



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0043205
(43) 공개일자 2013년04월29일

- | | |
|--|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08G 69/14 (2006.01) C08L 77/02 (2006.01)
C09K 5/06 (2006.01) C08K 9/10 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-7004240
(22) 출원일자(국제) 2011년07월18일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2013년02월20일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2011/062202
(87) 국제공개번호 WO 2012/010537
국제공개일자 2012년01월26일
(30) 우선권주장
10170161.3 2010년07월20일
유럽특허청(EPO)(EP)</p> | <p>(71) 출원인
바스프 에스이
독일 루트비히스펜, 칼-보쉬-스트라쎄 38 (우:
67056)
(72) 발명자
데스보이스 필리페
독일 68535 에딩겐-넥카르하우젠 에디슈트라쎄 22
슈뢰더-그리몬폰트 티나
독일 76764 라인자베른 임 슈타인게비쎄 27
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김진희, 김성기</p> |
|--|--|

전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 마이크로캡슐화된 잠열 축열체 재료를 포함하는 폴리아미드 몰딩

(57) 요약

본 발명은 잠열 축열체 재료로 제조된 캡슐 코어와 캡슐 벽으로서 중합체를 지닌 마이크로캡슐을 포함하고 락탐의 음이온성 중합을 통해 얻을 수 있는 폴리아미드 몰딩, 이의 제조 방법, 및 또한 자동차 구성물에서의, 배터리 하우징으로서의, 소형 전자 장치를 위한 하우징으로서의, 그리고 식품용 보온 시스템을 위한 이의 용도에 관한 것이다.

(72) 발명자

알트만 스테판

독일 67152 루페르츠베르크 안 더 쉬쎄마우어 13

슈미트 마르코

독일 67346 스페이어 슈타인멧저가쎄 6

특허청구의 범위

청구항 1

잠열 축열체 재료로 제조된 캡슐 코어와 캡슐 벽으로서 중합체를 지닌 마이크로캡슐을 포함하고 락탐의 음이온성 중합을 통해 얻을 수 있는 폴리아미드 몰딩.

청구항 2

제1항에 있어서, 락탐은 카프로락탐, 피페리돈, 피롤리돈, 및 라우로락탐, 및 이의 혼합물에서 선택되는 것인 폴리아미드 몰딩.

청구항 3

제1항에 있어서, 중합 반응은 활성화제의 존재 하에서 수행되는 것인 폴리아미드 몰딩.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 하나의 항에 있어서, 중합 반응은 촉매의 존재 하에서 수행되는 것인 폴리아미드 몰딩.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 하나의 항에 있어서, 마이크로캡슐의 캡슐 코어는 $-20 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 의 온도 범위에서 고체/액체 상 전이를 하는 친유성 물질인 것인 폴리아미드 몰딩.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 하나의 항에 있어서, 마이크로캡슐의 평균 입도는 $1.5 \sim 15 \mu\text{m}$ 인 것인 폴리아미드 몰딩.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 하나의 항에 있어서, 마이크로캡슐의 캡슐-벽 중합체는 각 경우에 단량체의 총 중량을 기준으로

아크릴산 및/또는 메타크릴산의 $\text{C}_1\text{-C}_{24}$ -알킬 에스테르, 아크릴산, 메타크릴산, 및 말레산을 포함하는 군에서 하나 이상의 단량체(단량체 I) $30 \sim 100$ 중량%,

수용해성이 없거나 거의 없는 하나 이상의 이작용성 또는 다작용성 단량체(단량체 II) $0 \sim 70$ 중량%, 및

하나 이상의 기타 단량체(단량체 III) $0 \sim 40$ 중량%

를 포함하는 것인 폴리아미드 몰딩.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 하나의 항에 있어서, 마이크로캡슐은 캡슐화하고자 하는, 단량체, 자유 라디칼 개시제, 보호 콜로이드 및 친유성 물질을 포함하는 수중유 에멀션을 제조하고, 열을 이용하여 단량체의 중합을 개시하고, 경우에 따라 추가의 온도 증가를 이용하여 상기 중합 반응을 제어함으로써 얻을 수 있는 것인 폴리아미드 몰딩.

청구항 9

제8항에 있어서, 수중유 에멀션은 무기 보호 콜로이드에 의해 안정화된 것인 폴리아미드 몰딩.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 하나의 항에 있어서, 각 경우에 폴리아미드 몰딩을 기준으로 $30 \sim 50$ 중량%의 폴리아미드, $10 \sim 50$ 중량%의 마이크로캡슐, 및 $0 \sim 50$ 중량%의 충전제를 포함하는 폴리아미드 몰딩.

청구항 11

활성화제, 락탐, 마이크로캡슐, 경우에 따라 촉매, 및 경우에 따라 충전제를 포함하는 혼합물에서 온도 증가를 이용하여 중합 반응을 개시하는 단계를 포함하는 제1항 내지 제10항 중 어느 하나의 항에 따른 폴리아미드 몰딩의 제조 방법.

청구항 12

자동차 구성물에서의, 배터리 하우징으로서의, 소형 전자 장치를 위한 하우징으로서의, 그리고 식품용 보온 시스템을 위한 제1항 내지 제11항 중 어느 하나의 항에 따른 폴리아미드 몰딩의 용도.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 잠열 축열체 재료로 제조된 캡슐 코어와 캡슐 벽으로서 중합체를 지닌 마이크로캡슐을 포함하고 락탐의 음이온성 중합을 통해 얻을 수 있는 폴리아미드 몰딩에 관한 것이다. 본 발명은 또한 이의 제조 방법, 및 또한 자동차 구성물에서의, 배터리 하우징으로서의, 소형 전자 장치를 위한 하우징으로서의, 그리고 식품용 보온 시스템을 위한 이의 용도에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 폴리아미드 몰딩은 알칼리성 신축 중합 공정으로 공지된 것으로서, 락탐으로부터의 음이온성 경로에 의해 진행되어 "캐스트 폴리아미드"로 공지된 폴리아미드를 형성하는 중합 공정에 의해 제조될 수 있다. 통상의 몰딩 제조와는 달리, 이는 몰드에서 예비중합체를 사후 가교결합시키거나 또는 용융 중합체를 성형하지 않지만, 대신에 단량체 또는 단량체 혼합물을 몰드에서 바로 중합시킨다. 음이온성 중합 반응의 산물은 선형 폴리아미드 및 이에 따른 열가소성 물질이다. 캐스트 중합 공정의 장점은 단량체로부터 단일 단계로 처리되어 마감된 복합 성분을 형성하고, 이에 따라 더 많은 충전제 로딩의 사용이 허용된다는 것이다. 락탐의 음이온성 중합은 반응을 가속시키거나 또는 반응 온도를 낮추는 촉매의 존재 하에서 수행된다.

