



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년03월27일
(11) 등록번호 10-1378271
(24) 등록일자 2014년03월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09B 67/04 (2006.01) C09B 67/08 (2006.01)
C09B 67/10 (2006.01) C09B 67/20 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2008-7030564
(22) 출원일자(국제) 2007년05월16일
심사청구일자 2012년03월14일
(85) 번역문제출일자 2008년12월15일
(65) 공개번호 10-2009-0011033
(43) 공개일자 2009년01월30일
(86) 국제출원번호 PCT/US2007/011704
(87) 국제공개번호 WO 2007/136643
국제공개일자 2007년11월29일
(30) 우선권주장
11/732,112 2007년04월02일 미국(US)
60/800,630 2006년05월16일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
US20050090582 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
캐보트 코퍼레이션
미합중국 매사추세츠 02210-2019 보스턴, 스위트
1300, 투 씨포트 라인
(72) 발명자
심, 안네, 카.
미국 03865 뉴햄프셔 플레이스토 스윗 힐 로드
102
스텝, 유진, 앤.
미국 02459 매사추세츠 뉴튼 아텔린 로드 123
(74) 대리인
(뒷면에 계속)
김영, 양영준

전체 청구항 수 : 총 37 항

심사관 : 정현진

(54) 발명의 명칭 저점도, 고무립자 담지 분산액

(57) 요약

본 발명은 미립자 물질 및 용매와 임의적으로 분산제를 포함하는 분산액에 관한 것이다. 용매는 낮은 유전 상수를 가지며, 미립자 물질은 높은 담지 수준으로 존재한다. 얻어진 분산액은 높은 미립자 물질 담지량에서도 안정하며 낮은 점도를 가지는 것으로 확인되었다. 상기 분산액의 다양한 용도가 또한 개시되어 있다.

(72) 발명자

킬리디스, 아가타겔로스

미국 02148 매사추세츠 말텐 달트마우쓰 스트리트
#1103 36

응우옌, 랭

미국 01851 매사추세츠 로웰 바이올라 스트리트
100

특허청구의 범위

청구항 1

- a) 용매는 ≤ 50 의 유전상수를 가지고;
- b) 분산액은 ≤ 50 cP의 점도를 가지는 안정한 분산액이며;
- c) 미립자 물질은 분산액 총 중량을 기준으로 ≥ 10 중량%의 양으로 존재하며, 여기서
- i) 미립자 물질은 결합된 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이며, 분산제는 1종 이상의 양이온성 또는 양이온화 가능한 기를 포함하거나;
- ii) 미립자 물질은 결합된 1종 이상의 양이온성 또는 양이온화 가능한 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이며, 분산제는 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 기를 포함하거나; 또는
- iii) 미립자 물질은 결합된 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이고, 분산제는 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 기를 포함하고,
- d) 분산제는 용매에 가용성이고 분산제 상의 1종 이상의 기가 개질 안료에 결합된 1종 이상의 기를 기초로 선택된 것인,

미립자 물질, 분산제 및 용매를 임의의 순서대로 합하여 제조되는 분산액.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 미립자 물질이 분산액 총 중량을 기준으로 ≥ 20 중량%의 양으로 존재하는 분산액.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 안료가 탄소질 안료 또는 유기 착색 안료인 분산액.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 안료가 청색 안료, 흑색 안료, 갈색 안료, 청록색 안료, 녹색 안료, 백색 안료, 보라색 안료, 자홍색 안료, 적색 안료, 황색 안료, 오렌지색 안료 또는 그들의 혼합물을 포함하는 분산액.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 음이온성 또는 음이온화 가능한 기가 1종 이상의 카르복실산 기, 1종 이상의 술폰산 기, 또는 그들의 염을 포함하는 분산액.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 음이온성 또는 음이온화 가능한 기가 $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COOH}$ 기, $-\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ 기 또는 그들의 염인 분산액.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 미립자 물질이 결합된 1종 이상의 음이온성 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이고, 분산제가 1종 이상의 양이온화 가능한 기를 포함하며, 여기서 음이온성 기는 카르복실산 염 기 또는 술폰산 염 기이고, 양이온화 가능한 기는 아민 기인 분산액.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 미립자 물질이 결합된 1종 이상의 양이온성 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이고, 분산제가 1종 이상의 음이온화 가능한 기를 포함하며, 여기서 양이온성 기는 4급 아민 기이고, 음이온화 가능한 기는 카르복실산인 분산액.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 미립자 물질이 결합된 1종 이상의 음이온성 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이고,

분산제가 1종 이상의 음이온화 가능한 기를 포함하며, 여기서 음이온성 기는 카르복실산 염 기 또는 술폰산 염 기이고, 음이온화 가능한 기는 카르복실산 기인 분산액.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 용매가 알콜, 에테르, 케톤, 에스테르, 아미드, 술폰시드, 탄화수소, 또는 그들의 혼화성 혼합물인 분산액.

청구항 11

제1항에 있어서, 상기 용매가 ≤ 20 중량%의 물을 추가로 포함하는 분산액.

청구항 12

제1항에 있어서, 상기 용매가 단량체인 분산액.

청구항 13

제1항의 분산액을 포함하는 코팅 조성물.

청구항 14

제1항의 분산액을 포함하는 잉크 조성물.

청구항 15

제14항에 있어서, 상기 잉크 조성물이 비수성 잉크젯 잉크 조성물인 잉크 조성물.

청구항 16

제1항의 분산액을 포함하는 블랙 매트릭스 조성물.

청구항 17

- a) 미립자 물질은 분산액 총 중량을 기준으로 ≥ 20 중량%의 양으로 존재하고;
 - b) 용매는 ≤ 50 의 유전상수를 가지며;
 - c) 분산액은 ≤ 50 cP의 점도를 가지는 안정한 분산액이고;
 - d) 분산제는 용매에 가용성이고, 미립자 물질 상에 결합된 유기 기에 기초하여 선택된 것인,
- 결합된 유기 기를 가지는 미립자 물질, 분산제, 및 용매를 포함하는 분산액.

청구항 18

제17항에 있어서, 상기 미립자 물질이 청색 안료, 흑색 안료, 갈색 안료, 청록색 안료, 녹색 안료, 백색 안료, 보라색 안료, 자홍색 안료, 적색 안료, 황색 안료, 오렌지색 안료 또는 그들의 혼합물을 포함하는 분산액.

청구항 19

제17항에 있어서, 상기 미립자 물질이 산화된 탄소질 물질인 분산액.

청구항 20

제17항에 있어서, 상기 미립자 물질이 결합된 1종 이상의 유기 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이고, 여기서 유기 기는 1종 이상의 이온성 기, 1종 이상의 이온화 가능한 기 또는 그들의 혼합물을 포함하는 분산액.

청구항 21

제20항에 있어서, 상기 안료가 탄소질 안료 또는 유기 착색 안료인 분산액.

청구항 22

제20항에 있어서, 상기 안료가 청색 안료, 흑색 안료, 갈색 안료, 청록색 안료, 녹색 안료, 백색 안료, 보라색 안료, 자홍색 안료, 적색 안료, 황색 안료, 오렌지색 안료 또는 그들의 혼합물을 포함하는 분산액.

청구항 23

제20항에 있어서, 상기 유기 기가 1종 이상의 카르복실산 기, 1종 이상의 술폰산 기, 또는 그들의 염을 포함하는 분산액.

청구항 24

제20항에 있어서, 상기 유기 기가 $-C_6H_4-COOH$ 기, $-C_6H_4SO_3H$ 기 또는 그들의 염인 분산액.

청구항 25

제17항에 있어서, 상기 미립자 물질이 결합된 1종 이상의 음이온성 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이고, 분산제는 1종 이상의 양이온화 가능한 관능기를 포함하는 것인 분산액.

청구항 26

제25항에 있어서, 상기 음이온성 기가 카르복실산 염 기 또는 술폰산 염 기이고, 양이온화 가능한 기가 아민 기인 분산액.

청구항 27

제17항에 있어서, 상기 미립자 물질이 결합된 1종 이상의 양이온성 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이고, 분산제는 1종 이상의 음이온화 가능한 관능기를 포함하는 것인 분산액.

청구항 28

제27항에 있어서, 상기 양이온성 기가 4급 아민 기이고, 음이온화 가능한 기가 카르복실산인 분산액.

청구항 29

제17항에 있어서, 상기 미립자 물질이 결합된 1종 이상의 음이온성 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이고, 분산제는 1종 이상의 음이온화 가능한 관능기를 포함하는 것인 분산액.

