



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년11월01일
(11) 등록번호 10-2725366
(24) 등록일자 2024년10월30일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A01N 25/28 (2006.01) A01G 7/06 (2006.01)
C08G 18/32 (2006.01) C08G 18/72 (2006.01)
C08G 18/75 (2006.01) C08L 75/02 (2006.01)

(52) CPC특허분류
A01N 25/28 (2013.01)
A01G 7/06 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2018-7001726

(22) 출원일자(국제) 2016년05월10일

심사청구일자 2021년05월04일

(85) 번역문제출일자 2018년01월18일

(65) 공개번호 10-2018-0019207

(43) 공개일자 2018년02월23일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2016/060397

(87) 국제공개번호 WO 2016/202500

국제공개일자 2016년12월22일

(30) 우선권주장

15172815.1 2015년06월19일

유럽특허청(EPO)(EP)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020140043326 A*

(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 13 항

(73) 특허권자

바스프 에스이

독일 루트비히스하펜 암 라인 67056 칼-보슈-스트라세 38

(72) 발명자

콜브 클라우스

독일 67105 쉬퍼슈타트 슈파이어러 슈트라세 93

그레고리 볼프강

독일 67067 루트비히사펜 괴니히스바허 슈트라세 58

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인코리아나

심사관 : 홍미라

(54) 발명의 명칭 **테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 지환족 디이소시아네이트, 및 지방족 디아민으로 제조된 셀을 포함하는 살충 마이크로캡슐**

(57) 요약

본 발명은 폴리우레아 셀 및 코어를 포함하는 마이크로캡슐을 포함하는 조성물 (코어는 수불용성 살충제를 포함하고, 셀은 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 지환족 디이소시아네이트, 및 지방족 디아민의 중합 생성물을 포함함); 물, 살충제, 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 지환족 디이소시아네이트, 및 지방족 디아민을 접촉시키는 단계를 포함하는 조성물의 제조 방법; 및 식물병원성 균류 및/또는 원치 않는 식물 성장 및/또는 원치 않는 곤충 또는 진드기 공격을 제어하고/하거나 식물의 성장을 조절하는 방법 (조성물은 각각의 해충, 또는 각각의 해충으로부터 보호하고자 하는 작물 식물, 토양 및/또는 원치 않는 식물 및/또는 작물 식물 및/또는 이들의 환경에 작용하도록 허용됨) 에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

C08G 18/3228 (2013.01)

C08G 18/722 (2013.01)

C08G 18/75 (2013.01)

C08L 75/02 (2013.01)

Y10S 514/919 (2013.01)

(72) 발명자

슈타인브레너 올리히

독일 67435 노이슈타트 뮐러-투르가우-백 20

파라 라파도 릴리아나

독일 77654 오펜부르크 발터-블루멘스톡-슈트라쎬

22

(56) 선행기술조사문헌

KR1020020079935 A

KR1020110099745 A

US20030119675 A1

US20080242548 A1

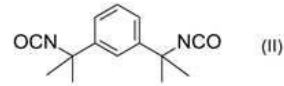
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

명세서

청구범위

청구항 1

폴리우레아 셸 및 코어를 포함하는 마이크로캡슐을 포함하는 조성물로서, 코어는 살충제를 포함하고, 셸은 하기의 중합 생성물을 포함하는, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물:



d) 하기 화학식 (II)의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트

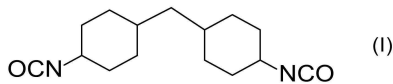
e) 지환족 디이소시아네이트, 및

f) 지방족 디아민,

이때, 살충제는 20 °C 에서 10 g/l 이하의 물 중 용해도를 가질 수 있음.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 지환족 디이소시아네이트가 하기 화학식 (I)의 화합물인, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물:



청구항 3

제 1 항에 있어서, 지방족 디아민이 화학식 $H_2N-(CH_2)_n-NH_2$ (식 중, n 은 2 내지 8 의 정수) 인, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 4

제 1 항에 있어서, 코어 대 폴리우레아 셸의 중량비가 50:1 내지 5:1, 또는 40:1 내지 10:1, 또는 30:1 내지 15:1 범위인, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 5

제 1 항에 있어서, 상기 화학식 (II)의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트 대 지환족 디이소시아네이트의 중량비가 25:1 내지 2:1, 또는 15:1 내지 4:1, 또는 12:1 내지 7:1 범위인, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 6

제 1 항에 있어서, 폴리우레아 셸이 적어도 45 wt% 의 상기 화학식 (II)의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트를 포함하는, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 7

제 1 항에 있어서, 폴리우레아 셸이 20 wt% 이하의 지환족 디이소시아네이트를 포함하는, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 8

제 1 항에 있어서, 폴리우레아 셸이, 상기 화학식 (II)의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트 및 지환족 디이소시아네이트와 상이하하며 적어도 2 개의 이소시아네이트 기를 갖는, 추가 폴리이소시아네이트를 10 wt% 이하로 포함하는, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 9

제 1 항에 있어서, 폴리우레아 셸이, 지방족 디아민과 상이하며 적어도 2 개의 아민 기를 갖는, 추가 폴리아민을 10 wt% 이하로 포함하는, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 10

제 1 항에 있어서, 조성물이 수성 조성물이고, 수성 상은 리그노설포네이트를 포함하는, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 11

제 1 항에 있어서, 조성물이 0.3 내지 3.0 wt% 의 리그노설포네이트를 포함하는, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 12

제 1 항에 있어서, 코어가 수불혼화성 유기 용매를 포함하는, 마이크로캡슐을 포함하는 조성물.

청구항 13

물, 살충제, 상기 화학식 (II) 의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 지환족 디이소시아네이트, 및 지방족 디아민을 접촉시키는 단계를 포함하는 제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 정의된 마이크로캡슐을 포함하는 조성물의 제조 방법.

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 폴리우레아 셸 및 코어를 포함하는 마이크로캡슐을 포함하는 조성물 (코어는 수불용성 살충제를 포함하고, 셸은 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 지환족 디이소시아네이트, 및 지방족 디아민의 중합 생성물을 포함함); 물, 살충제, 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 지환족 디이소시아네이트, 및 지방족 디아민을 접촉시키는 단계를 포함하는 조성물의 제조 방법; 및 식물병원성 균류 및/또는 원치 않는 식물 성장 및/또는 원치 않는 곤충 또는 진드기 공격을 제어하고/하거나 식물의 성장을 조절하는 방법 (조성물은 각각의 해충, 이들의 환경 또는 각각의 해충으로부터 보호하고자 하는 작물 식물, 토양 및/또는 원치 않는 식물 및/또는 작물 식물 및/또는 이들의 환경에 작용하도록 허용됨) 에 관한 것이다. 본 발명은 바람직한 특징과 다른 바람직한 특징의 조합을 포함한다.

