



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년04월09일
(11) 등록번호 10-0952249
(24) 등록일자 2010년04월02일

(51) Int. Cl.

G01N 15/08 (2006.01) C08K 3/00 (2006.01)

G01N 15/00 (2006.01) G01N 15/02 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-7004188(분할)

(22) 출원일자 2004년04월01일

심사청구일자 2007년02월22일

(85) 번역문제출일자 2007년02월22일

(65) 공개번호 10-2007-0029847

(43) 공개일자 2007년03월14일

(62) 원출원 특허 10-2005-7018788

원출원일자 2004년04월01일

심사청구일자 2005년10월05일

(86) 국제출원번호 PCT/US2004/010267

(87) 국제공개번호 WO 2004/090031

국제공개일자 2004년10월21일

(30) 우선권주장

10/673,093 2003년09월26일 미국(US)

(뒷면에 계속)

(56) 선행기술조사문헌

H.Hodne, et.al., The effect of the cement zeta potential and slurry conductivity on the consistency of oilwell cement slurries, Cement and Concrete Research 30 (2000), pp1767-1772*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

캐보트 코포레이션

미합중국 매사추세츠 02210-2019 보스턴, 스위트 1300, 투 씨포트 라인

(72) 발명자

브라운, 스티븐, 이.

미국 01879 매사추세츠주 텅스보로 조코 드라이브 3

레즈넥, 스티븐, 알.

미국 01742 매사추세츠주 콘코드 스트로베리 힐 로드 781

모리슨, 이안, 디.

미국 01720 매사추세츠주 액톤 프레스코트 로드 18

(74) 대리인

김영, 장수길

전체 청구항 수 : 총 21 항

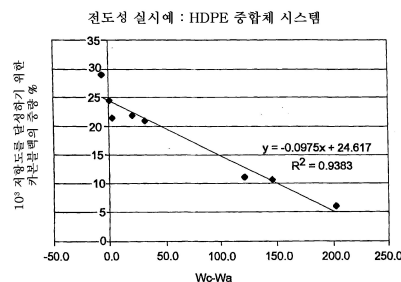
심사관 : 노영철

(54) 미립자 물질의 선택 및 개발 방법

(57) 요약

본 발명은 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터를 단독 사용하거나 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터와 병용함으로써 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대해 미립자 물질을 선택하고(하거나) 개발하는 방법에 관한 것이다. 이들 파라미터들은 미립자 물질 및 매트릭스의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 공정 맵(map), 성능 맵 및 맵핑(mapping) 방법도 본원에 개시된다.

대표도 - 도1



(30) 우선권주장

60/459,230	2003년04월01일	미국(US)
60/485,964	2003년07월10일	미국(US)
60/485,965	2003년07월10일	미국(US)
60/491,632	2003년07월31일	미국(US)
60/497,592	2003년08월25일	미국(US)

특허청구의 범위

청구항 1

(A) 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및

(B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는

(B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터

사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 상기 조성물에 대해 후보 미립자 물질을 선택하는 단계를 포함하며,

여기서, 상기 균일 상호작용 파라미터가 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함하고

상기 불균일 상호작용 파라미터가 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함하는 것인, 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 선택된 후보 미립자 물질이 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 가져 조성물 성능 특성의 목표값을 제공하는 것인 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 미립자 물질이 카본블랙, 발연 실리카 또는 금속 산화물인 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 흡수계측법에 의해 측정하는 것인 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 위킹 속도법(wicking rate method)에 의해 측정하는 것인 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 항복점(yield point) 방법에 의해 측정하는 것인 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 계면전위 증기흡착법에 의해 측정하는 것인 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 역상 기체 크로마토그래피(IGC) 방법에 의해 측정하는 것인 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 성능 특성이 전도성, 분산성, 충격 강도, 색채, 강성(reinforcement), 분말 유동성, 마찰대전성(tribocharging) 및 레올로지인 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 관계가 미립자 물질의 응집일 및 미립자 물질과 매트릭스의 응착일 사이의 차이인 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 매트릭스의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 측정하는 단계를 추가로 포함하는, 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 매트릭스의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 측정하는 단계가, 매트릭스, 및 미리 측정된 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 갖는 하나 이상의 프로브 미립자 물질을 포함하는 조성물의 성능 특성 측정을 포함하는 것인 후보 미립자 물질의 선택 방법.

청구항 13

(A) 미리 측정된 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 갖는 하나 이상의 프로브 미립자 물질을 소비자에게 제공하는 단계;

(B) (a) 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성, 및

(b) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는

(b) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터

사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 후보 미립자 물질을 선택하는 단계; 및

(C) 상기 후보 미립자 물질을 소비자에게 제공하는 단계

를 포함하며,

상기 불균일 상호작용 파라미터가 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 포함하는 것인, 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 미립자 물질의 제공 방법.

청구항 14

(A) 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는

(B) 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터

의 조합과 관련된 하나 이상의 성능 특성을 가지며,

여기서, 상기 균일 상호작용 파라미터는 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함하고,

상기 불균일 상호작용 파라미터가 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함하는 것이고,

상기 성능 특성이 전도성, 분산성, 충격 강도, 색채, 강성, 분말 유동성, 마찰대전성 및 레올로지이며,

성능 특성이 응집일 및 응착일 사이의 차이와 관련된 것인

상기 미립자 및 매트릭스를 포함하는 조성물.

청구항 15

삭제

청구항 16

성능 특성과 관련된 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 갖는 미립자 물질 및 매트릭스를 조합하는 단계를 포함하며,

여기서 상기 성능 특성이 전도성, 분산성, 충격 강도, 색채, 강성, 분말 유동성, 마찰대전성 및 레올로지인, 성능 특성의 제공 방법.

청구항 17

제16항에 있어서, 성능 특성이 응집일 및 응착일 사이의 차이와 관련된 것인 성능 특성의 제공 방법.

청구항 18

(A) 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및

(B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는

(B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터

사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 상기 조성물에 대해 후보 매트릭스를 선택하는 단계를 포함하며,

여기서, 상기 불균일 상호작용 파라미터가 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함하는 것인,

미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 매트릭스의 선택 방법.

청구항 19

(A) 매트릭스 및 미립자 물질을 포함하는 둘 이상의 조성물들의 하나 이상의 성능 특성; 및

(B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는

(B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터

사이의 하나 이상의 경향, 함수 관계 또는 둘다를 수득하는 단계를 포함하며,

여기서, 상기 불균일 상호작용 파라미터가 매트릭스, 각 조성물 중의 미립자 물질 또는 둘다의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함하는 것인,

매트릭스 및 미립자 물질을 포함하는 조성물의 개발 방법.