청구항 30

제29항에 있어서, 상기 음이온성 기가 카르복실산 염 기 또는 술폰산 염 기이고, 음이온화 가능한 기가 카르복실산 기인 분산액.

청구항 31

제17항에 있어서, 상기 용매가 알콜, 에테르, 케톤, 에스테르, 아마이드, 술폰사이드, 탄화수소, 또는 그들의 혼화성 혼합물인 분산액.

청구항 32

제17항에 있어서, 상기 용매가 ≤ 20 중량% 물을 추가로 포함하는 분산액.

청구항 33

제17항에 있어서, 상기 용매가 단량체인 분산액.

청구항 34

제17항의 분산액을 포함하는 코팅 조성물.

청구항 35

제17항의 분산액을 포함하는 잉크 조성물.

청구항 36

제35항에 있어서, 상기 잉크 조성물이 비수성 잉크젯 잉크 조성물인 잉크 조성물.

청구항 37

제17항의 분산액을 포함하는 블랙 매트릭스 조성물.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 미립자 물질 및 용매를 포함하는 저점도 분산액에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 안료는 일반적으로 액체 전색제(vehicle)에서 단독으로 용이하게 분산되지 않는, 미분된 불용성 고체 입자이다. 안정한 안료 분산액을 제공할 수 있는 다양한 기술이 개발되고 있다. 예를 들어, 분산제를 안료에 첨가하여 특정 매질에서의 그의 분산성을 향상시킬 수 있다. 분산제의 예로는 수용성 중합체 및 계면활성제를 들 수 있다.

[0003] 분산제의 선택은 안료의 형태학적 및 화학적 특성 및 안료가 분산되는 액체 전색제 (수지 또는 바인더 및/또는 용매)의 종류 등의 다양한 인자에 따라 달라진다. 그러나, 분산제는 빈번하게 특성, 예컨대 색상 전개 및 점도에 부정적인 영향을 미칠 수 있다. 이는 안료 담지 정도가 높은 때, 예컨대 안료 10% 초과시 특히 그러하다. 예를 들어, 큰 표면적의 안료는 일반적으로 높은 수준의 분산제가 없으면 분산되기 어렵지만, 그러한 높은 수준의 분산제는 종종 분산액 점도에 있어 허용될 수 없는 증가를 야기한다. 따라서, 전반적으로 양호한 특성을 가진 분산액 조성물을 얻기 위해서는 분산제의 양은 사용되는 성분에 맞게 조정되어야만 한다.

[0004] 향상된 특성을 가지는 분산성 안료 조성물, 예컨대 잉크 및 코팅을 제공하는 개질 착색 안료를 포함하는 개질 안료가 또한 개발되고 있다. 예를 들어, 미국 특허 제 5,851,280호에는 예를 들어, 디아조늄 염의 일부인 유기기를 디아조늄 반응을 통해 결합하는 것을 포함하는, 안료에 유기기를 결합시키는 방법이 개시되어 있다. 얻어진 표면-개질 안료는 다양한 용도, 예컨대 잉크, 잉크젯 잉크, 코팅, 토너, 플라스틱, 고무 등에서 사용될 수 있다. 미국 특허 제 5,885,335호는 수성 및 비수성 잉크 및 코팅 조성물 중 특정 수준의 결합된 이온성 및/또는 이온화 가능한 기를 가지는 개질 안료의 용도가 기술되어 있다. 또한, 미국 특허 제 5,713,988호 및 제 5,698,091호에는 비수성 잉크 및 코팅에 사용될 수 있는 다양한 종류의 결합된 기를 가지는 개질 안료가 기술되어 있다. 또한, PCT 국제 공보 WO 01/51566호에는 제1 화학적 기 및 제2 화학적 기를 반응시켜 결합된 제3 화학적 기를 가지는 안료를 형성하는 개질 안료의 제조 방법이 기술되어 있다. 제1 화학적 기는 1종 이상의 친핵체를 포함하고 제2 화학적 기는 1종 이상의 친전자체를 포함하거나, 또는 그 반대이다. 이 방법은 예를 들어, 잉크 조성물 및, 특히, 잉크젯 잉크 조성물에 사용될 수 있는 결합된 중합성 기를 가지는 개질 안료 제조에 사용될 수 있다.

[0005] 그러나, 상기 방법들이 다양한 종류의 비수성 조성물에 분산될 수 있는 이온적으로 개질된 안료의 제조에 사용될 수 있지만, 상기 조성물들은 특히 높은 담지 정도에서, 비수성 용매 중 높은 점도를 가질 것으로 예상된다. 이러한 이유는 안료에 결합된 전하를 띌 수 있는 기가 비수성계에서는 전하를 띠지 않을 것으로 예상되고 따라서 서로 상호작용을 하게 되며, 이에 의해 점도가 증가하기 때문이다. 이러한 고 점도계가 일부 용도에서 유용할 수 있지만, 낮은 점도가 일반적으로 보다 바람직하며, 예를 들어, 보다 가공하기 용이하고, 잉크젯 프린팅, 딥(dip) 코팅 등을 포함하는 여러 기술을 사용하여 적용될 수 있기 때문이다.

[0006] 따라서, 이들 방법들은 결합된 기를 가지는 개질 안료를 포함하는 안료의 분산액을 제공하지만, 향상된 성능 특성 (점도 등)을 가지며, 이에 의해 기존 개질 안료보다 유리한 대안을 제공하는 안료 분산액, 특히 고담지량의 안료를 갖는 것에 대한 수요가 여전히 존재한다.

발명의 상세한 설명

[0007] <발명의 요약>

[0008] 본 발명은 미립자 물질 및 용매를 포함하는 분산액에 관한 것이다. 미립자 물질은 분산액 총 중량을 기준으로

≥ 25 중량%의 양으로 존재하고, 용매는 ≤ 50 의 유전상수를 가지며; 분산액은 ≤ 50 cP의 점도를 가지는 안정한 분산액이다.

[0009] 또한, 본 발명은 미립자 물질, 분산제 및 용매를 포함하는 분산액에 관한 것이다. 분산액은 미립자 물질, 분산제 및 용매를 임의의 순서대로 합쳐서 제조될 수 있다. 미립자 물질은 분산액 총 중량을 기준으로 ≥ 10 중량%의 양으로 존재하고, 용매는 ≤ 50 의 유전상수를 가지며; 분산액은 ≤ 50 cP의 점도를 가지는 안정한 분산액이다. 바람직하게는, i) 미립자 물질은 결합된 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이며, 분산제는 1종 이상의 양이온성 또는 양이온화 가능한 기를 포함하고; ii) 미립자 물질은 결합된 1종 이상의 양이온성 또는 양이온화 가능한 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이며, 분산제는 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 기를 포함하거나; 또는 iii) 미립자 물질은 결합된 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료이고, 분산제는 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 기를 포함한다.

[0010] 전술된 일반적인 기술 및 하기 상세한 설명 양자는 모두 예시적이며 설명적일 뿐이며, 청구된 바와 같은 본 발명의 추가의 설명을 제공하기 위한 목적임을 이해해야 한다.

[0011] <발명의 상세한 설명>

[0012] 본 발명은 용매 중 미립자 물질의 분산액에 관한 것이다. 분산액은 안정하며 미립자 물질의 담지 정도가 높을 때에도 낮은 점도를 가진다. 바람직하게는, 분산액의 점도는 ≤ 50 cP이며, 당업계에 공지된 임의의 방법을 사용하여 측정할 수 있다.

[0013] 본 발명의 분산액에 사용되는 미립자 물질은 유기, 무기 또는 양자의 조합일 수 있다. 예를 들어, 미립자 물질은 잉크, 코팅 등에 있어 당업자에 의해 통상적으로 사용되는 임의의 종류의 안료, 예컨대 탄소질 안료 및 유기 착색 안료 (청색, 흑색, 갈색, 청록색, 녹색, 백색, 보라색, 자홍색, 적색, 오렌지색 또는 황색 안료를 포함하는 안료 등)일 수 있다. 상이한 안료들의 혼합물 역시 사용될 수 있다. 적합한 탄소질 안료의 예로는 흑연, 그래핀(graphene), 카본 블랙, 유리질 탄소, 탄소 섬유, 활성 목탄, 활성탄 및 탄소 나노튜브 등과 같은 탄소 생성물을 들 수 있다. 탄소는 결정형 또는 무정형일 수 있다. 상기 제시된 것의 미분된 형태가 바람직하며; 상이한 탄소들의 혼합물을 사용하는 것이 또한 가능하다. 상기 탄소 생성물 중, 카본 블랙이 바람직하다.