[0003] 예를 들어, DE-A-14 20 241에는 촉매로서 수산화칼륨 및 활성화제로서 1,6-비스(N,N-디부틸우레이도)헥산의 존재 하에서의 락탐의 음이온성 중합이 기술된다.

[0004] 폴리아미드 몰딩은 금속성 재료를 대체하는 데 점점 더 사용되고 있다. 하지만, 이는 금속과는 달리 낮은 열용량을 갖는다. 따라서, 본 발명의 목적은 열 축열체 성질을 향상시키는 것이었다.

[0005] 최근 들어, 마이크로캡슐화된 잠열 축열체 분야에 있어 수많은 상이한 개발이 이루어진 바 있다. 잠열 축열체는 또한 종종 PCM(상 변환 재료)으로 지칭되고, 이는 고체/액체 상 전이 동안 발생하고 환경으로의 에너지 흡수 또는 에너지 소실을 야기하는 융합 엔탈피를 사용함으로써 작용한다. 이에 따라 잠열 축열체는 규정된 온도 범위 내에서 온도 상수를 유지시키는 데 사용될 수 있다.

[0006] 예를 들면, EP-A-1 029 018 및 EP-A 1 321 182에는 결합제 구성 재료, 예컨대 콘크리트 또는 석고 플라스터에서 고도로 가교결합된 메타크릴레이트 중합체로 제조된 캡슐 벽과 잠열 축열체 코어를 지닌 마이크로캡슐의 용도가 교시된다. DE-A-101 39 171에는 석고 플라스터 보드에서의 마이크로캡슐화된 잠열 축열체 재료의 용도가 기술된다. 마이크로캡슐 벽은 보호 콜로이드로서 고체 무기 입자의 존재 하에 메틸 메타크릴레이트와 부탄디올 디아크릴레이트의 중합을 통해 구성된다. 게다가, WO 2005/116559에는 결합제로서 멜라민-포름알데히드 수지와 함께 입자 보드에서의 마이크로캡슐화된 잠열 축열체 재료의 용도가 교시된다.

발명의 내용

[0007] 따라서, 잠열 축열체 재료로 제조된 캡슐 코어와 캡슐 벽으로서 중합체를 지닌 마이크로캡슐을 포함하고 락탐의 음이온성 중합을 통해 얻을 수 있는 폴리아미드 몰딩, 및 이의 제조 방법, 및 또한 자동차 구성물에서의, 배터리 하우징으로서의, 소형 전자 장치를 위한 하우징으로서의, 그리고 식품용 보온 시스템을 위한 이의 용도를 밝혀내었다.

[0008] 유리하게 적당한 락탐은 카프로락탐, 피페리돈, 피롤리돈, 라우로락탐, 또는 이의 혼합물, 바람직하게는 카프로락탐, 라우로락탐, 또는 이의 혼합물, 특히 바람직하게는 카프로락탐 또는 라우로락탐이다. 다양한 락탐으로 제

조된 공중합체가 사용될 수 있을 뿐만 아니라 또한 공단량체의 형태의 단량체로서 카프로락톤과 같은 락톤도 사용될 수 있다. 여기서 공단량체 형태의 락톤의 양은 단량체 전체를 기준으로 40 중량%를 초과해서는 안된다. 공단량체 형태의 락톤의 비율은 단량체 전체를 기준으로 10 중량%를 초과하지 않는 것이 바람직하다. 락톤은 공단량체 형태로 사용되지 않는 것이 바람직하다.

[0009] 음이온성 중합 반응은 활성화제의 존재 하에서 수행된다. 본 명세서의 목적을 위해, 음이온성 중합 공정을 위한 활성화제는 친전자성 부분으로 N-치환된 락탐, 또는 동일계에서, 락탐과 함께, 친전자성 부분으로 치환된 락탐을 형성하는 이의 전구체이다. 활성화제의 양은 성장 쇄의 갯수를 규정하는데, 그 이유는 활성화제는 초기 반응성 단위이기 때문이다.

[0010] 적당한 활성화제는 이소시아네이트, 아실 할라이드, 또는 락탐과의 반응 생성물에 의해 제공된다.

[0011] 활성화제로서 적당한 다른 화합물은 지방족 디이소시아네이트, 예컨대 부틸렌 디이소시아네이트, 헥사메틸렌 디이소시아네이트, 옥타메틸렌 디이소시아네이트, 데카메틸렌 디이소시아네이트, 운데카메틸렌 디이소시아네이트, 도데카메틸렌 디이소시아네이트, 및 또한 방향족 디이소시아네이트, 예컨대 톨릴렌 디이소시아네이트, 이소포론 디이소시아네이트, 4,4'-메틸렌비스(페닐 이소시아네이트), 4,4'-메틸렌비스(시클로헥실 이소시아네이트), 또는 폴리이소시아네이트, 예컨대 헥사메틸렌 디이소시아네이트의 이소시아네이트, Basonat® HI 100 (BASF SE), 알로파네이트, 예컨대 에틸 알로파네이트, 또는 이의 혼합물, 바람직하게는 헥사메틸렌 디이소시아네이트, 이소포론 디이소시아네이트, 특히 바람직하게는 헥사메틸렌 디이소시아네이트이다.

[0012] 음이온성 중합 반응은 촉매의 존재 하에서 수행되는 것이 바람직하다. 본 명세서의 목적을 위해, 음이온성 중합 반응을 위한 촉매는 락탐 음이온의 형성을 허용하는 화합물이거나 또는 락탐 음이온 그 자체이다.

[0013] 이러한 유형의 촉매는, 예를 들어 문헌[Polyamide, Kunststoff Handbuch [Polyamides, Plastics handbook] Vol. 3/4, ISBN 3-446-16486-3, 1998, Carl Hanser Verlag, 49-52]에 개시된다. 상기 문헌에는 아실 락탐 유도체와 결합된 촉매로서의 Na 카프로락탐에이트의 용도가 기술된다.