청구항 20

(A) 매트릭스 및 미립자 물질을 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및

(B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는

(B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터

를 포함하며,

여기서, 상기 불균일 상호작용 파라미터가 매트릭스, 각 조성물 중의 미립자 물질 또는 둘다의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함하는 것인,

제1항의 방법으로부터 수득된 성능 맵(map).

청구항 21

(A) 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합, 및

(B) 상기 미립자 물질의 제조 방법에서의 하나 이상의 공정 변수

사이를 비교하는 단계를 포함하며,

여기서, 상기 공정 변수가 온도; 압력; 화학 조성; 체류 시간; 화학량론; 반응기 켄칭 길이; 켄칭 공기의 양; 공급원료 조성; 1차 연료 유형; 하류 첨가제들의 유형, 수준 또는 둘다; 또는 후처리의 유형, 농도, 양 또는 이들 모두인 공정 맵핑 방법.

청구항 22

(A) 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및

(B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는

(B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터

사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 상기 조성물에 대해 후보 미립자 물질을 선택하는 단계를 포함하며,

여기서 상기 불균일 상호작용 파라미터가 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함하는 것이고,

상기 미립자 물질이 카본블랙 또는 실리카이고,

상기 매트릭스가 하나 이상의 중합체, 용매, 착색제, 계면활성제, 추가의 미립자 물질 또는 이들의 조합을 포함하는 것이고,

상기 미립자 물질, 매트릭스 또는 둘다의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 위킹 속도법(wicking rate method), 항복점(yield point) 방법, 계면전위 증기 흡착법, 역상 기체 크로마토그래피(IGC)법, 또는 흡수계측법에 의해 측정하는 것이고,

상기 성능 특성이 전도성, 분산성, 충격 강도, 색채, 강성(reinforcement), 분말 유동성, 마찰대전성(tribocharging) 및 레올로지인,

미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 미립자 물질의 선택 방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

[0003]

본원은 35 U.S.C 제120조 하에 미국 특허출원 제10/673,093호(2003년 9월 26일 출원) 및 35 U.S.C 제119(e)조 하에 미국 가출원 제60/491,632호, 동 제60/485,965호, 동 제60/485,964호, 동 제60/459,230호 및 동 제60/497,592호(본 명세서에 이들 전문이 참고로 인용됨)의 우선권 이익을 청구한다. 본 발명은 조성물 또는 응용을 위하여 미립자 물질을 선택하거나 개발하는 방법에 관한 것이다. 본 발명은 또한 계면전위 특성값에 기초한 1군의 미립자 물질 또는 미립자 물질의 집합체에 관한 것이다. 미국 가출원 제60/491,632호, 동 제60/485,965호, 동 제60/485,964호, 동 제60/459,230호 및 동 제60/497,592호에 개시된 기재내용들이 본 명세서에 참고로 그 전문이 인용된다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- [0004] 일반적으로, 화학 산업의 제품들은 정형적 화학물질(formulaic chemical) 및 성능적 화학물질(performance chemical) 두 형태 중 하나에 속한다. 정형적 화학물질은 그들의 조성에 의해 정의된다. 이들이 상이한 등급으로 판매된다면, 등급은 불순물의 농도에 의해 구분된다. 예로는 암모니아, 벤젠, 사염화탄소, 디에틸 에테르, 포름알데히드, 소다회 및 산화칼슘이 있다. 고분자, 염료, 안료 및 향료를 포함하는 성능적 화학물질은 이들의 조성이 아니라 이들의 작용 때문에 가치가 있다. 성능적 화학물질의 중요한 형태로는 강성(reinforcement), 레올로지, 색채 및 전도성을 포함한 응용에 사용되는, 카본블랙, 실리카, 티타니아, 탄탈륨, 탄산칼슘과 같은 미립자 생성물들이 있다.
- [0005] 미립자는 레올로지, 유동, 강도, 색채 등과 같은 화합물의 특성들을 개선시키는데 사용된다. 목적하는 수준의 성능을 달성하는 미립자 생성물의 능력은 입자 특성에 의해 좌우된다. 성능의 분류를 구분짓기 위해, 형태 또는 등급이 통상적으로 정의된다. 이들 정의는 특정 입자 특성의 지정 및 그러한 특성들에 대한 전형값 또는 목표값의 할당을 포함한다. 본 발명 이전에는, 입자 특성은 형태학, 예를 들어 입도, 입도 분포, 입자 형태 또는 구조 등과 관련을 지어왔다.
- [0006] 일관성을 확보하기 위하여, 미립자 제품에 대한 명세서(specification)가 제공된다. 대체로 이러한 명세서는 형태학의 하나 이상의 측정치를 포함할 것이고, 나아가 화학 구성성분의 하나 이상의 측정치를 포함할 수 있다. 형태학의 통상적인 측정치는 입도, 표면적, 구조, 다공도, 응집체 크기 및 응집체 형상이다. 화학의 통상적인 측정치에는 추출가능한 화학종들의 분석뿐만 아니라 벌크 및 표면 조성이 포함된다. 이들 특성의 다양성의 측정은 공정이 제어됨을 보장하기 위하여 공정 중에(종종 품질관리 또는 QC라 함) 또는 선적 전의 제품에 대하여(종종 품질보증 또는 QA라 함) 행해진다.
- [0007] 예를 들어, 카본블랙은 대체로 표면적, 입도, 구조 및 다공도일 수 있는 하나 이상의 형태학적 명세서와 함께 판매된다. 예컨대 결합 고무 또는 화합물의 흡습성(CMA) 시험과 같은 성능 시험도 카본블랙의 목적 용도에 따라 행해질 수 있다. 그러나, 이들은 대체로 제품 명세서에 포함되지는 않는다.
- [0008] 이러한 품질관리 및 품질보증(QC/QA) 노력에도 불구하고, 소비자가 받은 제품 배치(batch)가 "명세서 범위내"에 있음에도 불구하고 기대한 성능을 나타내지 않는 것을 불평하는 것은 드문 일이 아니다. 예를 들어, 고무 경화 속도에서의 편차, 성형된 고무 부품상의 백화(white haze) 발생, 응착제의 낮은 요변성 및 플라스틱 컴파운딩 시간에서의 편차는 모두 각각의 로트(lot)가 명세서 범위 내에 있는 경우조차 카본블랙의 로트 대 로트(lot-to-lot) 편차로 거슬러 올라간다. 이로 인해, 생산자는 종종 공정 및 제품에 대해 지속적으로 비용이 드는 연구를 착수하게 되며 제품이 기대되는 성능을 다시 나타내도록 조정을 시도하게 된다. 미립자 물질에 대한 제품 성능에 그러한 편차가 있을 수 있기 때문에, 소비자 또는 입자 제조자가 조성에 대한 최상 입자를 선택하는 것은 어렵다. 제품 성능이 어떻게 최상일 수 있고, 언제 미립자 물질 및 조성물 내에서의 그의 상호작용이 완전하게 이해되거나 평가될 수 있는가? 본 발명은 더 나은 평가, 더 나은 이해 및 더 나은 미립자 물질의 선택을 제공하여 개선된 성능을 달성하게 한다.
- [0009] 제품이 기대되는 성능을 발휘하지 않는 이유를 결정하는 것은 비효율적이며 종종 시간 및 비용 소모적이다. 그것은 우선적으로 문제를 회피하기 보다는, 문제가 발생하는 이유를 평가하는 것을 포함한다. 많은 경우, 생산자는 결과를 이해하지 않고 단지 제품 차이를 알기 위해 어떻게해서든지 제품을 변화시키려는 시도를 하면서, 제조 단계를 조정할 것이다. 때때로, 이것은 추측 작업을 하는 것이 된다.
- [0010] 조성물에서의 미립자 물질의 성능은 상기 설명한 바와 같은 문제가 될 수 있기 때문에, 상기 문제들을 피하거나 최소화하기 위해 매트릭스(matrix) 또는 조성물에서 성능을 최적화하는 미립자 물질을 선택하는 수단을 개발할 필요가 있다. 또한, 매트릭스 또는 조성물에 대한 미립자 물질의 적합 또는 최적 선택, 예를 들어 응용례에서 개선된 또는 최적의 성능을 허용하는 개선된 시스템을 개발할 필요가 있다.