[0014] 탄소질 안료의 대표적인 예로는 각종 카본 블랙 (피그먼트 블랙 (Pigment Black) 7), 예컨대 채널 블랙, 퍼니스 블랙 및 램프 블랙을 들 수 있으며, 예를 들어 캐보트 코퍼레이션(Cabot Corporation)에서 상표명 레갈(Regal[®]), 블랙 펄즈 (Black Pearls[®]), 엘프텍스 (Elftek[®]), 모나크 (Monarch[®]), 모굴 (Mogul[®]) 및 불칸 (Vulcan[®])으로 시판되는 카본 블랙 (블랙 펄즈[®] 2000, 블랙 펄즈[®] 1400, 블랙 펄즈[®] 1300, 블랙 펄즈[®] 1100, 블랙 펄즈[®] 1000, 블랙 펄즈[®] 900, 블랙 펄즈[®] 880, 블랙 펄즈[®] 800, 블랙 펄즈[®] 700, 블랙 펄즈[®] L, 엘프텍스[®] 8, 모나크[®] 1400, 모나크[®] 1300, 모나크[®] 1100, 모나크[®] 1000, 모나크[®] 900, 모나크[®] 880, 모나크[®] 800, 모나크[®] 700, 모굴[®] L, 레갈[®] 330, 레갈[®] 400, 불칸[®] P 등)을 들 수 있다. 적합한 종류의 유기 착색 안료로는 예를 들어, 안트라퀴논, 프탈로시아닌 블루, 프탈로시아닌 그린, 디아조, 모노아조, 피란트론, 페릴렌, 헤테로시클릭 옐로우, 퀴놀로노퀴놀론, 퀴나크리돈 및 (티오)인디고이드 등을 들 수 있다. 이들 안료는 다수의 제조원, 예를 들어 바스프 코퍼레이션(BASF Corporation), 엔겔하드 코퍼레이션(Engelhard Corporation) 및 선 케미칼 코퍼레이션(Sun Chemical Corporation)으로부터 분말 또는 압착 케이크 형태로 시판되고 있다. 다른 적합한 착색 안료의 예는 문헌 [Colour Index, 3rd edition (The Society of Dyers and Colourists, 1982)]에 기재되어 있다.

[0015] 미립자 물질은 또한 산화제를 사용하여 산화되어 이온성 및/또는 이온화 가능한 기를 표면에 도입한 카본 블랙과 같은 탄소질 물질일 수 있다. 전술된 카본 블랙 중 임의의 것이 사용될 수 있다. 이러한 방식으로 제조된 산화된 탄소질 안료, 예컨대 산화된 카본 블랙은 표면에 더 높은 정도의 산소-함유 기를 가지는 것이 확인되었다. 산화제로는 산소 기체, 오존, 과산화물, 예컨대 과산화수소, 과황산나트륨, 과황산칼륨 또는 과황산암모늄을 포함하는 과황산염, 하이포할라이트, 예컨대 차아염소산나트륨, 산화성 산, 예컨대 질산, 및 전이 금속 함유 산화제, 예컨대 과망간산 염, 사산화오스뮴, 산화크로뮴, 또는 세릭 암모늄 나이트레이트(ceric ammonium nitrate)를 들 수 있으나 이에 국한되는 것은 아니다. 또한, 산화제들의 혼합물, 특히 기체 산화제들의 혼합물, 예컨대 산소 및 오존을 사용할 수 있다. 또한, 이온성 또는 이온화 가능한 기를 안료 표면에 도입하는 다른 표면 개질 방법 (염소화 및 술폰화 등)을 사용하여 제조된 탄소질 안료, 예컨대 카본 블랙 역시 사용될

수 있다.

[0016] 미립자 물질은 또한 결합된 1종 이상의 유기 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료일 수 있으며, 여기서 유기 기는 1종 이상의 이온성 기, 1종 이상의 이온화 가능한 기, 또는 그들의 혼합물을 포함한다. 개질 안료의 안료는 전술된 것 중 임의의 것일 수 있다. 바람직하게는 유기 기는 직접적으로 결합된다. 개질 안료는 유기 화학적 기가 안료에 결합되도록 하는 당업자에게 공지된 임의의 방법을 사용하여 제조될 수 있다. 예를 들어, 개질 안료는 미국 특허 제 5,554,739호, 제 5,707,432호, 제 5,837,045호, 제 5,851,280호, 제 5,885,335호, 제 5,895,522호, 제 5,900,029호, 제 5,922,118호 및 제 6,042,643호, 및 PCT 공보 WO 99/23174에 기술된 방법을 사용하여 제조될 수 있으며, 이들 명세서는 전체가 본원에 참고문헌으로 도입된다. 상기 방법들은 예를 들어, 중합체 및/또는 계면활성제를 사용하는 분산제 유형 방법에 비해 안료에 보다 안정하게 기를 결합하는 것을 제공한다. 개질 안료를 제조하는 다른 방법들은 유기 기를 포함하는 시약과 이용가능한 관능기를 가지는 안료를 반응시키는 것을 포함한다. 이러한 개질 안료는 상기 도입된 참고문헌에 기술된 방법을 사용하여 제조될 수 있다. 또한, 관능기를 함유하는 개질 카본 블랙은 미국 특허 제 6,831,194호 및 제 6,660,075호, 미국 특허 공개 제 2003-0101901호 및 제 2001-0036994호, 캐나다 특허 제 2,351,162호, 유럽 특허 제 1 394 221호, 및 PCT 공보 WO 04/63289에 기술된 방법에 의해 제조될 수 있으며, 이들 각각 또한 본원에 전체로써 참고문헌으로 도입된다.

[0017] 결합되는 유기 기는 특정 종류의 용매뿐만 아니라 분산액의 목적하는 용도 등의 다양한 인자에 따라 선택된다. 이는 개질 안료 분산액의 특성을 맞춤조정하는 것에 의해 더 큰 가요성을 가능하게 한다. 유기 기는 1종 이상의 이온성 기, 1종 이상의 이온화 가능한 기, 또는 1종 이상의 이온성 기 및 1종 이상의 이온화 가능한 기의 혼합물을 포함한다. 이온성 기는 음이온성 또는 양이온성 중 어느 하나이고, 무기 또는 유기 카운터이온, 예컨대 Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+ , NR_4^+ 아세테이트, NO_3^- , SO_4^{2-} , OH^- 및 Cl^- 등의 반대 전하를 갖는 카운터이온과 회합되며, 여기서 R'은 수소 또는 유기 기, 예컨대 치환되거나 비치환된 아릴 및/또는 알킬 기를 나타낸다. 이온화 가능한 기는 물 중 이온성 기를 형성할 수 있는 것으로 첨가제가 카운터이온을 해리시키기 위해 사용되지 않는 한, 저극성 매질 중 그의 카운터이온과 다소 회합한다. 음이온화 가능한 기는 음이온을 형성하고, 양이온화 가능한 기는 양이온을 형성한다. 따라서, 유기 기는 유기 이온성 또는 이온화 가능한 기이다. 이러한 기로는 미국 특허 제 5,698,016호에 기재된 것을 들 수 있으며, 상기 특허의 명세서는 본원에 참고문헌으로 전체로써 도입된다.

[0018] 예를 들어, 개질 안료는 결합된 1종 이상의 음이온성 기 (이는 음전하를 띠는 이온성 기임)를 가지는 안료를 포함할 수 있다. 음이온성 기는 음이온을 형성할 수 있는 이온화 가능한 치환기, 예컨대 산성 치환기를 가지는 기로부터 발생될 수 있거나, 또는 이온화 가능한 치환기의 염 중 음이온일 수 있다. 음이온성 기의 대표적인 예로는 $-\text{COO}^-$, $-\text{SO}_3^-$, $-\text{OSO}_3^-$, $-\text{HPO}_3^-$, $-\text{OPO}_3^{2-}$ 및 $-\text{PO}_3^{2-}$ 가 있다. 음이온화 가능한 기의 대표적인 예로는 $-\text{COOH}$, $-\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{PO}_3\text{H}_2$, $-\text{R}'\text{SH}$, $-\text{R}'\text{OH}$ 및 $-\text{SO}_2\text{NHCOR}'$ 이 있으며, 여기서 R'은 수소 또는 치환되거나 비치환된 아릴 및/또는 알킬 기와 같은 유기 기를 나타낸다. 바람직하게는, 결합된 기는 카르복실산 기, 술폰산 기, 술페이트 기, 또는 그들의 염을 포함한다. 예를 들어, 결합된 기는 유기 기, 예컨대 벤젠 카르복실산 기, 벤젠 디카르복실산 기, 벤젠 트리카르복실산 기, 벤젠 술폰산 기, 또는 그들의 염일 수 있다. 구체적인 유기 이온성 기는 $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}_2\text{H}$, $-\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$, 또는 그들의 염이다. 결합된 유기 기는 또한 이들 중 임의의 것의 치환된 유도체일 수 있다.

