



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년03월26일
(11) 등록번호 10-1129986
(24) 등록일자 2012년03월15일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09B 67/00 (2006.01) C09B 67/20 (2006.01)
C09B 67/22 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2006-7019676
(22) 출원일자(국제) 2005년02월22일
심사청구일자 2009년11월11일
(85) 번역문제출일자 2006년09월22일
(65) 공개번호 10-2006-0124779
(43) 공개일자 2006년12월05일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2005/001800
(87) 국제공개번호 WO 2005/085366
국제공개일자 2005년09월15일
(30) 우선권주장
10 2004 010 284.8 2004년03월03일 독일(DE)
(56) 선행기술조사문헌
EP0321919 A
전체 청구항 수 : 총 5 항

(73) 특허권자
클라리안트 프로두크테 (도이칠란트) 게엠베하
독일 디-65929 프랑크푸르트 암 마인 브뤼닝스트
라쎄 50
(72) 발명자
웨버 요아힘
스위스 체하-4153 레이나흐 지라커스트라쎄 42
오프라빌 맨프레드
독일 61184 카르벤 암 룰그라벤 10
(뒤편에 계속)
(74) 대리인
제일특허법인

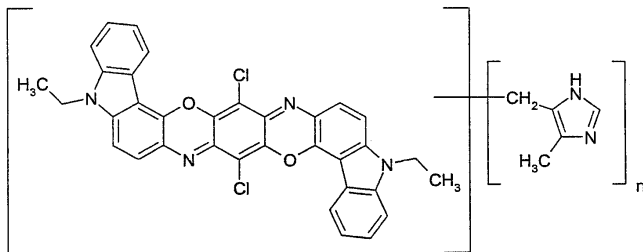
심사관 : 강형석

(54) 발명의 명칭 프탈로시아닌 안료를 기제로 하는 안료 제제

(57) 요약

본 발명은 색지수 청색 안료 15, 15:0, 15:1, 15:2, 15:3, 15:4 및 15:6으로 구성된 군에서 선택된 1종 이상의 구리 프탈로시아닌 안료 및 1종 이상의 하기 화학식 I의 안료 분산제를 포함하는 것을 특징으로 하는 안료 제제에 관한 것이다:

화학식 I



상기 식에서,

n은 1, 2, 3 또는 4이다.

(72) 발명자

베네라 마갈리

독일 65779 켈크하임 마인블리크 47

맥콜드 한스-토비아스

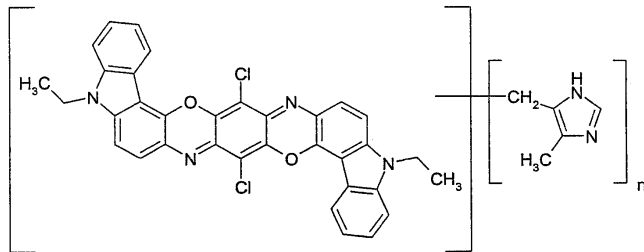
독일 64297 다름스타트-에버스타트 왈드스트라췌
20

특허청구의 범위

청구항 1

색지수 청색 안료 15, 15:0, 15:1, 15:2, 15:3, 15:4 및 15:6으로 구성된 군에서 선택된 하나 이상의 구리 프탈로시아닌 안료 및 하나 이상의 하기 화학식 I의 안료 분산제를 포함하는 안료 제제:

화학식 I



상기 식에서,

n은 1, 2, 3 또는 4이다.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

구리 프탈로시아닌 안료 대 화학식 I의 안료 분산제의 중량 비가 99.9:0.1 내지 75:25인 안료 제제.

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

제 1 항에 있어서,

계면활성제, 비안료 및 안료 분산제, 충전제, 표준화제, 수지, 왁스, 소포제, 방진제, 증량제, 방전제, 음영 착색제, 방부제, 건조 지연제, 유동성 조절 첨가제, 습윤화제, 향산화제, 자외선 흡수제 및 광 안정화제로 구성된 군에서 선택된 보조제 또는 첨가제를 포함하는 안료 제제.

청구항 8

구리 프탈로시아닌 안료 및 화학식 I의 안료 분산제 및 필요에 따라 보조제 또는 첨가제를 서로 혼합하는 단계를 포함하는, 제 1 항, 제 2 항 및 제 7 항중 어느 한 항의 안료 제제의 제조방법.

청구항 9

삭제

청구항 10

제 1 항, 제 2 항 및 제 7 항 중 어느 한 항의 안료 제제를 고분자량 유기 물질에 기초하여 0.01중량% 내지 30 중량%의 양으로 포함하는 고분자량 유기 물질.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 기체 안료(base pigment)로서 프탈로시아닌 안료를 포함하고 색지수 보라색 안료 23으로부터 유래하는 안료 분산제를 포함하는 신규한 안료 제제에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 안료 제제는 기체 안료 및 소위 안료 분산제의 조합이고, 이는 특정 활성을 갖는 기로 치환된 안료이다. 안료 분산제는 적용 매질에서, 특히 페인트 및 인쇄 잉크에서 안료의 분산을 촉진시키고 안료의 유동성 및 색채 특성을 증강시키기 위해서 안료에 첨가된다. 진하게 착색된 페인트 및 인쇄 잉크 농축물(밀베이스(millbase))의 점도를 낮추고 안료 입자의 응집을 줄인다. 결과로서, 예를 들어 색상 강도, 투명도 및 광택도를 증가시킬 수 있다. 이는 특히 금속성 페인트에 바람직하다.