발명의 구성 및 작용

- [0011] 본 발명은 부분적으로,
- [0012] (A) 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및
- [0013] (B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0014] (B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터

- [0015] 사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 상기 조성물에 대해 후보 미립자 물질을 선택하는 단계를 포함하는, 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 미립자 물질의 선택 방법에 관한 것이다. 상기 균일 상호작용 파라미터는 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함하고, 상기 불균일 상호작용 파라미터는 미립자 물질 및 매트릭스의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 포함한다.
- [0016] 본 발명은 또한,
- [0017] (A) 미립자 물질 및 대응 매트릭스를 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및
- [0018] (B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0019] (B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터
- [0020] 사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 상기 조성물에 대해 후보 미립자 물질을 선택하는 단계를 포함하는, 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 미립자 물질의 선택 방법에 관한 것이다.
- [0021] 본 발명은 더 나아가,
- [0022] (A) 미리 측정된 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합을 갖는 하나 이상의 프로브 미립자 물질을 소비자에게 제공하는 단계;
- [0023] (B) (a) 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성, 및
- [0024] (b) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0025] (b) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터
- [0026] 사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 후보 미립자 물질을 선택하는 단계; 및
- [0027] (C) 상기 후보 미립자 물질을 소비자에게 제공하는 단계
- [0028] 를 포함하는, 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 미립자 물질의 제공 방법에 관한 것이다.
- [0029] 본 발명은 추가로,
- [0030] (A) 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0031] (B) 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터
- [0032] 의 조합과 관련된 하나 이상의 성능 특성을 갖는, 상기 미립자 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 관한 것이다.
- [0033] 본 발명은 또한 성능 특성과 관련된 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 갖는 미립자 물질 및 매트릭스를 조합하는 단계를 포함하는, 성능 특성의 제공 방법에 관한 것이다.
- [0034] 본 발명은 더 나아가,
- [0035] (A) 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및
- [0036] (B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0037] (B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터
- [0038] 사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 후보 매트릭스를 선택하는 단계를 포함하는, 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 매트릭스의 선택 방법에 관한 것이다.
- [0039] 본 발명은 추가로,

- [0040] (A) 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 둘 이상의 조성물들의 하나 이상의 성능 특성; 및
- [0041] (B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0042] (B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터
- [0043] 사이의 하나 이상의 경향 및(또는) 함수 관계를 수득하는 단계를 포함하는, 신규 또는 개선된 미립자 물질의 개발 방법에 관한 것이다. 상기 방법은 확인된 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합을 갖는 상기 신규 또는 개선된 미립자 물질을 제조하는 단계를 추가로 포함할 수 있다.
- [0044] 본 발명은 또한,
- [0045] (A) 매트릭스 및 미립자 물질을 포함하는 둘 이상의 조성물들의 하나 이상의 성능 특성; 및
- [0046] (B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0047] (B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터
- [0048] 사이의 하나 이상의 경향 및(또는) 함수 관계를 수득하는 단계를 포함하는, 매트릭스 및 미립자 물질을 포함하는 신규 또는 개선된 조성물의 개발 방법에 관한 것이다.
- [0049] 본 발명은 더 나아가,
- [0050] (A) 매트릭스 및 미립자 물질을 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및
- [0051] (B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0052] (B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터
- [0053] 를 포함하는 성능 맵(map)에 관한 것이다. 바람직하게는, 성능 맵은 (A) 및 (B) 사이의 하나 이상의 경향 및(또는) 함수 관계를 나타낸다. 또한, 본 발명은 이러한 성능 맵을 이용하여 신규 및(또는) 개선된 미립자 물질 또는 조성물을 개발하는 방법에 관한 것이다.
- [0054] 본 발명은 추가로,
- [0055] (A) 매트릭스 및 미립자 물질을 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및
- [0056] (B) (1) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0057] (B) (2) 상기 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 및 상기 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터
- [0058] 사이를 비교하는 단계를 포함하는, 성능 맵핑(mapping) 방법에 관한 것이다.
- [0059] 본 발명은 또한,
- [0060] (A) 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합, 및
- [0061] (B) 상기 미립자 물질의 제조 방법에서의 하나 이상의 공정 변수
- [0062] 를 포함하는 공정 맵에 관한 것이다. 바람직하게는, 공정 변수는 온도, 압력, 화학 조성, 체류 시간, 화학량론, 반응기 켄칭(quenching) 길이, 켄칭 공기의 양, 공급원료 조성, 1차 연료 유형, 하류 첨가제들의 유형 및(또는) 수준, 또는 후처리의 유형, 농도 및(또는) 양이다. 후처리 유형은 화학적 변형 또는 응착제, 예를 들어 계면활성제 또는 분산제의 첨가일 수 있다. 또한, 본 발명은 이러한 공정 맵을 이용하여 신규 및(또는) 개선된 미립자 물질 또는 조성물을 개발하는 방법에 관한 것이다.
- [0063] 본 발명은 더 나아가,
- [0064] (A) 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특