배경 기술

[0002]

폴리우레아 셸 및 살충성 코어를 포함하는 농화학 마이크로캡슐은 공지되어 있지만, 여전히 개선이 필요하다. US 2003/119675 는 A) 셸은 톨루일렌 디이소시아네이트 및 메틸렌비스-(시클로헥실-4-이소시아네이트)와 하나의 디아민 및/또는 폴리아민의 혼합물로 제조되고, 코어는 고체 살충제, 액체 지방족 탄화수소 및 유용성 (oil-soluble) 중합체성 분산제를 함유하는 마이크로캡슐, 및 B) 첨가제 및 추가 살충제를 비(非)캡슐화된 형태로 함유할 수 있는 수성 상을 포함하는 마이크로캡슐 현탁액을 개시한다. US 5925595 는 (a) (i) 선형 지방족 이소시아네이트의 부가물인 트리이소시아네이트; (ii) 지환족 또는 방향족 고리 잔기를 함유하는 지방족 디이소시아네이트, 및 (iii) 폴리아민으로 제조된 캡슐 벽; 및 (b) 2 개의 상이한 코어 화학 물질을 포함하는 코어를 포함하는 마이크로캡슐을 개시한다. US 2012/245027 은 낮은 물 중 용해도를 갖는 마이크로캡슐화된 물질 (예를 들어, 살충제) 을 함유하는 마이크로캡슐을 포함하는 조성물을 개시하며, 마이크로캡슐의 벽은 방향족 이소시아네이트, 지방족 이소시아네이트 및 아세틸렌 카바미드 유도체의 계면 중합 반응에 형성된다.

발명의 내용

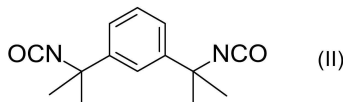
[0003] 목적은 폴리우레아 셀 및 코어를 포함하는 마이크로캡슐을 포함하는 조성물에 의해 해결되며, 코어는 수불용성 살충제를 포함하고, 셀은 하기의 중합 생성물을 포함한다:

[0004] a) 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트,

[0005] b) 지환족 디이소시아네이트, 및

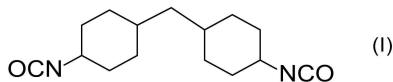
[0006] c) 지방족 디아민.

[0007] 적합한 **테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트**는 메타- 또는 파라-치환된 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트 일 수 있다. 바람직하게는, 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트는 하기 화학식 (II)의 화합물이다:



[0008]

[0009] 적합한 **지환족 디이소시아네이트**는 1-이소시아나토-3,3,5-트리메틸-5-이소시아나토메틸-시클로hex산 (이소포론 디이소시아네이트, IPDI), 1,4- 및/또는 1,3-비스(이소시아나토메틸)시클로hex산 (HXDI), 시클로hex산-1,4-디이소시아네이트, 1-메틸-2,6-시클로hex산 디이소시아네이트, 1-메틸-2,4-시클로hex산 디이소시아네이트, 2,2'-디시클로hex실메탄 디이소시아네이트, 2,4'-디시클로hex실메탄 디이소시아네이트, 또는 4,4'-디시클로hex실메탄 디이소시아네이트이다. 바람직하게는, 지환족 디이소시아네이트는 하기 화학식 (I)의 화합물에 상응하는 4,4'-디시클로hex실메탄 디이소시아네이트이다:



[0010]

[0011] 적합한 **지방족 디아민**은 화학식 $H_2N-(CH_2)_n-NH_2$ (식 중, n 은 2 내지 8 (바람직하게는, 4 내지 6)의 정수)을 갖는다. 이러한 디아민의 예는 에틸렌디아민, 프로필렌-1,3-디아민, 테트라메틸렌디아민, 펜타메틸렌디아민 및 헥사메틸렌디아민이다. 바람직한 지방족 디아민은 헥사메틸렌디아민이다.

[0012] 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트 대 지환족 디이소시아네이트 (예를 들어, 화학식 (I)의 화합물)의 **중량 비**는 통상적으로 25:1 내지 2:1, 바람직하게는 15:1 내지 4:1, 및 특히 12:1 내지 7:1 범위이다.

[0013] 폴리우레아 셀은 통상적으로 적어도 35 wt%, 바람직하게는 적어도 45 wt%, 및 특히 적어도 55 wt%의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트를 포함한다. 폴리우레아 셀은 통상적으로 35 내지 85 wt%, 바람직하게는 45 내지 80 wt%, 및 특히 55 내지 75 wt%의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트를 포함한다. 폴리우레아 셀 내 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트의 wt%는 단량체의 총량을 나타낼 수 있다.

[0014] 폴리우레아 셀은 통상적으로 50 wt% 이하, 바람직하게는 40 wt% 이하, 및 특히 35 wt% 이하의 지환족 디이소시아네이트 (예를 들어, 화학식 (I)의 화합물)를 포함한다. 폴리우레아 셀은 통상적으로 1 내지 30 wt%, 바람직하게는 2 내지 20 wt%, 및 특히 4 내지 12 wt%의 지환족 디이소시아네이트 (예를 들어, 화학식 (I)의 화합물)를 포함한다. 폴리우레아 셀 내 지환족 디이소시아네이트의 wt%는 단량체의 총량을 나타낼 수 있다.

[0015] 폴리우레아 셀은 통상적으로 50 wt% 이하, 바람직하게는 35 wt% 이하, 및 특히 30 wt% 이하의 지방족 디아민 (예를 들어, 화학식 $H_2N-(CH_2)_n-NH_2$ (식 중, n 은 2 내지 8의 정수))을 포함한다. 폴리우레아 셀은 통상적으로 1 내지 50 wt%, 1 내지 30 wt%, 바람직하게는 2 내지 20 wt% 또는 15 내지 35 wt% 및 특히 25 내지 35 wt%의 지방족 디아민 (예를 들어, 화학식 $H_2N-(CH_2)_n-NH_2$ (식 중, n 은 2 내지 8의 정수))을 포함한다. 폴리우레아 셀 내 지방족 디아민의 wt%는 단량체의 총량을 나타낼 수 있다.

[0016] 폴리우레아 셀은, 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트 및 지환족 디이소시아네이트와 상이하며 적어도 2개의 이소시아네이트기를 갖는, **추가 폴리이소시아네이트**를 포함할 수 있다. 통상적으로, 폴리우레아 셀은 10 wt% 이하, 바람직하게는 5 wt% 이하, 및 특히 1 wt% 이하의 추가 폴리이소시아네이트를 포함한다. 폴리우레아 셀 내 추가 폴리이소시아네이트의 wt%는 단량체의 총량을 나타낼 수 있다.