[0014] 적당한 촉매는 나트륨 카프로락탐에이트, 칼륨 카프로락탐에이트, 마그네슘 브로마이드 카프로락탐에이트, 마그네슘 클로라이드 카프로락탐에이트, 마그네슘 비스카프로락탐에이트, 나트륨 히드라이드, 나트륨, 나트륨 히드록시드, 나트륨 메탄올에이트, 나트륨 에탄올에이트, 나트륨 프로판올에이트, 나트륨 부탄올에이트, 칼륨 히드라이드, 칼륨, 수산화칼륨, 칼륨 메탄올에이트, 칼륨 에탄올에이트, 칼륨 프로판올에이트, 칼륨 부탄올에이트, 바람직하게는 나트륨 히드라이드, 나트륨, 나트륨 카프로락탐에이트, 특히 바람직하게는 나트륨 카프로락탐에이트(Brugollen® C 10, 카프로락탐 중 나트륨 카프로락탐에이트 18 중량%로 제조된 용액)에 의해 제공된다.

[0015] 락탐 대 촉매의 몰비는 광범위하게 달라질 수 있고 일반적으로는 1 : 1 내지 10,000 : 1, 바람직하게는 10 : 1 내지 1000 : 1, 특히 바람직하게는 20 : 1 내지 300 : 1이다.

[0016] 락탐 대 활성화제의 몰비는 광범위하게 달라질 수 있고 일반적으로는 1 : 1 내지 10,000 : 1, 바람직하게는 10 : 1 내지 2000 : 1, 특히 바람직하게는 20 : 1 내지 1000 : 1이다.

[0017] 본 발명의 폴리아미드 몰딩은, 예를 들어 다음의 폴리아미드 중 하나를 주성분으로 한다: 나일론-3, 나일론-4, 나일론-5, 나일론-6, 나일론-7, 나일론-8, 나일론-9, 나일론-10, 나일론-11, 나일론-12, 나일론-13, 나일론-14, 나일론-15, 나일론-16, 나일론-17, 및 나일론-18, 또는 코폴리아미드, 예컨대 나일론-4/6, 나일론-5/6, 나일론-4/5, 나일론-6/7, 나일론-6/8, 나일론-6/9, 나일론-6/10, 나일론-6/12, 나일론-4/12, 나일론-4/10, 나일론-5/10, 나일론-5/12, 바람직하게는 나일론-6, 나일론-12, 나일론-4/6, 나일론-5/6, 나일론-4/12, 나일론-5/12, 특히 바람직하게는 나일론-6, 및 나일론-12, 특히 나일론-6.

[0018] 음이온성 중합 반응은 일반적으로 40~200℃, 바람직하게는 70~180℃, 특히 바람직하게는 100~170℃의 온도에서 수행된다. 반응은 일반적으로 대기압에서 수행된다. 하지만, 원칙적으로 아대기압에서 반응을 실시하는 것도 또한 가능하다. 마찬가지로 초대기압에서 중합 반응을 실시하는 것도 가능하다.

[0019] 폴리아미드 몰딩에 포함된 본 발명에 따른 마이크로캡슐은 잠열 축열체 재료를 포함하는 캡슐 코어를 포함하고, 중합체를 포함하는 캡슐 벽을 포함한다. 캡슐 코어는 주로 95 중량% 초과인 잠열 축열체 재료를 포함한다. 여기서 캡슐 코어는 온도의 함수로서 고체 또는 액체일 수 있다.

[0020] 제조 공정에는 일반적으로 보호 콜로이드를 부수적으로 캡슐 벽에 적어도 일정 정도 혼입시키고, 이에 따라 마찬가지로 캡슐 벽의 구성성분이 되도록 하는 것이 요구된다. 이는 일반적으로 특히 보호 콜로이드를 포함하는

중합체 표면이다. 따라서, 마이크로캡슐의 총 중량을 기준으로 10 중량% 이하의 재료가 보호 콜로이드일 수 있다.

[0021] 잠열 축열체 재료는 열 전달이 의도된 온도 범위 내에서의 상 전이를 갖는 물질로서 정의된다. 잠열 축열체 재료는 -20~120℃의 온도 범위에서 고체/액체 상 전이를 하는 것이 바람직하다. 잠열 축열체 재료는 일반적으로 유기, 바람직하게는 친유성 물질이다.

[0022] 언급될 수 있는 적당한 물질의 예로는:

[0023] - 분지형 또는 바람직하게는 선형의 지방족 탄화수소 화합물, 예컨대 포화 또는 불포화된 C₁₀-C₄₀ 탄화수소, 예컨대 n-테트라데칸, n-펜타데칸, n-헥사데칸, n-헵타데칸, n-옥타데칸, n-노나데칸, n-에이코산, n-헨에이코산, n-도코산, n-트리코산, n-테트라코산, n-펜타코산, n-헥사코산, n-헵타코산, n-옥타코산, 및 또한 환형 탄화수소, 예컨대 시클로헥산, 시클로옥탄, 시클로데칸;

[0024] - 방향족 탄화수소 화합물, 예컨대 벤젠, 나프탈렌, 비페닐, o- 또는 n-터페닐, C₁-C₄₀-알킬-치환된 방향족 탄화수소, 예컨대 도데실벤젠, 테트라데실벤젠, 헥사데실벤젠, 헥실나프탈렌, 또는 데실나프탈렌;

[0025] - 포화 또는 불포화된 C₆-C₃₀ 지방산, 예컨대 라우르산, 스테아르산, 올레산, 또는 베헨산, 바람직하게는 예컨대 미리스트산, 팔미트산, 또는 라우르산과 데칸산을 포함하는 공용 혼합물;

[0026] - 지방 알콜, 예컨대 라우릴, 스테아릴, 올레일, 미리스틸, 또는 세틸 알콜, 옥소 알콜로서 공지되고, α-올레핀의 히드로포르밀화 및 추가 반응을 통해 얻어진 혼합물, 예컨대 코코넛 지방 알콜;

[0027] - C₆-C₂₂-디알킬 에테르, 특히 본원에 확실히 참조 인용되는 DE 10 2008 005 721에 개시된 것;

[0028] - C₆-C₃₀ 지방 아민, 예컨대 데실아민, 도데실아민, 테트라데실아민, 또는 헥사데실아민;

[0029] - 지방산의 에스테르, 예컨대 C₁-C₁₀-알킬 에스테르, 예컨대 프로필 팔미테이트, 메틸 스테아레이트, 또는 메틸 팔미테이트, 또는 그 외에 바람직하게는 이의 공용 혼합물, 또는 메틸 신남에이트;

[0030] - 천연 또는 합성 왁스, 예컨대 몬탄산 왁스, 몬탄 에스테르 왁스, 카노바 왁스, 폴리에틸렌 왁스, 산화 왁스, 폴리비닐 에테르 왁스, 에틸렌-비닐 아세테이트 왁스, 또는 Fischer-Tropsch 공정의 경질 왁스;

[0031] - 할로겐화된 탄화수소, 예컨대 클로로파라핀, 브로모옥타데칸, 브로모헵타데칸, 브로모노나데칸, 브로모 에이코산, 브로모도코산

[0032] 이 있다.