성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합, 및

- [0065] (B) 상기 미립자 물질의 제조 방법에서의 하나 이상의 공정 변수
- [0066] 사이를 비교하는 단계를 포함하는, 공정 맵핑 방법에 관한 것이다.
- [0067] 상기 포괄적 기재 및 하기 상세한 기재는 단지 예시 및 설명을 위한 것이며, 청구된 바와 같은 본 발명의 추가 설명을 제공하고자 하는 것임을 이해해야 한다.
- [0068] 미립자 물질의 영역에서, 그리고 제조자가 중합체 및 다른 매트릭스와 같은 조성물에 미립자 물질을 도입하는 영역에서, 원하는 성능에 기초하여 조성물에 대해 미립자 물질의 최상 후보군을 선택하기 위한 노력이 지속적으로 행해져 왔다. 과거에는, 원하는 성능을 달성하기 위해 조성물에서 사용되는 미립자 물질을 선택하는 수단은 미립자 물질의 형태학 및(또는) 미립자 물질의 화학에 기초하였다. 이들 파라미터를 알더라도, 원하는 성능을 달성하기 위해 조성물에 도입되는 미립자 물질을 선택하는 것은 여전히 약간의 비예측성을 가져오고 일정량의 추측 작업을 포함하였다. 조성물에 사용하기 위한 후보 미립자 물질을 선택하는 더 정확한 방식을 제공하고 개선된 성능 또는 원하는 성능을 유도하는 방법 및 시스템에 대한 당업계의 요구가 존재한다.
- [0069] 본 발명은 조성물에 대한 후보 미립자 물질을 선택하는 것을 가능하게 하는 그러한 방법 및 시스템을 제공하며, 바람직하게는 조성물에 개선된 또는 최적화된 성능 특성을 제공한다. 본 발명은 미립자 물질의 계면전위를 단독으로 사용하거나 또는 미립자 물질이 사용되는 매트릭스의 계면전위와 병용한다. 따라서, 본 발명은 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터(예를 들어, 미립자 물질의 응집일), 또는 미립자 물질과 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터(예를 들면, 응집일과 응착일)와 조합된 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터의 사용을 포함한다.
- [0070] "균일 상호작용 파라미터"는 미립자 물질이 그 자신과 상호작용하는 방식에 관한 것이다. "불균일 상호작용 파라미터"는 미립자 물질과 매트릭스가 서로 상호작용하는 방식에 관한 것이다. 일반적으로, 미립자 물질과 매트릭스를 포함하는 조성물의 성능 특성은 미립자 물질과 매트릭스가 상호작용하는 방식에 따라 변할 수 있다고 알려져 있다. 따라서, 성능은 불균일 상호작용과 관련되어 있었다. 그러나, 놀랍게도 성능 특성이 균일 상호작용과 미립자 물질의 매트릭스와의 상호작용(불균일 상호작용) 사이의 균형, 또는 미립자 물질간의 상호작용 단독 중 어느 하나에 의존한다는 것이 발견되었다. 본 발명의 실시태양은 이 관계의 이점을 취한다. 이에 기초하여, 미립자 물질의 균일 상호작용 파라미터를 이용함에 의해, 본 발명에 개시된 바와 같이, 단독으로 또는 불균일 상호작용 파라미터와의 조합으로 미립자 물질을 더 정확하게 선택할 수 있다는 것이 밝혀졌다. 본원에서 논의되는 실시태양들 각각에서, 용어 "계면전위 값" 또는 "계면전위"는 미립자 물질 또는 매트릭스의 특성화를 말한다. 계면전위 특성값은 특정 시스템과 입자의 상호작용에 의해 결정된다. 용어 "균일 상호작용 파라미터"는 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값(즉, 측정되거나 계산된 계면전위 관련값), 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값 또는 계산값(예를 들어, 응집일), 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분(예: 산성 성분, 염기성 성분, 또는 분산성 성분), 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 용어 "불균일 상호작용 파라미터"는 미립자 물질과 매트릭스 둘 다의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 전체적으로, 용어 "조합"은 수학적 조합(예: 차이 또는 비율) 및 조합 용도(예: 다차원 그래프 또는 기타 시각적 도식) 모두를 말한다.
- [0071] 더 상세히는, 한 실시양태에서, 본 발명은 부분적으로
- [0072] A) 조성물의 하나 이상의 성능 특성; 및
- [0073] B) 1) 미립자 물질의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분 또는 이들의 조합과 같은 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터, 또는
- [0074] B) 2) 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터, 및 미립자 물질 및 매트릭스의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합과 같은 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터의 조합
- [0075] 사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 상기 조성물에 대한 후보 미립자 물질을 선택하는 단계를 포함하는, 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 미립자 물질을 선택하는 방법을 포함한다. 선택된 후보 미립자 물질은 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합을 가질 수 있는데, 이것은 조성물의 성능 특성에 대한 목표값을 제공한다. 상기 방법은 A) 및 B) 사이의 관

계를 측정하는 단계를 추가로 포함할 수 있거나, 그 관계가 사전에 측정될 수 있다. 상기 방법은 추가로 매트릭스의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합을 결정하는 단계를 포함할 수 있다. 선택적 사항으로서, 매트릭스의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합을 측정하는 단계는, 미리 측정된 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합을 갖는 하나 이상의 프로브(probe) 미립자 물질, 및 매트릭스를 포함하는 조성물의 성능 특성을 측정하는 것을 포함할 수 있다.

