

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7209690号
(P7209690)

(45)発行日 令和5年1月20日(2023.1.20)

(24)登録日 令和5年1月12日(2023.1.12)

(51)国際特許分類	F I
B 0 1 J 13/14 (2006.01)	B 0 1 J 13/14
C 1 1 D 3/20 (2006.01)	C 1 1 D 3/20
C 1 1 D 17/08 (2006.01)	C 1 1 D 17/08
C 1 1 D 3/33 (2006.01)	C 1 1 D 3/33
C 1 1 D 3/26 (2006.01)	C 1 1 D 3/26

請求項の数 9 (全11頁)

(21)出願番号	特願2020-503882(P2020-503882)	(73)特許権者	502141050 ダウ グローバル テクノロジーズ エル エルシー アメリカ合衆国 ミシガン州 4 8 6 7 4 ，ミッドランド，エイチ エイチ ダウ ウェイ 2 2 1 1
(86)(22)出願日	平成30年7月10日(2018.7.10)	(74)代理人	100092783 弁理士 小林 浩
(65)公表番号	特表2020-529306(P2020-529306 A)	(74)代理人	100095360 弁理士 片山 英二
(43)公表日	令和2年10月8日(2020.10.8)	(74)代理人	100120134 弁理士 大森 規雄
(86)国際出願番号	PCT/US2018/041369	(74)代理人	100104282 弁理士 鈴木 康仁
(87)国際公開番号	WO2019/027632	(72)発明者	チェン、シュエ
(87)国際公開日	平成31年2月7日(2019.2.7)		
審査請求日	令和3年6月28日(2021.6.28)		
(31)優先権主張番号	62/539,169		
(32)優先日	平成29年7月31日(2017.7.31)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 カプセル化方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

活性物質をカプセル化する方法であって、

前記活性物質、マイケル供与体として機能する化合物、およびマイケル受容体として機能する化合物を含む、第1の混合物を調製すること、

水および乳化剤を含む第2の混合物を調製すること、

前記第1の混合物、前記第2混合物、およびマイケル触媒として機能する化合物を組み合わせることにより、反応混合物を調製すること、

前記反応混合物を攪拌すること、を含み、

前記活性物質の水への溶解度が、25で最大0.5% (w/w)であり、
前記マイケル供与体として機能する化合物が、アセトアセテートエステル、シアノアセテートエステル、およびマロン酸エステルからなる群から選択され、

前記マイケル受容体として機能する化合物が、多官能性アクリレートであり、

多官能性アクリレートが、1,4-ブタンジオールジアクリレート、ジプロピレングリコールジアクリレート、シクロヘキサジメタノールジアクリレート、アルコキシ化ヘキサジジオールジアクリレート、ビスフェノールAジアクリレート、アクリル化ビスフェノールAジグリシジルエーテル、ジエチレングリコールジアクリレート、エトキシ化ビスフェノールAジアクリレート、1,6-ヘキサジジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、プロポキシ化ネオペンチルグリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリエチレン

グリコールジアクリレート、およびトリプロピレングリコールジアクリレートからなる群から選択される、ジアクリレートであるか；

多官能性アクリレートが、トリメチロプロパントリアクリレート、エトキシ化トリメチロプロパントリアクリレート、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートトリアクリレート、プロポキシ化グリセリルトリアクリレート、およびペンタエリスリトールトリアクリレートからなる群から選択される、トリアクリレートであるか、

前記多官能性アクリレートが、プロポキシ化トリメチロールプロパン、アクリル化ポリエステルオリゴマー、およびアクリル化ウレタンオリゴマーからなる群から選択される、
方法。