[0033] 상기 물질의 혼합물은 또한 바람직한 범위의 밖으로 용점이 낮아지는 일이 없는 한, 그리고 혼합물의 융합 엔탈피가 유용한 분야에 너무 적어지게 되지 않는 한 적당하다.

[0034] 예를 들면, 순수 n-알칸, 80% 초과와 순도를 지닌 n-알칸, 또는 산업 증류물로서 제조되고 그 자체로 구입가능한 알칸 혼합물을 사용하는 것이 유리하다.

[0035] 또한, 친유성 물질에 가용성인 화합물은 또한 때때로 비극성 물질의 경우 발생하는 지연 결정화를 완화시키기 위해 상기 물질에 첨가되는 것도 유리할 수 있다. US-A 5 456 852에 기술된 바에 따르면, 실제 코어 물질의 융점보다 20~120 K 더 높은 융점의 화합물을 사용하는 것이 유리하다. 적당한 화합물은 지방산, 지방 알콜, 지방 아미드, 및 또한 지방족 탄화수소 화합물의 형태의 친유성 물질로서 상기 언급된 물질이다. 캡슐 코어를 기준으로 이의 첨가량은 0.1~10 중량%이다.

[0036] 잠열 축열체 재료는 열 축열체가 요구하는 온도 범위에 따라 선택된다. 예를 들면, 적당한 온도 및 습도 조건의 구성 재료에서 열 축열체의 경우 고체/액체 상 전이가 0~60℃의 온도 범위 내에 있는 잠열 축열체 재료를 사용하는 것이 바람직하다. 이에 따라, 전이 온도가 15~30℃인 개별 물질 또는 혼합물은 통상 인테리어 분야에 선택된다. 태양열 분야에서 축열체 매질로서 사용하는 경우, 또는 그 의도가 EP A 333 145에 기술된 바와 같이 투과성 단열의 과열을 방지하는 것인 경우, 30~60℃의 전이 온도는 특히 적당하다. 섬유류 분야에서의 적용 경우, 0~40℃의 전이 온도가 특히 유리하며, 열전달 액체의 경우 -10~120℃의 온도가 특히 유리하다.

[0037] 바람직한 잠열 축열체 재료는 지방족 탄화수소이고, 특히 바람직한 것은 상기 나열된 예에 제시된다. 14~20개의 탄소 원자를 갖는 지방족 탄화수소, 및 또한 이의 혼합물은 특히 바람직하다.

- [0038] 캡슐의 평균 입도(광산란법에 의한 부피 평균 [D4,3])는 1~50 μm 이다. 하나의 바람직한 구체예에서, 캡슐의 평균 입도는 1.5~15 μm , 바람직하게는 3~10 μm 이다. 여기서 90%의 입자 입도는 평균 입도의 두배 미만인 것이 바람직하다.
- [0039] 캡슐 코어 대 캡슐 벽의 중량 비는 일반적으로 50 : 50 내지 95 : 5이다. 코어/벽의 비는 70 : 30 내지 93 : 7인 것이 바람직하다.
- [0040] 캡슐 벽의 중합체는 일반적으로 중합체로 혼입되는 단량체의 총 중량을 기준으로 30 중량% 이상, 바람직하게는 40 중량% 이상, 특히 바람직하게는 50 중량% 이상, 특히 60 중량% 이상, 매우 특히 바람직하게는 70 중량% 이상, 또는 그 외에 100 중량% 이하, 바람직하게는 90 중량% 이하, 특히 85 중량% 이하, 매우 특히 바람직하게는 80 중량% 이하의 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C₁-C₂₄-알킬 에스테르, 아크릴산, 메타크릴산, 및 말레산을 포함하는 군에서 하나 이상의 단량체(단량체 I)를 포함한다.
- [0041] 또한, 캡슐 벽의 중합체는 바람직하게는 중합체로 혼입되는 단량체의 총 중량을 기준으로 10 중량% 이상, 바람직하게는 15 중량% 이상, 바람직하게는 20 중량% 이상, 및 또한 일반적으로는 70 중량% 이하, 바람직하게는 60 중량% 이하, 특히 바람직하게는 50 중량% 이하의 수용해성이 없거나 거의 없는 하나 이상의 이작용성 또는 다작용성 단량체(단량체 II)를 포함한다.
- [0042] 중합체는 또한 40 중량% 이하, 바람직하게는 30 중량% 이하, 특히 20 중량% 이하의 중합체로 혼입되는 기타 단량체 III을 포함할 수 있다. 캡슐 벽은 오직 단량체 I 및 II의 군만을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0043] 마이크로캡슐의 캡슐-벽 중합체는 바람직하게는 각 경우에 단량체의 총 중량을 기준으로
- [0044] 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C₁-C₂₄-알킬 에스테르, 아크릴산, 메타크릴산, 및 말레산을 포함하는 군에서 하나 이상의 단량체(단량체 I) 30~100 중량%,
- [0045] 수용해성이 없거나 거의 없는 하나 이상의 이작용성 또는 다작용성 단량체(단량체 II) 0~70 중량%, 및
- [0046] 하나 이상의 기타 단량체(단량체 III) 0~40 중량%
- [0047] 를 포함한다.
- [0048] 적당한 단량체 I은 아크릴산 및/또는 메타크릴산의 C₁-C₂₄-알킬 에스테르, 및 또한 불포화된 C₃ 및 C₄ 카르복실산, 예컨대 아크릴산, 메타크릴산, 및 또한 말레산이다. 이소프로필, 이소부틸, sec-부틸, 및 tert-부틸 아크릴레이트, 및 상응한 메타크릴레이트가 적당한 단량체 I이고, 또한 메틸, 에틸, n-프로필 및 n-부틸 아크릴레이트, 및 상응한 메타크릴레이트가 특히 바람직하다. 일반적으로는 메타크릴레이트 및 메타크릴산이 바람직하다.
- [0049] 적당한 단량체 II는 수용해성이 없거나 거의 없지만, 친유성 물질에서 한정된 용해성에 우수한 이작용성 또는 다작용성 단량체이다. 거의 없는 용해성이란 20℃에서 60 g/l 보다 적은 용해성을 의미한다. 이작용성 또는 다작용성 단량체는 둘 이상의 비컨쥬게이트화된 에틸렌계 이중 결합을 갖는 화합물이다. 디비닐 및 폴리비닐 단량체가 주로 사용된다. 이는 중합 공정 동안 캡슐 벽의 가교결합을 초래한다. 하나 이상의 디비닐 단량체, 또는 그 외에 하나 이상의 폴리비닐 단량체, 또는 폴리비닐 단량체와의 혼합물에서 그 외에 디비닐 단량체를 공중합시키는 것이 가능하다.
- [0050] 디비닐벤젠 및 디비닐시클로hexan은 적당한 디비닐 단량체이다. 바람직한 디비닐 단량체는 아크릴산 또는 메타크릴산과 디올의 디에스테르, 및 또한 상기 디올의 디알릴 및 디비닐 에테르이다. 언급될 수 있는 예로는 에탄디올 디아크릴레이트, 에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 부틸렌 1,3-글리콜 디메타크릴레이트, 메탈릴메타크릴아미드, 알릴 아크릴레이트, 및 알릴 메타크릴레이트가 있다. 프로판디올 디아크릴레이트, 부탄디올 디아크릴레이트, 펜탄디올 디아크릴레이트, 및 헥산디올 디아크릴레이트, 및 상응한 메타크릴레이트가 특히 바람직하다.
- [0051] 바람직한 폴리비닐 단량체는 아크릴산 및/또는 메타크릴산과 폴리올의 폴리에스테르, 및 또한 상기 폴리올의 폴리알릴 및 폴리비닐 에테르, 트리비닐벤젠, 및 트리비닐시클로hexan이다. 트리메틸올프로판 트리아크릴레이트 및 -메타크릴레이트, 펜타에리트리톨 트리알릴 에테르, 펜타에리트리톨 테트라알릴 에테르, 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트, 및 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트, 및 또한 이의 산업적 혼합물이 특히 바람직하다.
- [0052] 디비닐 및 폴리비닐 단량체, 예컨대 부탄디올 디아크릴레이트와 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트, 헥산디올 디아크릴레이트와 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트, 부탄디올 디아크릴레이트와 트리메틸올프로판 트리아크릴