[0017] 폴리우레아 셀은, 지방족 디아민과 상이하며 적어도 2개의 아민기를 갖는, **추가 폴리아민**을 포함할 수 있다. 통상적으로, 폴리우레아 셀은 10 wt% 이하, 바람직하게는 5 wt% 이하, 및 특히 1 wt% 이하의 추가 폴리아민

을 포함한다. 폴리우레아 셸 내 추가 폴리아민의 wt% 는 단량체의 총량을 나타낼 수 있다.

- [0018] 코어 대 폴리우레아 셸의 **중량비**는 통상적으로 50:1 내지 5:1, 바람직하게는 40:1 내지 10:1, 및 특히 30:1 내지 15:1 범위이다. 코어의 중량은 살충제, 및 선택적으로 수불혼화성 유기 용매, 및 선택적으로 추가 용매의 양을 기준으로 할 수 있다. 폴리우레아 셸의 중량은 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 지환족 디이소시아네이트, 지방족 디아민, 및 선택적으로 추가 폴리이소시아네이트, 및 추가 폴리아민의 양을 기준으로 할 수 있다.
- [0019] 바람직한 형태에서, 폴리우레아 셸은 35 내지 85 wt% 의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 1 내지 30 wt% 의 지환족 디이소시아네이트 (예를 들어, 화학식 (I) 의 화합물), 1 내지 30 wt% 의 지방족 디아민 (예를 들어, 화학식 $H_2N-(CH_2)_n-NH_2$ (식 중, n 은 2 내지 8 의 정수)), 10 wt% 이하의 추가 폴리이소시아네이트, 10 wt% 이하의 추가 폴리아민을 포함하고, 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트 대 지환족 디이소시아네이트 (예를 들어, 화학식 (I) 의 화합물) 의 중량비는 25:1 내지 2:1 범위이고, 코어 대 폴리우레아 셸의 중량비는 50:1 내지 5:1 범위이다.
- [0020] 또 다른 바람직한 형태에서, 폴리우레아 셸은 45 내지 80 wt% 의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 2 내지 20 wt% 의 지환족 디이소시아네이트 (예를 들어, 화학식 (I) 의 화합물), 15 내지 35 wt% 의 지방족 디아민 (예를 들어, 화학식 $H_2N-(CH_2)_n-NH_2$ (식 중, n 은 2 내지 8 의 정수)), 5 wt% 이하의 추가 폴리이소시아네이트, 5 wt% 이하의 추가 폴리아민을 포함하고, 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트 대 지환족 디이소시아네이트 (예를 들어, 화학식 (I) 의 화합물) 의 중량비는 15:1 내지 4:1 범위이고, 코어 대 폴리우레아 셸의 중량비는 40:1 내지 10:1 범위이다.
- [0021] 또 다른 바람직한 형태에서, 폴리우레아 셸은 55 내지 75 wt% 의 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 4 내지 12 wt% 의 지환족 디이소시아네이트 (예를 들어, 화학식 (I) 의 화합물), 25 내지 35 wt% 의 지방족 디아민 (예를 들어, 화학식 $H_2N-(CH_2)_n-NH_2$ (식 중, n 은 4 내지 8 의 정수)), 1 wt% 이하의 추가 폴리이소시아네이트, 1 wt% 이하의 추가 폴리아민을 포함하고, 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트 대 지환족 디이소시아네이트 (예를 들어, 화학식 (I) 의 화합물) 의 중량비는 12:1 내지 7:1 이고, 코어 대 폴리우레아 셸의 중량비는 30:1 내지 15:1 범위이다.
- [0022] 폴리우레아 셸을 포함하는 마이크로캡슐은 선행 기술과 유사하게 **제조**될 수 있다. 이들은 바람직하게는 적합한 중합체 벽 형성 물질, 예컨대 디이소시아네이트 및 디아민의 계면 중합 공정에 의해 제조된다. 계면 중합은 통상적으로 코어 물질에 용해되어 있는 중합체 벽 형성 물질의 적어도 일부를 함유하는 코어 물질의 수성 수중유 에멀전 또는 현탁액에서 수행된다. 중합 동안, 중합체는 코어 물질로부터 코어 물질과 물 사이의 경계면으로 분리되어 마이크로캡슐의 벽을 형성한다. 이에 의하여, 마이크로캡슐 물질의 수성 현탁액이 수득 가능하다. 살충제 화합물을 함유하는 마이크로캡슐을 제조하기 위한 계면 중합 공정에 적합한 방법은 선행 기술에 개시되어 있다. 일반적으로, 폴리우레아는 적어도 하나의 디이소시아네이트와 적어도 하나의 디아민을 반응시킴으로써 형성되어 폴리우레아 셸을 형성한다.
- [0023] 마이크로캡슐의 **평균 크기** (광 산란에 의한 z-평균; 바람직하게는 $D_{4,3}$ 평균) 는 0.5 내지 50 μm , 바람직하게는 0.5 내지 20 μm , 더 바람직하게는 1 내지 15 μm , 및 특히 2 내지 10 μm 이다.
- [0024] 마이크로캡슐의 코어는 **수불혼화성 유기 용매**를 포함할 수 있다. 수불혼화성 유기 용매의 적합한 예는 하기이다:
- [0025] - 탄화수소 용매, 예컨대 지방족, 시클릭 및 방향족 탄화수소 (예를 들어, 톨루엔, 자일렌, 파라핀, 테트라하이드로나프탈렌, 알킬화 나프탈렌 또는 이들의 유도체, 중간 내지 높은 비점의 미네랄 오일 분획 (예컨대 케로센, 디젤 오일, 콜 타르 오일));
- [0026] - 식물 오일, 예컨대 옥수수 오일, 유채 오일;
- [0027] - 지방산 에스테르, 예컨대 C_{10} - C_{22} -지방산의 C_1 - C_{10} -알킬에스테르; 또는
- [0028] - 식물 오일의 메틸- 또는 에틸 에스테르, 예컨대 유채 오일 메틸 에스테르 또는 옥수수 오일 메틸 에스테르
- [0029] - 부분적으로 비누화된 지방 및 오일