【請求項 2】

前記アセトアセテートエステルが、エチルアセトアセテート、1-ブチルアセトアセテート、メチルアセトアセテート、2-エチルヘキシルアセトアセテート、ラウリルアセトアセテート、アリルアセトアセテート、1,4-ブタンジオールジアセトアセテート、1,6-ヘキサジオールジアセトアセテート、ネオペンチルグリコールジアセトアセテート、シクロヘキサジメタノールジアセトアセテート、エトキシ化ビスフェノールAジアセトアセテート、トリメチロールプロパントリアセトアセテート、グリセリントリアセトアセテート、およびペンタエリスリトールテトラアセトアセテートから選択される、モノ、ジ、トリ、またはテトラアセトアセテートである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記シアノアセテートエステルが、エチルシアノアセテート、ブチルシアノアセテート、メチルシアノアセテート、2-エチルヘキシルシアノアセテート、ラウリルシアノアセテート、アリルシアノアセテート、および1,4-ブタンジオールビス(シアノアセテート)からなる群から選択される、モノまたはビスシアノアセテートである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記マロン酸エステルが、マロン酸ジエチル、マロン酸ジメチル、マロン酸ジブチル、マロン酸ビス(2-エチルヘキシル)、マロン酸ジラウリル、およびマロン酸ジアリルからなる群から選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記マイケル受容体として機能する化合物が、1,4-ブタンジオールジアクリレート、ジプロピレングリコールジアクリレート、シクロヘキサジメタノールジアクリレート、アルコキシ化ヘキサジオールジアクリレート、ビスフェノールAジアクリレート、アクリル化ビスフェノールAジグリシジルエーテル、ジエチレングリコールジアクリレート、エトキシ化ビスフェノールAジアクリレート、1,6-ヘキサジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、プロポキシ化ネオペンチルグリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、およびトリプロピレングリコールジアクリレートからなる群から選択される、ジアクリレートである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記マイケル受容体として機能する化合物が、トリメチロプロパントリアクリレート、エトキシ化トリメチロプロパントリアクリレート、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートトリアクリレート、プロポキシ化グリセリルトリアクリレート、およびペンタエリスリトールトリアクリレートからなる群から選択される、トリアクリレートである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記マイケル受容体として機能する化合物が、プロポキシ化トリメチロールプロパン、アクリル化ポリエステルオリゴマー、およびアクリル化ウレタンオリゴマーからなる群から選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記マイケル触媒として機能する化合物が、1,1,3,3-テトラメチルグアニジン

10

20

30

40

50

、1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデカ-7-エン、NaOH、KOH、K₂CO₃からなる群から選択される、請求項1に記載の方法。

【請求項9】

前記活性物質が、テトラアセチルエチレンジアミンおよびトリアセチルエチレンジアミンの一方または両方を含む、請求項1に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

活性物質をカプセル化することが望ましい用途は多く存在する。例えば、衣料用布地などの織物は、通常、洗剤成分と漂白剤などの他の任意選択の活性物質の組み合わせである洗剤配合物と織物とを接触させることにより洗浄される。使いやすさのために、多くの洗剤配合物ユーザーは、洗剤と任意選択の活性物質を単一の製品に組み込む一体型の製品を好む。さらに、多くのユーザーは、固体または粒状製品と比較して、この製品が液体であることを好む。水に感受性である活性物質は、他の多くの用途でも同様に有用である。

10

【0002】

一般的な活性物質の1つは、テトラアセチルエチレンジアミン(TAED)である。TAEDは、ペルオキシ漂白活性化剤および微生物制御剤として機能する。TAEDは、固形洗剤製品で広く使用されている。TAEDは、一部に水を含む液体洗剤配合物では、加水分解されると、TAEDが反応して、洗剤活性物質として有効ではないN,N'-ジアセチルエチレンジアミン(DAED)を形成するため、洗剤活性物質としての有効性を失う。そのため、TAEDは、変性させずに使用する場合、水性配合物の活性物質としては理想的ではない。トリアセチルエチレンジアミン(TriAED)は、別の活性物質である。水を含有する配合物における使用に好適な活性物質を含有する添加剤を調製するための方法が所望される。

20

【発明の概要】

【0003】

活性物質をカプセル化する方法であって、活性物質、マイケル供与体として機能する化合物、およびマイケル受容体として機能する化合物を含む第1の混合物を調製すること、水および乳化剤を含む第2の混合物を調製すること、第1の混合物、第2混合物、およびマイケル触媒として機能する化合物を組み合わせることにより、反応混合物を調製すること、反応混合物を攪拌すること、を含み、活性物質の水への溶解度が、25で最大0.5%(w/w)である、方法。

30

【発明を実施するための形態】

【0004】

本開示は、活性物質と、マイケル反応の一部としての、マイケル供与体として機能する化合物およびマイケル受容体として機能する化合物の反応生成物とを含む添加剤を調製するための方法を説明する。マイケル反応の一部としての、マイケル供与体として機能する化合物とマイケル受容体として機能する化合物との反応生成物は、本明細書では概してマイケル生成物と称される。マイケル反応は、マイケル触媒の存在下で、求核試薬(マイケル供与体として機能する化合物)をカルボニル化合物(マイケル受容体として機能する化合物)に求核付加することである。