레이트, 및 또한 헥산디올 디아크릴레이트와 트리메틸올프로판 트리아크릴레이트로 이루어진 조합이 바람직하다.

[0053] 사용될 수 있는 단량체 III은 단량체 I 및 II와는 상이한 기타 단량체이며, 그 예로는 비닐 아세테이트, 비닐 프로피오네이트, 비닐피리딘, 및 스티렌, 또는 α -메틸스티렌이 있다. 이타콘산, 비닐포스폰산, 말레산 무수물, 2-히드록시에틸 아크릴레이트, 2-히드록시에틸 메타크릴레이트, 아크릴아미도-2 메틸프로판설폰산, 메타크릴로 니트릴, 아크릴로니트릴, 메타크릴아미드, N-비닐피롤리돈, N-메틸올아크릴아미드, N-메틸올메타크릴아미드, 디 메틸아미노에틸 메타크릴레이트, 및 디에틸아미노에틸 메타크릴레이트가 특히 바람직하다.

[0054] 마이크로캡슐을 위한 제조 공정은 계내 중합으로서 공지된 것이다. 마이크로캡슐 형성의 원리는 캡슐화하고자 하는, 단량체, 자유 라디칼 개시제, 보호 콜로이드 및 친유성 물질로부터 안정한 수중유 에멀션을 제조하는 것 을 기초로 한다. 그리고나서 가열을 통해 단량체의 중합을 개시하고, 적절한 경우 생성된 중합체가 친유성 물질 을 둘러싸는 캡슐벽을 형성할 때 온도를 추가로 증가시킴으로써 제어한다. 이러한 일반적인 원리는, 예를 들어 DE-A-10 139 171에 기술되며, 이의 내용은 본원에 확실하게 참고인용된다.

[0055] 출발 에멀션은 보호 콜로이드에 의해 안정화된다. 적당한 유기 또는 무기 보호 콜로이드, 및 또한 사용되는 이 의 양은 WO 2008/071649에 언급되며, 이의 내용은 본원에 확실하게 참고인용된다. 보호 콜로이드의 일반적인 사 용량은 수성상을 기준으로 0.1~15 중량%, 바람직하게는 0.5~10 중량%이다. 여기서 무기 보호 콜로이드를 위한 바람직한 양은 수성상을 기준으로 0.5~15 중량%이다. 유기 보호 콜로이드의 사용량은 에멀션의 수성상을 기준 으로 바람직하게는 0.1~10 중량%이다.

[0056] 유기 보호 콜로이드는 바람직하게는 물의 표면 장력을 73 mN/m 내지 많아야 45~70 mN/m로 낮추어서, 폐쇄 캡슐 벽, 및 또한 0.5~50 μ m, 바람직하게는 0.5~30 μ m, 특히 0.5~10 μ m 범위의 바람직한 입도를 지닌 마이크로캡 술의 형성을 보장하는 수용성 중합체이다.

[0057] 천연 유기 보호 콜로이드의 예로는 셀룰로스 유도체, 예컨대 히드록시에틸셀룰로스, 메틸히드록시에틸셀룰로스, 메틸셀룰로스, 및 카르복시메틸셀룰로스, 폴리비닐피롤리돈, 비닐피롤리돈의 공중합체, 젤라틴, 아라비아 검, 크산탄, 카제인, 폴리에틸렌 글리콜, 폴리비닐 알콜, 및 부분 가수분해된 폴리비닐 아세테이트, 및 또한 메틸히 드록시프로필셀룰로스가 있다. 바람직한 천연 유기 보호 콜로이드는 폴리비닐 알콜 및 부분 가수분해된 폴리비 닐 아세테이트, 및 또한 메틸히드록시프로필셀룰로스이다. 이러한 보호 콜로이드는 WO 2008/046839에 기술되며, 이의 내용은 본원에 확실하게 참고인용된다.

