tert-부틸-1,1-디메틸인단, 히드록시페닐부타논, 벤조페논, 메틸 β-나프틸 케톤, 6-아세틸-1,1,2,3,3,5-헥사메틸인단, 5-아세틸-3-이소프로필-1,1,2,6-테트라메틸인단, 1-도데칸알, 4-(4-히드록시-4-메틸펜틸)-3-시클로헥센-1-카르복살데히드, 7-히드록시-3,7-디메틸옥탄알, 10-운데센-1-알, 이소헥세닐시클로헥실카르복살데히드, 포르밀트리시클로데칸, 히드록시시트로넬랄과 메틸 안트라닐레이트의 축합 생성물, 히드록시시트로넬랄과 인돌의 축합 생성물, 페닐아세트알데히드와 인돌의 축합 생성물, 2-메틸-3-(파라-tert-부틸페닐)프로피온알데히드, 에틸바닐린, 헬리오프로핀, 헥실신남알데히드, 아밀신남알데히드, 2-메틸-2-(이소프로필페닐)프로피온알데히드, 쿠마린, γ-데카락톤, 시클로펜타데카놀리드, 16-히드록시-9-헥사데센산 락톤, 1,3,4,6,7,8-헥사히드로-4,6,6,7,8,8-헥사메틸시클로펜타-γ-2-벤조피란, β-나프톨 메틸 에테르, 암브록산, 도데카히드로-3a,6,6,9a-테트라메틸나프토[2,1b]푸란, 세드롤, 5-(2,2,3-트리메틸시클로펜트-3-에닐)-3-메틸펜탄-2-올, 2-에틸-4-(2,2,3-트리메틸-3-시클로펜텐-1-일)-2-부텐-1-올, 카리오필렌 알콜, 트리시클로데세닐 프로피오네이트, 트리시클로데세닐 아세테이트, 벤질 살리실레이트, 세드릴 아세테이트 및 tert-부틸-시클로헥실 아세테이트를 들 수 있다.
- [0050] 헥실신남알데히드, 2-메틸-3-(tert-부틸페닐)프로피온알데히드, 7-아세틸-1,2,3,4,5,6,7,8-옥타히드로-1,1,6,7-테트라메틸나프탈렌, 벤질 살리실레이트, 7-아세틸-1,1,3,4,4,6-헥사메틸테트라린, 파라-tert-부틸-시클로헥실 아세테이트, 메틸 디히드로자스모네이트, β-나프톨 메틸 에테르, 메틸 β-나프틸 케톤, 2-메틸-2-(파라-이소프로필페닐)프로피온알데히드, 1,3,4,6,7,8-헥사히드로-4,6,6,7,8,8-헥사메틸시클로펜타-γ-2-벤조피란, 도데카히드로-3a,6,6,9a-테트라메틸나프토[2,1b]푸란, 아니스알데히드, 쿠마린, 세드롤, 바닐린, 시클로펜타데카놀리드, 트리시클로데세닐 아세테이트 및 트리시클로데세닐 프로피오네이트가 특히 바람직하다.
- [0051] 기타 냄새로는 대량 공급원으로부터의 에센셜 오일, 레지노이드 및 수지, 예컨대 페루 발삼, 유향 레지노이드, 때죽나무(styrax), 랍다넘 수지, 육두구, 계피 오일, 벤조인 수지, 고수(corander) 및 라반딘이 있다. 더욱 적합한 냄새로는 페닐에틸 알콜, 테르피네올, 리날로올, 리날릴 아세테이트, 게라니올, 네롤, 2-(1,1-디메틸에

틸)-시클로헥산을 아세테이트, 벤질 아세테이트 및 유게놀이 있다.

- [0052] 상기 냄새 또는 향은 순수 물질로서 사용되거나, 서로 간의 혼합물로 사용될 수 있다. 상기 냄새 또는 향은, 단일 소수성 물질로서 상기 마이크로캡슐의 코어를 형성할 수 있다. 대안적으로, 상기 마이크로캡슐은 상기 냄새 또는 향 이외에 그 냄새 또는 향이 용해 또는 분산되는 추가의 소수성 물질을 포함할 수 있다. 따라서, 예를 들어 실온에서 고체인 냄새 또는 향을 사용하는 경우, 실온에서 액체인 용액 또는 분산액 형태의 소수성 물질을 사용하는 것이 이롭다.
- [0053] 유사하게는, 추가의 소수성 물질을 상기 냄새 또는 향에 첨가하여 소수성을 향상시킬 수 있다.
- [0054] 상기 냄새 또는 향, 또는 냄새 또는 향의 혼합물은 상기 소수성 코어 물질의 1~100 질량%, 바람직하게는 20~100 질량%를 구성하는 것이 바람직하다. 상기 소수성 물질은 100℃ 이하의 온도, 바람직하게는 60℃ 이하의 온도, 특히 바람직하게는 실온에서 액체이다.
- [0055] 본 발명의 실시양태에서, 상기 마이크로캡슐의 셸은 에틸렌 불포화 단량체의 중합에 의해 생성된다. 상기 셸은 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 1 이상의 C₁-C₂₄-알킬 에스테르, 바람직하게는 1 이상의 C₁-C₁₈-알킬 에스테르, 특히 바람직하게는 1 이상의 C₁-C₁₂-알킬 에스테르, 매우 특히 바람직하게는 1 이상의 C₁-C₄-알킬 에스테르 30~100 질량%, 바람직하게는 30~95 질량%(각 경우에 셸 중 단량체의 총량을 기준으로 함)의 중합에 의해 생성된다. 이들은, 예를 들어 메틸 아크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 에틸 메타크릴레이트, n-프로필 아크릴레이트, n-프로필 메타크릴레이트, 이소프로필 아크릴레이트, 이소프로필 메타크릴레이트, n-부틸 아크릴레이트, 이소-부틸 아크릴레이트, tert-부틸 아크릴레이트, n-부틸 메타크릴레이트, 이소부틸 메타크릴레이트, tert-부틸 메타크릴레이트, 시클로헥실 아크릴레이트, 시클로헥실 메타크릴레이트, 옥틸 아크릴레이트, 옥틸 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 라우릴 아크릴레이트, 라우릴 메타크릴레이트, 스테아릴 아크릴레이트 및 팔미틸 아크릴레이트이다.
- [0056] 셸의 0~70 질량%, 바람직하게는 5~40 질량%(각 경우에 셸 중 단량체의 총질량을 기준으로 함)은 2 이상의 2작용성 또는 다작용성 단량체, 즉, 에틸렌 2불포화 또는 다불포화된 화합물의 혼합물에 의해 형성된다. 이는, 예를 들어 2가 C₂-C₂₄-알콜로부터 유도된 아크릴산 및 메타크릴산 에스테르, 예를 들어 에틸렌 글리콜 디아크릴레이트, 프로필렌 글리콜 디아크릴레이트, 에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 프로필렌 글리콜 디메타크릴레이트, 1,4-부탄디올 디아크릴레이트, 1,4-부탄디올 디메타크릴레이트, 1,6-헥산디올 디아크릴레이트 및 1,6-헥산디올 디메타크릴레이트, 및 디비닐벤젠, 메탈릴메타크릴아미드, 알릴 메타크릴레이트, 알릴 아크릴레이트, 메틸렌비스아크릴아미드, 트리메틸올프로판 트리아크릴레이트, 트리메틸올프로판 트리메타크릴레이트, 펜타에리트리톨 트리알릴 에테르, 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트 및 펜타에리트리톨 테트라메타크릴레이트가 있다.
- [0057] 셸의 0~40 질량%, 바람직하게는 0~30 질량%는 다른 단량체로 구성될 수 있다. 이의 예로는, 특히 비닐방향족 화합물, 예컨대 스티렌 및 α-메틸스티렌, 비닐피리딘, C₁-C₂₀-카르복실산의 비닐 에스테르, 예컨대 비닐 아세테이트, 비닐 프로피오네이트, 메타크릴로니트릴, 메타크릴아미드, N-메틸메타크릴아미드, 디메틸아미노프로필메타크릴아미드, 디메틸아미노에틸 아크릴레이트, 디메틸아미노메타크릴레이트, 비닐시클로헥산, 염화비닐, 염화비닐리덴, 2-히드록시프로필 아크릴레이트, 메타크릴산 및 2-히드록시프로필 메타크릴레이트가 있다.
- [0058] 상기 마이크로캡슐은 단량체 또는 단량체 혼합물을 중합시켜 안정한 수중유 에멀션의 오일 상태로 셸을 형성함으로써 얻을 수 있으며, 여기서 상기 오일 상은 전술한 소수성 물질로 구성된다. 중합 시작 전에, 1 이상의 냄새 또는 향을 포함하는 소수성 상 및 단량체의 혼합물이 존재해야 한다. 상기 생성 방법은 그 자체로 공지되어 있으며, 예를 들어 EP-A-0 457 154에 기술되어 있다.
- [0059] 마이크로캡슐의 코어는 물 유화가능한 소수성 물질에 의해 형성된다. 소수성 물질은 중합을 통한 캡슐 싸개(capsule sheath)의 생성에 사용되는 단량체 혼합물을 위한 용매 또는 분산제로서 동시에 작용한다. 이어서, 상기 중합은 안정한 수중유 에멀션의 오일 상에서 실시된다. 상기 에멀션은, 예를 들어 우선 상기 소수성 물질에 상기 단량체 및 중합 개시제, 및 필요한 경우 중합 조절제를 용해시키고, 수성 매질 중 이러한 방식으로 얻은 용액을 유화제 및/또는 보호 콜로이드에 의해 유화시켜 얻는다. 그러나, 우선 소수성 상 또는 이의 구성 성분을 수성 상에 유화시킨 후, 상기 단량체 또는 중합 개시제, 및 적절한 경우 여전히 또한 사용되는 보조제, 예컨대 보호 콜로이드 또는 중합 조절제를 상기 에멀션에 첨가하는 것이 또한 가능하다.
- [0060] 또다른 공정 변수에서, 물에 소수성 물질 및 단량체를 유화시킨 후, 중합 개시제만을 첨가하는 것이 또한 가능하다. 상기 소수성 물질은 에멀션에 가능한 완전히 마이크로캡슐화되어야 하기 때문에, 수중 용해도가 한정되는