[0019] 또 다른 예로서, 개질 안료는 결합된 1종 이상의 양이온성 기 (이는 양이온을 형성할 수 있는 이온화 가능한 치환기 (양이온화 가능한 기), 예컨대 양성자화된 아민으로부터 발생될 수 있는 양전하를 띠는 유기 이온성 기임)를 가지는 안료를 포함할 수 있다. 예를 들어, 알킬 또는 아릴 아민은 산성 매질 중 양성자화되어 암모늄 기 $-\text{NR}'_3\text{H}^+$ 를 형성할 수 있으며, 여기서 R'은 유기 기, 예컨대 치환되거나 비치환된 아릴 및/또는 알킬 기를 나타낸다. 양이온성 기는 또한 양전하를 띠는 유기 이온성 기일 수 있다. 예로는 4급 암모늄 기($-\text{NR}'_3^+$) 및 4급 포스포늄 기($-\text{PR}'_3^+$)가 있다. 여기서, R'은 수소 또는 유기 기, 예컨대 치환되거나 비치환된 아릴 및/또는 알킬 기를 나타낸다. 바람직하게는, 결합된 기는 알킬 아민 기 또는 그들의 염 또는 알킬 암모늄 기를 포함한다.

[0020] 결합된 기의 양은 용매 및 분산액의 목적하는 특성에 따라 다양할 수 있다. 일반적으로, 결합된 유기 기의 양은 안료 표면적 (예를 들어, 질소 흡착에 의해 측정된 표면적) 제곱 미터당 유기 기 약 0.001 내지 약 10.0 마

이크로몰이다. 바람직하게는, 결합된 유기 기의 양은 약 0.1 내지 약 5.0 마이크로몰/ m^2 , 보다 바람직하게는 약 0.1 내지 약 4.0 마이크로몰/ m^2 , 가장 바람직하게는 약 0.5 내지 약 3.0 마이크로몰/ m^2 이다. 결합되는 양은 구체적인 결합 기에 따라 달라질 수 있으며 예를 들어, 결합된 기의 크기 또는 이온성 기의 관능성에 따라 조정될 수 있다. 또한, 최적의 전체적인 성능을 제공하기 위해 개질 안료에 1종을 초과하는 결합된 기, 예컨대 비이온성 또는 전하를 띌 수 없는 기, 특히 추가의 입체 안정화를 제공할 수 있는 것을 가지는 것 역시 본 발명의 범위 내이다. 이러한 경우, 이온성 또는 이온화 가능한 기의 양은 바람직하게는 비이온성 기의 양보다 (몰 기준으로) 크다.

[0021] 미립자 물질, 예컨대 개질 안료 또는 산화된 탄소질 물질은 세척, 예컨대 여과, 원심분리, 또는 2가지 방법의 조합에 의해 정제되어 미반응 원료, 부산물 염, 및 다른 반응 불순물을 제거할 수 있다. 상기 생성물은 또한 예를 들어, 스프레이 건조 또는 트레이 건조 등의 증발에 의해 분리되거나, 또는 당업자에게 공지된 기술을 사용하여 여과 및 건조에 의해 회수될 수 있다. 또한, 미립자 물질, 예컨대 개질 안료 또는 산화된 탄소질 물질은 정제되어 임의의 목적하지 않는 유리 종(species), 예컨대 이들을 제조하기 위해 사용된 미반응 처리 시약을 제거할 수 있다. 막 또는 이온 교환을 이용한 한외여과/투석 여과의 공지된 기술이 미립자 물질을 정제하고 존재하는 상당량의 유리 이온성 및 바람직하지 못한 종의 제거를 위해 사용될 수 있다. 또한, 미립자 물질이 개질 안료 또는 산화된 탄소질 물질인 경우 임의적인 카운터이온의 교환이 이용될 수 있으며, 이에 의해 개질 또는 산화된 안료의 일부를 형성하는 카운터이온은 한외 여과, 역삼투압, 이온 교환 컬럼 등과 같은 공지된 이온 교환 기술을 사용하여 대안적인 카운터이온 (예를 들어 양친매성 이온 등)으로 교환되거나 치환될 수 있다. 교환될 수 있는 카운터이온의 구체적인 예로는 Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- , NO_3^- , NO_2^- , 아세테이트 및 Br^- 를 들 수 있으나, 이에 국한되는 것은 아니다.

[0022] 본 발명의 분산액에 사용되는 미립자 물질을 포함하는 분산액의 원하는 특성에 따라 넓은 범위의 BET 표면적 (질소 흡착에 의해 측정됨)을 가질 수 있다. 당업자에게 알려진 바와 같이, 표면적이 클수록 입자 크기가 작은 것과 일치할 것이다. 카본 블랙에 있어서, 이 입자 크기는 분산될 수 있는 카본 블랙의 최소 단위인 응집 입자 크기이다. 바람직하게는, 미립자 물질은 약 $10 m^2/g$ 내지 약 $1500 m^2/g$, 보다 바람직하게는 약 $20 m^2/g$ 내지 약 $600 m^2/g$, 가장 바람직하게는 약 $50 m^2/g$ 내지 약 $300 m^2/g$ 의 BET 표면적을 가지는 안료이다. 미립자 물질의 바람직한 표면적이 목적하는 용도에 용이하게 이용할 수 없는 경우, 또한 미립자 물질은 통상적인 크기 감소 또는 분쇄 기술, 예컨대 매질, 볼 또는 제트 밀링 또는 초음파 처리되어 필요한 경우 더 작은 입자 크기로 물질을 감소시킬 수 있다는 것을 당업자는 주지하고 있다. 또한, 미립자 물질은 당업계에 알려진 광범위한 입자 크기를 가질 수 있다. 예를 들어, 미립자 물질은 약 10 nm 내지 약 80 nm 및 15 nm 내지 약 50 nm 등의 약 5 nm 내지 약 100 nm의 1차 입자 크기를 가지는 안료일 수 있다. 또한, 미립자 물질은 넓은 범위의 디부틸프탈레이트 흡수 (DBP) 수치를 가지는 안료일 수 있으며, 이는 안료의 구조 또는 분지의 척도이다. 예를 들어, 안료는 약 30 내지 200 mL/100g 및 약 50 내지 150 mL/100g을 포함하는, 약 25 내지 400 mL/100g의 DBP 수치를 가지는 카본 블랙일 수 있다. 또한, 안료는 약 10 내지 100 mL/100g 및 약 20 내지 80 mL/100g을 포함하는, 약 5 내지 150 mL/100g의 오일 흡착 수치 (ISO 787 T5에 기술된 바와 같음)를 가지는 유기 착색 안료일 수 있다.

[0023] 본 발명의 분산액은 ≤ 50 의 유전 상수를 가지는 1종 이상의 용매를 추가로 포함한다. 적합한 예로는 알콜, 글리콜, 에테르 (테트라히드로푸란 또는 디에틸에테르 등), 케톤 (아세톤 또는 메틸에틸 케톤 등), 아세테이트 (에틸 아세테이트 등), 아마이드 (디메틸포름아미드 등), 술폭시드 (디메틸술폭시드 등), 탄화수소, 에스테르 (부틸 프로피오네이트 등), 및 그들의 혼화성 혼합물이 있다. 용매는 또한 단량체일 수 있다. 단량체의 적합한 예로는 아크릴레이트 (일관능성, 이관능성, 또는 고차 관능성 아크릴레이트 등), 메타크릴레이트 (일관능성, 이관능성, 또는 고차 관능성 메타크릴레이트 등), 스티렌 (스티렌, 스티렌의 치환된 유도체, 디비닐 벤젠, 알파-메틸 스티렌 및 알파-메틸 스티렌의 치환된 유도체 등), 에스테르, 디올 (헥산디올 등), 에폭시드, 락톤 (카프로락톤 등), 및 그들의 혼화성 혼합물이 있다. 전술된 단량체 및 용매의 혼합물이 또한 사용될 수 있다. 용매는 또한 추가로 물을 포함할 수 있다. 그러나, 용매의 유전 상수가 낮기 때문에, 따라서 용매는 물 단독이 아니고, 50 중량% 초과를 물을 포함하는 혼합물도 아니다. 따라서, 용매는 비수성 용매이며 50 중량% 미만의 물, 예컨대 $\leq 40\%$, $\leq 30\%$, $\leq 20\%$ 또는 $\leq 10\%$ 중량% 물을 추가로 포함할 수 있다.