- [0076] 상기 방법은 미리 측정된 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합을 갖는 대응 매트릭스를 결정하여 매트릭스의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합을 측정하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 방법은
- [0077] A) 대응 매트릭스 및 미립자 물질을 포함하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성, 및
- [0078] B) i) 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분, 또는 이들의 조합 및
- [0079] ii) 대응 매트릭스의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분, 또는 이들의 조합의 조합
- [0080] 사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 후보 미립자 물질을 선택하는 단계를 추가로 포함할 수 있다. 이 관계는 예정될 수 있거나, 상기 방법이 A)와 B) 사이의 관계를 측정하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0081] 본 발명은 또한
- [0082] A) 미리 측정된 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합을 갖는 하나 이상의 프로브 미립자 물질을 소비자에게 제공하는 단계;
- [0083] *B) a) 조성물의 하나 이상의 성능 특성 및
- [0084] b) 1) 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합과 같은 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0085] 2) 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합과 같은 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터와, 미립자 물질 및 매트릭스의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합과 같은 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터의 조합
- [0086] 사이의 미리 측정된 관계에 기초하여 후보 미립자 물질을 선택하는 단계; 및
- [0087] C) 상기 후보 미립자 물질을 소비자에게 제공하는 단계
- [0088] 를 포함하는, 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대한 후보 미립자 물질을 제공하는 방법에 관한 것이다.
- [0089] 이 방법에서는, 선택된 후보 미립자 물질은 조성물의 성능 특성에 대한 목표값을 가져올 수 있는, 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합을 가질 수 있다. 전기한 바와 같이, 상기 방법은 A)와 B) 사이의 관계를 결정하는 단계를 추가로 포함할 수 있다.
- [0090] 본 발명의 한 실시태양에서는, 본 발명의 방법은 더 비싼 미립자 물질에 대해 동일하거나 유사한 성능 특성을 제공하는 미립자 물질을 선택하는 것을 가능하게 한다. 즉, 본 발명은 제 2 미립자 물질보다 더 비용이 저렴한 후보 미립자 물질을 선택하는 것(여기서, 후보 미립자 물질과 제2 후보 미립자 물질이 유사한 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합을 가져 조성물의 성능 특성에 대한 유사한 목표값을 나타냄)을 허용할 것이다.
- [0091] 본 발명은 또한 각각의 미립자 물질의 계면전위에 기초한 미립자 물질의 집합에 관한 것이다. 이 실시태양에서는, 다양한 미립자 물질(예, 2 이상의 형태)이 각 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분, 또는 이들의 조합에 기초하여 함께 그룹을 이루거나 순위가 매겨진다. 상기 집합 또는 순위는 다양한 계면전위 특성값을 갖는 미립자 물질들의 선택 키(key) 또는 선택 지침을 제공한다. 미립자 물질의 그러한 집합 또는 순위를 제공함에 의해, 이 집합 또는 순위는 예를 들어 소비자에게 제공되어 조성물을 위한 후보 미립자 물질의 선택 방법에 있어서 도움이 될 수

있다.

[0092] 본 발명은 또한 각 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 값에 기초하여 2 이상의 미립자 물질을 순서화(ordering)하는 것을 포함한다. 계면전위 값 시스템에 기초한 2 이상의 미립자 물질의 순서화는, 예를 들어 소비자에게 조성물에 사용하는데 적합한 또는 최적의 후보 미립자 물질을 선택하게 하여, 예컨대 바람직한 성능 특성을 제공할 수 있게 한다. 예를 들어 계면전위를 증가시키거나 감소시키는 것에 기초한, 미립자 물질의 순서화는 소비자 또는 미립자 물질 제조자가 조성물에 대해 최상의 미립자 물질이 무엇인지 결정하는 것을 도울 것이다. 2 이상의 미립자 물질의 순서화를 제공함에 의해, 상기 선택 방법은 더 용이하게 수행될 수 있다. 예를 들어, 종전에 사용되던 미립자 물질에 비하여 한 미립자 물질이 더 개선된 성능을 제공한다면, 2 이상의 미립자 물질의 순서화는 소비자에게 조성물의 성능 특성을 위한 시험에 순서대로 다음 미립자 물질을 선택하는 능력을 제공할 것이다. 미립자 물질의 순서화는 그래프, 표 또는 기타 도식화와 같은 임의의 방식으로 나타낼 수 있다. 미립자 물질의 순서화는 2 이상의 미립자 물질, 예를 들어 3 이상, 5 이상, 10 이상, 50 이상, 또는 100 이상의 미립자 물질에 기초할 수 있다. 본질적으로, 미립자 물질의 이러한 순서화는 계면전위 값 및 임의로는 형태학 및(또는) 화학적 파라미터와 같은 기타 파라미터에 기초한 미립자 물질의 라이브러리를 허용한다. 미립자 물질의 이러한 순서화는 특정 매트릭스에 대한 미립자 물질을 선택하기 위해 이 순서를 이용할 수 있게 한다. 더욱이, 미립자 물질의 순서화는 전도성과 같은 특정 응용 및 궁극적으로는 토너, 코팅, 잉크, 기타 중합체 응용례 등과 같은 최종 용도 응용에서 미립자 물질을 선택하기 위해 이 순서를 이용할 수 있게 한다.

[0093] 본 발명의 경우, 제조자 및(또는) 소비자는 미립자 물질을 조직적으로 선택하는 보다 우수한 방식을 갖는다. 본 발명의 경우, 어떤 미립자 물질을 성능 특성에 대해 시험할 것인지와 성능 시험을 할 다음 미립자 물질이 무엇이 될 것인지에 대한 로드맵(roadmap)을 생성할 수 있다. 부분적으로 계면전위(들)에 기초한 미립자 물질의 순서화에 의해, 어느 미립자 물질을 다음에 시험해야할 지에 대해 논리적으로 결정할 수 있다.