상기 소수성 물질만을 사용하는 것이 바람직하다. 용해도는, 바람직하게는 5 중량%를 넘지 않아야 한다. 수중유 에멀션의 오일 상에서의 소수성 물질의 한 완전한 캡슐화를 위해서, 상기 소수성 물질 중 이의 용해도에 따라 상기 단량체를 선택하는 것이 용이하다. 상기 단량체는 오일에 실질적으로 가용성이지만, 이로부터 개별 오일 방울에서의 중합 중에 수중유 에멀션의 오일 상 또는 수성 상에서도 가용성이지 않은 올리고머 및 중합체가 형성되며, 상기 오일 방울 및 수성 상 사이의 계면으로 이동한다. 여기서, 추가 중합 과정에서, 이들은 벽 물질을 형성하며, 이는 마이크로캡슐의 코어로서 소수성 물질을 최종적으로 둘러싼다.

[0061] 보호 콜로이드 및/또는 유화제는 일반적으로 안정한 수중유 에멀션을 형성하는 데 사용된다. 적합한 보호 콜로이드로는, 예를 들어 셀룰로스 유도체, 에컨대 히드록시에틸셀룰로스, 카르복시메틸셀룰로스 및 메틸셀룰로스, 폴리비닐피롤리돈, 및 N-비닐피롤리돈, 폴리비닐 알콜 및 부분 가수분해된 폴리비닐 아세테이트의 공중합체가 있다. 여기서, 폴리비닐 알콜이 특히 바람직하다. 추가로, 젤라틴, 아라비아 고무, 크산탄 검, 알기네이트, 펙틴, 분해된 전분 및 카세인을 사용하는 것이 또한 가능하다. 이온 보호 콜로이드를 또한 사용할 수 있다. 사용될 수 있는 이온 보호 콜로이드로는 폴리아크릴산, 폴리메타크릴산, 아크릴산과 메타크릴산의 공중합체, 설폰산기를 함유하고 설포에틸 아크릴레이트, 설포에틸 메타크릴레이트 또는 설포프로필 메타크릴레이트의 함유물을 갖는 수용성 중합체, 및 N-(설포에틸)말레이미드, 2-아크릴아미도-2-알킬설폰산, 스테렌설폰산 및 포름알데히드의 중합체, 및 또한 페놀설폰산 및 포름알데히드의 축합물이 있다. 보호 콜로이드는 상기 에멀션의 수성 상을 기준으로 일반적으로 0.1~10 질량%의 양으로 첨가된다. 이온 보호 콜로이드로서 사용되는 중합체는 평균 물질량 M_n 가 500~1,000,000 g/mol, 바람직하게는 1,000~500,000 g/mol인 것이 바람직하다.

[0062] 상기 중합은 일반적으로 자유 라디칼을 형성하는 중합 개시제의 존재 하에 실시한다. 이러한 목적으로, 모든 통상의 퍼옥소 및 아조 화합물을 통상적으로 사용되는 양으로, 예를 들어 중합시키려는 단량체의 질량을 기준으로 0.1~5 질량%의 양으로 사용하는 것이 가능하다. 상기 오일 상 또는 단량체에 가용성인 상기 중합 개시제가 바람직하다. 이의 예로는 t-부틸 퍼옥시네오데카노에이트, t-부틸 퍼옥시피발레이트, t-아밀 퍼옥시피발레이트, 디라우로일 퍼옥시드, t-아밀 퍼옥시-2-에틸헥사노에이트 등이 있다.

[0063] 수중유 에멀션의 중합은 일반적으로 20~100℃, 바람직하게는 40~90℃에서 실시된다. 상기 중합은 일반적으로 대기압에서 실시되지만, 또한 저압 또는 고압, 예를 들어 0.5~20 bar 범위에서 실시할 수 있다. 편의상, 상기 절차는 물, 보호 콜로이드 및/또는 유화제, 소수성 물질, 중합 개시제 및 단량체의 혼합물을 고속 분산기를 이용하여 상기 소수성 물질의 소정의 방울 크기로 유화시키고, 중합 개시제의 분해 온도를 고려하면서 안정한 에멀션을 가열하는 것을 포함한다. 여기서, 중합 속도는 온도 및 중합 개시제의 양의 선택을 통해 공지된 방법으로 제어될 수 있다. 중합 온도에 도달한 후, 상기 중합은 편의상 추가 시간 동안, 예를 들어 2~6 시간 동안 계속하여 단량체의 전환을 완결시킨다.

[0064] 혼합물을 중합시키는 반응의 온도가 중합 중에 연속적으로 또는 주기적으로 증가되는 절차가 특히 바람직하다. 이는 온도를 증가시키는 프로그램의 도움으로 실시한다.

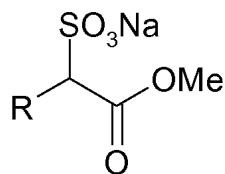
[0065] 총 중합 시간은 이러한 목적으로 2 이상의 기간으로 나누어질 수 있다. 제1 중합 기간은 중합 개시제의 느린 분해를 특징으로 한다. 제2 중합 기간 및 적절한 경우 추가 중합 기간에서, 상기 반응 혼합물의 온도를 증가시켜 중합 개시제의 분해를 촉진시킨다. 상기 온도는 1 단계 또는 2 단계 이상으로, 또는 선형 또는 비선형 방식으로 연속 증가시킬 수 있다. 중합의 출발 및 종결 사이의 온도 차이는 50℃ 이하일 수 있다. 일반적으로 상기 차이는 3~40℃, 바람직하게는 3~30℃이다.