[0024] 본 발명의 분산액 중 존재하는 미립자 물질의 양은 예를 들어, 미립자 물질의 종류 및 용매의 종류에 따라 다양할 수 있다. 그러나, 본 발명의 분산액은 일반적으로 고 담지 분산액으로 지칭된다. "고"란 미립자 물질의 양

이 분산액 총 중량을 기준으로 ≥ 10 중량%임을 의미한다. 예를 들어, 미립자 물질 담지 정도는 분산액 총 중량을 기준으로 $\geq 10\%$, $\geq 15\%$, $\geq 20\%$, ≥ 25 또는 ≥ 30 중량%일 수 있다. 바람직하게는, 일부 용도에서는, 분산액은 $\geq 20\%$ 또는, 보다 바람직하게는, ≥ 25 중량% 미립자 물질을 포함한다.

[0025]

본 발명의 한 실시태양에서, 분산액은 미립자 물질과 강한 친화력을 가지는 1종 이상의 기 및 용매와 강한 친화력을 가지는 1종 이상의 기가 있는 화합물인 1종 이상의 분산제를 추가로 포함한다. 따라서, 사용되는 분산제의 종류는 미립자 물질의 종류 및 용매의 종류에 따라 달라질 것이다. 적합한 분산제 종류의 예로는 폴리알킬렌 옥시드 (폴리에틸렌 옥시드 또는 폴리프로필렌 옥시드 등), 폴리에스테르 (폴리카프로락톤, 폴리발레로락톤 등), 폴리(히드록시 스테아르산) 또는 폴리(히드록시올레산), 폴리아미드 (폴리카프로락탐 등), 폴리아크릴레이트, 폴리스티렌, 및 소수성 및 친수성 기를 모두 가지는 블록 공중합체가 있으나 이에 국한되는 것은 아니다. 바람직한 예는 이들의 아민-관능화된 유도체 (폴리아민, 3급 아민, 또는 4급 암모늄 관능화된 유도체 등) 또는 산 관능화된 유도체 (카르복실산 또는 포스포산 관능화된 유도체 등), 예컨대 아민-관능화된 또는 아민-말단 폴리알킬렌 옥시드 또는 아민 또는 산 관능기를 포함하는 아크릴 중합체가 있다. 다른 적합한 분산제는 당업자에게 공지되어 있을 것이다. 분산제는 또한 용매 중 결합 구조를 형성하는 것일 수 있다. "결합(associative) 구조"란 분산제 중 기들의 상호작용으로부터 생성된 분산제 분자의 유기적인 배열, 예컨대 인버스 미셀(inverse micelle)을 의미한다. 상기 분산제는 전술된 용매에 분산제를 그의 임계 미셀 농도(CMC) 이상으로 첨가하고 결합 구조 (인버스 미셀 등)가 형성되었는지 측정함으로써 확인될 수 있다. 상기 분산제는 용매 중 결합 구조를 형성할 수 있고 또한 분산액 자체로 - 즉, 미립자 물질의 존재하에 - 그러한 구조를 형성할 수 있다. 당업자에게 공지된 광산란 방법과 같은 기술이 용매 또는 분산액 중 상기 구조의 존재를 검출하기 위해 사용될 수 있다.

[0026]

상기 실시태양에 있어, 특정 분산제가 미립자 물질의 종류 및 분산액의 목적하는 전반적인 특성을 기준으로 선택될 수 있다. 예를 들어, 미립자 물질이 결합된 1종 이상의 유기 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료인 경우, 분산제는 바람직하게는 안료에 결합된 유기 기 종류에 맞게 선택된 1종 이상의 관능기를 포함한다. 예를 들어, 개질 안료가 결합된 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 기를 가지는 안료를 포함하는 경우, 바람직하게는 1종 이상의 양이온성 또는 양이온화 가능한 관능기를 포함하는 분산제가 사용되어 본 발명의 분산액을 제조할 수 있다는 것이 확인되었다. 구체적인 조합은 결합된 1종 이상의 카르복실산 염 기 또는 1종 이상의 술폰산 염 기를 가지는 개질 안료 및 1종 이상의 아민 기를 포함하는 분산제를 포함한다. 그러나, 개질 안료의 이러한 종류에 있어서, 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 관능기, 예컨대 카르복실산 기를 포함하는 분산제와 함께 본 발명의 분산액을 제조하는 것이 또한 가능하다. 또한, 미립자 물질이 결합된 1종 이상의 양이온성 또는 양이온화 가능한 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료인 경우, 바람직하게는 1종 이상의 음이온성 또는 음이온화 가능한 관능기, 예컨대 카르복실산 기를 포함하는 분산제가 사용되어 본 발명의 분산액을 제조할 수 있다는 것이 확인되었다. 최종적으로, 개질 안료가 결합된 1종 이상의 이온성 기, 1종 이상의 이온화 가능한 기, 또는 그들의 혼합물을 가지는 안료를 포함하는 경우, 1종 이상의 비이온성 관능기 (폴리에테르 기 등)를 포함하는 분산제가 사용되어 본 발명의 분산액을 제조할 수 있다는 것이 또한 확인되었다.

[0027]

분산제의 양은 미립자 물질의 종류, 용매, 및 미립자 물질의 담지 정도에 따라 다양할 수 있다. 일반적으로, 분산제의 양 대 안료의 양의 비율은 약 0.01 대 1 내지 약 2.5 대 1, 바람직하게는 약 0.1 대 1 내지 약 1 대 1 일 수 있다. 분산제의 사용은 임의적이지만, 전술된 바와 같은 분산제는 본 발명의 고 담지 분산액에 개선된 특성, 예컨대 안정성 및 저점도를 제공할 수 있다는 것이 확인되었다. 이는 또한 분산제의 농도가 진한 경우에도 그다지하다.

[0028]

따라서, 본원에 기술된 바와 같이, 본 발명은 미립자 물질 및 낮은 유전 상수 용매와 임의적인 분산제를 포함하며, 미립자 물질의 농도는 높으며, 분산액의 점도는 낮은 분산액에 관한 것이다. "분산액"이란 약 500 nm 이하, 바람직하게는 약 300 nm 이하, 보다 바람직하게는 약 200 nm 이하, 가장 바람직하게는 약 150 nm 이하의 평균 입자 크기를 가지는 미분된 입자 (이는 액상 전체에 걸쳐 균일하게 분포되어 있음)를 포함하는 2상계를 의미한다. 상기 분산액은 또한 안정한 분산액으로 확인되었다. "안정한"이란 분산액 특성이 시간에 따라 및/또는 특정 조건, 예컨대 온도 등의 변화에 따라 감지할 수 있을 정도로 변화하지 않는 것을 의미한다. 미립자 물질의 분산액은 분산액을 유지한다. 따라서, 예를 들어, 분산액 중 미립자 물질의 평균 입자 크기는 500 nm 미만, 바람직하게는 300 nm 미만, 보다 바람직하게는 200 nm 미만, 가장 바람직하게는 150 nm 미만일 수 있으며, 이러한 입자 크기는 시간에 따라, 예컨대 수 주에 걸쳐, 또는 온도 변화에 따라, 예컨대 약 70°C 초과, 80°C 초과, 또는 90°C 초과 등의 상승된 온도에서 감지할 수 있을 정도로 변화하지 않는다. 바람직하게는 평균 입자 크기 변화는 70°C 초과 온도에서 1 주 경과 시 약 10% 미만, 보다 바람직하게는 약 5% 미만이다. 이는 놀랍게도 전술된 미립자 물질 담지 농도가 높은 때에도 사실이다. 전술된 바와 같이, 미립자 물질이 카본 블랙 기재

안료인 경우, 입자 크기는 응집 입자 크기에 상당할 수 있다. 또 다른 예로서, 본 발명의 분산액은 시간이 지남에 따른 높은 수준의 침전물을 발생시키지 않는다. 따라서, 분산액의 고체 농도는 실질적으로 변화하지 않고 유지된다. 고체 농도는 실온에서 4주에 걸쳐 또는 70℃ 초과 온도에서 2주에 걸쳐 약 10% 초과로, 바람직하게는 약 5% 미만으로 변화하지 않는 것이 확인되었다.