[0094] 따라서, 본 발명은 하나의 실시태양으로서 특정 매트릭스 중에서 계면전위 특성값으로부터의 유도값, 계면전위 특성값의 성분, 또는 이들의 조합과 같은 미리 측정된 계면전위 특성값을 갖는 2 이상의 미립자 물질의 그룹화를 포함한다. 미립자 물질들의 그룹화는 동일하거나 상이한 계면전위 특성값들을 가질 수 있다. 미립자 물질의 그룹화는 동일한 계면전위(여기서 형태학적 및(또는) 화학적 파라미터는 상이함)를 가질 수 있다. 별법적 태양에서는, 미립자 물질의 그룹화는 동일한 하나 이상의 형태학적 및(또는) 화학적 값(여기서 계면전위값은 상이함)을 가질 수 있다. 따라서, 특성들의 임의의 조합이 이러한 미립자 물질의 그룹화에 대하여 가능하다. 부분적으로 계면전위 특성값에 기초한 조직화 방식으로 미립자 물질을 그룹으로 묶는 이러한 능력으로 인해, 본 발명은 추가로 샘플링 키트(sampling kit) 또는 집합이 소비자에게 제공되게 한다. 샘플링 키트 또는 집합은 미리 측정된 계면전위를 갖는 2 이상의 미립자 물질을 포함한다. 이러한 샘플링 키트는 2 이상의 형태의 미립자 물질들을 가질 수 있다. 상기 키트는 소비자로 하여금 조성물 중의 다양한 미립자 물질을 시험하여 조성물의 목적하는 성능 특성을 위한 최상의 후보물질이 무엇인지를 결정하게 할 것이다. 상기 샘플링 키트는, 그것이 부분적으로 각 미립자 물질의 계면전위에 기초하기 때문에, 소비자가 소정의 조성물을 위한 후보 미립자 물질에 대해 최적화하거나 개선시키는 더 정확하고 더 정보를 제공하는 방식을 제공할 것이다. 당업계에서 행해진 임의의 종전 샘플링과 달리, 상기 샘플링 집합 및 샘플링 방법은 조성물을 위한 최상 또는 최적 미립자 물질을 적절하고 정확하게 선택하는 더 집중화된 시스템을 제공한다. 상기 시스템 및 방법은 미리 결정된 조성물을 개선시키거나 처음으로 제조되는 조성물에 대한 샘플링 집합을 소비자에게 제공하는 것에 대한 일을 할 수 있다.

[0095] 본 발명의 목적을 위하여, 본 명세서에서 사용된 용어 "값"은 특정 수 또는 값 또는 다중 숫자들 또는 값들, 또는 숫자들 또는 값들의 범위를 포함한다.

[0096] 충전제 및 안료와 같은 미립자 물질들은 정의된 명세서 내에서 제조되지만, 그렇게 하는 경우조차도 때때로 제품이 소비자가 응용하는데 있어서 일관성있게 성능을 발휘하지 않는 것이 밝혀졌다. 지금까지, 당업계에서는 제품이 형태학적 명세서 내에 있는 경우조차도 일관된 작용을 하지 않는 이유가 전반적으로 명확하지 않다. 본 발명은 이제 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 단독으로 또는 미립자 물질 및 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터와의 조합에 기초하여 미립자 물질을 선택하는 것을 가능하게 하였고, 이것은 소비자로 하여금 그들의 제품의 목적하는 성능을 더 용이하게 얻게 할 수 있다. 이러한 방식으로, 소비자에게 그들의 최종 제품에 일관적이고 최적으로 작용하게 되는 제품이 제공된다. 본 발명은 또한 미립자 물질의 형태, 등급 및(또는) 브랜드를 더 잘 선택하는 방식을 제공한다. 상기 시스템은 제조자 및 소비자로 하여금 미립자 물질의 형태, 등급 및(또는) 브랜드를 더 잘 선택하게 하고, 당업자로 하여금 미립자 물질의 형태, 등급

및(또는) 브랜드를 더 정확하게 선택하게 한다.

[0097] 미립자 물질은 일반적으로 배치, 로트, 샘플, 선적물 등을 포함하는 다양한 단위로 이용가능하게 제조된다. 대체로, 소비자 및(또는) 공급자는 계약동의서, 구매 계약, 구입 주문서, 송장, 계약서, 계약에 대한 기권 증명, 또는 이들의 조합에 포함될 수 있는 제품 단위에 대한 명세서에 대하여 동의할 것이다. 본 발명의 방법은 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 단독으로 또는 미립자 물질 및 매트릭스의 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터와의 조합에 기초하여 특정 미립자 물질을 선택하는 단계를 포함한다. 나아가, 본 발명의 방법은 또한 미립자 물질의 하나 이상의 형태학적 값 및(또는) 하나 이상의 화학적 값에 기초하여 선택하는 단계를 포함할 수 있다.

[0098] 본 발명의 각 실시태양의 대하여, 임의의 미립자 물질이 이용될 수 있다. 미립자 물질은 분말, 펠렛 또는 스텔 같은 물질과 같은 임의의 형태일 수 있다. 미립자 물질의 예로는, 충전제, 증량제, 탄소질 물질, 카본블랙, 무기 염류, 실리카(발연 실리카, 침전 실리카 또는 콜로이드성 실리카), 실리카 에어로겔, 발연 산화물, 규산염, 스토버 졸(stoeber sol)을 포함하는 실리카 졸, 금속 산화물, 수화금속 산화물, 산화철, 산화알루미늄, 비마이트, 규산알루미늄, 점토, 카올린, 헬로이사이트, 몬토릴로나이트, 아타풀자이트, 제올라이트, 세라믹류(예: 금속 탄화물, 금속 질화물 또는 금속 붕화물), 탄산칼슘, 백악, 황산바륨, 규조토, 석면, 안료류(예: 프탈로시아니드, 프러시안 블루, 산화크로뮴, 및 크로뮴 그린), 황화아연, 산화아연, 티타니아, 산화안티모니, 납아연, 금속류(예: 탄탈륨, 니오븀, 구리, 은, 백금, 철, 알루미늄, 금 또는 실리콘), 금속 합금류, 및 소수성 실리카, 표면 개질 카본블랙, 중합체 처리 분말 및 레이크 안료와 같이 표면 처리된 임의의 상기 물질이 있지만, 이에 한하지 않는다. 이러한 미립자 물질들의 조합 또는 혼합물도 이용될 수 있다. 탄소질 물질의 예로는, 카본블랙, 흑연, 유리질 탄소, 활성탄, 버키볼(buckyball), 탄소섬유, 나노튜브 등이 있지만, 이에 한하지 않는다. 다른 예로는 탄소상과 규소-함유 화학종들의 상을 함유하는 응집체 또는 탄소상과 금속-함유 화학종들의 상을 함유하는 응집체가 있다. 또한, 실리카-코팅 카본블랙과 같은 코팅된 미립자 물질들이 미립자 물질의 다른 예이다. 나아가, 탄소질 물질 또는 기타 미립자 물질은 부착된 유기 기, 중합체 기 등을 보유하는 것과 같은 임의의 방식으로 개질될 수 있다. 미국특허 제5,747,562호, 제5,830,930호, 제5,877,238호, 제5,904,762호, 제5,916,934호, 제5,919,841호, 제5,948,835호, 제6,008,272호, 제6,017,980호, 제6,028,137호, 제6,057,387호, 제6,197,274호, 제6,211,279호, 제6,323,273호, 제6,364,944호, 제6,448,309호(모두 그 전문이 본 명세서에 참고로 인용됨)에 기재된 것들이 예로서 포함될 수 있다.