- [0030] - 로진 및 로진 오일.
- [0031] 앞서 언급한 수불혼화성 유기 용매의 혼합물이 또한 가능하다. 수불혼화성 유기 용매는 통상적으로 상표명 Solvesso® 200, Aromatic® 200, 또는 Caromax® 28 의 탄화수소와 같이 상업적으로 입수가능하다. 방향족 탄화수소는 나프탈렌이 고갈된 성질로 사용될 수 있다. 바람직한 수불혼화성 유기 용매는 탄화수소, 특히 방향족 탄화수소이다.
- [0032] 바람직하게는, 수불혼화성 유기 용매는 20 °C 에서 20 g/l 이하, 더 바람직하게는 5 g/l 이하 및 특히 0.5 g/l 이하의 물 중 용해도를 갖는다.
- [0033] 통상적으로, 수불혼화성 유기 용매는 100 °C 초과, 바람직하게는 150 °C 초과, 및 특히 180 °C 초과의 비점을 갖는다.
- [0034] 바람직한 형태에서, 마이크로캡슐의 코어는 10 wt% 이하, 바람직하게는 5 wt% 이하, 및 특히 1 wt% 이하의 수불혼화성 유기 용매를 포함할 수 있다.
- [0035] 마이크로캡슐의 코어는 코어 내 모든 용매의 총량을 기준으로, 예를 들어 30 wt% 이하, 바람직하게는 15 wt% 이하의 추가 용매를 포함할 수 있다.
- [0036] 마이크로캡슐의 코어는 적어도 90 wt%, 바람직하게는 적어도 95 wt%, 및 특히 적어도 99 wt% 의 살충제, 선택적으로 수불혼화성 유기 용매, 및 선택적으로 추가 용매의 합을 포함할 수 있다. 또 다른 형태에서, 마이크로캡슐의 코어는 살충제, 선택적으로 수불혼화성 유기 용매, 및 선택적으로 추가 용매로 이루어질 수 있다.
- [0037] 바람직한 형태에서, 마이크로캡슐의 코어는 적어도 90 wt%, 바람직하게는 적어도 95 wt%, 및 특히 적어도 99 wt% 의 살충제를 포함할 수 있다.
- [0038] 조성물은 수성 상 (예를 들어, 연속 수성 상) 을 포함할 수 있는 수성 조성물일 수 있다. 수성 조성물은 적어도 10 wt%, 바람직하게는 적어도 25 wt%, 및 특히 적어도 35 wt% 의 물을 포함할 수 있다. 통상적으로, 마이크로캡슐은 수성 조성물의 수성 상에 현탁된다.
- [0039] 바람직하게는, 조성물은 수성 조성물이고, 수성 상은 리그노설포네이트를 포함한다. 적합한 리그노설포네이트는 리그노설포산의 알칼리 금속 염 및/또는 알칼리 토금속 염 및/또는 암모늄 염, 예를 들어 암모늄, 소듐, 포타슘, 칼슘 또는 마그네슘 염이다. 소듐, 포타슘 및/또는 칼슘 염이 매우 특히 바람직하게 사용된다. 물론, 용어 리그노설포네이트는 또한 상이한 이온의 혼합 염, 예컨대 포타슘/소듐 리그노설포네이트, 포타슘/칼슘 리그노설포네이트 등, 특히 소듐/칼슘 리그노설포네이트를 포함한다.
- [0040] 리그노설포네이트는 크래프트(kraft) 리그닌을 기반으로 할 수 있다. 크래프트 리그닌은 소듐 하이드록사이드 및 소듐 설파이드를 사용하는 리그닌의 펄프화(pulping) 공정에서 수득된다. 크래프트 리그닌은 설포화되어 리그노설포네이트를 수득할 수 있다.
- [0041] 리그노설포네이트의 분자 질량은 500 내지 20000 g/mol 로 다양할 수 있다. 바람직하게는, 리그노설포네이트는 700 내지 10000 g/mol, 더 바람직하게는 900 내지 7000 g/mol, 및 특히 1000 내지 5000 g/mol 의 분자량을 갖는다.
- [0042] 리그노설포네이트는 통상적으로 물에 (예를 들어, 20 °C 에서), 예를 들어 적어도 5 wt%, 바람직하게는 적어도 10 wt%, 및 특히 적어도 20 wt% 용해성이다.
- [0043] 수성 조성물은 통상적으로 0.1 내지 5.0 wt%, 바람직하게는 0.3 내지 3.0 wt%, 및 특히 0.5 내지 2.0 wt% 의 리그노설포네이트를 포함한다.
- [0044] 용어 **살충제**는 통상적으로 살진균제, 살곤충제, 살선충제, 제초제, 완화제, 생물살충제 및/또는 성장 조절제의 군으로부터 선택되는 적어도 하나의 활성 물질을 지칭한다. 바람직한 살충제는 살진균제, 살곤충제, 제초제 및 성장 조절제이다. 특히 바람직한 살충제는 제초제이다. 앞서 언급한 부류들 중 둘 이상의 살충제의 혼합물이 사용될 수도 있다. 당업자는 예를 들어 [Pesticide Manual, 16th Ed. (2013), British Crop Protection Council, London] 에서 찾아볼 수 있는 이러한 살충제에 익숙하다. 적합한 살곤충제는 카바메이트, 유기포스페이트, 유기염소 살곤충제, 페닐피라졸, 피레트로이드, 네오니코티노이드, 스피노신, 아베르멕틴, 밀베마이신, 유충 호르몬 유사체, 알킬 할라이드, 유기주석 화합물 네라이스톡신 유사체, 벤조일우레아, 디아실 하이드라진, METI 살비제, 및 살곤충제, 예컨대 클로로피크린, 피메트로진, 플로니카미드, 클로펜테진, 헥시티아주스, 에톡사졸, 디아젠티우론, 프로파자이트, 테트라디폰, 클로로페나피르, DNOC, 부프로페진, 사이로마진,

아미트라즈, 하이드라메틸논, 아세퀴노실, 플루아크리피림, 로테논, 또는 이들의 유도체 부류의 살충제이다.