[0029] 따라서, 미립자 물질이 고 담지된 안정한 분산액이 낮은 유전 상수 용매 (≤ 50 등)에서 형성될 수 있다는 것이 놀랍게도 확인되었다. 또한, ≥ 10 중량% 등의 미립자 물질 담지 정도가 높은 경우에도, ≤ 40 cP, ≤ 30 cP, ≤ 20 cP 및 심지어 ≤ 10 cP 등을 비롯한, ≤ 50 cP의 점도를 가지는 상기 안정한 분산액이 형성될 수 있다는 것이 확인되었다. 예를 들어, 본 발명의 특히 바람직한 분산액은 비수성 용매 중 약 20 내지 30 중량%의 미립자 물질 담지시 약 10 cP 이하의 점도를 가지며 안정한 것으로 확인되었다. 이는 미립자 물질이 이온적으로 개질된 입자, 예컨대 산화된 탄소질 물질 또는 결합된 1종 이상의 이온성 또는 이온화 가능한 기를 가지는 안료를 포함하는 개질 안료인 본 발명의 실시태양에 있어 특히 놀랍다. 앞서 언급된 바와 같이, 안료에 결합된 전하를 띌 수 있는 기가 비수성계에서는 전하를 띠지 않을 것으로 예상되기 때문에, 이러한 조성물은 비수성 용매 중 특히 높은 담지 정도에서 높은 점도를 가질 것으로 예상된다. 상기 안료는 따라서 서로 상호작용하여 특히 시간이 흐름에 따라 분산액 점도가 증가할 것으로 예상되었다. 그러나, 상기 분산액의 점도는 낮으며 이러한 점도는 시간에 따라 감지할 수 있을 정도로 변화하지 않는다는 것이 확인되었다. 추가로, 본 발명의 분산액은 사용된 용매의 점도와 실질적으로 동일한 점도를 가진다. 따라서, 분산액의 점도는 용매의 점도보다 약 10% 미만, 바람직하게는 약 5% 미만, 보다 바람직하게는 약 1% 미만으로 큰 것으로 확인되었다.

[0030] 본 발명의 분산액은 당업계에 공지된 임의의 방법을 사용하여 제조될 수 있다. 바람직하게는, 분산액은 미립자 물질, 용매, 및 필요한 경우 분산제를 임의의 순서로 합하여 제조될 수 있다. 예를 들어, 미립자 물질 및 용매를 교반하면서 합하여 안정한 분산액을 제조할 수 있으며, 필요한 경우, 분산제가 첨가될 수 있다. 또한, 미립자 물질이 물에 분산성인 경우, 미립자 물질의 상기 분산액 중 수성 용매는 분산액의 용매로 교환될 수 있다. 용매 교환 방법의 예로는 투석 여과/한외 여과 및 수성 용매의 증발 중 용매의 첨가가 있다. 별법으로는, 분산제가 사용되는 경우, 이는 미립자 물질과 합해될 수 있으며, 얻어진 조합물은 그후 용매와 합해될 수 있다. 안료, 분산제 및 용매는 당업계에 공지된 임의의 장비, 예컨대 매질 또는 볼(ball), 또는 다른 고전단 혼합 장비에서 합해될 수 있다. 다양한 종래의 밀링 매질이 사용될 수 있다. 본 발명의 분산액 형성을 위한 다른 방법이 당업자에게 알려져 있을 것이다.

[0031] 본 발명의 분산액은 추가로 정제되거나 분류되어 제조 과정의 결과로서 분산액 중 공존할 수 있는 불순물 및 다른 바람직하지 않은 유리 종을 제거할 수 있다. 예를 들어, 분산액은 분류 단계, 예컨대 여과, 정밀여과(microfiltration) 또는 원심분리 처리를 하여 약 1.0 마이크론보다 큰 크기를 가지는 입자를 실질적으로 제거할 수 있다. 예를 들어, 잉크 조성물, 코팅 조성물, 또는 블랙 매트릭스 제조를 위해 사용되는 조성물 등의 다양한 용도로 사용되는 경우에 있어, 분산액으로부터 불순물의 제거는 또한 상기 분산액의 성능을 향상시킬 수 있다.

[0032] 따라서, 본 발명은 또한 본 발명의 분산액을 포함하는 조성물에 관한 것이다. 예를 들어, 분산액은 플라스틱 조성물, 비수성 잉크 또는 코팅, 고무 조성물, 종이 조성물 및 직물 조성물에 사용될 수 있다. 특히, 이러한 안료는 예를 들어, 자동차 및 산업적 코팅, 전도성 코팅, 이미지화된 제품, 페인트, 토너, 접착제 및 잉크, 예컨대 비수성 잉크젯 잉크 조성물(산업적 잉크젯 용도 등)의 제조에 있어 마스크 또는 일시적인 마스크 제조용 코팅 조성물 등을 포함하는 비수성 조성물에 사용될 수 있다.

[0033] 예를 들어, 본 발명은 또한 본 발명의 분산액을 포함하는 비수성 잉크 조성물, 예컨대 비수성 잉크젯 잉크 조성물에 관한 것이다. 사용되는 분산액의 양은 미립자 물질(안료 등)이 잉크 조성물 중 잉크의 성능에 악영향을 미치지 않으면서 목적하는 이미지 품질(예를 들어, 광학 밀도)을 제공하는 유효량으로 존재하도록 하는 임의의 양일 수 있다. 대표적으로, 분산액은 미립자 물질이 잉크의 중량을 기준으로 약 0.1 중량%, 바람직하게는 0.5 중량% 만큼 적게, 그리고 약 30 중량%, 바람직하게는 25 중량%만큼 많이 존재하도록 하는 양으로 사용된다. 적합한 첨가제가 또한 분산액 및 얻어진 잉크 조성물의 안정성을 유지하면서 다수의 바람직한 특성을 부여하기 위해 도입될 수 있다. 예를 들어, 통상적인 계면활성제 및/또는 분산제, 보습제, 건조 촉진제, 침윤제, 보조용매, 및 바인더뿐만 아니라 당업계에 공지된 기타 첨가제가 첨가될 수 있다. 구체적인 첨가제의 양은 다양한 인자에 따라 달라질 것이나, 일반적으로 잉크 조성물의 총 중량을 기준으로 0 중량% 내지 40 중량% 범위이다. 상이한 미립자 물질을 포함하는 본 발명의 분산액의 혼합물뿐만 아니라 본 발명 분산액과 통상적인 미립자 물질의 분산액의 혼합물을 사용하는 것 역시 본 발명의 범위 내이다.

- [0034] 본 발명은 또한 본 발명의 분산액을 포함하는 비수성 코팅 조성물, 예컨대 경화성 코팅 조성물에 관한 것이다. 한 실시태양에서, 상기 코팅 조성물은 예를 들어, 액정 디스플레이 장치의 컬러 필터에 사용될 수 있는, 블랙 매트릭스, 특히 하기 보다 자세히 기술될 본 발명의 블랙 매트릭스의 제조에 사용될 수 있다. 또한, 특정 물질이 유기 착색 안료를 포함하는 경우, 코팅 조성물은 컬러 필터 자체를 제조하는데 사용될 수 있다. 코팅 조성물은 바람직하게는 수지, 예컨대 경화성 수지를 추가로 포함한다. 또한, 통상적인 보조용매, 예컨대 부틸 아세테이트, 에틸셀로솔브, 에틸셀로솔브 아세테이트, 부틸셀로솔브, 부틸셀로솔브 아세테이트, 에틸카르비톨, 에틸카르비톨 아세테이트, 디에틸렌글리콜, 시클로헥산, 프로필렌글리콜 모노메틸에테르, 프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트, 락테이트 에스테르 및 그들의 혼합물이 첨가될 수 있다. 예를 들어, 물 및 수용성 알콜 등의 수성 용매가 또한 첨가될 수 있으나, 물의 양은 50 중량% 미만일 것이다.
- [0035] 경화성 수지는 당업계에 공지된 임의의 수지일 수 있다. 예를 들어, 수지는 에폭시 비스페놀 A 수지 또는 에폭시 노볼락 수지일 수 있다. 수지는 또한 아크릴 수지, 폴리이미드 수지, 우레탄 수지, 폴리에스테르 수지, 셀룰로오스 또는 젤라틴일 수 있다. 수지는 열에 의해 또는 임의의 광 공급원, 예를 들어, 적외선 또는 자외선 조사 등에 의해 경화될 수 있는 것이다. 이러한 방식으로, 경화성 코팅 조성물은 감광성 (즉, 조사에 의해 광 경화될 수 있음) 또는 감열성(thermosensitive, 즉 가열 등의 온도 변화에 의해 경화될 수 있음)일 수 있다. 수지가 조사에 의해 광경화될 수 있는 경우, 경화성 코팅 조성물은 개별 안료와 함께 빛 흡수시 라디칼을 생성시키는 광개시제를 추가로 포함할 수 있다. 또한, 단량체, 예컨대 아크릴레이트, 메타크릴레이트, 에폭시드 또는 스티렌계가 포함될 수 있다.
- [0036] 경화성 코팅 조성물이 최소의 추가 성분 (첨가제 및/또는 보조용매) 및 가공 단계를 이용하여 형성될 수 있다. 그러나, 첨가제, 예컨대 계면활성제 및 보조용매가 또한 포함될 수 있다. 예를 들어, 에폭시 비스페놀 A 또는 에폭시 노볼락과 같은 감광성 수지가 사용되는 경우, 광개시제가 또한 첨가될 수 있다. 단량체 및/또는 올리고머도 또한 첨가될 수 있다.
- [0037] 코팅 조성물은 예를 들어, 액정 디스플레이 장치의 컬러 필터에 사용될 수 있는 블랙 매트릭스 제조에 사용될 수 있다. 따라서, 본 발명은 또한 본 발명의 분산액을 포함하는 블랙 매트릭스 조성물에 관한 것이다. 블랙 매트릭스는 당업계에 공지된 임의의 방법을 사용하여 형성될 수 있다. 예를 들어, 블랙 매트릭스는 기질에 개질 안료를 포함하는 블랙 매트릭스 조성물을 도포하고, 얻어진 경화성 코팅을 상방식으로(imagewise) 경화하고, 경화된 코팅을 전개하고 건조함으로써 형성될 수 있다.
- [0038] 본 발명을 하기 실시예를 통해 더욱 명백하게 기술할 것이며, 이들 실시예는 사실상 단지 예시하기 위한 목적이다.