[0066] 이어서, 상기 기술한 절차들 중 하나에 의해 얻어지는 마이크로캡슐 분산액은 일반적인 방법으로 분무-건조될 수 있다. 분무-건조된 마이크로캡슐의 재분산을 촉진시키기 위해, 적절한 경우 추가량의 유화제 및/또는 보호 콜로이드를 상기 분무-건조 전에 상기 분산액에 첨가할 수 있다. 적합한 유화제 및 보호 콜로이드로는 마이크로캡슐 분산액 제조와 관련해서 상기 명시된 것이 있다. 일반적으로, 수성 마이크로캡슐 분산액은 따뜻한 기류에서 분무되며, 이는 스프레이 미스트와 함께 정류 또는 역류, 바람직하게는 정류로 통과된다. 따뜻한 기류의 입구 온도는 일반적으로 100~200℃, 바람직하게는 120~160℃ 범위에 있고, 상기 기류의 출구 온도는 일반적으로 30~90℃, 바람직하게는 60~80℃ 범위에 있다. 상기 수성 마이크로캡슐 분산액의 분무는, 예를 들어 단일 물질 또는 다중물질 노즐 또는 회전 디스크에 의해 실시할 수 있다.

[0067] 분무-건조된 마이크로캡슐은 일반적으로 사이클론 또는 필터 분리기를 이용하여 침착시킨다.

[0068] 이러한 방식으로 얻을 수 있는 마이크로캡슐은 평균 직경이 바람직하게는 1~100 μm , 특히 바람직하게는 1~50 μm , 매우 특히 바람직하게는 1~30 μm 범위에 있다.

- [0069] 의도된 용도를 기준으로, 캡슐의 직경에 대한 셀의 두께의 비율에 대해서 바람직한 범위가 또한 발생한다. 따라서, 캡슐의 직경에 대한 셀의 두께의 비율이 0.0005~0.2, 특히 바람직하게는 0.005~0.08, 매우 특히 바람직하게는 0.015~0.055 범위에 있는 마이크로캡슐이 바람직하다.
- [0070] 본 발명은 또한 상기 기술된 마이크로캡슐을 포함하는 화학 조성물을 제공한다. 따라서, 상기 액체 마이크로캡슐 제조 또는 분무-건조된 마이크로캡슐은 특히 세제 또는 세정제의 제조에 사용될 수 있다. 그러나, 이들은 또한, 예를 들어 접착제, 페인트, 화장품, 방충제 및 분산액의 제조에 사용될 수 있다.
- [0071] 그러나, 특히 계면활성제, 소독제, 염료, 산, 염기, 착화제, 살생물제, 가용화제, 증점제, 빌더(builder), 보조 빌더(cobuilder), 효소, 표백제, 표백 활성화제, 부식 억제제, 표백 촉매, 색 보호 첨가제, 색 전이 억제제, 재 침착 억제제, 방오 중합체(soil release polymer), 섬유 보호 첨가제, 실리콘, 살균제 및 보존제, 유기 용매, 용해도 촉진제, 용해 향상제 및 향료로 구성된 군으로부터 선택되는 1 이상의 물질을 포함하는 화학 조성물이 특히 바람직하다.
- [0072] 계면활성제는 일반적으로 소수성 부분 및 친수성 부분으로 구성된다. 이와 관련하여, 소수성 부분은 일반적으로 4~20개의 탄소 원자, 바람직하게는 6~19개의 탄소 원자, 특히 바람직하게는 8~18개의 탄소 원자의 사슬 길이를 보유한다. 소수성 기의 작용 단위는 일반적으로 OH 기이며, 여기서 상기 알콜이 분지화되거나 비분지화될 수 있다. 일반적으로, 친수성 부분은 실질적으로 알콕실화된 단위(예를 들어, 산화에틸렌(EO), 산화프로필렌(PO) 및/또는 산화부틸렌(BO))으로 구성되며, 여기서 상기 알콕실화된 단위들 중 일반적으로 2~30개, 바람직하게는 5~20개가 서로 결합되어 있고 및/또는 하전된 단위, 예컨대 설페이트, 설포네이트, 포스페이트, 카르복실산, 암모늄 및 산화암모늄이다.
- [0073] 음이온성 계면활성제의 예로는 카르복실레이트, 설포네이트, 설포지방산 메틸 에스테르, 설페이트, 포스페이트가 있다. 양이온성 계면활성제의 예로는 4차 암모늄 화합물이 있다. 베타인 계면활성제의 예로는 알킬베타인이 있다. 비이온성 화합물의 예로는 알콜 알콕시드를 들 수 있다.
- [0074] 여기서, '카르복실레이트'는 분자에 1 이상의 카르복실기를 갖는 화합물을 의미하는 것으로 이해된다. 본 발명에 따라 사용될 수 있는 카르복실레이트의 예로는
- [0075] - 비누, 예를 들어 알칼리 금속 또는 암모늄의 스테아레이트, 올레에이트, 코코에이트,
- [0076] - 에테르 카르복실레이트, 예를 들어 Akypo® RO 20, Akypo® RO 50, Akypo® RO 90
- [0077] 가 있다.
- [0078] '설포네이트'는 분자에 1 이상의 설포네이트기를 갖는 화합물을 의미하는 것으로 이해된다. 본 발명에 따라 사용될 수 있는 설포네이트의 예로는
- [0079] - 알킬벤젠설포네이트, 예를 들어 Lutensit® A-LBS, Lutensit® A-LBN, Lutensit® A-LBA, Marlon® AS3, Maranil® DBS,
- [0080] - 알킬설포네이트, 예를 들어 Alscop OS-14P, BIO-TERGE® AS-40, BIO-TERGE® AS-40 CG, BIO-TERGE® AS-90 Beads, Calimulse® AOS-20, Calimulse® AOS-40, Calsoft® AOS-40, Colonial® AOS-40, Elfan® OS 46, Ifrapon® AOS 38, Ifrapon® AOS 38 P, Jeenate® AOS-40, Nikkol® OS-14, Norfox® ALPHA XL, POLYSTEP® A-18, Rhodacal® A-246L, Rhodacal® LSS-40/A,
- [0081] - 설펜화 오일, 예컨대 Turkish 레드 오일,
- [0082] - 올레핀설포네이트,
- [0083] - 방향족 설포네이트, 예를 들어 Nkal® BX, Dowfax® 2A1
- [0084] 가 있다.
- [0085] 여기서, '설포지방산 메틸 에스테르'는 하기 화학식 (I)의 단위를 갖는 화합물을 의미하는 것으로 이해된다:



(I)

[0086]

[0087]

상기 식 중, R은 10~20개의 탄소 원자이고; 바람직하게는 R은 12~18개, 특히 바람직하게는 14~16개의 탄소 원자이다.

[0088]

여기서, '설페이트'는 분자에 1 이상의 SO_4 기를 갖는 화합물을 의미하는 것으로 이해된다. 본 발명에 따라 사용될 수 있는 설페이트의 예로는

[0089]

- 지방 알콜 설페이트, 예컨대 코코넛 지방 알콜 설페이트(CA8 97375-27-4), 예를 들어 EMAL® 10G, Dispersogen® SI, Elfan® 280, Mackol® 100N,

[0090]

- 기타 알콜 설페이트, 예를 들어 Emal® 71, Lanette® E,

[0091]

- 코코넛 지방 알콜 에테르 설페이트, 예를 들어 Emal® 20C, Latemul® E150, Sulfochem® ES-7, Texapon® ASV-70 Spec., Agnique SLES-229-F, Octosol 828, POLYSTEP® B-23, Unipol® 125-E, 130-E, Unipol® ES-40,

[0092]

- 기타 알콜 에테르 설페이트, 예를 들어 Avel® S-150, Avel® S 150 CG, Avel® S 150 CG N, Witcolate® D51-51, Witcolate® 051-53

[0093]

가 있다.

[0094]

'포스페이트'는 현재 분자에 1 이상의 PO_4 기를 갖는 화합물을 의미하는 것으로 이해된다. 본 발명에 따라 사용될 수 있는 포스페이트의 예로는

[0095]

- 알킬 에테르 포스페이트, 예를 들어 Maphos® 37P, Maphos® 54P, Maphos® 37T, Maphos® 210T 및 Maphos® 210P,

[0096]

- 포스페이트, 예컨대 Lutensit A-EP,

[0097]

- 알킬 포스페이트

[0098]

가 있다.