적합한 살진균제는 디니트로아닐린, 알릴아민, 아닐리노피리미딘, 항생제, 방향족 탄화수소, 벤젠설폰아미드, 벤즈이미다졸, 벤즈이소티아졸, 벤조페논, 벤조티아디아졸, 벤조트리아진, 벤질 카바메이트, 카바메이트, 카복사미드, 카복시산 디아미드, 클로로니트릴 시아노아세트아미드 옥심, 시아노이미다졸, 시클로프로판카복사미드, 디카복시미드, 디하이드로디옥사진, 디니트로페닐 크로토네이트, 디티오카바메이트, 디티올란, 에틸포스포네이트, 에틸아미노티아졸카복사미드, 구아니딘, 하이드록시-(2-아미노)피리미딘, 하이드록시아닐리드, 이미다졸, 이미다졸리논, 무기 물질, 이소벤조푸라논, 메톡시아크릴레이트, 메톡시카바메이트, 모르폴린, N-페닐카바메이트, 옥사졸리딘디온, 옥시미노아세트이트, 옥시미노아세트아미드, 펩티드피리미딘 뉴클레오시드, 페닐아세트아미드, 페닐아미드, 페닐피롤, 페닐우레아, 포스포네이트, 포스포로티올레이트, 프탈아미드산, 프탈아미드, 피페라진, 피페리딘, 프로피온아미드, 피리다지논, 피리딘, 피리디닐메틸벤즈아미드, 피리미딘아민, 피리미딘, 피리미돈하이드라존, 피롤로퀴놀리논, 퀴나졸리논, 퀴놀린, 퀴논, 슬파미드, 슬파모일트리아졸, 티아졸카복사미드, 티오카바메이트, 티오파네이트, 티오펜카복사미드, 톨루아미드, 트리페닐주석 화합물, 트리아진, 트리아졸 부류의 살진균제이다. 적합한 제초제는 아세트아미드, 아미드, 아릴옥시페녹시프로피오네이트, 벤즈아미드, 벤조푸란, 벤조산, 벤조티아디아지논, 바이피리딜륨, 카바메이트, 클로로아세트아미드, 클로로카복시산, 시클로헥산디온, 디니트로아닐린, 디니트로페놀, 디페닐 에테르, 글리신, 이미다졸리논, 이속사졸, 이속사졸리딘, 니트릴, N-페닐프탈아미드, 옥사디아졸, 옥사졸리딘디온, 옥시아세트아미드, 페녹시카복시산, 페닐카바메이트, 페닐피라졸, 페닐피라졸린, 페닐피리다진, 포스핀산, 포스포로아미데이트, 포스포로디티오네이트, 프탈라메이트, 피라졸, 피리다지논, 피리딘, 피리딘카복시산, 피리딘카복사미드, 피리미딘디온, 피리미디닐(티오)벤조에이트, 퀴놀린카복시산, 세미카르바존, 설포닐아미노카보닐트리아졸리논, 설포닐우레아, 테트라졸리논, 티아디아졸, 티오카바메이트, 트리아진, 트리아지논, 트리아졸, 트리아졸리논, 트리아졸로카복사미드, 트리아졸로피리미딘, 트리케톤, 우라실, 우레아 부류의 제초제이다. 바람직하게는, 살충제는 제조제, 예컨대 펜디메탈린이다.

- [0045] 살충제는 수불용성이다. 살충제는 20 °C 에서 10 g/l 이하, 바람직하게는 1 g/l 이하 및 특히 0.5 g/l 이하의 물 중 용해도를 가질 수 있다.
- [0046] 살충제는 20 °C 에서 액체 또는 고체일 수 있으며, 액체 형태가 바람직하다. 하나의 형태에서, 살충제는 0 내지 120 °C, 바람직하게는 20 내지 90 °C, 및 특히 35 내지 70 °C 의 융점을 갖는다.
- [0047] 코어는 통상적으로 살충제를 액체 형태로 포함하거나 (예를 들어, 코어가 수불혼화성 유기 용매를 함유하지 않는 경우; 또는 코어가 살충제로 이루어지는 경우), 또는 수불혼화성 유기 용매에 용해된 살충제를 포함한다. 바람직하게는, 코어는 살충제를 액체 형태로 포함한다 (예를 들어, 코어가 수불혼화성 유기 용매를 함유하지 않는 경우; 또는 코어가 살충제로 이루어지는 경우).
- [0048] 조성물 (예를 들어, 수성 조성물) 은 통상적으로 적어도 1 wt%, 바람직하게는 적어도 3 wt% 및 특히 적어도 10 wt% 의 캡슐화된 살충제를 함유한다.
- [0049] 조성물은 **비캡슐화된 살충제**를 포함할 수 있다. 이 비캡슐화된 살충제는 용해된 형태로, 또는 현탁액, 에멀전 또는 서스포에멀전(suspoemulsion)으로 존재할 수 있다. 이는 코어 내 살충제와 동일하거나 상이할 수 있다. 수성 조성물은 수성 상에 비캡슐화된 살충제를 포함할 수 있다. 수성 조성물은 통상적으로 적어도 1 wt%, 바람직하게는 적어도 3 wt% 및 특히 적어도 10 wt% 의 비캡슐화된 살충제를 함유한다.
- [0050] 조성물은 또한 마이크로캡슐의 제조로부터 유래될 수 있거나 또는 이후에 첨가될 수 있는 **수용성 무기 염**을 함유할 수 있다. 존재하는 경우, 수용성, 무기 염의 농도는 1 내지 200 g/l, 바람직하게는 2 내지 150 g/l 및 특히 10 내지 130 g/l 로 다양할 수 있다. 염의 물-용해도는 20 °C 에서 적어도 50 g/l, 특히 적어도 100 g/l 또는 심지어 적어도 200 g/l 의 물 중 용해도를 의미한다.
- [0051] 이러한 무기 염은 바람직하게는 알칼리 금속의 설페이트, 클로라이드, 니트레이트, 모노 및 디하이드로젠 포스페이트, 알칼리 토금속의 설페이트, 클로라이드, 니트레이트, 암모니아의 모노 및 디하이드로젠 포스페이트, 클로라이드 및 니트레이트 및 마그네슘 설페이트로부터 선택된다. 예는 리튬 클로라이드, 소듐 클로라이드, 포타슘 클로라이드, 리튬 니트레이트, 소듐 니트레이트, 포타슘 니트레이트, 리튬 설페이트, 소듐 설페이트, 포타슘 설페이트, 소듐 모노하이드로젠 포스페이트, 포타슘 모노하이드로젠 포스페이트, 소듐 디하이드로젠 포스페이트, 포타슘 디하이드로젠 포스페이트, 마그네슘 클로라이드, 칼슘 클로라이드, 마그네슘 니트레이트, 칼슘 니트레이트, 마그네슘 설페이트, 암모늄 클로라이드, 암모늄 설페이트, 암모늄 모노하이드로젠 포스페이트, 암모늄 디하이드로젠 포스페이트 등을 포함한다. 바람직한 무기 염은 소듐 클로라이드, 포타슘 클로라이드,

칼슘 클로라이드, 암모늄 설페이트 및 마그네슘 설페이트이고, 암모늄 설페이트 및 마그네슘 설페이트가 특히 바람직하다.