[0003] 제 WO 02/04563 호는 유동성 개선제와 함께 주(host) 안료 및 부(guest) 안료의 고용체의 혼합물을 포함하는 분산액을 개시하고 있다. 유럽 특허 제 EP-A-1 130 065 호는 구리 프탈로시아닌 및 제 2 유기 안료로 구성되고 필요에 따라 구리 프탈로시아닌 유도체를 포함할 수 있는 유사한 혼합물을 개시하고 있다.

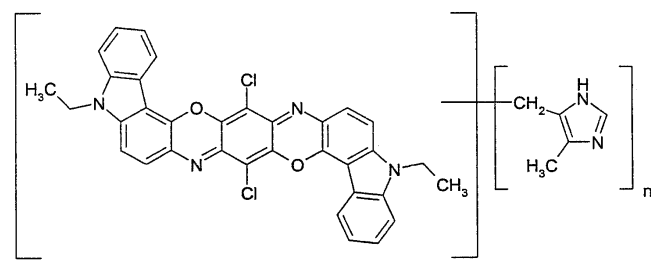
[0004] 공지된 안료 및 안료 제제가 항상 산업상 요건 모두를 만족시키지는 않는다. 특히 청색 안료에 대해서 색상 강도, 투명도, 유동성 및 광택도에 관해서 개선이 필요하다.

[0005] 놀랍게도, 상기 목적이 프탈로시아닌 기체 안료 및 특정 안료 분산제를 포함하는 안료 제제에 의해서 달성됨이 밝혀졌다.

발명의 상세한 설명

[0006] 본 발명은 색지수(C.I.) 청색 안료 15, 15:0, 15:1, 15:2, 15:3, 15:4 및 15:6으로 구성된 군에서 선택된 1개 이상, 바람직하게는 1개 또는 2개의 구리 프탈로시아닌 안료 및 1개 이상, 바람직하게는 1, 2 또는 3개의 하기 화학식 I의 안료 분산제를 포함하는 안료 제제를 제공한다:

화학식 I



[0007] 상기 식에서,
 [0008] n은 1, 2, 3 또는 4, 바람직하게는 1 또는 2이다.

[0009] 구리 프탈로시아닌 안료 대 화학식 I의 안료 분산제의 중량 비는 바람직하게 99.9:0.1 내지 75:25, 보다 바람직하게 99:1 내지 80:20, 특히 98:2 내지 85:15, 매우 특히 바람직하게는 97:2.5 내지 90:10이다.

[0010] 화학식 I의 안료 분산제는 공지된 화합물이고, 예를 들어 유럽 특허 제 EP-A-321 919 호에 따라 공지된 방법에 의해 제조될 수 있다.