[0099]

상기 화학 조성물의 제조에서, 상기 음이온성 계면활성제는 염의 형태로 첨가되는 것이 바람직하다. 여기서 적합한 염으로는, 예를 들어 알칼리 금속염, 예컨대 나트륨, 칼륨 및 리튬 염, 및 암모늄 염, 예컨대 히드록시에틸암모늄, 디(히드록시에틸)암모늄 및 트리(히드록시에틸)암모늄 염이 있다.

[0100]

'4차 암모늄 화합물'은 분자에 1 이상의 R_4N^+ 를 갖는 화합물을 의미하는 것으로 이해된다. 본 발명에 따라 사용될 수 있는 4차 암모늄 화합물의 예로는

[0101]

- 코코넛 지방, 팜 지방(tallow fat) 또는 세틸/올레일트리메틸암모늄의 할라이드, 메토설페이트, 설페이트 및 카르보네이트

[0102]

가 있다.

[0103]

언급될 수 있는 특히 적합한 양이온성 계면활성제로는

[0104]

- C_7 - C_{25} -알킬아민;

[0105]

- N,N-디메틸-N-(히드록시- C_7 - C_{25} -알킬)암모늄 염;

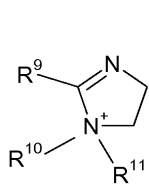
[0106]

- 알킬화제로 4차화된 모노- 및 디(C_7 - C_{25} -알킬)디메틸암모늄 화합물;

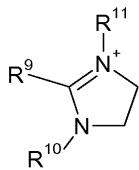
[0107]

- 에스테르 쿼트(quat), 특히 C_8 - C_{22} -카르복실산에 의해 에스테르화된 4차 에스테르화 모노-, 디- 및 트리알칸올 아민;

[0108] - 이미다졸린 쿼트, 특히 하기 화학식 (II) 또는 (III)의 1-알킬이미다졸리늄 염이 있다:



II



III

[0109]

[0110] 상기 식 중, 상기 변수는 하기 의미를 가진다:

[0111] R^9 은 C_1 - C_{25} -알킬 또는 C_2 - C_{25} -알케닐이고;

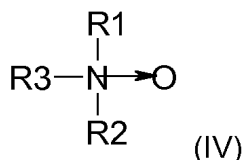
[0112] R^{10} 은 C_1 - C_4 -알킬 또는 히드록시- C_1 - C_4 -알킬이며;

[0113] R^{11} 은 C_1 - C_4 -알킬, 히드록시- C_1 - C_4 -알킬 또는 라디칼 $R^1-(CO)-X-(CH_2)_m-$ (X : -O- 또는 -NH-; m : 2 또는 3)이고,

[0114] 여기서, 1 이상의 라디칼 R^9 이 C_7 - C_{22} -알킬이다.

[0115] 더욱이, '베타인 계면활성제'는 도포 조건 하에, 즉, 예를 들어 실온~95℃의 온도 및 표준 압력 하에서 직물을 세척하는 경우에 1 이상의 양전하 및 1 이상의 음전하를 이송하는 화합물을 의미하는 것으로 이해된다. 여기서, '알킬베타인'은 분자에 1 이상의 알킬 단위를 갖는 베타인 계면활성제이다. 본 발명에 따라 사용될 수 있는 베타인 계면활성제의 예로는

[0116] 코카미도프로필베타인, 예를 들어 MAFO® CAB, Amony® 380 BA, AMPHOSOL® CA, AMPHOSOL® CG, AMPHOSOL® CR, AMPHOSOL® HCG; AMPHOSOL® HCG-50, Chembetaine® C, Chembetaine® CGF, Chembetaine® CL, Dehyton® PK, Dehyton® PK 45, Emery® 6744, Empigen® BS/F, Empigen® BS/FA, Empigen® BS/P, Genagen® CAB, Lonzaine® C, Lonzaine® CO, Mirataine® BET-C-30, Mirataine® CB, Monateric® CAB, Naxaine® C, Naxaine® CO, Norfox® CAPB, Norfox® Coco Betaine, Ralufon® 414, TEGO®-Betain CKD, TEGO® Betain E KE 1, TEGO®-Betain F, TEGO®-Betain F 50 및 아민 산화물, 예컨대 알킬디메틸아민 산화물, 즉, 하기 화학식 (IV)의 화합물, 예컨대 Mazox® LDA, Genaminox®, Aromox® 14 DW 970이 있다:



[0117]

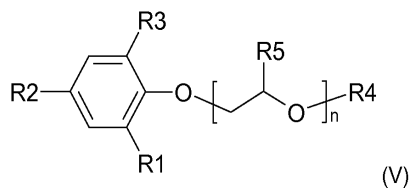
[0118] 상기 식 중, R1, R2 및 R3는 서로 독립적으로 지방족, 환형 또는 3차 알킬 또는 아미도알킬 라디칼이다.

[0119] 비이온성 계면활성제는 중성 pH 범위(음이온성 및 양이온성 계면활성제와 대조적으로)에서 이온성 전하를 이송시키지 않는 비하전된 극성, 친수성 수용성의 헤드 기를 갖는 계면활성 물질이며, 이는 계면에서 흡수하고 임계 미셀 농도(cmc) 이상에서 응결하여 중성 미셀을 산출한다. 친수성 헤드 기의 특성에 따라, (올리고)옥시알킬렌기, 특히 (올리고)옥시에틸렌기(폴리에틸렌 글리콜 기)(이는 지방 알콜 폴리글리콜 에테르(지방 알콜 알콕실레이트), 알킬페놀 폴리글리콜 에테르 및 지방산 에톡실레이트를 포함함), 알콕실화 트리글리세리드 및 혼합된 에테르(둘 모두의 말단에서 알킬화된 폴리에틸렌 글리콜 에테르); 및 탄수화물기(이는, 예를 들어 알킬 폴리글루코시드 및 지방산 N-메틸글루카미드를 포함함) 사이를 구별할 수 있다.

[0120] 알콜 알콕실레이트는 4~20개의 탄소 원자, 바람직하게는 6~19개의 탄소 원자, 특히 바람직하게는 8~18개의 탄소 원자의 사슬 길이를 갖는 소수성 부분을 기반으로 하며, 상기 알콜은 2~30개의 반복 단위를 갖는 알콕실화 단위, 예를 들어 산화에틸렌(EO), 산화프로필렌(PO) 및/또는 산화부틸렌(BuO)일 수 있는 분지화되거나 분지화되지 않은 친수성 부분일 수 있다. 이의 예로는 특히 Lutensol® XP, Lutensol® XL, Lutensol® ON, Lutensol® AT, Lutensol® A, Lutensol® AO, Lutensol® TO가 있다.

[0121] 알콜 페놀 알콕실레이트는 산화알킬렌, 바람직하게는 산화에틸렌의 알킬페놀로의 부가 반응에 의해 제조되는 하

기 화학식 (V)의 화합물이다:

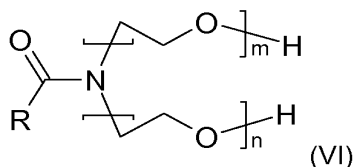


바람직하게는 여기서 R4 = H이다. 더욱이, R5 = H인 경우에(따라서, 이는 E0임), 바람직하고; 마찬가지로 R5 = CH₃인 경우(따라서, 이는 PO임) 또는 R5 = CH₂CH₃이고 이것이 BuO인 경우에 바람직하다. 더욱이, 옥틸[(R1 = R3 = H, R2 = 1,1,3,3-테트라메틸부틸 (이소부틸렌)], 노닐- [(R1 = R3 = H, R2 = 1,3,5-트리메틸헥실(트리프로필렌)], 도데실-, 디노닐- 또는 트리부틸페놀 폴리글리콜 에테르(예를 들어, E0, PO, BuO), R-C₆H₄-O-(EO/PO/BuO)_n(여기서, R = C₈~C₁₂ 및 n = 5~10)이 존재하는 화합물이 특히 바람직하다. 이러한 화합물의 필수적인 예로는 Norfox®OP-102, Surfonic®OP-120, T-Det® 0-12가 있다.

지방산 에톡실레이트는 산화에틸렌(EO)의 양을 변화시키면서 처리한 후의 지방산 에스테르이다.