- [0052] 또 다른 구현예에서, 조성물은 수용성 무기 염을 함유하지 않거나, 10 g/l 미만, 특히 1 g/l 미만의 수용성 무기 염을 함유한다.
- [0053] 조성물은 **글리콜**, 예컨대 에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜을 포함할 수 있다. 조성물은 1 내지 250 g/l, 바람직하게는 10 내지 150 g/l 및 특히 30 내지 100 g/l 의 글리콜을 포함할 수 있다.
- [0054] 조성물은 마이크로캡슐 외부에, 예를 들어 수성 조성물의 수성 상에 추가 보조제를 포함할 수 있다. 적합한 **보조제**의 예는 계면활성제, 분산제, 에멀전화제, 습윤제, 아췌반트, 가용화제, 침투 향상제, 보호성 콜로이드, 접착제, 증점제, 보습제, 기피제, 유인제, 먹이섭취 자극제(feeding stimulant), 상용화제, 살균제, 소포제, 동결방지제, 착색제, 점착제 및 결합제이다.
- [0055] 적합한 계면활성제는 표면-활성 화합물, 예컨대 음이온성, 양이온성, 비이온성 및 양쪽성 계면활성제, 블록 중합체, 고분자전해질, 및 이들의 혼합물이다. 이러한 계면활성제는 에멀전화제, 분산제, 가용화제, 습윤제, 침투 향상제, 보호성 콜로이드, 또는 아췌반트로 사용될 수 있다. 계면활성제의 예는 [McCutcheon's, Vol.1: Emulsifiers & Detergents, McCutcheon's Directories, Glen Rock, USA, 2008 (International Ed. or North American Ed.)] 에 열거되어 있다.
- [0056] 적합한 음이온성 계면활성제는 설포네이트, 설페이트, 포스페이트, 카복실레이트의 알칼리, 알칼리 토금속 또는 암모늄 염, 및 이들의 혼합물이다. 설포네이트의 예는 알킬아릴설포네이트, 디페닐설포네이트, 알파-올레핀 설포네이트, 지방산 및 오일의 설포네이트, 에톡시화 알킬페놀의 설포네이트, 알콕시화 아릴페놀의 설포네이트, 축합 나프탈렌의 설포네이트, 도데실- 및 트리데실벤젠의 설포네이트, 나프탈렌 및 알킬나프탈렌의 설포네이트, 설포석시네이트 또는 설포석시나메이트이다. 설페이트의 예는 지방산 및 오일, 에톡시화 알킬페놀, 알콜, 에톡시화 알콜, 또는 지방산 에스테르의 설페이트이다. 포스페이트의 예는 포스페이트 에스테르이다. 카복실레이트의 예는 알킬 카복실레이트, 및 카복시화 알콜 또는 알킬페놀 에톡시레이트이다. 용어 설포네이트는 리그닌설포네이트와 상이한 화합물을 지칭한다.
- [0057] 적합한 비이온성 계면활성제는 알콕시레이트, N-치환된 지방산 아마이드, 아민 옥사이드, 에스테르, 당-기반 계면활성제, 중합체성 계면활성제, 및 이들의 혼합물이다. 알콕시레이트의 예는 1 내지 50 당량으로 알콕시화된 알콜, 알킬페놀, 아민, 아마이드, 아릴페놀, 지방산 또는 지방산 에스테르와 같은 화합물이다. 에틸렌 옥사이드 및/또는 프로필렌 옥사이드, 바람직하게는 에틸렌 옥사이드가 알콕시화에 이용될 수 있다. N-치환된 지방산 아마이드의 예는 지방산 글루카미드 또는 지방산 알칸올아미드이다. 에스테르의 예는 지방산 에스테르, 글리세롤 에스테르 또는 모노글리세리드이다. 당-기반 계면활성제의 예는 소르비탄, 에톡시화 소르비탄, 수크로스 및 글루코스 에스테르 또는 알킬폴리글루코시드이다. 중합체성 계면활성제의 예는 비닐피롤리돈, 비닐알콜, 또는 비닐아세테이트의 단독- 또는 공중합체이다.
- [0058] 적합한 양이온성 계면활성제는 4차 계면활성제, 예를 들어 1 또는 2 개의 소수성 기를 갖는 4차 암모늄 화합물, 또는 장쇄 1차 아민의 염이다. 적합한 양쪽성 계면활성제는 알킬베타인 및 이미다졸린이다. 적합한 블록 중합체는 폴리에틸렌 옥사이드 및 폴리프로필렌 옥사이드의 블록을 포함하는 A-B 또는 A-B-A 유형, 또는 알칸올, 폴리에틸렌 옥사이드 및 폴리프로필렌 옥사이드를 포함하는 A-B-C 유형의 블록 중합체이다. 적합한 고분자전해질은 폴리산 또는 폴리염기이다. 폴리산의 예는 폴리산 빗(comb) 공중합체 또는 폴리아크릴산의 알칼리 염이다. 폴리염기의 예는 폴리비닐아민 또는 폴리에틸렌아민이다.
- [0059] 적합한 아췌반트는 살충 활성 자체가 약하거나 심지어 없으며, 표적에 대한 화합물 I 의 생물학적 성능을 개선하는 화합물이다. 예는 계면활성제, 미네랄 또는 식물 오일, 및 기타 보조제이다. 추가 예는 [Knowles, Adjuvants and additives, Agrow Reports DS256, T&F Informa UK, 2006, chapter 5] 에 열거되어 있다.
- [0060] 적합한 증점제는 다당류 (예를 들어, 잔탄 검, 카복시메틸셀룰로스), 무기 클레이 (유기적으로 개질 또는 비개질됨), 폴리카복실레이트, 및 실리카이트이다.
- [0061] 적합한 살균제는 브로노폴 및 이소티아졸리논 유도체, 예컨대 알킬이소티아졸리논 및 벤즈이소티아졸리논이다.
- [0062] 적합한 소포제는 실리콘, 장쇄 알콜, 및 지방산의 염이다.
- [0063] 적합한 동결방지제는 우레아, 에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 글리세롤 또는 포타슘 포르메이트이다.