- [0012] 구리 프탈로시아닌 안료 및 안료 분산제 이외에도, 본 발명의 안료 제제는 추가로 통상적인 보조제 또는 첨가제, 예컨대 계면활성제, 비안료 및 안료 분산제, 충전제, 표준화제, 수지, 왁스, 소포제, 방진제, 증량제, 방전제, 음영 착색제, 보라색 안료 23, 예를 들어 방부제, 건조 지연제, 유동성 조절 첨가제, 습윤화제, 항산화제, 자외선 흡수제 및 광 안정화제를 바람직하게는 안료 제제의 총 중량을 기준으로 0.1중량% 내지 25중량%, 특히 0.5중량% 내지 15중량%의 양으로 포함할 수 있다. 비치환된, 일치환된 및 이치환된 보라색 안료 23의 혼합물의 형태로 안료 분산제를 합성 및 사용하는 것 또한 가능하다.
- [0013] 적당한 계면활성제로는 음이온성 또는 음이온-활성, 양이온성 또는 양이온-활성, 비이온성, 양쪽성 물질 또는 이들 제제의 혼합물이 포함된다.
- [0014] 적당한 음이온성 물질의 예로는 지방산 타우라이드, 지방산 N-메틸타우라이드, 지방산 아이세싸이오네이트, 알킬페닐설포네이트, 예를 들어 도데실 벤젠 설폰산, 알킬나프탈렌설포네이트, 알킬페놀 폴리글라이콜 에터 설페이트, 지방 알콜 폴리글라이콜 에터 설페이트, 지방산 아마이드 폴리글라이콜 에터 설페이트, 알킬설포석시나메이트, 알켄일석신 모노에스터, 지방 알콜 폴리글라이콜 에터 설포석시네이트, 알칸설포네이트, 지방산 글루타메이트, 알킬설포석시네이트, 지방산 살코시드; 지방산, 예를 들어 팔미트산, 스테아르산 및 올레산; 상기 음이온성 물질 및 비누의 염, 예를 들어 지방산의 알칼리 금속 염, 나프텐산 및 수지 산, 예컨대 아비에틴산, 알칼리-가용성 수지, 예컨대 로신-개질된 말레이트 수지, 및 염화 시아놀, 타우린, N,N'-다이에틸아미노프로필아민 및 p-페닐렌디아민에 기초한 축합 생성물이 포함된다. 바람직한 것은 수지 비누, 즉 수지 산의 알칼리 금속 염이다.
- [0015] 적당한 양이온성 물질의 예로는 4차 암모늄 염, 지방 아민 옥살킬레이트, 폴리옥시알킬렌아민, 옥살킬화된 폴리아민, 지방 아민 폴리글라이콜 에터, 1차, 2차 또는 3차 아민, 예를 들어 알킬아민, 사이클로알킬아민 또는 고리화된 알킬아민, 특히 지방 아민, 지방 아민 또는 지방 알콜로부터 유도된 다이아민 및 폴리아민, 및 상기 아민의 옥살킬레이트, 지방산으로부터 유도된 이미다졸린, 폴리아미노아미도 또는 폴리아미노 화합물, 또는 폴리아미노아미도 또는 폴리아미노 화합물의 g당 KOH 100 내지 800mg의 아민 지수를 갖는 수지, 및 이들 양이온 물질의 염, 예컨대 아세테이트 또는 클로라이드가 포함된다.
- [0016] 적당한 비이온성 및 양쪽성 물질의 예로는 지방 아민, 카복시글라이신네이트, 아민 옥사이드, 지방 알콜 폴리글라이콜 에터, 지방산 폴리글라이콜 에스터, 베타인, 예컨대 지방산 아마이드 N-프로필 베타인, 지방족 및 방향족 알콜의 인 에스터, 지방 알콜 또는 지방 알콜 폴리글라이콜 에터, 지방산 아마이드 에톡실레이트, 지방 알콜-알킬렌 옥사이드 부가물 및 알킬페닐 폴리글라이콜 에터가 포함된다.
- [0017] 비안료 분산제는 구조적으로 유기 안료로부터 유도되지 않는 물질을 의미한다. 이들은 안료의 실제 제조 동안에, 또는 빈번하게 착색될 적용 매질내로 안료의 혼입 동안에, 예를 들어 상응하는 결합체내로 안료를 분산시키는 것에 의해 바니시 또는 인쇄 잉크의 제조 동안에 분산제로서 첨가된다. 이들은 중합성 물질, 예를 들어 폴리올레핀, 폴리에스터, 폴리에터, 폴리아마이드, 폴리이민, 폴리아크릴레이트, 폴리아이소시아네이트, 이들의 블록 공중합체, 상응하는 단량체의 공중합체 또는 상이한 부류의 일부 단량체로 개질된 하나의 부류의 중합체일 수 있다. 상기 중합체 물질은 극성 고정기(anchor group), 예컨대 하이드록실, 아미노, 이미노 및 암모늄기, 카복실산 및 카복실레이트기, 설폰산 및 설포네이트기 또는 포스폰산 및 포스포네이트기를 갖고, 방향족 비안료 물질로 개질될 수도 있다. 또한, 비안료 분산제는 작용기로 화학적으로 개질된 방향족 물질이지만 유기 안료로부터 유도되지 않을 수도 있다. 상기 유형의 비안료 분산제는 당해분야 숙련자에게 공지되고 일부의 경우에 시판되고 있다(예를 들어, 아베시아(Avecia)의 솔스퍼스(Solsperser: 등록상표); 빅-케미(Byk-Chemie)의 디스퍼빅(Disperbyk: 등록상표); 에프카(Efka)의 에프카(Efka: 등록상표)). 많은 유형이 대표적으로 하기에 언급되나, 기술된 임의의 목적하는 다른 물질을 사용하는 것이 원칙적으로 가능하고, 예로는 아이소시아네이트 및 알콜의 축합 생성물, 다이올 또는 폴리올, 아미노 알콜 또는 다이아민, 또는 폴리아민, 하이드록시카복실산의 중합체, 올레핀 단량체 또는 바이닐 단량체의 공중합체 및 에틸렌성 불포화 카복실산 및 카복실 에스터, 에틸렌성 불포화 단량체의 우레탄-함유 중합체, 우레탄-개질된 폴리에스터, 시아놀 할라이드계 축합 생성물, 니트록실 화합물을 함유하는 중합체, 폴리에스터 아마이드, 개질된 폴리아마이드, 개질된 아크릴 중합체, 폴리에스터 및 아크릴 중합체를 포함하는 빗형(comblike) 구조의 분산제, 인 에스터, 트리아진-유도된 중합체, 개질된 폴리에터 또는 방향족 비안료 물질로부터 유도된 분산제가 있다. 이들 모체(parent) 구조는 많은 경우에 예를 들어 작용기를 갖는 추가 물질과의 화학 반응에 의해 또는 염 형성에 의해 추가로 개질된다. 안료 분산제는 유기 안료 모체 구조로부터 유도되고 상기 모체 구조를 화학적으로 개질시킴에 의해 제조되는 안료 분산제를 의미하고, 예로는 사카린-함유 안료 분산제, 피페리딘-함유 안료 분산제, 나프탈렌-유도된 또는 퍼릴렌-유도된 안료 분산제, 메틸렌기에 의해 안료 모체 구조에 부착된 작용기를 갖는 안료 분산제, 중합체로 화학적으로 개질된 안료 모체

구조, 설펜산, 설펜아마이드 또는 설펜산 에스터기를 함유하는 안료 분산제, 에터 또는 싸이오에터기를 함유하는 안료 분산제 또는 카복실산, 카복실 에스터 또는 카복시아마이드기를 함유하는 안료 분산제가 있다.

[0018] 또한, 보조제로서 사용되는 비안료 및 안료 분산제, 계면활성제 또는 수지의 음이온성 기는 예를 들어 Ca, Mg, Ba, Sr, Mn 또는 Al 이온을 사용하거나 4차 암모늄 이온을 사용하여 레이크화될 수 있다.