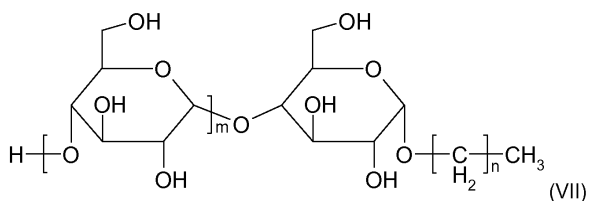
트리카리세리드는 3개의 모든 히드록실기가 지방산에 의해 에스테르화된 글리세롤(글리세리드)의 에스테르이다. 이들은 산화알킬렌에 의해 변성될 수 있다.

지방산 알칸올아미드는 알킬 라디칼 R 및 하나 또는 둘의 알콕시 라디칼(들)을 갖는 1 이상의 아미드기를 갖는 하기 화학식 (VI)의 화합물이다:



여기서, R은 11~17개의 탄소 원자를 포함하고 $1 \leq m + n \leq 5$ 이다.

알킬 폴리글리코시드는 알킬 모노글루코시드(알킬- α -D- 및 - β -D-글루코피라노시드 및 소분율의 -글루코피라노시드), 알킬 디글루코시드(-이소말토시드, -말토시드 및 기타) 및 알킬 올리고글루코시드(-말토트리오시드, -테트라오시드 및 기타)의 혼합물이다. 알킬 폴리글리코시드는 지방 알콜에 의한 n-부틸 글루코시드로부터의 또는 글루코스(또는 전분)로부터의 산 촉매 반응(Fischer 반응)을 통해 특히 얻을 수 있다. 알킬 폴리글리코시드는 하기 화학식 (VII)에 해당한다:



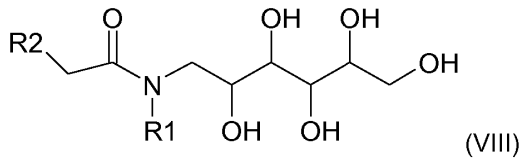
상기 식 중,

 $m = 0 \sim 3$, 및

$n = 4 \sim 20$ 이다.

한 예로는 Lutensol® GD70이 있다.

[0135] 비이온성 N-알킬화된, 바람직하게는 N-메틸화된, 하기 화학식 (VIII):



[0136]

[0137] 의 지방산 아마이드의 기에서, R1은 n-C₁₂-알킬 라디칼이고, R2는 1~8개의 탄소 원자를 갖는 알킬 라디칼이다. R2는 바람직하게는 메틸이다.

[0138] 더욱이 1 이상의 소독제를 포함하는 기술된 바와 같은 조성물이 특히 바람직하다. 이와 관련하여, 1 이상의 소독제는 상기 조성물에 0.1~20 질량%, 바람직하게는 1~10 질량%의 (총) 양으로 존재한다.

[0139] 소독제는 산화제, 할로젠, 예컨대 염소 및 요오드 및 이의 방출 물질, 알콜, 예컨대 에탄올, 1-프로판올 및 2-프로판올, 알데히드, 페놀, 산화에틸렌, 클로르헥시딘 및 메세트로늄 메틸설페이트일 수 있다.

[0140] 소독제를 사용하는 것의 장점은 병원체가 처리 표면 상에서 거의 전이하기 어렵다는 사실로 구성된다. 병원체는 박테리아, 포자, 균류 및 바이러스일 수 있다.

[0141] 염료는 특히 Acid Blue 9, Acid Yellow 3, Acid Yellow 23, Acid Yellow 73, Pigment Yellow 101, Acid Green 1, Acid Green 25일 수 있다.

[0142] 1 이상의 염료가 0.1~20 질량%, 특히 바람직하게는 1~10 질량%의 (총) 양으로 존재하는 조성물이 바람직하다.

[0143] 산은, 예를 들어 용해 및/또는 석회 자국 침착의 방지를 위해 이롭게 사용되는 화합물이다. 이러한 산의 예로는 포름산, 아세트산, 시트르산, 염산, 황산 및 설폰산이 있다.

[0144] 염기는 착화제에 대한 바람직한 pH 범위를 이루는 데 이롭게 사용될 수 있는 화합물이다. 본 발명에 따라 사용될 수 있는 염기의 예로는 NaOH, KOH 및 아미노에탄올이 있다.

[0145] 적합한 무기 빌더로는 특히

[0146] - 이온 교환 특성을 갖는 결정질 및 비결정질 알루미늄실리케이트, 예컨대 특히 제올라이트: 다양한 유형의 제올라이트, 특히 Na 형태 또는 Na가 다른 양이온, 예컨대 Li, K, Ca, Mg 또는 암모늄으로 부분 교환되는 형태의 제올라이트 A, X, B, P, MAP 및 HS가 적합함;

[0147] - 결정질 실리케이트, 예컨대 특히 디실리케이트 및 시트 실리케이트, 예를 들어 δ- 및 β-Na₂Si₂O₅. 상기 실리케이트는 이의 알칼리 금속 알칼리 토금속 또는 암모늄 염의 형태로 사용될 수 있으며, Na, Li 및 Mg 실리케이트가 바람직함;

[0148] - 비결정질 실리케이트, 예컨대 나트륨 메타실리케이트 및 비결정질 디실리케이트;

[0149] - 탄산염 및 탄산수소염: 이는 알칼리 금속, 알칼리 토금속 또는 암모늄 염의 형태로 사용될 수 있음. Na, Li 및 Mg 탄산염 및 탄산수소염, 특히 탄산나트륨 및/또는 탄산수소나트륨이 바람직함; 및

[0150] - 폴리포스페이트, 예컨대 삼인산오나트륨

[0151] 가 있다.

[0152] 적합한 올리고머 및 중합체 보조빌더로는 올리고머 및 중합체 카르복실산, 예컨대 아크릴산 및 아스파르트산의 동중중합체, 올리고말레산, 말레산과 아크릴산의 공중합체, 메타크릴산 또는 C₂-C₂₂-올레핀, 예를 들어 이소부텐 또는 장쇄 α-올레핀, 비닐-C₁-C₈-알킬 에테르, 비닐 아세테이트, 비닐 프로피오네이트, C₁-C₈-알콜의 (메트)아크릴산 에스테르 및 스티렌이 있다. 아크릴산의 동중중합체 및 아크릴산과 말레산의 공중합체가 바람직하다. 올리고머 및 중합체 카르복실산이 산 형태로 또는 나트륨 염으로서 사용된다.

[0153] 착화제는 양이온을 결합시킬 수 있는 화합물이다. 이를 이용하여 물의 경도를 줄이고 문제의 중금속 이온을 침전시킬 수 있다. 착화제의 예로는 NTA, EDTA, MGDA, DTPA, DTPMP, IDS, HEDP, β-ADA, GLDA, 시트르산, 옥시디숙신산 및 부탄테트라카르복실산이다. 이러한 화합물을 사용하는 장점은 많은 세정 활성 화합물이 연수(soft water)에서 우수한 효과를 달성하며; 더욱이 물의 경도를 줄임으로써 세정 후의 석회 자국 침착 형성을 피할 수

있다. 따라서, 이러한 화합물을 이용하여 세정된 표면을 건조시킬 필요성을 제거한다. 조작 순서의 관점에서, 이는, 이러한 방법으로 보존을 위해 도포된 본 발명에 따른 조성물은 다시 부분적으로 제거되지 않기 때문에 이로써, 따라서 특히 바람직하다. 식물 처리의 경우에, 섬유는 더욱 유동적으로 잔존하여 우수한 착용감을 생기게 한다.