실시예

- [0039] 실시예 1 내지 13은 본 발명의 분산액의 제조를 기술한다.
- [0040] 실시예 1:
- [0041] 20.0 g의 개질 착색 안료 (캡-오-제트(Cab-O-Jet)[®] 250C 착색 안료 분산액, 캐보트 코포레이션에서 시판 중인 결합된 술폰산 염 기를 가지는 청록색 안료를 포함하는 개질 안료의 수성 분산액을 건조하여 제조), 6 g 디스퍼빅(Disperbyk) BYK 163 (비와이케이 케미(BYK Chemie)에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 13 g 존크릴(Joncryl) 611 (존슨 폴리머 인크(Johnson Polymer, Inc.)에서 시판 중인 아크릴 공중합체), 및 용매로서 61 g 부틸 아세테이트를 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드(bead)를 첨가하고, 분산액을 스칸덱스(Skandex) 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너(strainer)를 사용하여 제거하였다. 분산액 (20% 안료 담지)의 점도를 브룩필드(Brookfield) 점도계 (스핀들(spindle) 000)를 사용하여 측정하고, 100 RPM에서 5.4 cP임을 확인하였다. 분산액 중 미립자 물질의 평균 부피 입자 크기(mV)를 마이크로트랙(Microtrac)[®] 입자 크기 분석기를 사용하여 측정하여 0.67 μm 임을 확인하였다. 아크릴 공중합체를 포함하는 상기 분산액을 비수성 코팅 조성물로 사용할 수 있었다.
- [0042] 실시예 2:
- [0043] 15.0 g의 개질 착색 안료 (캡-오-제트[®] 250C 착색 안료 분산액, 캐보트 코포레이션에서 시판 중인 결합된 술폰산 염 기를 가지는 청록색 안료를 포함하는 개질 안료의 수성 분산액을 건조하여 제조), 6 g 디스퍼빅 BYK 163 (비와이케이 케미에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 15 g 존크릴 611 (존슨 폴리머 인크에서 시판 중인 아

크릴 공중합체), 및 용매로서 64 g 부틸 아세테이트를 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (15% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계(스핀들 000)를 사용하여 측정하고, 100 RPM에서 7.2 cP임을 확인하였다. 분산액 중 미립자 물질의 평균 부피 입자 크기(mV)를 마이크로트랙[®] 입자 크기 분석기를 사용하여 측정하여 0.17 μm 임을 확인하였다. 아크릴 공중합체를 포함하는 상기 분산액을 비수성 코팅 조성물로 사용할 수 있었다.

[0044] 실시예 3 :

[0045] 15.0 g의 개질 착색 안료 (2.4 mmol/g 술파닐산, 화학양론적 양의 아질산나트륨, 및 피그먼트 레드(Pigment Red) 254를 사용하여, 얻어진 수성 개질 안료 분산액의 pH를 수산화나트륨을 첨가하여 8 내지 10으로 조정하고, 분산액을 건조시켜 제조), 6 g 디스펠빅 BYK 163 (비와이케이 케미에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 15 g 존크릴 611 (존슨 폴리머 잉크에서 시판 중인 아크릴 공중합체), 및 용매로서 64 g 부틸 아세테이트를 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (15% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계(스핀들 000)를 사용하여 측정하고, 100 RPM에서 1.7 cP임을 확인하였다. 분산액 중 미립자 물질의 평균 부피 입자 크기(mV)를 마이크로트랙[®] 입자 크기 분석기를 사용하여 측정하여 0.19 μm 임을 확인하였다. 아크릴 공중합체를 포함하는 상기 분산액을 비수성 코팅 조성물로 사용할 수 있었다.

[0046] 실시예 4:

[0047] 15.0 g의 개질 착색 안료 (캡-오-제트[®] 554B 착색 안료 분산액, 캐보트 코포레이션에서 시판 중인 결합된 술폰산 염 기를 가지는 보라색 안료를 포함하는 개질 안료의 수성 분산액을 건조하여 제조), 6 g 디스펠빅 BYK 163 (비와이케이 케미에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 15 g 존크릴 611 (존슨 폴리머 잉크에서 시판 중인 아크릴 공중합체), 및 용매로서 64 g 부틸 아세테이트를 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (15% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계(스핀들 000)를 사용하여 측정하고, 100 RPM에서 1.5 cP임을 확인하였다. 분산액 중 미립자 물질의 평균 부피 입자 크기(mV)를 마이크로트랙[®] 입자 크기 분석기를 사용하여 측정하여 0.23 μm 임을 확인하였다. 아크릴 공중합체를 포함하는 상기 분산액을 비수성 코팅 조성물로 사용할 수 있었다.

[0048] 실시예 5:

[0049] 28.8 g의 결합된 술폰산 염 기를 가지는 카본 블랙을 포함하는 개질 안료 ($6 \mu\text{mol}/\text{m}^2$ 술파닐산, 화학양론적 양의 아질산나트륨, 및 레갈[®] 250 카본 블랙을 사용하여, 얻어진 수성 개질 안료 분산액의 pH를 수산화나트륨을 첨가하여 8 내지 10으로 조정하고, 분산액을 건조시켜 제조), 15.0 g 솔스펠스(Solsperse) 32500 (노베온(Noveon)에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 용매로서 94 g 다와놀(Dowanol) PM (다우(Dow)에서 시판 중), 7.5 g 트리(프로필렌 글리콜) 디아크릴레이트, 및 15 g 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트를 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (18% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계(스핀들 18)를 사용하여 측정하고, 100 RPM에서 6.48 cP임을 확인하였다. 분산액 중 미립자 물질의 평균 부피 입자 크기(mV)를 마이크로트랙[®] 입자 크기 분석기를 사용하여 측정하여 0.074 μm 임을 확인하였다. 경화성 단량체를 포함하는 상기 분산액을 산업적 잉크젯 프린팅용 경화성 잉크 조성물로 사용할 수 있었다.

[0050] 실시예 6:

[0051] 8.8 g의 결합된 술폰산 염 기를 가지는 카본 블랙을 포함하는 개질 안료 ($6 \mu\text{mol}/\text{m}^2$ 술파닐산, 화학양론적 양의 아질산나트륨, 및 레갈[®] 330 카본 블랙을 사용하여, 얻어진 수성 개질 안료 분산액의 pH를 수산화나트륨을 첨가하여 8 내지 10으로 조정하고, 분산액을 건조시켜 제조), 4.5 g 솔스펠스 32500 (노베온에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 용매로서 28.9 g 다와놀 PM (다우에서 시판 중), 2.3 g 트리(프로필렌 글리콜) 디아크릴레이트, 및 4.5 g 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트를 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다.