- [0064] 본 발명은 또한 물, 살충제, 테트라메틸자일릴렌 디이소시아네이트, 지환족 디이소시아네이트, 및 지방족 디아민을 접촉시키는 단계를 포함하는 조성물의 **제조** 방법에 관한 것이다. 접촉은 예를 들어 20 내지 100 °C 의 온도에서 성분을 혼합함으로써 수행될 수 있다.
- [0065] 본 발명은 또한 식물병원성 균류 및/또는 원치 않는 식물 성장 및/또는 원치 않는 곤충 또는 진드기 공격을 **제어**하고/하거나 식물의 성장을 조절하는 방법에 관한 것으로서, 본 발명에 따른 조성물은 각각의 해충, 이들의 환경 또는 각각의 해충으로부터 보호하고자 하는 작물 식물, 토양 및/또는 원치 않는 식물 및/또는 작물 식물 및/또는 이들의 환경에 작용하도록 허용된다.
- [0066] 적합한 **작물 식물**의 예는 곡류, 예를 들어 밀, 호밀, 보리, 라이밀, 오프 또는 쌀; 비트, 예를 들어 설탕 또는 사료용 비트; 이과류, 핵과류 및 연과류(soft fruit), 예를 들어 사과, 배, 자두, 복숭아, 아몬드, 체리, 딸기, 라즈베리, 커런트 또는 구스베리; 콩류, 예를 들어 콩, 렌틸, 완두콩, 루체른(lucerne) 또는 대두; 오일 작물, 예를 들어 유채, 머스타드, 올리브, 해바라기, 코코넛, 카카오, 아주까리, 오일 야자, 땅콩 또는 대두; 박과, 예를 들어 호박/스퀴시, 오이 또는 멜론; 섬유 작물, 예를 들어 목화, 아마, 대마 또는 황마; 감귤류, 예를 들어 오렌지, 레몬, 자몽 또는 귤; 채소 식물, 예를 들어 시금치, 양상추, 아스파라거스, 양배추, 당근, 양파, 토마토, 감자, 호박/스퀴시 또는 고추; 월계수계의 식물, 예를 들어 아보카도, 계피 또는 장뇌; 에너지 작물 및 산업 공급원료 작물, 예를 들어 옥수수, 대두, 밀, 유채, 사탕 수수 또는 오일 야자; 옥수수; 담배; 넷트; 커피; 차; 바나나; 와인 (디저트 포도 및 양조용 포도); 홉; 풀, 예를 들어 잔디; 노린재나무 (스테비아 레바우다니아(*Stevia rebaudania*)); 고무 식물 및 숲 식물, 예를 들어 꽃, 관목, 낙엽수 및 침엽수, 및 번식 물질, 예를 들어 종자, 및 이러한 식물의 수확 생성물이다.
- [0067] 용어 작물 식물은 또한 육종(breeding), 돌연변이유발 또는 **재조합** 방법에 의해 조작된 식물을 포함하며, 시판되거나 개발되는 과정에 있는 생명공학 농업 생성물을 포함한다. 유전자 조작 식물은 유전 물질이 하이브리다이징(hybridizing), 돌연변이 또는 자연 재조합 (즉, 유전 물질의 재조합)에 의해 자연 상태 하에 발생하지 않는 방식으로 조작된 식물이다. 여기서, 하나 이상의 유전자는 원칙적으로 식물의 특성을 개선시키기 위해 식물의 유전 물질에 통합될 것이다. 이러한 재조합 조작은 또한 예를 들어 글리코실화 또는 결합 중합체에 의한, 단백질, 올리고- 또는 폴리펩티드의 번역후 개질, 예컨대, 예를 들어 프레닐화, 아세틸화 또는 파르네실화 잔기 또는 PEG 잔기를 포함한다.
- [0068] **사용자**는 본 발명에 따른 조성물을 통상적으로 예비투여 장비(predosage device), 배낭식 분무기(knapsack sprayer), 분무 탱크(spray tank), 분무 비행기(spray plane), 또는 관개 시스템으로부터 **적용**한다. 통상적으로, 농화학 조성물은 물, 완충제, 및/또는 추가 보조제를 사용하여 원하는 적용 농도로 제조되고, 그에 따라 즉시 사용가능한 분무액 또는 본 발명에 따른 농화학 조성물이 수득된다. 통상적으로, 농업 유용 면적의 1 헥타르 당 20 내지 2000 리터, 바람직하게는 50 내지 400 리터의 즉시 사용가능한 분무액이 적용된다.
- [0069] 각종 유형의 오일, 습윤제, 아췌반트, 비료, 또는 미량영양소(micronutrient), 및 기타 살충제 (예를 들어, 제초제, 살곤충제, 살진균제, 성장 조절제, 완화제) 이 이들을 포함하는 농화학 조성물에 프리믹스로서 또는, 적절한 경우 사용 직전에 (**탱크 믹스**(tank mix)) 첨가될 수 있다. 이들 작용제는 본 발명에 따른 조성물과 1:100 내지 100:1, 바람직하게는 1:10 내지 10:1 의 중량비로 혼합될 수 있다.
- [0070] 식물 보호에 이용되는 경우, **적용되는 활성 물질의 양**은 원하는 효과의 종류에 따라 0.001 내지 2 kg/ha, 바람직하게는 0.005 내지 2 kg/ha, 더 바람직하게는 0.05 내지 0.9 kg/ha, 특히 0.1 내지 0.75 kg/ha 이다. 예를 들어 종자의 더스팅(dusting), 코팅 또는 드렌칭(drenching)에 의한, 식물 번식 물질, 예컨대 종자의 처리에서, 식물 번식 물질 (바람직하게는 종자) 의 100 kg 당 0.1 내지 1000 g, 바람직하게는 1 내지 1000 g, 더 바람직하게는 1 내지 100 g, 가장 바람직하게는 5 내지 100 g 의 활성 물질의 양이 일반적으로 요구된다.
- [0071] 본 발명은 다양한 이점을 갖는다: 조성물은 예를 들어 심지어 넓은 온도 범위에서의 장 시간 동안의 저장 동안 안정하고; 조성물은 물로의 회석 후 분무 노즐을 막지 않으면서 적용될 수 있고; 조성물은 물로의 회석 후 안정하고; 조성물은 다양한 다른 작물 보호 제품과 혼합될 수 있고; 착색된 살충제에 의해 유발되는 기기, 농부, 또는 작물의 오염(staining)이 감소되고; 살충제의 휘발성이 감소되고; UV 감도가 감소되고; 살충제는 작물에 대한 적용 후 더 안정하다.
- [0072] 하기 실시예는 본 발명을 추가로 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예에 한정되지 않는다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0073] 실시예
- [0074] TMXDI: 테트라메틸-m-자일릴렌 디이소시아네이트, CAS 2778-42-9.
- [0075] 시클릭 디이소시아네이트: 비스(4-이소시아나토시클로헥실) 메탄 (화학식 (I) 의 화합물).
- [0076] 첨가제 A: 나프탈렌 설포네이트 축합물의 소듐 염.
- [0077] 첨가제 B: 소수성으로 개질된 폴리아크릴레이트, 음이온성 중합체성 분산제, 분말, 분자량 1-20 kDa, pH 7-8.5 (물 중 1 wt%).
- [0078] 리그노설포네이트: 크래프트 리그닌을 기반으로 하는 리그노설포네이트의 소듐 염, 분자량 약 3000 g/mol, 수용성, CAS 68512-34-5.
- [0079] 실시예 1
- [0080] 살충제, TMXDI 및 시클릭 디이소시아네이트를 포함하는 오일 상을 65 °C 에서 수 상 (리그노설포네이트, 마그네슘 설페이트 헵타하이드레이트 포함) 에 첨가하고, 고전단 기기를 사용하여 에멀전화하였다. 에멀전화 후, 에멀전화 장비를 저전단 교반기로 교체하고, 헥사메틸렌 디아민을 첨가하였다. 그 뒤에, 분산액을 60 °C 에서 30-60 분 동안 부드럽게 진탕하였다. 교반 하에, 첨가제 A, 잔탄 검, 실리콘 소포제, 및 살생물제를 포함하는 수성 최종 용액을 캡슐 분산액에 첨가하고, 아세트산을 첨가하여 pH 를 pH 6-8 로 조정하였다. 마이크로캡슐의 평균 크기는 6.5 μm 였다.