- [0154] 적합한 재침착 억제제로는, 예를 들어 카르복시메틸셀룰로스, 및 폴리에틸렌 글리콜로의 비닐 아세테이트의 그 래프트 중합체가 있다.
- [0155] 적합한 표백제로는, 예를 들어 무기 염으로의 과산화수소의 부가물, 예컨대 과불산나트륨 일수화물, 과불산나트 른 사수화물 및 탄산나트륨 과수화물, 및 퍼카르복실산, 예컨대 프탈이미도퍼카프로산이 있다.
- [0156] 적합한 표백 활성화제로는, 예를 들어 N,N,N',N'-테트라아세틸에틸렌디아민(TAED), 나트륨 p-노나노일옥시벤젠 설포네이트 및 N-메틸모르폴리늄 아세토니트릴 메틸 설페이트가 있다.
- [0157] 적합한 효소로는, 예를 들어 프로테아제, 리파제, 아밀라제, 셀룰라제, 만나나제, 옥시다제 및 퍼옥시다제가 있 다.
- [0158] 적합한 색 전이 억제제로는, 예를 들어 1-비닐피롤리돈, 1-비닐이미다졸 및 4-비닐피리딘 N-옥시드의 동중중합 체, 공중합체 및 그래프트 중합체가 있다. 클로로아세트산과 반응한 4-비닐피리딘의 동중중합체 및 공중합체가 또한 색 전이 억제제로서 적합하다.
- [0159] 살생물제는 박테리아를 죽이는 화합물이다. 살생물제의 한 예로는 글루타르알데히드가 있다. 살생물제를 사용하 는 이점은 이들이 병원체 전이에 대응한다는 점이다.
- [0160] 가용화제는 화학 조성물 중 계면활성제/계면활성제들의 용해도를 향상시키는 화합물이다. 가용화제의 한 예로는 쿠멘 설포네이트가 있다.
- [0161] 증점제는 화학 조성물의 점도를 증가시키는 화합물이다. 증점제의 비한정적인 예로는 폴리아크릴레이트 및 소수 성으로 변성된 폴리아크릴레이트가 있다. 증점제 사용의 장점은 상대적으로 높은 점도의 액체가 보다 낮은 점도 의 액체 보다 경사면 또는 수직면 상에서 보다 긴 체류 시간을 보유한다는 점이다. 이는 세정하려는 표면과 조 성물 사이의 상호작용 시간을 증가시킨다.
- [0162] 본 발명에 따른 화학 조성물을 생성하기 위해 본 발명에 따른 마이크로캡슐을 사용하는 것은 본 발명의 추가적 인 주체를 형성한다.
- [0163] 본 발명은 또한 표면 처리를 위한 본 발명에 따른 마이크로캡슐의 용도를 제공한다. 여기서, 처리하려는 표면이 섬유, 부직포, 발포체, 타일, 대리석, 세라믹, 콘크리트, 플라스틱, 금속, 에나멜, 유리로 구성된 군으로부터 선택되는 용도가 바람직하다. 처리하려는 제품이 식물인 용도가 특히 바람직하다.
- [0164] 따라서, 본 발명에 따른 마이크로캡슐의 용도 및 특히 식물 세정에서의 본 발명에 따른 마이크로캡슐을 포함하 는 화학 조성물의 용도가 또한 본 발명의 특히 바람직한 주제이다.
- [0165] 본 발명은 또한 본 발명에 따른 마이크로캡슐을 갖는 제품을 추가로 제공하며, 표면 상에 본 발명에 따른 마이 크로캡슐을 갖는 제품이 바람직하다.
- [0166] 여기서, 적합한 제품은 접착 시, 즉, 압력이 가해질 때 특정 냄새를 방출하는 것이 바람직한 임의의 바디이다. 필수적인 예로는 모든 유형의 포장 물질, 예컨대 판지, 필름, 접착제, 접착제 라벨, 세정 와이프, 부직포, 가죽 제품, 페인트 및 코팅, 화장품, 임의의 유형의 용기, 특히 음식 또는 화장품을 포함하는 용기, 유리, 플라스틱 성분, 자동차 등이 있다.
- [0167] 본 발명은 실시예에 의해 하기에서 더욱 자세히 기술된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0168] 실시예 1 - 비교예:
- [0169] 단지 2작용성 가교제: 1,4-부탄디올 디아크릴레이트
- [0170] 수상:
- [0171] 409.45 g 물

- [0172] 416.5 g 폴리비닐 알콜[Mowiol[®] 40/88(수중 10%)]
- [0173] 1.91 g NaNO₂
- [0174] 과, 오일 상:
- [0175] 46.2 g 메틸 메타크릴레이트
- [0176] 44.55 g 1,4-부탄디올 디아크릴레이트
- [0177] 9.25 g 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트
- [0178] 1.55 g 2-에틸 티오글리코네이트
- [0179] 100 g 시트랄(CAS No. 5392-40-5)
- [0180] 300 g 백유(white oil)(CAS No. 8042-47-5)
- [0181] 의 혼합물을 디스펜서 교반기(직경 5 cm)가 구비된 2 l 반응기에 투입하였다(총량 1362.5 g).
- [0182] 상기 혼합물을 실온에서 3500 rpm 속도로 40 분 동안 분산시킨 후, 앵커 교반기가 구비된 2 l 반응기에 이송하였다. Tert-부틸 퍼피발레이트(이소도데칸 중 75% 농도 용액) 1.33 g 및 세정용의 물 1.15 g을 첨가하고, 반응기를 1 시간의 과정에 걸쳐 70℃로 가열시켰다. 이어서, 상기 반응기 내용물을 1 시간에 걸쳐 85℃로 가열시킨 후, 그 온도에서 1 시간 동안 유지시켰다. Tert-부틸 히드로퍼옥시드 10% 농도의 수용액 4.89 g을 첨가하고, 상기 반응기를 90 분의 과정에 걸쳐 25℃로 냉각시키며, 그 동안 처음 80 분의 과정에 걸쳐 물 25.4 g 중 아스코르브산 0.27 g의 용액을 계량 투입하였다.
- [0183] 상기 분산액의 고체 함유율은 37.6%였고, 평균 입도는 2.179 μm 였다(광 산란에 의한 측정).
- [0184] 실시예 2 - 비교예:
- [0185] 단지 4작용성 가교제: 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트
- [0186] 수상:
- [0187] 409.45 g 물
- [0188] 416.5 g 폴리비닐 알콜[Mowiol[®] 40/88(수중 10%)]
- [0189] 1.91 g NaNO₂
- [0190] 과, 오일 상:
- [0191] 46.2 g 메틸 메타크릴레이트
- [0192] 9.25 g 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트
- [0193] 40 g 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트
- [0194] 1.55 g 2-에틸 티오글리코네이트
- [0195] 100 g 시트랄(CAS No. 5392-40-5)
- [0196] 300 g 백유(CAS No. 8042-47-5)
- [0197] 의 혼합물을 디스펜서 교반기(직경 5 cm)가 구비된 2 l 반응기에 투입하였다(총량 1362.5 g).
- [0198] 상기 혼합물을 실온에서 3500 rpm 속도로 40 분 동안 분산시킨 후, 앵커 교반기가 구비된 2 l 반응기에 이송하였다. Tert-부틸 퍼피발레이트(이소도데칸 중 75% 농도 용액) 1.33 g 및 세정용의 물 1.15 g을 첨가하고, 반응기를 1 시간의 과정에 걸쳐 70℃로 가열시켰다. 이어서, 상기 반응기 내용물을 1 시간에 걸쳐 85℃로 가열시킨 후, 그 온도에서 1 시간 동안 유지시켰다. Tert-부틸 히드로퍼옥시드 10% 농도의 수용액 4.89 g을 첨가하고, 상기 반응기를 90 분의 과정에 걸쳐 25℃로 냉각시키며, 그 동안 처음 80 분의 과정에 걸쳐 물 25.4 g 중 아스코르브산 0.27 g의 용액을 계량 투입하였다.
- [0199] 상기 분산액의 고체 함유율은 37.8%였고, 평균 입도는 2.737 μm 였다(광 산란에 의한 측정).