분산액 (18% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계 (스핀들 18)를 사용하여 측정하고, 100 RPM에서 6.48 cP임을 확인하였다. 분산액 중 미립자 물질의 평균 부피 입자 크기(mV)를 마이크로트랙[®] 입자 크기 분석기를 사용하여 측정하여 0.074 μm 임을 확인하였다. 경화성 단량체를 포함하는 상기 분산액을 산업적 잉크젯 프린팅용 경화성 잉크 조성물로 사용할 수 있었다.

[0052] 실시예 7:

[0053] 20 g의 결합된 술폰산 염 기를 가지는 카본 블랙을 포함하는 개질 안료 ($6 \mu\text{mol}/\text{m}^2$ 술파닐산, 화학양론적 양의 아질산나트륨, 및 레갈[®] 330 카본 블랙을 사용하여, 얻어진 수성 개질 안료 분산액의 pH를 수산화나트륨을 첨가하여 8 내지 10으로 조정하고, 분산액을 건조시켜 제조), 4 g 솔스펠스 20000 (노베온에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 용매로서 100 g 메탄올을 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (16% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계 (스핀들 S00)를 사용하여 측정하고, 100 RPM에서 18.0 cP임을 확인하였다. 샘플을 50℃에서 36시간 동안 가속 노화시키고, 가속 노화 후의 점도가 19.0 cP임을 확인하였다.

[0054] 실시예 8:

[0055] 9.98 g의 결합된 술폰산 염 기를 가지는 카본 블랙을 포함하는 개질 안료 ($6 \mu\text{mol}/\text{m}^2$ 술파닐산, 화학양론적 양의 아질산나트륨, 및 레갈[®] 250 카본 블랙을 사용하여, 얻어진 수성 개질 안료 분산액의 pH를 수산화나트륨을 첨가하여 8 내지 10으로 조정하고, 분산액을 건조시켜 제조), 2.12 g 테르기톨(Tergitol) L-61 (노베온에서 시판 중인 비이온성 폴리에테르 폴리올 분산제), 및 용매로서 100 g 메탄올을 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (9% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계 (스핀들 S00)를 사용하여 측정하고, 100 RPM에서 2.5 cP임을 확인하였다. 에틸렌 글리콜 용매를 제외한 경우에서 유사한 특성이 얻어졌다. 따라서, 안료의 양이 본 배합 중 10% 담지까지 증가하는 경우에, 유사한 결과가 또한 관찰될 것으로 예상되었다.

[0056] 실시예 9:

[0057] 8.88 g의 결합된 술폰산 염 기를 가지는 카본 블랙을 포함하는 개질 안료 ($6 \mu\text{mol}/\text{m}^2$ 술파닐산, 화학양론적 양의 아질산나트륨, 및 레갈[®] 250 카본 블랙을 사용하여, 얻어진 수성 개질 안료 분산액의 pH를 수산화나트륨을 첨가하여 8 내지 10으로 조정하고, 분산액을 건조시켜 제조), 0.82 g 솔스펠스 20000 (노베온에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 및 용매로서 40.84 g 메탄올 및 49.5 g 에틸렌 글리콜을 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (9% 안료 담지) 중 미립자 물질의 평균 부피 입자 크기(mV)를 마이크로트랙[®] 입자 크기 분석기를 사용하여 측정하여 0.015 μm 임을 확인하였다. 샘플을 50℃에서 3일 동안 가속 가열 노화시키고, 평균 부피 직경 입자 크기가 0.015 μm 임을 확인하였다. 에틸렌 글리콜 용매를 제외한 경우에서 유사한 특성이 얻어졌다. 따라서, 안료의 양이 본 배합 중 10% 담지까지 증가하는 경우에, 유사한 결과가 또한 관찰될 것으로 예상되었다.

[0058] 실시예 10:

[0059] 20.1 g의 결합된 술폰산 기를 가지는 황색 안료를 포함하는 개질 착색 안료 (캡-오-제트[®] 270Y 착색 안료 분산액, 캐보트 코포레이션에서 시판 중인 결합된 술폰산 염 기를 가지는 황색 안료를 포함하는 개질 안료의 수성 분산액을 건조하여 제조), 13.5 g 디스펠빅 BYK 163 (비와이케이 케미에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 및 용매로서 100 g n-부틸 프로피오네이트를 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (15% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계(스핀들 18)를 사용하여 측정하고, 100 RPM에서 18 cP임을 확인하였다. 분산액 중 미립자 물질의 평균 부피 입자 크기(mV)를 마이크로트랙[®] 입자 크기 분석기를 사용하여 측정하여 0.37 μm 임을 확인하였다. 샘플을 50℃에서 3일 동안 가속 가열 노화시키고, 평균 부피 직경 입자 크기가 0.37 μm 임을 확인하였다.

[0060] 실시예 11:

[0061] 19.9 g의 결합된 카르복실산 염 기를 가지는 자홍색 안료를 포함하는 개질 착색 안료 (0.7 mmol/g p-아미노벤조산, 화학양론적 양의 아질산나트륨, 및 피그먼트 레드 122를 사용하여 얻어진 수성 개질 안료 분산액을 건조하여 제조), 13.2 g 디스펠빅 BYK 163 (비와이케이 케미에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 및 용매로서 101 g n-부틸 프로피오네이트를 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (15% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계(스핀들 18)를 사용하여 측정하고, 60 RPM에서 11 cP임을 확인하였다.

[0062] 실시예 12:

[0063] 10.8 g의 개질 착색 안료 (캡-오-제트[®] 740 착색 안료 분산액, 캐보트 코포레이션에서 시판 중인 결합된 술폰산 염 기를 가지는 황색 안료를 포함하는 개질 안료의 수성 분산액을 건조하여 제조), 3.8 g 안티-테라(Anti-Terra) U (비와이케이 케미에서 시판 중인 불포화 폴리아민 아마이드 및 저급 분자의 산의 염), 및 용매로서 60 g 1-메톡시-2-프로판올을 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (14% 안료 담지)의 점도를 브룩필드 점도계(스핀들 18)를 사용하여 측정하고, 60 RPM에서 11 cP임을 확인하였다.

[0064] 실시예 13

[0065] 30 g의 결합된 술폰산 염 기를 가지는 카본 블랙을 포함하는 개질 안료 ($6 \mu\text{mol}/\text{m}^2$ 술폰산, 화학양론적 양의 아질산나트륨, 및 레갈[®] 250 카본 블랙을 사용하여, 얻어진 수성 개질 안료 분산액의 pH를 수산화나트륨을 첨가하여 8 내지 10으로 조정하고, 분산액을 건조시켜 제조), 15 g 디스펠빅 163 (비와이케이 케미에서 시판 중인 아민 관능화된 분산제), 및 용매로서 55 g 메틸 에틸 케톤을 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 분산액을 스칸텍스 혼합기 중 혼합하여 제조하였다. 유리 비드를 페인트 스트레이너를 사용하여 제거하였다. 분산액 (9% 안료 담지) 중 미립자 물질의 평균 부피 입자 크기(mV)를 마이크로트랙[®] 입자 크기 분석기를 사용하여 측정하여 $0.15 \mu\text{m}$ 임을 확인하였다. 샘플을 70°C에서 7일 동안 가속 가열 노화시키고, 평균 부피 직경 입자 크기가 $0.15 \mu\text{m}$ 임을 확인하였다.

[0066] 비교예 1 :

[0067] 17 g 레갈[®] 250 카본 블랙 (캐보트 코포레이션에서 시판 중임), 3.06g 테르기톨 L-61 (노베온에서 시판 중인 비이온성 폴리에테르 폴리올), 및 용매로서 100g 에틸렌 글리콜을 용기에 칭량하였다. 여기에 2 mm 유리 비드를 첨가하고, 혼합시 페이스트가 형성되었다. 따라서, 담지 정도가 실시예 1 내지 12 (14% 안료 담지)의 담지 정도와 비슷한 것이었음에도, 저점도를 가지는 분산액은 생성되지 않았다.

[0068] 본 발명의 바람직한 실시태양에 대한 기재는 예시 및 설명의 목적으로 제시된 것이었다. 일일이 제시하기 위하여 본 발명을 개시된 규정된 형태로 한정하기 위한 의도가 아니다. 상기 기술에 비추어 변경 및 변형이 가능하며, 또는 변경 및 변형이 본 발명의 실시로부터 획득될 수 있다. 실시태양들은 본 발명의 원리 및, 당업자가 본 발명을 다양한 실시태양으로 및 계획된 특정 용도에 적합할 때 다양하게 변형시켜 이용할 수 있게 하는 그의 실제 적용을 설명하기 위해 선택되고 기술되었다. 본 발명의 범위는 본원에 첨부된 청구항 및 그의 균등물에 의해 정의되도록 의도된다.