40

【0005】

マイケル供与体として機能する化合物は、アセトアセテートエステル、シアノアセテートエステル、およびマロン酸エステルからなる群から選択される。一例では、アセトアセテートエステルは、モノ、ジ、トリ、またはテトラアセトアセテートであり、好ましくは、エチルアセトアセテート、1-ブチルアセトアセテート、メチルアセトアセテート、2-エチルヘキシルアセトアセテート、ラウリルアセトアセテート、アリルアセトアセテート、1,4-ブタンジオールジアセトアセテート、1,6-ヘキサジオールジアセトアセテート、ネオペンチルグリコールジアセトアセテート、シクロヘキサジメタノールジアセトアセテート、エトキシ化ビスフェノールAジアセトアセテート、トリメチロール

50

プロパントリアセトアセテート、グリセリントリアセトアセテート、またはペンタエリスリトールテトラアセトアセテートのうちの1つである。一例では、シアノアセテートエステルは、モノまたはビスシアノアセテートであり、好ましくは、エチルシアノアセテート、ブチルシアノアセテート、メチルシアノアセテート、2-エチルヘキシルシアノアセテート、ラウリルシアノアセテート、アシルシアノアセテート、および1,4-ブタンジオールビス(シアノアセテート)のうちの1つである。一例では、マロン酸エステルは、マロン酸ジエチル、マロン酸ジメチル、マロン酸ジブチル、マロン酸ビス(2-エチルヘキシル)、マロン酸ジラウリル、またはマロン酸ジアシルのうちの1つである。

【0006】

マイケル受容体として機能する化合物は、多官能性アクリレートである。一例では、多官能性アクリレートは、1,4-ブタンジオールジアクリレート、ジプロピレングリコールジアクリレート、シクロヘキサジメタノールジアクリレート、アルコキシ化ヘキサジジオールジアクリレート、ビスフェノールAジアクリレート、アクリル化ビスフェノールAジグリシジルエーテル、ジエチレングリコールジアクリレート、エトキシ化ビスフェノールAジアクリレート、1,6-ヘキサジジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、プロポキシ化ネオペンチルグリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、およびトリプロピレングリコールジアクリレートのうちの1つ、好ましくは選択されるジアクリレートである。一例では、多官能性アクリレートは、トリメチロプロパントリアクリレート、エトキシ化トリメチロプロパントリアクリレート、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートトリアクリレート、プロポキシ化グリセリルトリアクリレート、およびペンタエリスリトールトリアクリレートのうちの1つから好ましくは選択される、トリアクリレートである。一例では、多官能性アクリレートは、プロポキシ化トリメチロールプロパン、アクリル化ポリエステルオリゴマー、またはアクリル化ウレタンオリゴマーである。

【0007】

マイケル反応は、マイケル触媒として機能する化合物を含む反応混合物中で行われる。好ましくは、マイケル触媒は、有機塩基または無機塩基である。マイケル触媒として機能する化合物の例には、1,1,3,3-テトラメチルグアニジン、1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデカ-7-エン、NaOH、KOH、K₂CO₃が挙げられる。

【0008】

マイケル触媒として機能する化合物は、マイケル供与体として機能する化合物の総モル当量0.1~1.0で反応混合物中に存在することが好ましい。反応混合物は、水、アルコール、エーテル、炭化水素、または塩素化炭化水素を含む溶媒の存在下または非存在下で実行され得る。温度は、-10~150の範囲であり得る。マイケル供与体として機能する化合物は、好ましくは、0.5:1~2.0:1の範囲にある、マイケル受容体として機能する化合物との割合で存在する。

【0009】

本明細書に記載の添加剤は、まず分散相を提供することにより調製される。分散相には水および乳化剤が含まれる。一例では、乳化剤は水溶性ポリマーである。一例では、乳化剤はポリビニルアルコールまたは置換セルロースである。好適な乳化剤の例には、メチルセルロース、脂肪アルコールのエトキシレート、ソルビタンエステル、ポリグリセロール脂肪酸エステル、および有機酸モノグリセリドが挙げられる。それとは別に、マイケル供与体として機能する化合物、マイケル受容体として機能する化合物、および活性物質を、反応混合物中で組み合わせる。分散相を反応混合物に加え、混合して、エマルションを形成する。次いで、マイケル触媒として機能する化合物を、添加剤がエマルション中に懸濁したビーズとして形成されるまで、混合しながらエマルションに添加する。固体添加剤ビーズを単離し、篩に押し通すなどして微粒子に形成する。