[0058] 음이온성 유기 보호 콜로이드는 나트륨 알기네이트, 폴리메타크릴산, 및 이의 공중합체, 폴리아크릴산, 및 이의 공중합체, 설포에틸 아크릴레이트와 설포에틸 메타크릴레이트의 공중합체, 설포프로필 아크릴레이트와 설포프로 필 메타크릴레이트의 공중합체, N-(설포에틸)말레이미드의 공중합체, 2-아크릴아미도-2-알킬설폰산의 공중합체, 스티렌설폰산의 공중합체, 및 또한 비닐설폰산의 공중합체이다. 바람직한 음이온성 유기 보호 콜로이드는 나프 탈렌설폰산 및 나프탈렌설폰산-포름알데히드 축합물, 및 또한 특히 폴리아크릴산 및 페놀설폰산-포름알데히드 축합물이다.

[0059] 언급될 수 있는 무기 보호 콜로이드는 매우 미세한 고체 입자를 통해 안정화를 제공할 수 있고 수불용성이지만 분산가능하거나 또는 수불용성에 수중 분산되지 않지만 친유성 물질에 의해 가용성이 되는, 피커링 시스템으로 공지된 것이다.

[0060] 여기서 피커링 시스템은 고체 입자 단독 또는 수중 입자의 분산성 또는 친유성 상에 의한 입자의 습윤성을 향상 시키는 보조제를 포함할 수 있다. 이러한 재료의 활동 모드 및 용도는 EP-A-1 029 018, 및 또한 EP-A-1 321 182 에 기술되고, 이의 내용은 본원에 확실하게 참고인용된다.

[0061] 고체 무기 입자는 금속 염, 예컨대 칼슘, 마그네슘, 철, 아연, 니켈, 티탄, 알루미늄, 규소, 바륨, 및 망간의 염, 산화물 및 수산화물일 수 있다. 마그네슘 히드록시드, 마그네슘 카르보네이트, 마그네슘 옥시드, 칼슘 옥살 레이트, 칼슘 카르보네이트, 바륨 카르보네이트, 바륨 설페이트, 티탄 디옥시드, 알루미늄 옥시드, 알루미늄 히 드록시드, 및 아연 설페이드가 언급될 수 있다. 실리케이트, 벤토나이트, 히드록시아파타이트, 및 히드로탈사이트 가 또한 언급될 수 있다. 미세-입자 실리카, 및 마그네슘 피로포스페이트, 및 트리칼슘 포스페이트가 특히 바람 직하다.

[0062] 피커링 시스템은 우선 수성상에 첨가되거나 또는 그 외에 교반된 수중유 에멀션에 첨가될 수 있다. EP-A-1 029 018, 및 또한 EP-A-1 321 182에 기술된 바와 같이, 침전을 통해 일부 미세한 고체 입자를 제조한다.

- [0063] 미세-입자 실리카는 수중에서 분산시키는 경우 미세 고체 입자의 형태를 취할 수 있다. 하지만, 또한 수중에서 콜로이드성 실리카 분산액으로서 공지된 것을 사용하는 것도 가능하다. 이러한 콜로이드성 분산액은 알칼리성 수성 실리카 혼합물이다. 알칼리성 pH의 범위에서, 입자는 수중에 안정한 팽창 입자이다. 피커링 시스템으로서 이러한 분산액을 사용하는 경우에는, 수중유 에멀션의 pH를 2~7로 조정하는 데 산을 사용하는 것이 유리하다.
- [0064] 적당한 SiO₂계 보호 콜로이드는 미세-입자 실리카이다. 이는 수중에서 미세 고체 입자의 형태로 분산될 수 있다. 하지만, 또한 수중에서 콜로이드성 실리카 분산액으로 공지된 것을 사용하는 것도 가능하다. 이러한 콜로이드성 분산액은 알칼리성 수성 실리카 혼합물이다. 알칼리성 pH 범위에서, 입자는 팽창 형태로 존재하고 수중에서 안정하다. 보호 콜로이드로서 상기 분산액을 사용하는 경우에는, 수중유 에멀션의 pH가 산을 사용하여 2~7의 pH로 조정되는 것이 유리하다. 바람직한 콜로이드성 실리카 분산액은 pH 9.3에서 70~90 m²/g 범위의 비표면적을 갖는다.
- [0065] 바람직한 SiO₂계 보호 콜로이드는 8~11 범위의 pH값에서 40~150 nm 범위의 평균 입도를 갖는 미세-입자 실리카이다. 예로서, Levasil® 50/50(H.C.Starck), Koestrosol® 3550(CWK Bad Koestritz), 및 Bindzil® 50/80(Akzo Nobel Chemicals)이 언급될 수 있다.
- [0066] 게다가, 보조 안정화를 위해 계면활성제가 첨가될 수 있고, 비이온성 계면활성제가 바람직하다. 적당한 계면활성제는 문헌["Handbook of Industrial Surfactants"]에서 찾을 수 있고, 이의 내용은 본원에 확실하게 참고인용된다. 계면활성제는 에멀션의 수성상을 기준으로 0.01~10 중량%의 양을 사용할 수 있다.
- [0067] 폴리메타크릴레이트를 주성분으로 하는 바람직한 마이크로캡슐의 제조, 및 또한 이러한 목적에 적당한 보조제, 예컨대 자유 라디칼 개시제, 및 적절한 경우 조절제는, 예를 들어 EP A 1 029 018, DE 10 163 162, 및 WO 2008/071649에 공지되고 기술되어 있으며, 이의 내용은 본원에 확실하게 참고인용된다. 이에 따라 여기에 자유 라디칼 중합 반응을 위한 자유 라디칼 개시제로서 언급된 퍼옥소 및 아조 화합물은 단량체의 중량을 기준으로 0.2~5 중량%의 양으로 사용되는 것이 특히 유리하다.
- [0068] 본 발명은 바람직하게는 제조 동안 수중유 에멀션이 무기 보호 콜로이드에 의해 안정화되는 마이크로캡슐을 사용한다.
- [0069] 이러한 방법은 0.5~100 μm 범위의 평균 입도를 지닌 마이크로캡슐을 제조하는 데 사용될 수 있고, 상기 입도는 전단력, 교반 속도, 및 입자 농도에 의해 자체 기술 분야에 공지된 방식으로 조정된다. 0.5~50 μm, 바람직하게는 0.5~30 μm, 특히 3~10 μm, 특히 3~7 μm의 범위의 평균 입도를 지닌 마이크로캡슐(광산란법에 의한 부피 평균 D [4,3])이 바람직하다.
- [0070] 마이크로캡슐 분산액은 통상적인 방식으로 분무 건조될 수 있다. 절차는 통상 고온의 공기 스트림의 인고잉 온도가 100~200℃, 바람직하게는 120~160℃의 범위 내에 있고, 고온의 공기 스트림의 아웃고잉 온도가 30~90℃, 바람직하게는 60~80℃의 범위 내에 있는 것이다. 예를 들면, 고온의 공기 스트림에 수성 중합체 분산액을 분무하는 데 단유체 또는 다유체 노즐, 또는 회전 디스크를 사용할 수 있다. 중합체 분말은 통상 사이클론 또는 필터 분리기를 사용하여 분리시킨다. 수성 중합체 분산액과 고온의 공기 스트림은 동시에 분무되는 것이 바람직하다.
- [0071] 분무 조제는 분무 건조 공정을 용이하게 하기 위해 또는 분말의 특정 성질, 예컨대 낮은 분진 함량, 유동성, 또는 향상된 재분산성을 확립하기 위해 경우에 따라 분무 건조 공정에 첨가된다. 당업자라면 다수의 분무 조제에 익숙할 것이다. 이의 예는 DE A 19629525, DE-A 19629526, DE-A 2214410, DE-A 2445813, EP-A 407889 또는 EP A 784449에서 찾을 수 있다. 유리한 분무 조제의 예로는 하기 유형의 수용성 중합체가 있다: 폴리비닐 알콜 또는 부분 가수분해된 폴리비닐 아세테이트, 셀룰로스 유도체, 예컨대 히드록시에틸셀룰로스, 카르복시메틸셀룰로스, 메틸셀룰로스, 메틸히드록시에틸셀룰로스, 및 메틸히드록시프로필셀룰로스, 전분, 폴리비닐피롤리돈, 비닐피롤리돈의 공중합체, 젤라틴, 바람직하게는 폴리비닐 알콜 및 부분 가수분해된 폴리비닐 아세테이트, 또는 그 외에 메틸히드록시프로필-셀룰로스. 분무 조제의 첨가 없이 조작하는 것이 바람직하다.
- [0072] 마이크로캡슐은 통상 분말 형태로 반응 혼합물에 투입된다. 여기서 상기 캡슐은 개별적으로, 락탐과 같은 성분과의 혼합물로, 촉매 또는 활성화제, 또는 그 외에 임의의 바람직한 조합으로 첨가하는 것이 가능하다. 락탐과의 혼합물로 첨가하는 것이 바람직하다.
- [0073] 마이크로캡슐의 일반적인 사용량은 단량체(락탐) 100 중량부를 기준으로 70 중량부 이하, 바람직하게는 5~50 중량부, 특히 10~40 중량부이다. 중합 공정은 일반적으로 중합 반응의 속도 또는 완성도에 대해 어떠한 영향을