[0019] 충전제 및/또는 증량제는 DIN 55943 및 DIN EN 971-1에 따른 다수의 물질을 의미하고, 예로는 활석, 카올린, 운모, 백운석, 석회, 황산 바륨 또는 이산화 티탄의 다양한 유형이 있다. 이는 건조된 안료 제제의 미분쇄 (pulverization) 전에 첨가되는 것이 특히 적절한 것으로 증명되었다.

[0020] 본 발명의 안료 제제는 바람직하게 수성 프레스케이크로서 또는 습윤 과립으로서 사용될 수 있지만, 일반적으로 자유 유동화, 미분말 특성 또는 과립의 고체 시스템을 포함한다.

[0021] 또한, 본 발명은 화학식 I의 안료 분산제 및 구리 프탈로시아닌 안료를 서로 혼합하는 단계 또는 이들을 제조하는 조작 동안 임의의 목적 시점에서 이들이 서로 작용하게 하는 단계를 포함하는, 본 발명의 안료 제제의 제조 방법을 제공한다. 예를 들어, 과립 또는 분말 형태의 건조 성분을 임의의 연마 전 또는 후에 혼합할 수 있고; 하나의 성분을 습윤 또는 건조 형태로 다른 성분 예 들어 습윤 프레스케이크의 형태로 성분들을 혼합함에 의해 첨가할 수 있다. 산 페이스팅에 의해, 산 팽창에 의해, 건조 형태로 또는 습윤 형태로 연마(grinding)에 의해, 예컨대 반죽에 의해, 또는 현탁액중에서, 또는 이들 방법의 조합에 의해 혼합을 달성할 수 있다. 연마는 물, 용매, 산 또는 연마 보조제, 예컨대 염을 첨가함에 의해 수행될 수 있다. 혼합은 또한 구리 프탈로시아닌 안료를 제조하는 조작동안 안료 분산제를 구리 프탈로시아닌 안료에 첨가함에 의해 달성될 수 있다. 안료 분산제를 바람직하게 프탈로시아닌 고리 시스템이 화학적으로 상응하는 프탈산 유도체로부터 형성된 후 프탈로시아닌에 첨가한다. 통상 거친 결정질 형태로 화학적 합성으로부터 수득된 조질 프탈로시아닌 안료는 예를 들어 산 페이스팅, 산 팽창 또는 건조 또는 습윤 연마에 의해 분쇄된다. 분쇄 과정에서 형성된 미세한 결정질 프탈로시아닌은 통상 예를 들어 수중에서 및/또는 용매중에서 일반적으로 승온에서, 예를 들어 200°C 이후에 필요에 따라 승압하에서 일반적으로 마감처리(finish)로서 지칭되는 후처리될 수 있다. 안료 분산제는 또한 상이한 시간에 조금씩 나누어 첨가될 수도 있다.

[0022] 습윤 안료 제제의 건조는 공지된 건조 장치, 예컨대 건조 오븐, 버킷-휠(bucket-wheel) 건조기, 텀블(tumble) 건조기, 접촉 건조기 및 특히 스피ن 플래쉬 건조기 및 분무 건조기를 사용하여 수행할 수 있다. 적절한 건조 장치의 선택을 통해서 또한 분진이 적은 자유-유동 분말 또는 과립을 제조할 수 있다.

[0023] 건조 형태로, 습윤 형태로 또는 현탁액중에서 성분을 연마함으로써, 특히 성분을 염 반죽함으로써 안료 제제를 제조하는 것이 바람직하고; 추가의 바람직한 제조 방법은 안료 분산제를 구리 프탈로시아닌 안료에 마감처리 동안 또는 후에 첨가하는 단계를 포함한다. 더욱 추가의 바람직한 제조 방법은 미분쇄 이전에 건조 형태로 혼합하는 것이다.

본 발명의 안료 제제는 천연 또는 합성 유래의 고분자량 유기 물질, 예를 들어 플라스틱, 수지, 바니시, 페인트, 전자사진용 토너 및 현상제, 일렉트렛 물질, 여광판, 잉크(인쇄 잉크를 포함함) 및 씨드를 착색하는데 사용될 수 있다.

[0024] 본 발명의 안료 제제로 착색될 수 있는 고분자량 유기 물질은, 예를 들어 셀룰로스 화합물, 예를 들어 셀룰로스 에터 및 셀룰로스 에스터, 예컨대 에틸셀룰로스, 나이트로셀룰로스, 셀룰로스 아세테이트 또는 셀룰로스 부티레이트, 천연 결합제, 예를 들어 지방산, 지방 오일, 수지 및 이들의 전환 생성물, 또는 합성 수지, 예컨대 중축합물, 중부가물, 부가 중합체 및 부가 공중합체, 예컨대 아미노 수지, 특히 요소(urea)- 및 멜라민-폼알데하이드 수지, 알키드 수지, 아크릴 수지, 페노플라스트 및 페놀 수지, 예컨대 노볼락 또는 레졸, 요소 수지, 폴리바이닐, 예컨대 폴리바이닐 알콜, 폴리바이닐 아세탈, 폴리바이닐 아세테이트 또는 폴리바이닐 에터, 폴리카본에이트, 폴리올레핀, 예컨대 폴리스타이렌, 폴리바이닐 클로라이드, 폴리에틸렌 또는 폴리프로필렌, 폴리(메트)아크릴레이트 및 이들의 공중합체, 예컨대 폴리아크릴 에스터 또는 폴리아크릴로나이트릴, 폴리아마이드, 폴리에스터, 폴리우레탄, 쿠마론-인덴 및 탄화수소 수지, 에폭시 수지, 다양한 경화 기전을 갖는 불포화 합성 수지(폴리에스터, 아크릴레이트), 왁스, 알데하이드 및 케톤 수지, 검, 고무 및 이의 유도체 및 라텍스, 카세인, 실리콘 및 실리콘 수지이고, 개별적으로 또는 혼합물로 존재한다. 상기 고분자량 유기 화합물이 플라스틱 단(mass) 또는 용융물의 형태로, 또는 방사 용액, 분산액, 바니시, 페인트 또는 인쇄 잉크의 형태로 존재하는지는 중요하지 않다. 목적 용도에 따라서, 본 발명의 안료 제제를 혼합물의 형태로, 또는 제조된 생성물 또는 분산액의 형태로 사용하는 것이 유리하다.