【0010】

添加剤は、活性物質の90重量パーセント以下、マイケル生成物の10重量パーセン

10

20

30

40

50

ト以上である。添加剤は、活性物質の75重量パーセント以下、マイケル生成物の25重量パーセント以上である。好ましくは、添加剤は、活性物質の50重量パーセント以下、マイケル生成物の50重量パーセント以上である。

【0011】

本明細書に記載の添加剤は、水溶液系での安定性が、活性物質、例えばT A E D単独よりも良好である。例えば、添加剤が洗剤添加剤であり、洗濯機において使用される場合、活性物質はコポリマーから放出されて、この活性物質が洗浄システム内で利用可能となり、その洗浄性強化機能を果たす。

【0012】

添加剤顆粒を任意選択で粉碎または製粉して粉末形態にし、放出特性が制御または遅延された固体活性成分を得ることができる。

10

【0013】

本明細書に記載されるように、添加剤は、活性物質をカプセル化するか、または部分的にカプセル化する。本明細書で使用される場合、「カプセル化された」とは、マイケル生成物ネットワーク内に結合または保持されている活性物質を指す。本明細書に記載の添加剤は、誘因事象（本開示の文脈では、誘因事象は洗濯機内での使用であり得る）中に活性物質を放出するように設計される。カプセル化されている活性物質に言及する場合、それは、誘因事象の前にマイケル生成物ネットワーク内に保持されている活性物質を指す。本開示の方法に従って調製された添加剤は、カプセル化効率が30～100パーセントである。好ましくは、本開示の方法に従って調製された添加剤は、カプセル化効率が60～100パーセントである。より好ましくは、本開示の方法に従って調製された添加剤は、カプセル化効率が90～100パーセントである。本明細書で使用される場合、「カプセル化効率」は、添加剤のマイケル生成物ネットワークにおいてカプセル化される見込みのある活性物質の割合を指す。

20

【0014】

本明細書に記載の方法は、他の種類の固体粉末系の調製に好適である。例えば、本明細書に記載の方法には、布地柔軟剤、洗剤活性物質、漂白剤活性物質、肥料、微量栄養素、害虫駆除剤（殺真菌剤、殺菌剤、殺虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤など）、殺生物剤、微生物防除剤、ポリマー潤滑剤、難燃剤、顔料、染料、尿素阻害剤、食品添加物、香料、医薬品、組織、抗酸化剤、化粧品成分（香料、香水など）、土壌改良剤（防汚剤、汚れ放出剤など）、触媒、診断薬、光保護薬（UVブロッカーなど）をカプセル化することが含まれるが、これらに限定されない。

30

【0015】

活性物質は、本明細書に記載のカプセル化方法に適合するために、水への溶解度が非常に低いように選択される。好ましくは、活性物質の水への溶解度は、25で1%（w/w）以下である。好ましくは、活性物質の水への溶解度は、25で0.5%（w/w）以下である。本明細書で使用される場合、（w/w）は、水の特定の温度での水の重量あたりの活性物質の重量を指す。

【実施例】

【0016】

材料およびカプセル化の実施例

実施例1

ペンタエリスリトールトリアクリレート（SR444）は、Sartomer Companyから入手した。T A E DはAlfa Aesarから入手した。他のすべての化学物質は、Sigma-Aldrichから入手し、受け取ったままで使用した。脱イオン（DI）水を、さらに精製することなく使用した。

40

【表 1】

表 1－実施例 1 の配合物

成分の種類	成分	配合物 (g)
マイケル受容体	SR444 (サートマー製)	13. 45
マイケル供与体	メチルアセトアセテート	6. 55
漂白剤活性物質	TAED	10. 0
触媒	TMG (1, 1, 3, 3-テトラメチルグアニジン)	2. 60
分散相	DI水	19. 24
	2. 5%メチルセルロース溶液	3. 36