주는 일 없이 대량의 마이크로캡슐 첨가를 허용한다. 따라서, 마이크로캡슐 양에 대한 상한은 생성물의 성질에 의해 영향을 받는다. 예로서, 70 중량부 초과 양은 일부 경우에 캐스트 폴리아미드의 인성을 감소시키는 것으로 밝혀졌다.

[0074] 하나의 바람직한 구체예에서, 폴리아미드 몰딩은 추가 성분으로서 충전제를 포함한다. 적당한 충전제의 예로는 유리, 질화붕소, 산화알루미늄, 불활성 금속 산화물/수산화물과 같은 것, 및 금속, 및 또한 바람직하게는 탄소 형태, 예컨대 흑연, 탄소 섬유, 카본 블랙, 및 탄소 나노튜브가 있다. 충전제는 일반적으로 분말의 형태로 사용된다. 충전제의 유리한 사용량은 폴리아미드 몰딩을 기준으로 0.1~50 중량%이다. 충전제를 포함하는 폴리아미드 몰딩은 특히 우수한 열 전도율을 갖고 특히 신속한 온도 평형을 제공하면서, 동시에 높은 강도를 가질 수 있다는 것이 밝혀졌다.

[0075] 폴리아미드 몰딩은 바람직하게는 각 경우 폴리아미드 몰딩을 기준으로 30~50 중량%의 폴리아미드, 10~50 중량%의 마이크로캡슐, 및 0~50 중량%의 충전제를 포함한다.

[0076] 본 발명은 활성화제, 락탐, 마이크로캡슐, 경우에 따라 촉매, 및 경우에 따라 충전제를 포함하는 혼합물에서 온도 증가를 이용하여 중합 반응을 개시함으로써 폴리아미드 몰딩을 제조하는 방법을 추가로 제공한다.

[0077] 본 발명의 폴리아미드 몰딩은 우수한 성능 특성, 특히 우수한 열-축열체 용량을 제시한다.

[0078] 본 발명의 폴리아미드 몰딩은 자동차 부품, 예컨대 프레임 패딩 및 대시보드 패딩을 제조하기에 적당한 재료, 및 차 내부의 인테리어에 적당한 재료이다.

[0079] 게다가, 상기 몰딩은 배터리 하우징에 적당하다. 이러한 경우에는, 30~50℃ 범위의 융점을 지닌 잠열 축열체 재료를 선택하는 것이 유리하다.

[0080] 또다른 바람직한 적용예는 식품용 보온 시스템을 위한 몰딩의 사전생성물이다. 이러한 경우에는, 70~95℃ 범위의 융점을 지닌 잠열 축열체 재료를 선택하는 것이 유리하다.

[0081] 원칙적으로, 본 발명의 폴리아미드 몰딩은 소형 전자 장치, 예컨대 휴대폰, 휴대용 컴퓨터, 아이패드, 또는 개괄적 용어로 재료로서 금속을 모방하는 것으로 간주되는 플라스틱 물품을 위한 임의의 하우징에 적당하다.

[0082] 하기 실시예는 본 발명의 추가 설명을 제공할 것이다. 실시예에 제시된 백분율은 달리 언급되지 않는 한 중량%이다.