- [0025] 또한, 안료 제제를 고분자량 유기 매질내로 혼입시 제조하는 것만이 가능하다. 따라서, 본 발명은 착색 효과량의 본 발명의 안료 제제를 포함하는 고분자량 유기 물질을 추가로 제공한다. 착색될 고분자량 유기 물질에 기초하여, 본 발명의 안료 제제는 통상적으로 0.01중량% 내지 30중량%, 바람직하게는 0.1중량% 내지 15중량%의 양으로 사용된다. 일부 경우에서, 본 발명의 연마된 및/또는 마감처리된 안료 제제 대신에, $2m^2/g$ 을 초과하는, 바람직하게는 $5m^2/g$ 을 초과하는 BET 표면적을 갖는 상응하는 조질물을 사용하는 것 또한 가능하다. 이러한 조질물은 5중량% 내지 99중량%의 농도로, 단독으로 또는 필요에 따라 다른 조질물 또는 미리-제조된 안료와의 혼합물로 액체 또는 고체 형태의 유색 농축물을 제조하는데 사용될 수 있다.
- [0026] 본 발명의 안료 제제는 또한 전자사진용 토너 및 현상제, 예를 들어 1원 또는 2원 성분 분말 토너(또한 1원 또는 2원 성분 현상제로 지칭됨), 자기 토너, 액체 토너, 중합 토너 및 전문 토너에서 착색제로서 사용하기 적당하다. 전형적인 토너 결합제는 부가 중합 수지, 중부가 수지 및 중축합 수지, 예컨대 스타이렌, 스타이렌-아크릴레이트, 스타이렌-부타다이엔, 아크릴레이트, 폴리에스터, 페놀-에폭시 수지, 폴리설폰 및 폴리우레탄이고, 개별적으로 또는 조합으로 존재하며, 또한 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌이고, 이는 또한 추가의 성분, 예컨대 전하 조절제, 왁스 또는 유동 보조제를 함유할 수 있거나, 또는 이후에 이러한 첨가된 성분으로 개질될 수 있다.
- [0027] 본 발명의 안료 제제는 추가로, 예를 들어 금속, 목재, 플라스틱, 유리, 세라믹, 콘크리트, 직물 물질, 종이 또는 고무로 제조된 제품의 표면 피복에 사용되는 분말 및 분말 피복 물질, 특히 정전기적으로 또는 동전기적으로 분무가능한 분말 피복 물질에서 착색제로서 사용하기 적당하다. 분말 피복 수지로서 전형적으로 에폭시 수지, 카복실-함유 및 하이드록실-함유 폴리에스터 수지, 폴리우레탄 수지 및 아크릴 수지를 통상의 경화제와 함께 사용한다. 또한, 수지의 조합이 사용될 수 있다. 예를 들어, 에폭시 수지는 카복실-함유 및 하이드록실-함유 폴리에스터 수지와 조합에서 빈번하게 사용된다. 전형적인 경화제 성분(수지 시스템에 따름)으로는, 예를 들어 산 무수물, 이미다졸 및 또한 다이사이안디아미이드 및 이들의 유도체, 차단된 아이소사이안에이트, 비스아실우레탄, 페놀 수지 및 멜라민 수지, 트라이클라이시딜 아이소사이아누레이트, 옥사졸린 및 다이카복실산이 있다.
- [0028] 또한, 본 발명의 안료 제제는 수성 및 비수성 기재상 잉크젯 잉크에서, 고온용융 공정에 따라 조작되는 잉크에서 착색제로서 사용하기 적당하다. 잉크젯 잉크는 일반적으로 총 0.5중량% 내지 15중량%, 바람직하게는 1.5중량% 내지 8중량%(무수 중량으로 계산됨)의 하나 이상의 본 발명의 안료 제제를 함유한다. 미세유화액은 유기 용매, 물 및 필요에 따라 추가적인 굴수성 물질(계면 매개체)에 기초한다. 미세유화 잉크는 일반적으로 0.5중량% 내지 15중량%, 바람직하게는 1.5중량% 내지 8중량%의 하나 이상의 본 발명의 안료 제제, 5중량% 내지 99중량%의 물, 및 0.5중량% 내지 94.5중량%의 유기 용매 및/또는 굴수성 화합물을 함유한다. 용매계 잉크젯 잉크는 바람직하게는 0.5중량% 내지 15중량%의 하나 이상의 본 발명의 안료 제제, 85중량% 내지 99.5중량%의 유기 용매 및/또는 굴수성 화합물을 함유한다. 고온용융형 잉크는 통상적으로 실온에서 고체이고 가열하면 액화되는 왁스, 지방 산, 지방 알콜 또는 설포아미이드에 기초하고, 바람직한 용융 범위는 약 60°C 내지 약 140°C이다. 고온용융형 잉크젯 잉크는, 예를 들어 필수적으로 20중량% 내지 90중량%의 왁스 및 1중량% 내지 10중량%의 하나 이상의 본 발명의 안료 제제로 이루어진다. 이는 추가로 0중량% 내지 20중량%의 추가적인 중합체("염료 용해제"로서), 0중량% 내지 5중량%의 분산 보조제, 0중량% 내지 20중량%의 점도 개질제, 0중량% 내지 20중량%의 가소제, 0중량% 내지 10중량%의 점착 첨가제, 0중량% 내지 10중량%의 투명도 안정화제(예를 들어, 왁스의 결정화를 방지함) 및 또한 0중량% 내지 2중량%의 산화방지제를 포함할 수 있다.
- [0029] 본 발명의 안료 제제는 추가로, 예를 들어 활성(비틀린 네마틱(nematic)) 또는 불활성(초비틀린(supertwisted) 네마틱) 강유전체 표시장치 또는 광-방사 다이오드일 수 있는, 텔레비전 스크린, 액정 표시장치(LCD), 전하 결합 장치, 플라즈마 표시장치 또는 전자발광 표시장치와 같은 전기-광학 시스템에서와 같이, 여광관을 위한, 가색뿐만 아니라 감색 발생을 위한 착색제로서 및 또한 전자 잉크("e-잉크") 또는 전자 종이("e-종이")를 위한 착색제로서 사용하기 적당하다. 여광관으로 공지된 것, 반사 여광관뿐만 아니라 투명 여광관의 제조에 있어서, 안료는 페이스트 형태로 또는 적당한 결합제(아크릴레이트, 아크릴 에스터, 폴리이미드, 폴리바이닐 알콜, 에폭사이드, 폴리에스터, 멜라민, 젤라틴, 카세인)내에서 착색된 포토레지스트로서 각각의 LCD 성분(예컨대, TFT-LCD(박막 트랜지스터 액정 표시장치) 또는, 예를 들어 (S)TN-LCD((초)비틀린 네마틱-LCD))에 적용된다. 높은 열 안정성뿐만 아니라, 높은 안료 순도는 안정적인 페이스트 및/또는 착색된 포토레지스트를 위한 필수조건이다. 또한, 착색된 여광관은 잉크젯 인쇄 방법 또는 다른 적당한 인쇄 방법에 의하여 적용될 수도 있다.
- [0030] 본 발명의 안료 제제의 적색을 띠는 청색 색조는 특히 여광관 색상 고정 적색-녹색-청색(R.G.B)에 대해 특히 적합하다. 상기 3개의 색상은 서로 개별적 색상 점에 나란히 존재하고, 백라이트(backlit)의 경우 전색 이미지를