- [0200] 실시예 3:
- [0201] 가교제 혼합물: 2작용성 및 4작용성 가교제: 1,4-부탄디올 디아크릴레이트 &
- [0202] 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트
- [0203] 수상:
- [0204] 328.45 g 물
- [0205] 333.2 g 폴리비닐 알콜[Mowiol[®] 40/88 (수중 10%)]
- [0206] 1.53 g NaNO₂
- [0207] 과, 오일 상:
- [0208] 40 g 메틸 메타크릴레이트
- [0209] 24 g 1,4-부탄디올 디아크릴레이트
- [0210] 8 g 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트
- [0211] 8 g 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트
- [0212] 1.24 g 2-에틸 티오글리코네이트
- [0213] 80 g 시트랄(CAS No. 5392-40-5)
- [0214] 240 g 백유(CAS No. 8042-47-5)
- [0215] 의 혼합물을 디스펜서 교반기(직경 5 cm)가 구비된 2 l 반응기에 투입하였다(총량 1090 g).
- [0216] 상기 혼합물을 실온에서 3500 rpm 속도로 40 분 동안 분산시킨 후, 앵커 교반기가 구비된 2 l 반응기에 이송하였다. Tert-부틸 퍼피발레이트(이소도데칸 중 75% 농도 용액) 1.06 g 및 세정용의 물 1.15 g을 첨가하고, 반응기를 1 시간의 과정에 걸쳐 70℃로 가열시켰다. 이어서, 상기 반응기 내용물을 1 시간에 걸쳐 85℃로 가열시킨 후, 그 온도에서 1 시간 동안 유지시켰다. Tert-부틸 히드로퍼옥시드 10% 농도의 수용액 3.91 g을 첨가하고, 상기 반응기를 90 분의 과정에 걸쳐 25℃로 냉각시키며, 그 동안 처음 80 분의 과정에 걸쳐 물 20.3 g 중 아스코르브산 0.22 g의 용액을 계량 투입하였다.
- [0217] 상기 분산액의 고체 함유율은 37.8%였고, 평균 입도는 2.737 μm 였다(광 산란에 의한 측정).
- [0218] 실시예 4:
- [0219] 방출 거동 분석
- [0220] 실시예 1~3의 종결된 분산액을 나이프를 이용하여 상자 상에 페인팅하였다. 냄새 느낌을 손으로 문지르기 전 및 후에 감각적으로 평가하였다(평가 등급 참조).

평가 등급의 정의

| 번호 | 평가 |
|----|--------------|
| 1 | 매우 약간의 냄새 지각 |
| 2 | 뚜렷한 냄새 지각 |
| 3 | 강한 냄새 지각 |

문지름 실험 전

| 실시예 | 1 주 | 2 주 | 2 개월 |
|-----|-----|-----|------|
| 1 | 2 | 1 | 1 |
| 2 | 2 | 1 | 1 |
| 3 | 1-2 | 1 | 1 |

문지름 실험 후

| 실시예 | 1 주 | 2 주 | 2 개월 |
|-----|-----|-----|------|
| 1 | 3 | 1-2 | 1 |
| 2 | 3 | 1-2 | 1 |
| 3 | 3 | 2 | 2 |

[0221]

[0222] 본 발명에 따른 생성물은 장기간 보관 시 냄새 방출을 향상시켰음이 매우 명백하다.

[0223] 냄새 및 향의 캡슐화를 위한 추가 실시예:

[0224] 실시예 5:

[0225] 수상:

[0226] 592 g 물

[0227] 190 g 변성된 셀룰로스[Culminal MHPC 100(수중 5%)]

[0228] 47.5 g 폴리비닐 알콜[Mowiol[®] 15/79(수중 10%)]

[0229] 2.1 g NaNO₂

[0230] 과, 오일 상:

[0231] 55.0 g 메틸 메타크릴레이트

[0232] 33 g 1,4-부탄디올 디아크릴레이트

[0233] 11 g 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트

[0234] 11 g 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트

[0235] 1.7 g 2-에틸 티오글리코네이트

[0236] 110 g 시트랄(CAS No. 5392-40-5)

[0237] 330 g 백유(CAS No. 8042-47-5)

[0238] 의 혼합물을 디스펜서 교반기(직경 5 cm)가 구비된 2 l 반응기에 투입하였다(총량 1431.68 g).

[0239] 상기 혼합물을 실온에서 3500 rpm 속도로 40 분 동안 분산시킨 후, 앵커 교반기가 구비된 2 l 반응기에 이송하였다. Tert-부틸 퍼피발레이트(이소도데칸 중 75% 농도 용액) 1.46 g 및 세정용의 물 1.26 g을 첨가하고, 반응기를 1 시간의 과정에 걸쳐 70℃로 가열시켰다. 이어서, 상기 반응기 내용물을 1 시간에 걸쳐 85℃로 가열시킨 후, 그 온도에서 1 시간 동안 유지시켰다. Tert-부틸 히드로퍼옥시드 10% 농도의 수용액 5.38 g을 첨가하고, 상기 반응기를 90 분의 과정에 걸쳐 25℃로 냉각시키며, 그 동안 처음 80 분의 과정에 걸쳐 물 20 g 중 아스코르브산 0.14 g의 용액을 계량 투입하였다.

[0240] 이러한 방식으로 제조한 분산액을 안정화를 위해 Acticide MBS 0.65 g 및 Actizide MV 0.72 g으로 처리하였다. 유동성을 조절하기 위해, 증점제(Viscalex HV 30®) 6.7 g을 첨가하고, 수산화나트륨 용액(17% 농도)을 첨가하

여 pH를 pH=8로 조절하였다.

[0241] 상기 분산액의 고체 함유율은 37.6%였고, 평균 입도는 $5.567\ \mu\text{m}$ 였다(광 산란에 의한 측정).

[0242] 실시예 6:

[0243] 수상:

[0244] 592 g 물

[0245] 190 g 변성된 셀룰로스[Culminal MHPC 100 (수중 5%)]

[0246] 47.5 g 폴리비닐 알콜[Mowiol[®] 15/79 (수중 10%)]

[0247] 2.1 g NaNO_2

[0248] 과, 오일 상

[0249] 55.0 g 메틸 메타크릴레이트

[0250] 33 g 1,4-부탄디올 디아크릴레이트

[0251] 11 g 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트

[0252] 11 g 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트

[0253] 1.7 g 2-에틸 티오글리코네이트

[0254] 110 g 세제 및 세정제를 위한 냄새 혼합물

[0255] 330 g 백유(CAS No. 8042-47-5)

[0256] 의 혼합물을 디스펜서 교반기(직경 5 cm)가 구비된 2 l 반응기에 투입하였다(총량 1431.68 g).

[0257] 상기 혼합물을 실온에서 3500 rpm 속도로 40 분 동안 분산시킨 후, 앵커 교반기가 구비된 2 l 반응기에 이송하였다. Tert-부틸 퍼피발레이트(이소도데칸 중 75% 농도 용액) 1.46 g 및 세정용의 물 1.26 g을 첨가하고, 반응기를 1 시간의 과정에 걸쳐 70℃로 가열시켰다. 이어서, 상기 반응기 내용물을 1 시간에 걸쳐 85℃로 가열시킨 후, 그 온도에서 1 시간 동안 유지시켰다. Tert-부틸 히드로퍼옥시드 10% 농도의 수용액 5.38 g을 첨가하고, 상기 반응기를 90 분의 과정에 걸쳐 25℃로 냉각시키며, 그 동안 처음 80 분의 과정에 걸쳐 물 28 g 중 아스코르브산 0.3 g의 용액을 계량 투입하였다.

[0258] 이러한 방식으로 제조한 분산액을 안정화를 위해 Acticide MBS 0.65 g 및 Actizide MV 0.72 g으로 처리하였다. 유동성을 조절하기 위해, 증점제(Viscalex HV 30[®]) 6.7 g을 첨가하고, 수산화나트륨 용액(17% 농도)을 첨가하여 pH를 pH=8로 조절하였다.

[0259] 상기 분산액의 고체 함유율은 36.8%였고, 평균 입도는 $5.448\ \mu\text{m}$ 였다(광 산란에 의한 측정).