10

【0017】

表 1 に列挙した配合に従って、分散相 (DI 水、メチルセルロース) を小さなガラス瓶中で、攪拌棒を用いて 2 分間攪拌しながら調製した。

【0018】

表 1 に示すように、所定量のマイケル供与体、マイケル受容体、および TAED を、攪拌ロッドおよび 2 つのガラスストッパーを備えた 100 ml の 3 つ口フラスコに加えた。マイケル供与体およびマイケル受容体の合計量は 20 グラムであるため、マイケル受容体とマイケル供与体との組み合わせに対する TAED の重量比は 1 : 2 である。攪拌ロッドを高速オーバーヘッド攪拌機に接続し、ミキサーの電源をゆっくりと入れた。2 分間攪拌した後、攪拌を停止し、分散相をフラスコに加えた。攪拌機の電源を入れ、回転数を最大 2500 rpm まで徐々に上げた。高速攪拌を 2 分間続けた後、さらに 2 分間、2000 rpm に減速した。1, 1, 3, 3 - テトラメチルグアニジン (TMG) を、攪拌したエマルジョンに滴下した。2 時間攪拌した後、ポリマービーズを得た。固体粒子を単離し、DI 水で洗浄し、遠心分離した。固体粒子を収集し、35 の真空オープンで 2 時間乾燥させた。固体は、200 ミクロンの篩に押し通すことで容易に砕けて微粒子となった。

20

30

実施例 2

【表 2】

表 2 : 実施例 2 の配合表

	成分	配合物 (g)
マイケル受容体	SR444	6. 31
マイケル供与体	メチルアセトアセテート	3. 69
漂白剤活性物質	TAED	30
触媒	TMG	1. 47
分散相	DI水	58. 5
	2. 5%メチルセルロース溶液	10. 2

40

【0019】

実施例 1 の手順を、実施例 2 の配合物について繰り返した。得られた固体生成物は、500 ミクロンの篩に押し通すことで容易に砕けて微粒子となった。マイケル供与体とマイケル受容体との組み合わせに対する TAED の重量比は 3 : 1 である。

実施例 3 :

50

【表 3】

表 3：実施例 3 の配合表

	成分	配合物 (g)
マイケル受容体	SR444	13. 45
マイケル供与体	メチルアセトアセテート	6. 55
漂白剤活性物質	TAED	10. 0
触媒	TMG	3. 9
分散相	DI水	19. 2
	2. 5%メチルセルロース溶液	3. 4

10

【0020】

実施例 1 の手順を、実施例 3 の配合物について繰り返した。得られた固体生成物は粉末様であった。マイケル供与体とマイケル受容体との組み合わせに対する T A E D の重量比は 1 : 2 である。

【0021】

カプセル化性能評価

方法 1：青色食用色素の漂白（酸化）

5 滴の水性青色食用色素（F D & C blue # 1、トリアリールメタン色素）を 500 ml の水に加え、1 時間混合して、均一な色素 / 水溶液を生成した。表 4 に詳述するように、1 グラムの色素 / 水溶液、Sigma - Aldrich から購入した 1 グラムの H₂O₂ 30 % 水溶液、および目標量の T A E D（表 4 に列挙のとおり）をバイアルに加え、5 分間混合した。

20

【0022】

漂白（酸化）性能を示す青色の消失を 12 時間後に評価し、対照試料および比較試料と比較した。対照試料および比較試料を、表 4 に提供する配合に従って調製した（比較試料で提供される T A E D はカプセル化されていないが、バイアルに直接提供される；対照試料は T A E D のない H₂O₂ である）。

【表 4】

表 4：食用色素評価の試料配合

バイアル	色素水溶液 (g)	30 % H ₂ O ₂ (g)	TAED粉末 (g)	TAED実施例	12時間後の観察
対照	1	1	0	TAEDなし	変化なし
比較例	1	1	0. 02	カプセル化されていないTAED	退色
1	1	1	0. 04	実施例1に記載のように調製	類似色

30

【0023】

表 4 に示すように、室温で一晩（12 時間）放置した後、カプセル化されていない T A E D を含む比較バイアルは、青色を漂白した（退色）。過酸化水素を含み、T A E D を含まない対照バイアルには、観察可能な色の変化はなかった。カプセル化した T A E D を有するバイアル 1 は、12 時間後に同様の青色を有することが観察され、良好なカプセル化効率が示された。