만들어낸다. 적색 색점에 대해서 전형적인 착색제는 피롤로피롤, 퀴아크리돈 및 아조 안료, 예컨대 적색 안료 254, 적색 안료 209, 적색 안료 175 및 오렌지색 안료 38이고, 예를 들어 개별적으로 또는 혼합물로 존재한다. 녹색 색점에 대해서, 예컨대 녹색 안료 36 및 녹색 안료 7과 같은 프탈로시아닌 착색제가 전형적으로 사용된다. 필요에 따라, 각 색점은 또한 음영의 목적으로 추가의 색상과 혼합될 수 있다. 적색 및 녹색 색조에 대해서, 황색과, 예를 들어 황색 안료 138, 139, 150, 151, 180 및 213과 혼합하여 수행하는 것이 바람직하다.

[0031] 본 발명의 안료 제제는 이들의 뛰어난 색채 및 유동학적 특성, 특히 높은 응집 안정성, 용이한 분산성, 양호한 유동성, 높은 색상 강도, 투명도 및 포화도(크로마(chroma))가 주목할만하다. 수많은 적용 매질중, 이들은 용이하게 높은 순도까지 분산될 수 있다. 상기 유형의 안료 분산액은 심지어 페인트 또는 인쇄 잉크 농축물의 높은 수준의 착색에서도 뛰어난 유동학적 특성을 나타낸다. 다른 특성, 예컨대 광택도, 보호막(overcoating) 견뢰도, 용매 견뢰도, 알칼리 및 산 견뢰도, 광 및 기후 견뢰도 및 색조의 높은 선명도도 매우 양호하다. 게다가, 본 발명의 안료 제제를 사용하여 여광판에서의 사용에 요구되는 적색을 띠는 청색 범위의 색조를 수득하는 것이 가능하다. 여기서 이들은 높은 대조(contrast)를 확실히 하고 여광판 용도의 경우에 부여된 다른 요건, 예컨대 고온 안정성 또는 가파르고 좁은 흡수 밴드를 만족시킨다. 이들은 높은 순도 및 낮은 이온 함량으로 제조될 수 있다.

[0032] 페인트 분야에서 및 무수 용매-계 바니시 시스템에서 안료의 특성을 평가하기 위해서, 다양한 공지된 바니시중 중급-오일 알키드 수지 및 뷰탄올-에터화된 멜라민 수지 기재의 알키드-멜라민 수지 바니시(AM)를 선택하였다.