[0099] 나아가, 본 발명의 각 실시태양에 대하여, 매트릭스는 미립자 물질이 첨가될 수 있는 임의의 시스템일 수 있다. 예를 들어, 매트릭스는 하나 이상의 중합체, 용매, 착색제, 계면활성제, 추가적 미립자 물질 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 상기 매트릭스는 용매 또는 중합체이다. 중합체 매트릭스의 예로는 천연 고무, 셀룰로오스, 플루오로중합체, 폴리아미드, 및 부타디엔, 에틸렌, 프로필렌, 아크릴로니트릴, 염화비닐, 비닐 아세테이트, (메트)아크릴레이트 단량체, 스티렌, 옥시메틸렌 및 에틸렌 테레프탈레이트의 단독- 및 공중합체가 있다. 용매의 예는 수성 비히클 및 비수성 비히클 모두를 포함한다.

[0100] 미립자 물질은 다양한 화합된 시스템, 예를 들어 탄성중합체 중의 분산제, 중합체, 용매, 수지 또는 이들의 혼합물을 포함하는 시스템에 사용된다. 성능의 중요한 양태는 강성, 레올로지 조절, 여과 망상구조의 형성, 분산도, 색채 및 전도성을 포함한다. 이들 화합물 시스템의 특성은 부분적으로는 사용된 미립자 물질의 형태학으로부터 유도된다. 미립자 물질과 관련된 기타 물리적 현상들은 계면전위 특성에 반응할 수 있다. 일부는 또한 둘 다의 조합에 반응한다. 따라서, 계면전위는 형태학과 함께 미립자 물질에 대해 중요한 역할을 하기 때문에, 본 발명의 방법은 미립자 물질의 계면전위를 반영하는 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터를 단독으로 또는 매트릭스와 미립자 물질의 계면전위를 반영하는 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터와의 조합으로 이용하는 것을 포함한다. 이러한 방식으로, 예상 밖으로, 제품이 특히 소비자를 위하여, 더 잘 특성화되고, 더 잘 확인되고, 더 잘 선택되고, 더 용이하게 개발된다는 것이 밝혀졌다. 그러한 파라미터 및 시스템은 조성물에 그 사용을 위한 최적 미립자 물질을 더 잘 선택할 수 있게 한다.

[0101] 미립자 물질의 계면전위는 형태학적 효과가 제거된 후, 미립자 물질의 다른 물질과의 또는 그 자신과의 상호작용에 의존하는 물리적 현상의 측정을 통하여 정의된다. 두 입자들이 서로 접촉될 때, 계면전위는 접촉 단위 면적 당 응집성이다. 미립자 물질이 유체에 혼합될 경우, 계면전위는 입자의 단위 면적 당 응착성이다. 상기 측정이 단위 질량 당이라면, 전체 상호작용은 단위 질량 당 표면적 및 단위 면적 당 계면전위에 따라 변한다.

[0102] 계면전위에만 관계되는 현상의 예로는 액체상, 흡착 기체의 분산 압력 및 드롭(drop) 접촉각 사이의 입자의 분배를 포함한다. 이러한 현상들은 측정될 수 있고, 그 결과는 이것이 단지 계면전위에만 의존하기 때문에 그 결

과가 형태학으로부터 유래된 것인지 계면전위로부터 유래된 것인지에 대한 모호함이 없이 적용된다.