40

【0024】

方法 2：T A E D の D A E D への加水分解を決定するための H P L C 分析

カプセル化されていない 0. 5 グラムの T A E D と、表 1、2、および 3 に列挙した実施例から選択したカプセル化された T A E D 粉末とを、各々個々に、20 g の A 1 1（商標）M i g h t y P a c（商標）の洗剤を含むバイアルに加え、10 分間振盪した。1 滴（約 0. 1 g）の各バイアルからの混合物を、10 g の 1 : 3 のアセトニトリル / H₂O 溶媒を含む別のバイアルに個々に加え、15 分間超音波処理して固体 T A E D を完全

50

に溶解させた。調製した試料のジアセチルエチレンジアミン (DAED) の濃度を、クォータナリポンプおよびダイオードアレイ検出器を備えた Agilent 1100 高速液体クロマトグラフィ (HPLC) を使用して測定した。HPLC 法の条件を表 5 に要約する。

【表 5】

表 5 : HPLC 試験条件

システム	クォータナリポンプおよびダイオードアレイ検出器を備えた Agilent 1100		
カラム	Eclipse XDB-C18 : 4.6mm×50mm×5μm		
カラム温度	40°C		
注入量	1μL の試料		
流量	1mL/分		
移動相	A=18.2MΩ-cm の水、B=アセトニトリル		
勾配	時間	組成	
	(分)	%A	%B
	0.0	65	35
	3.5	0	100
5.5	0	100	
平衡時間	2.5分		
総実行時間	約 10		
検出	216nm での UV (DAD)、BW 4nm、1cm セル (TAED) 205nm での UV (DAD)、BW 4nm、1cm セル (DAED)		

【表 6】

表 6 : DAED 濃度の HPLC 評価結果 (%)

	初日	2 日目	7 日目	20 日目	36 日目
カプセル化されていない TAED	0.0000	0.1162	0.2845	0.5928	0.7602
実施例 1	0.0000	0.0000	0.0345	0.0753	0.0594
実施例 2	0.0000	0.0488	0.1247	0.2072	0.2670
実施例 3	0.0000	0.0427	0.1125	0.1810	0.2274

【0025】

表 6 に示すように、全くカプセル化されていない TAED の場合、DAED 濃度は劇的に増加するが、他の例では、DAED は緩徐に増加した。DAED は TAED の分解から生成されたため、DAED の緩徐な放出特性は、カプセル化効率が良好であり、カプセル化シェルによる保護が効果的であることを示す。

本願は以下の態様にも関する。

(1) 活性物質をカプセル化する方法であって、

前記活性物質、マイケル供与体として機能する化合物、およびマイケル受容体として機能する化合物を含む、第 1 の混合物を調製すること、

水および乳化剤を含む第 2 の混合物を調製すること、

前記第 1 の混合物、前記第 2 混合物、およびマイケル触媒として機能する化合物を組み合わせることにより、反応混合物を調製すること、

前記反応混合物を攪拌すること、を含み、

前記活性物質の水への溶解度が、25 で最大 0.5% (w/w) である、方法。

(2) 前記マイケル供与体として機能する化合物が、アセトアセテートエステル、シア

ノアセテートエステル、およびマロン酸エステルからなる群から選択される、前記(1)に記載の方法。

(3) 前記アセトアセテートエステルが、エチルアセトアセテート、1-ブチルアセトアセテート、メチルアセトアセテート、2-エチルヘキシルアセトアセテート、ラウリルアセトアセテート、アリルアセトアセテート、1,4-ブタンジオールジアセトアセテート、1,6-ヘキサジオールジアセトアセテート、ネオペンチルグリコールジアセトアセテート、シクロヘキサジメタノールジアセトアセテート、エトキシ化ビスフェノールAジアセトアセテート、トリメチロールプロパントリアセトアセテート、グリセリントリアセトアセテート、およびペンタエリスリトールテトラアセトアセテートから選択される、モノ、ジ、トリ、またはテトラアセトアセテートである、前記(2)に記載の方法。

10

(4) 前記シアノアセテートエステルが、エチルシアノアセテート、ブチルシアノアセテート、メチルシアノアセテート、2-エチルヘキシルシアノアセテート、ラウリルシアノアセテート、アリルシアノアセテート、および1,4-ブタンジオールビス(シアノアセテート)からなる群から選択される、モノまたはビスシアノアセテートである、前記(2)に記載の方法。