[0033] 색채 특성은 DIN 55986에 따라서 측정하였다. 분산 후 밀베이스 유동성을 다음 5점 스케일 기준으로 시각적으로 평가하였다:

[0034] 5: 매우 유동적

[0035] 4: 액체

[0036] 3: 점성

[0037] 2: 약간 고정적

[0038] 1: 고정적

[0039] 밀베이스를 최종 안료 농도로 희석시킨 후, 에리히센(Erichsen)의 로스만(Rossmann) 점도 측정기(viscospatula) 유형 301을 사용하여 점도를 결정하였다.

[0040] 하기 실시예에서, 달리 지정되지 않는 한 부 및 %는 각각 중량 기준이다.

실시예

[0041] 실시예 1

[0042] 염화 나트륨 450부, 시판되는 색지수 청색 안료 15:6 75부, n이 1인 화학식 I의 안료 분산제 3.75부 및 다이에틸렌 글라이콜 110ml를 40℃에서 16시간동안 반죽하였다. 반죽된 조성물을 5% 농도의 염산 수용액 2500부중에서 40℃에서 2시간동안 교반하고, 현탁액을 흡입으로 여과하고, 프레스케이크를 염이 없도록 세척하고 건조하였다. 이로써 안료 제제 75.8부를 수득하였다.

[0043] AM 바니시에서, 안료 제제는 강하게 착색된, 적색을 띠는 청색 색조를 갖는 투명한 피복물을 나타냈다. 밀베이스 유동성이 매우 양호하고 매스톤(masstone) 바니시의 점도는 낮았다.

[0044] 비교예 A

[0045] 시판되는 조질의 색지수 청색 안료 15 80g을 실온에서 97% 농도의 황산 800g에 용해시켰다. 용액을 열음 2500g 및 물 1500g의 혼합물에 쏟아부었다. 상기 혼합물을 80℃로 가열하고 이 온도에서 30분동안 교반하였다. 현탁액을 흡입으로 여과하고 세척을 수행하였다. 이로써 21.6% 고형물 함량을 갖는 습윤 프레스케이크를 수득하였다. 프레스케이크 188g을 3차-아밀 알콜 266g, 물 110g 및 97% 농도의 황산 8.2g중에서 교반하였다. 30% 농도의 헥사데실트라이메틸암모늄 클로라이드 수용액 4.1g을 첨가한 후, 시스템을 130℃로 가열하고 130℃에서 3시간동안 교반하였다. 이어서, 알콜을 증기 증류법에 의해 제거하고, 현탁액을 흡입으로 여과하고, 프레스케이크를 세척하고 80℃에서 건조하였다. 이로써 알파 상의 구리 프탈로시아닌 안료 35.7g을 수득하였다(X-선 분광계

에 의해 측정됨).

[0046] **실시예 2**

[0047] 130℃로 가열하기 이전에 고형물 함량 24.5%로 n이 1인 화학식 I의 안료 분산제의 수분 프레스케이크 8.1g을 첨가한 것만 다르게 하여 비교예 A를 수행하였다. 이로써 안료 제제 35.8g을 수득하였다. 안료 제제중 구리 프탈로시아닌은 알파 상이었다.

[0048] **실시예 3**

[0049] 조질의 색지수 청색 안료 15 80g과 함께 n이 1인 화학식 I의 안료 분산제 2g을 황산에 용해시킨 것만 다르게 하여 비교예 A를 수행하였다. 이로써 안료 제제 37.8g을 수득하였다. 안료 제제중 구리 프탈로시아닌은 알파 상이었다.

[0050] **실시예 4**

[0051] 실시예 2 및 3의 피복물을 비교예 A와 비교

[0052] AM 바니시에서, 실시예 2 및 3의 안료 제제는 매우 양호한 보호막 건뢰도를 갖는 강하게 착색된 투명한 피복물을 나타냈다(보호막 건뢰도는 DIN 53221에 따라 측정하였다). 비교예 A와 비교할 때, 상기 피복물은 실질적으로 색상이 더 강하고 현저히 더 투명하고, 광택도가 더 높고(광택도 측정은 DIN 67530에 따라서 20°의 각에서 필름 드로우 다운상에서 수행하였다), 색조가 더 선명하고, 매스톤 바니시의 점도가 더 낮았다.

[0053] **실시예 5**

[0054] 시판되는 조질의 트라이-/테트라클로로프탈로시아닌 블루 80g을 실온에서 97% 농도의 황산 800g중에 용해하였다. 용액을 얼음 2500g 및 물 1500g의 혼합물에 쏟아부었다. 상기 혼합물을 80℃로 가열하고 30분동안 80℃에서 교반하였다. 현탁액을 흡입으로 여과하고 세척을 수행하였다. 이로써 고형물 함량 23.1%를 갖는 수분 프레스케이크를 수득하였다. 프레스케이크 170.8g을 3차-아밀 알콜 262g, 물 122.8g 및 100% 농도의 NaOH 7.9g중에서 교반하였다. 30% 농도의 헥사데실트라이메틸암모늄 클로라이드 수용액 4.1g 및 n이 1인 화학식 I의 안료 분산제의 수분 프레스케이크 8.1g(고형물 함량 24.5%)을 첨가한 후, 시스템을 130℃로 가열하고 3시간동안 130℃에서 교반하였다. 이어서, 알콜을 증기 증류법에 의해 제거하고, 현탁액을 흡입으로 여과하고, 프레스케이크를 세척하고 80℃에서 건조하였다. 이로써 안료 제제 39.5g을 수득하였다.