표 1

	양 [g/l]
펜디메탈린	455
TMXDI	15.05
시클릭 디이소시아네이트	1.67
헥사메틸렌 디아민	6.6
리그노설포네이트	12.5
첨가제 A	4.7
마그네슘 설페이트	114
잔탄 검	0.45
실리콘 소포제	0.6
살생물제	2
물	1.0 l 까지

[0081]

[0082] 실시예 2

[0083] 마이크로캡슐은 실시예 1 에서와 같이 제조하였다. 성분의 양은 표 2 에 열거하였다. 마이크로캡슐의 평균 크기는 7 μm 였다.

표 2

	양 [g/l]
펜디메탈린	455
TMXDI	15.05
시클릭 디이소시아네이트	1.67
헥사메틸렌 디아민	6.6
리그노설포네이트	12.5
첨가제 A	5
1,2-프로필렌 글리콜	70
잔탄 검	2.5
실리콘 소포제	5
살생물제	2
물	1.0 l 까지

[0084]

[0085] 실시예 3

[0086] 마이크로캡슐은 실시예 1 에서와 같이 제조하였다. 성분의 양은 표 3 에 열거하였다. 마이크로캡슐의 평균 크기는 6.9 μm 였다.

표 3

	양 [g/l]
펜디메탈린	455
TMXDI	15.05
시클릭 디이소시아네이트	1.67
헥사메틸렌 디아민	6.6
리그노설포네이트	12.5
첨가제 B	5
마그네슘 설페이트	114
잔탄 겜	0.45
실리콘 소포제	0.6
살생물제	2
물	1.0 l 까지

[0087]

[0088] 실시예 4

[0089] 실시예 1 에 기재한 바와 같은 절차에 따라 실시예 1, 2 및 3 에서 제조한 마이크로캡슐의 샘플을 희석 안정성 및 분무 노즐 막힘(clogging)에 대하여 시험하였다. 샘플을 물로 희석하여 200 L/ha 물과 3 L/ha 제품의 적용 비율에 적합한 분무 탱크 혼합물을 제조하였다. 분무 탱크 혼합물을 금속 체 (150 μm) 를 통해 펌프 회로에서 순환시켰다. 1 시간, 2 시간, 2.5 시간 및 4 시간 후, 새로운 분무 탱크 혼합물로 회로를 재충전하였다. 그 다음, 순환(circling)을 밤새 중단시키고, 실온에서 유지시켰다. 다음 날, 회로를 재충전하고, 한 시간 동안 순환시켰다. 말단 회로에서 배출시키고, 체 상의 잔류물을 평가하였다. 미량의 오렌지색 잔류물이 관찰되었는데, 이는 체를 막지 않았다.

[0090] 따라서, 실시예 1, 2 및 3 의 조성물은 물로의 희석 후 분무 노즐을 막지 않으면서 적용될 수 있고, 조성물은 물로의 희석 후 안정하다는 것이 입증되었다.

[0091] 실시예 5 (비교)

[0092] 비교 마이크로캡슐은 실시예 1 에 기재한 바와 같은 절차에 따라 제조하였다. 성분의 양은 표 4 에 열거하였다. 기본적으로, 이 비교 실시예는 실시예 1 의 조성물과 동일하지만, 시클릭 디이소시아네이트를 포함하지 않았다.

[0093] 실시예 5 에서 제조한 마이크로캡슐의 샘플을 실시예 4 에 기재한 바와 같이 희석 안정성 및 분무 노즐 막힘에 대하여 시험하였다. 처음 2 시간 후, 다량의 오렌지색 잔류물로 인해 펌프 회로의 금속 체가 막혔다. 순환은 계속될 수 없었다.

[0094] 따라서, 비교 조성물은 물로의 희석 후에 분무 노즐 막힘으로 인해 적용될 수 없었고, 비교 조성물은 물로의 희석 후 안정하지 않다는 것이 입증되었다.

표 4

	양 [g/l]
펜디메탈린	455
TMXDI	15
시클릭 디이소시아네이트	---
헥사메틸렌 디아민	6
리그노설포네이트	11
첨가제 A	4
마그네슘 설페이트	100
잔탄 검	0.4
실리콘 소포제	0.5
살생물제	2
물	1.0 l 까지

[0095]

[0096] 실시예 6 (비교)

[0097] 마이크로캡슐은 실시예 1 에 기재한 바와 같은 절차에 따라 제조되어 유사한 평균 크기의 마이크로캡슐을 산출하였다. 성분의 양은 표 5 에 열거하였다.

[0098] 비교를 위해, 표 5 의 레시피는 물 기준으로 TMXDI 를 2,4- 및 2,6- 톨루엔 디이소시아네이트 (TDI) 의 시판 이성질체 혼합물로 대체함으로써 변형되었다. 실시예 1 에 기재한 바와 같은 방식으로 캡슐화를 달성하려는 시도는 실패하였다. 헥사메틸렌 디아민의 첨가 후, 생성된 수성 용액의 점도는 증가하였고, 보통의 (regular) 마이크로캡슐뿐 아니라 다량의 중합체 입자를 포함하는 점착성(sticky) 펄프가 수득되었다. 펄프는 추가로 처리될 수 없었으며 폐기되었다.

표 5

	양 [g/l]
펜디메탈린	455
TMXDI	15.05
시클릭 디이소시아네이트	1.67
헥사메틸렌 디아민	6.6
리그노설포네이트	15
첨가제 A	12
첨가제 B	15
마그네슘 설페이트	120
잔탄 검	0.45
실리콘 소포제	1
살생물제	2
물	1.0 l 까지

[0099]