[0260] 실시예 7:

[0261] 수상:

[0262] 216.62 g 물

[0263] 95.15 g 변성된 셀룰로스[Culminal MHPC 100 (수중 5%)]

[0264] 23.65 g 폴리비닐 알콜[Mowiol[®] 15/79 (수중 10%)]

[0265] 1.1 g NaNO_2

[0266] 과, 오일 상:

[0267] 22.0 g 메틸 메타크릴레이트

[0268] 16.5 g 1,4-부탄디올 디아크릴레이트

[0269] 11 g 메타크릴산

- [0270] 5.5 g 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트
- [0271] 55 g 세제 및 세정제를 위한 냄새 혼합물
- [0272] 165 g 백유 (CAS No. 8042-47-5)
- [0273] 의 혼합물을 디스펜서 교반기(직경 5 cm)가 구비된 2 l 반응기에 투입하였다(총량 629.14 g).
- [0274] 상기 혼합물을 실온에서 3500 rpm 속도로 40 분 동안 분산시킨 후, 앵커 교반기가 구비된 2 l 반응기에 이송하였다. Tert-부틸 퍼피발레이트(이소도데칸 중 75% 농도 용액) 0.73 g 및 세정용의 물 1 g을 첨가하고, 반응기를 1 시간의 과정에 걸쳐 70℃로 가열시켰다. 이어서, 상기 반응기 내용물을 1 시간에 걸쳐 85℃로 가열시킨 후, 그 온도에서 1 시간 동안 유지시켰다. Tert-부틸 히드로퍼옥시드 10% 농도의 수용액 2.75 g을 첨가하고, 상기 반응기를 90 분의 과정에 걸쳐 25℃로 냉각시키며, 그 동안 처음 80 분의 과정에 걸쳐 물 14 g 중 아스코르브산 0.14 g의 용액을 계량 투입하였다.
- [0275] 상기 분산액의 고체 함유율은 41.1%였고, 평균 입도는 2.264 μm 였다(광 산란에 의한 측정).
- [0276] 실시예 8:
- [0277] 수상:
- [0278] 427.12 g 물
- [0279] 138.4 g 변성된 셀룰로스[Culminal MHPC 100 (수중 5%)]
- [0280] 34.4 g 폴리비닐 알콜[Mowiol[®] 15/79 (수중 10%)]
- [0281] 1.53 g NaNO_2
- [0282] 과, 오일 상:
- [0283] 40.0 g 메틸 메타크릴레이트
- [0284] 24 g 1,4-부탄디올 디아크릴레이트
- [0285] 8 g 디메틸아미노메틸 메타크릴레이트
- [0286] 8 g 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트
- [0287] 1.24 g 2-에틸헥실 티오글리콜레이트
- [0288] 80 g 세제 및 세정제를 위한 냄새 혼합물
- [0289] 240 g 백유(CAS No. 8042-47-5)
- [0290] 의 혼합물을 디스펜서 교반기(직경 5 cm)가 구비된 2 l 반응기에 투입하였다(총량 1003 g).
- [0291] 상기 혼합물을 실온에서 3500 rpm 속도로 40 분 동안 분산시킨 후, 앵커 교반기가 구비된 2 l 반응기에 이송하였다. Tert-부틸 퍼네오데카노에이트 0.8 g 및 세정용의 물 1 g을 첨가하고, 반응기를 1 시간의 과정에 걸쳐 50℃로 가열시켰다. 이어서, 상기 반응기 내용물을 1 시간에 걸쳐 70℃로 가열시킨 후, 그 온도에서 1 시간 동안 유지시켰다. Tert-부틸 히드로퍼옥시드 10% 농도의 수용액 3.91 g을 첨가하고, 상기 반응기를 90 분의 과정에 걸쳐 25℃로 냉각시키며, 그 동안 처음 80 분의 과정에 걸쳐 물 25 g 중 아스코르브산 0.22 g의 용액을 계량 투입하였다.
- [0292] 상기 분산액의 고체 함유율은 33.6%였고, 평균 입도는 2.27 μm 였다(광 산란에 의한 측정).
- [0293] 실시예 9:
- [0294] 수상:
- [0295] 359.6 g 물
- [0296] 172.02 g 변성된 셀룰로스[Culminal MHPC 100 (수중 5%)]
- [0297] 86.01 g 폴리비닐 알콜[Mowiol[®] 15/79 (수중 10%)]

| | | |
|--------|---|-------------------------------------|
| [0298] | 1.58 g | NaNO ₂ |
| [0299] | 과, 오일 상 | |
| [0300] | 40.51 g | 메틸 메타크릴레이트 |
| [0301] | 25.8 g | 1,4-부탄디올 디아크릴레이트 |
| [0302] | 8.6 g | 디메틸아미노메틸 메타크릴레이트 |
| [0303] | 8.6 g | 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트 |
| [0304] | 1.33 g | 2-에틸헥실 티오글리콜레이트 |
| [0305] | 86.01 g | 세제 및 세정제를 위한 냄새 혼합물 |
| [0306] | 258.02 g | C12-15 벤조산 알킬에스테르(CAS 68411-27-8) |
| [0307] | 의 혼합물을 디스펜서 교반기(직경 5 cm)가 구비된 2 l 반응기에 투입하였다(총량 1049 g). | |
| [0308] | 상기 혼합물을 실온에서 3500 rpm 속도로 40 분 동안 분산시킨 후, 앵커 교반기가 구비된 2 l 반응기에 이송하였다. Tert-부틸 퍼네오테카노에이트 0.86 g 및 세정용의 물 1 g을 첨가하고, 반응기를 1 시간의 과정에 걸쳐 50℃로 가열시켰다. 이어서, 상기 반응기 내용물을 1 시간에 걸쳐 70℃로 가열시킨 후, 그 온도에서 1 시간 동안 유지시켰다. 이어서, Tert-부틸 히드로퍼옥시드 10% 농도의 수용액 4.3 g을 첨가하고, 상기 반응기를 90 분의 과정에 걸쳐 25℃로 냉각시키며, 그 동안 처음 80 분의 과정에 걸쳐 물 21 g 중 아스코르브산 0.23 g의 용액을 계량 투입하였다. | |
| [0309] | 상기 분산액의 고체 함유율은 39.8%였고, 평균 입도는 2.89 μm 였다(광 산란에 의한 측정). | |
| [0310] | <u>실시예 10:</u> | |
| [0311] | 수상: | |
| [0312] | 268.07 g | 물 |
| [0313] | 128 g | 변성된 셀룰로스[Culminal MHPG 100 (수중 5%)] |
| [0314] | 64 g | 폴리비닐 알콜[Mowiol® 15/79 (수중 10%)] |
| [0315] | 1.22 g | NaNO ₂ |
| [0316] | 과, 오일 상: | |
| [0317] | 30.14 g | 메틸 메타크릴레이트 |
| [0318] | 19.2 g | 1,4-부탄디올 디아크릴레이트 |
| [0319] | 6.4 g | 디메틸아미노메틸 메타크릴레이트 |
| [0320] | 6.4 g | 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트 |
| [0321] | 0.99 g | 2-에틸헥실 티오글리콜레이트 |
| [0322] | 102.4 g | 세제 및 세정제를 위한 냄새 혼합물 |
| [0323] | 153.6 g | C12-15 벤조산 알킬 에스테르(CAS 68411-27-8) |
| [0324] | 의 혼합물을 디스펜서 교반기(직경 5 cm)가 구비된 2 l 반응기에 투입하였다(총량 780 g). | |
| [0325] | 상기 혼합물을 실온에서 3500 rpm 속도로 40 분 동안 분산시킨 후, 앵커 교반기가 구비된 2 l 반응기에 이송하였다. Tert-부틸 퍼네오테카노에이트 1.28 g 및 세정용의 물 1 g을 첨가하고, 반응기를 1 시간의 과정에 걸쳐 50℃로 가열시켰다. 이어서, 상기 반응기 내용물을 1 시간에 걸쳐 70℃로 가열시킨 후, 그 온도에서 1 시간 동안 유지시켰다. 이어서, Tert-부틸 히드로퍼옥시드 10% 농도의 수용액 3.2 g을 첨가하고, 상기 반응기를 90 분의 과정에 걸쳐 25℃로 냉각시키며, 그 동안 처음 80 분의 과정에 걸쳐 물 18.6 g 중 아스코르브산 0.17 g의 용액을 계량 투입하였다. | |

[0326] 상기 분산액의 고체 함유율은 37%였고, 평균 입도는 2.18 μm 였다(광 산란에 의한 측정).