[0055] **실시예 6**

[0056] 시판되는 조질의 트라이-/테트라클로로프탈로시아닌 블루 80g 및 n이 1인 화학식 I의 안료 분산제 2g을 실온에서 97% 농도의 황산 800g중에 용해하였다. 용액을 얼음 2500g 및 물 1500g의 혼합물에 쏟아부었다. 혼합물을 80℃로 가열하고 30분동안 80℃에서 교반하였다. 현탁액을 흡입으로 여과하고 세척을 수행하였다. 이로써 고형물 함량 23.1%를 갖는 수분 프레스케이크를 수득하였다. 프레스케이크 170.8g을 3차-아밀 알콜 262g, 물 122.8g 및 100% 농도의 NaOH 7.9g중에서 교반하였다. 30% 농도의 헥사데실트라이메틸암모늄 클로라이드 수용액 4.1g을 첨가한 후, 시스템을 130℃로 가열하고 3시간동안 130℃에서 교반하였다. 이어서, 알콜을 증기 증류법에 의해 제거하고, 현탁액을 흡입으로 여과하고, 프레스케이크를 세척하고 80℃에서 건조하였다. 이로써 안료 제제 37.4g을 수득하였다.

[0057] **실시예 7**

[0058] 실시예 5 및 6의 피복물

[0059] 비수성 분산(HS) 시스템에 기초한 고형물 함량이 높은 아크릴 수지 베이킹 바니시에서, 실시예 5 및 6의 안료 제제는 투명한 매스톤 피복물을 나타내었고 광택도가 높았다. 금속성 피복물은 진하게 착색되었고 선명하고 색조의 각 의존성(색상 플롭(flop))을 나타냈다. 매스톤 바니시의 점도는 낮았다.

[0060] **실시예 8**

[0061] 시판되는 색지수 청색 안료 15:1 30g을 n이 1인 화학식 I의 안료 분산제 1.5g과 기계적으로 혼합하였다. AM 바니시에서 강하게 착색되고 높은 광택도를 갖는 투명한 피복물을 수득하였고, 매스톤 바니시의 점도는 낮았다. 셀룰로스 아세토부티레이트 및 멜라민 수지를 기재로 하는 폴리에스터 바니시(PE)에서 및 HS 바니시에서, 안료 제제는 유사하게 투명하고 강하게 착색된 피복물을 나타냈다. 금속성 피복물은 진하게 착색되었고 선명하였다. 매스톤 바니시의 점도는 낮았다. HS 바니시에서 광택도는 높았다. 수성 폴리우레탄-계 바니시(PUR)에서도 또

한, 강하게 착색된 투명한 피복물을 진하게 착색된 선명한 금속성 피복물과 함께 수득하였다. 인쇄 잉크 부분에서 안료 제제의 특성을 평가하기 위해서, 다양한 공지된 인쇄 시스템중에서 니트로셀룰로스-알콜 그래비아 시스템(NC-A), 수성 아크릴 수지-계 플렉소인쇄 시스템(FD) 및 알키드 수지-계 오프셋 시스템(OD)을 선택하였다. 상기 안료 제제를 사용하여 강하게 착색되고 투명한 인쇄를 NC-A에서, FD에서 및 OD 인쇄 시스템에서 수득하였고, 인쇄 잉크의 점도는 낮았다.

[0062] **실시예 9**

[0063] 시판되는 색지수 청색 안료 15:6 30g을 n이 1인 화학식 I의 안료 분산제 3g과 기계적으로 혼합하였다.

[0064] **실시예 10**

[0065] 시판되는 색지수 청색 안료 15:6 30g을 n이 1인 화학식 I의 안료 분산제 1.5g과 기계적으로 혼합하였다.

[0066] **실시예 11**

[0067] 시판되는 색지수 청색 안료 15:6 30g을 n이 1인 화학식 I의 안료 분산제 0.75g과 기계적으로 혼합하였다.

[0068] **실시예 12**

[0069] 실시예 9 내지 11의 피복물

[0070] HS 및 PUR 바니시에서 강하게 착색되고 투명한 피복물을 수득하였고, 금속성 피복물은 진하게 착색되었고 선명하였고, HS 매스톤 바니시의 점도는 낮았고, HS 피복물의 광택도는 높았다.

[0071] **실시예 13**

[0072] 실시예 10의 인쇄물

[0073] 실시예 10의 안료 제제를 사용하여 선명한 색조를 갖는 강하게 착색된 투명한 인쇄물을 NC-A에서, FD에서 및 OD 인쇄 시스템에서 수득하였고, 인쇄 잉크의 점도는 낮았다. OD 인쇄 시스템에서 양호한 그을림(scorch) 거동을 관찰하였다.

[0074] **실시예 14**

[0075] 시판되는 색지수 청색 안료 15:3 30g을 n이 1인 화학식 I의 안료 분산제 1.5g과 기계적으로 혼합하였다. 상기 안료 제제를 사용하여 선명한 색조를 갖는 강하게 착색된 투명한 인쇄물을 NC-A에서, FD에서 및 OD 인쇄 시스템에서 수득하였고, 인쇄 잉크의 점도는 낮았다. OD 인쇄 시스템에서 양호한 그을림 거동을 관찰하였다.