(5) 前記マロン酸エステルが、マロン酸ジエチル、マロン酸ジメチル、マロン酸ジブチル、マロン酸ビス(2-エチルヘキシル)、マロン酸ジラウリル、およびマロン酸ジアリルからなる群から選択される、前記(2)に記載の方法。

(6) 前記マイケル受容体として機能する化合物が、多官能性アクリレートである、前記(1)~(5)のいずれか一項に記載の方法。

20

(7) 前記多官能性アクリレートが、1,4-ブタンジオールジアクリレート、ジプロピレングリコールジアクリレート、シクロヘキサジメタノールジアクリレート、アルコキシ化ヘキサジオールジアクリレート、ビスフェノールAジアクリレート、アクリル化ビフェノールAジグリシジルエーテル、ジエチレングリコールジアクリレート、エトキシ化ビスフェノールAジアクリレート、1,6-ヘキサジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、プロポキシ化ネオペンチルグリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、およびトリプロピレングリコールジアクリレートからなる群から選択される、ジアクリレートである、前記(6)に記載の方法。

(8) 前記多官能性アクリレートが、トリメチロールプロパントリアクリレート、エトキシ化トリメチロールプロパントリアクリレート、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートトリアクリレート、プロポキシ化グリセリルトリアクリレート、およびペンタエリスリトールトリアクリレートからなる群から選択される、トリアクリレートである、前記(6)に記載の方法。

30

(9) 前記多官能性アクリレートが、プロポキシ化トリメチロールプロパン、アクリル化ポリエステルオリゴマー、およびアクリル化ウレタンオリゴマーからなる群から選択される、前記(6)に記載の方法。

(10) 前記マイケル触媒として機能する化合物が、有機塩基または無機塩基である、前記(1)~(9)のいずれか一項に記載の方法。

(11) 前記マイケル触媒として機能する化合物が、1,1,3,3-テトラメチルゲアニジン、1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデカ-7-エン、NaOH、KOH、 K_2CO_3 からなる群から選択される、前記(10)に記載の方法。

40

(12) 前記活性剤が、布地柔軟剤、洗剤、漂白剤活性物質、肥料、微量栄養素、害虫駆除剤、殺真菌剤、殺菌剤、殺虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤、殺生物剤、微生物防除剤、ポリマー潤滑剤、難燃剤、顔料、染料、尿素阻害剤、食品添加物、香料、医薬品、組織、抗酸化剤、香料、土壌改良剤、触媒、診断薬、および光保護薬からなる群から選択される、前記(1)~(11)のいずれか一項に記載の方法。

(13) 前記活性物質が、テトラアセチルエチレンジアミンおよびトリアセチルエチレンジアミンの一方または両方を含む、前記(12)に記載の方法。

(14) 前記乳化剤が水溶性ポリマーである、前記(1)~(13)のいずれか一項に記載の

50

方法。

(1 5) 前記乳化剤がポリビニルアルコールまたは置換セルロースである、前記 (1 ~ 1 4 のいずれか一項に記載の方法。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- アメリカ合衆国 テキサス州 77566 レーク ジャクソン, エイブナー ジャクソン パークウェイ 230
- (72)発明者 チン、シン
- アメリカ合衆国 ペンシルバニア州 19312 バーウィン, ウォーターフォード サークル 113
- (72)発明者 カガ、アン
- アメリカ合衆国 テキサス州 77566 レーク ジャクソン, エイブナー ジャクソン パークウェイ 230
- 審査官 井上 恵理
- (56)参考文献 国際公開第2017/134308 (WO, A1)
- 特開2007-217686 (JP, A)
- 特表2001-510501 (JP, A)
- 特表2016-537467 (JP, A)
- 特表2005-505653 (JP, A)
- 特開2011-219713 (JP, A)
- 特開2003-212975 (JP, A)
- 特開2005-320538 (JP, A)
- 特表2004-527291 (JP, A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
- B01J13/02 - 13/22
- C09K23/00 - 23/56
- A61K 8/00 - 8/99
- A61Q 1/00 - 90/00
- A61K 9/00 - 47/69
- C08K 3/00 - 13/08
- C08L 1/00 - 101/14
- C11B 1/00 - 15/00
- C11C 1/00 - 5/02
- C11D 1/00 - 19/00
- A01N 1/00 - 65/48
- A01P 1/00 - 23/00
- CAplus/REGISTRY (STN)