[0083] 마이크로캡슐 분산액의 입도는 문헌에 증명된 표준 측정 방법에 의해 Malvern 3600E Particle Sizer 또는 Malvern 2000 Mastersizer를 사용하여 측정하였다. D[v, 0.1]값은 입자의 10%의 크기가 상기 값 이하인 것을 가리킨다. 상응하게, D[v, 0.5]는 입자의 50%의 입도가 상기 값 이하인 것을 가리키며, D[v, 0.9]는 입자의 90%의 입도가 상기 값 이하인 것을 가리킨다. Span값은 D[v, 0.9] - D[v, 0.1] 차이, 및 D[v, 0.5]로부터 얻어진 비율로부터 계산된다. D[4,3]값은 입도 분포의 부피 평균을 제시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0084] 마이크로캡슐의 제조

[0085] 실시예 M1

[0086] 수성상:

[0087] 856.88 g 물

[0088] 135.29 g 50 중량% 농도의 실리카졸(비표면적 약 80 m² /g)

[0089] 19.69 g 평균 물질량 26,000 g/몰을 지닌 2.5 중량% 농도의 메틸히드록시프로필-셀룰로스 수용액

[0090] 2.60 g 2.5 중량% 농도의 아질산나트륨 수용액

[0091] 10.25 g 8 중량% 농도의 질산 수용액

[0092] 유성상

[0093] 487.33 g 약 26℃ 융점의 본질적 선형 파라핀 혼합물

[0094] 43.32 g 헥사데칸 (기술 등급)

- [0095] 10.83 g 약 65℃ 용점의 기술 등급 파라핀
- [0096] 101.47 g 메틸 메타크릴레이트
- [0097] 33.83 g 부탄디올 디아크릴레이트
- [0098] 첨가제 1
- [0099] 1.13 g 지방족 탄화수소 중 tert-부틸 퍼피발레이트 75% 농도 용액
- [0100] 1.35 g 물
- [0101] 공급물 1
- [0102] 19.40 g 7 중량% 농도의 과황산나트륨 수용액
- [0103] 40℃에서 초기 투입물로서 수성상을 사용하고, 여기에 용융되고 균질하게 혼합된 유성상을 첨가하고 고속 용해기 교반기(디스크 직경 5 cm)를 사용하여 40분 동안 3500 rpm에서 분산시켰다. 첨가제 1을 첨가하였다. 앵커 교반기로 에멀션을 교반하면서 60분 내에 70℃로 가열하고 추가 60분 내에 90℃로 가열하고, 60분 동안 90℃에서 유지시켰다. 공급물 1을 교반하면서 90℃에서 90분에 걸쳐 생성된 마이크로캡슐 분산액에 첨가하고, 이후 이 혼합물을 2시간 동안 상기 온도에서 교반하였다. 그리고나서 상기 혼합물을 실온으로 냉각시키고 수산화나트륨 수용액으로 중화시켰다. 평균 입도 $D[4,3] = 5.1 \mu\text{m}$ 및 고체 함량 37.6%를 지닌 마이크로캡슐 분산액을 형성하였다.
- [0104] 실온으로 냉각시킨 후 증점제를 첨가함으로써 자체 기술 분야에 공지된 방법으로 크리밍을 억제시킬 수 있다.
- [0105] 당업자에게 공지된 바와 같이, 미세분말 생성물을 얻기 위해 분무탑에서 단유체 노즐을 사용하여 생성된 분산액을 분무 건조하였다. 여기서 고온 기체 스트림의 인고잉 온도는 130℃였고, 아웃고잉 온도는 70℃였다. 분무 응집체의 평균 입도는 $D[4,3] = 194.3 \mu\text{m}$ 였다.
- [0106] ϵ -카프로락탐의 음이온성 중합을 통한 나일론-6의 합성
- [0107] 모든 중합 반응은 250 ml 유리 반응기에서 건조 N_2 분위기 하에 교반하면서 140℃에서 수행하였다.
- [0108] 실시예 PA1
- [0109] 반응기 내에서 ϵ -카프로락탐 34.6 g(293 mmol), 실시예 M1의 마이크로캡슐, 및 Bruggolen® C20 활성화제(ϵ -카프로락탐 중 캡핑된 디이소시아네이트 80 중량%) 3.13 g(0.86 mmol)을 140℃에서 혼합시켰다. 그리고나서 상기 용융 혼합물에 Bruggolen® C10 촉매(ϵ -카프로락탐 중 ϵ -카프로락탐에이트 17 중량%) 4 g(5 mmol)을 주입시키고, 20분 동안 중합 반응의 진행을 허용한 후, 수중에서 반응기의 냉각(10℃)을 통해 종료시켰다. 이는 고체 형태의 나일론 6 58.6 g을 형성하였다.
- [0110] 중합체는 0.8%의 잔류 카프로락탐을 포함하고 이의 용액 점도는 212(96% 농도의 황산 중의 5 g/l 농도에서 ISO 307에서의 용액 점도)였다.
- [0111] 몰딩의 성질
- [0112] 열-축열체 용량 및 방출 양상에 대해 실시예 PA1에서 제조되고 31 중량%의 마이크로캡슐을 포함하는 몰딩을 연구하였다.
- [0113] DSC 테스트
- [0114] 당업자에게 공지된 DSC 테스트를 이용하여 열 용량을 기록하였다. 마이크로캡슐(31%)을 포함하는 몰딩 5.23 mg을 장비로 칭량하고 1 K/분의 온도 구배를 이용하여 35℃에서 -21℃로 온도를 냉각시켰다. 후속 가열 절차는 42℃까지의 가열을 위해 1 K/분의 가열 속도를 이용하였다. 기록된 열 용량은 34 J/g이었다.
- [0115] 포깅 테스트(Fogging test)(생성물 내의 휘발성 부분의 응축)
- [0116] 장비: 2 알루미늄 호일 및 Viton 개스킷을 포함한, 알루미늄 캡을 구비한 비틀어 여는 유리 용기. Ministat 온도조절장치, IKA 가열 배쓰, 냉각 판.
- [0117] 방법(2가지 결정):

[0118] 각 경우에, 비틀어 여는 유리 용기에 10.00 g의 몰딩을 칭량하였다. 그리고나서 알루미늄 디스크를 알루미늄 캡에 삽입하고 그 위에 Viton 개스킷을 삽입한 후, 비틀어 여는 유리 용기 상에 뚜껑을 고정하였다. 이에 따라 제조된 유리 용기를 80℃로 예열된 IKA 가열 배쓰 내에 배치하였다. 온도조절장치에 의해 15℃로 냉각된 판을 유리 용기의 캡 상에 배치하였다. 24시간 후, 유리 용기를 가열 배쓰로부터 꺼내고, 알루미늄 디스크를 제거하고, 이를 데시케이터에 배치하여 잔류의 물을 제거하였다. 24시간의 건조 시간 후, 분석 발란스 상에서 알루미늄 디스크를 칭량하였다. 분석된 몰딩으로부터의 방출량은 1.92 mg/g이었다.