- [0103] 그러나, 상기한 바와 같이, 다수의 유용한 물리적 현상이 형태학과 계면전위 둘 다에 반응한다. 미립자 물질의 형태학은 그 형상, 크기 및 구조의 기재이다. 형태학은 입도, 표면적, 입자 다공도, 응집체 크기, 응집체 형상, 최대 충전 밀도, 분말 층(bed) 다공도를 포함할 수 있다. 또한, 형태학적 값은 입도, 공극 크기, 응집체 크기 등과 같은 값들의 평균, 표준편차, 폭, 사행도 등과 같은 분포 특성값들을 포함할 수 있다. 형태학적 값은 이러한 특성들 중 하나 또는 이들의 조합의 측정의 결과이다. 단위 질량 당 표면적, 단일 입자 확산 상수, 입자 입자의 평균 직경, 및 직경, 형상 및 공극수와 같은 미세구조가 형태학적 값들의 예이다.
- [0104] 형태학 및 계면전위 둘 다에 반응하는 현상의 예는 레올로지의 다수의 양태(예: 수율, 점도 및 전단력), 분말 칼럼에서의 유체 위킹(wicking) 속도 및 최대 토크 및 교반 습윤 분말 중에서 일어나는 유체 부피(즉, 흡착계측계 또는 오일 흡수 테스트)를 포함한다. 예를 들어, 충전 입자의 칼럼에서 일어나는 유체 속도는 칼럼의 공극 크기 분포 및 유체와 입자 표면 사이의 단위 면적 당 습윤 상호작용의 강도 둘 다에 의존한다. 최대 토크가 일어나는 부피는 분말이 충전될 수 있는 최대 밀도 및 분말을 압축하는 모세관력(capillary force)의 강도에 따라 변한다. 모세관력은 공극 크기 및 단위 면적 당 계면전위에 따라 변한다. 상호작용이 충분히 크고(크거나) 공극이 충분히 작다면, 미립자 물질은 그 최대 밀도로 또는 이에 가깝게 압축될 것이다. 따라서, 일부 미립자 물질의 일부 액체로의 흡착계측 측정을 위하여, 특성화 부피는 입자 형태학에 의해서만 결정된다. 기타 액체에 대하여, 부피 및 토크는 형태학 및 계면전위에 의해 결정된다.
- [0105] 이러한 현상들이 계면전위뿐만 아니라 형태학 효과로부터 초래되지만, 측정이 분석되는 방식, 즉 사용된 계산 또는 알고리즘은 그것이 형태학적 값인지 아니면 계면전위 특성값인지를 결정할 것이다. 따라서, 형태학 및 계면전위 둘 다에 반응하는 시험을 이용하여 둘 다에 대한 독립된 정보를 얻는 것이 가능하다.
- [0106] 예를 들어, 형태학 및 계면전위 둘 다에 반응하는 물리적 현상의 하위 군(subset)은 형태학의 유일한 관련 양태가 표면적이고 면적에 대한 의존성이 알려진 것들이다. 이러한 형태의 현상의 전형적 예는 표면과 기체상 또는 액체상 사이의 추적 분자들의 분배가 결정된 흡착 연구들이다. 이들 물리적 현상에 대하여, 측정은 표면적에 대해 조정되고 계면전위가 계산된다.
- [0107] 형태학 및 계면전위 둘 다에 반응하는 물리적 현상의 또 다른 하위 군은 형태학 및 계면전위에 대한 의존성이 수학적 분석에 의해 분리될 수 있는 것들이다. 예를 들어, 압력의 함수로서 흡착된 기체의 양은 표면적 및 계면전위에 따라 변한다. 이 함수와 기체 분자의 공지된 크기를 표면적 또는 계면전위를 계산하는데 이용할 수 있다. 질소 기체를 이용한 표면적의 계산은 소위 BET 방법이다. 일반적 계산은 표면적(형태학적 양태)를 제공하고, 상기 방법은 형태학적 방법이다. 상이한 계산이 계면전위를 제공하고, 상기 방법은 따라서 계면전위 방법이다.
- [0108] 일부 물리적 현상은 알고리즘에 의해 형태학적 효과 및 계면전위로 분리될 수 있다. 이들은 형태학 또는 계면전위를 측정하는 기초를 제공한다. 데이터가 해석되는 알고리즘은 그것이 어떤 형태의 측정인지 결정한다.
- [0109] 형태학 및 계면전위 둘 다에 반응하는 현상은 하기 조건들 중 하나를 충족한다면 미립자 물질에 계면전위 특성 값을 할당하는데 이용될 수 있다.
- [0110] A) 형태학 효과가 불활성 프로브로 물리적 현상을 측정하는 것에 의해서도 제거될 수 있는 경우. 불활성 프로브는 계면전위를 무시할 수 있는 것이다. 예를 들어, 역상 기체 크로마토그래피(IGC)에서는 불활성 프로브의 체류 시간도 측정된다.
- [0111] B) 압력 또는 온도와 같은 외부 파라미터가 변화되고 그 파라미터에 대한 반응이 하나 이상의 형태학 및 계면전위 값들의 독립적 계산을 허용하는 경우. 예를 들어, BET 분석은 압력의 함수로서 흡착을 기록하고 데이터로부터 두 개의 상수가 계산된다. 한 상수는 표면적을 측정하고 다른 하나는 계면전위를 측정한다.
- [0112] C) 물리적 현상이 상이한 유체 중의 동일한 미립자 물질로 측정되는 경우. 그 결과들은 입자의 형태학이 동일한 경우의 차이를 결정하기 위해 비교된다. 상이한 계면전위로부터 그 차이가 유도된다. 예를 들어, 다양한 액체들의 위킹 속도는 유사하게 충전된 분말 층을 통하여 탄화수소의 위킹 속도와 비교될 수 있다.
- [0113] D) 형태학 및 계면전위 둘 다에 반응하는 상이한 시험의 수가 독립적 시험에 의해 결정된 것들을 뺀 관련 형태학 파라미터의 수를 초과한다면, 계면전위의 적어도 단일 양태에 더하여, 형태학적 파라미터의 일관성을 확보하기 위한 독립적 시험의 충분한 수가 있다.
- [0114] D)를 제외하고 이 모든 경우에, 공통된 목적은 형태학의 효과를 제거한 후 미립자 물질의 다른 물질과 또는 그

자신과의 상호작용에 의존하는 물리적 현상의 부분을 확인하기 위한 것이다. 이 부분이 계면전위이다.

[0115] 따라서, 본 발명의 방법의 각 실시태양은 상기 기술 중 임의의 것을 이용하거나 포함할 수 있다. 기타 사항은 하기 더 상세히 기술된다.

[0116] 전기한 바와 같이, 본 발명의 방법은 하나 이상의 형태학적 값에도 기초하는 선택 단계를 추가로 포함할 수 있다. 형태학적 값은 상기한 임의의 것들일 수 있고, 액체 또는 증기 흡착, 현미경 또는 이들의 조합을 포함하는 콜로이드 기술과 같은 당업계에 공지된 임의의 방법을 이용하여 결정될 수 있다. 흡착에 대한 전형적 액체 또는 증기 프로브들은 질소, 요오드, 세틸트리메틸 암모늄 브로마이드(CTAB), 디부틸 프탈레이트(DBP) 또는 파라핀 오일을 포함한다. 상기 질소, 요오드 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드(CTAB)의 흡착은 카본블랙의 표면적을 측정하는데 이용되어 왔다(예: 질소 흡착의 경우 ASTM D4820, D5816 및 D6556; 요오드 수의 경우 D1510; CTAB 면적의 경우 D3756). 표면적은 모든 기술에서 동일해야 하지만, 일부 카본블랙에 대하여 표면적은 동일하지 않다. 이러한 차이는 공극 또는 기타 형태학적 특성에서의 차이에 기인하였다. 유용한 현미경 기술의 예로는 투과 전자 현미경(TEM), X선 회절, 암시야 현미경, 산화 연구, 회절 빔 전자 현미경, 위상차 투과 전자 현미경 상, 고해상도 주사 전자 현미경(SEM), 주사 터널링 전자 현미경(STEM), 주사 터널링 현미경(STM), 주사 힘 현미경(SFM) 및 원자힘 현미경(AFM) 상이 있지만, 이에 한하지 않는다. 콜로이드 기술의 예로는 매스톤(masstone)(암(blackness) 또는 색채), 틴팅(tinting) 강도(ASTM D3265) 및 질소 기체 흡착 데이터(ASTM D3037), 세틸트리메틸 암모늄 브로마이드(ASTM D3765) 또는 요오드(ASTM D1510)가 있지만, 이에 한하지 않는다. 각각의 상기 방법으로부터 유도된 표면적은 미립자 물질의 표면의 화학적 성질뿐만 아니라 공극의 형태 및 양에 의해 상이한 방식으로 영향을 받을 수 있다. 공극은 큰 프로브, 예를 들어, CTAB에 대한 작은 프로브, 예를 들어, 질소의 흡착에서 검출된 뚜렷한 초과 표면적으로부터 평가될 수 있다. 응집체 크기는 TEM, 디스크 원심분리 포토세디멘토메트리(photosedimentometry), 침강장 흐름 분획법, 모세관 유동 분획법(capillary hydrodynamic fractionation), 동적 광 산란 및 미분형 정전분급(differential mobility)에 의해 평가될 수 있다. 응집체 형상은 오일 흡착, 특히 DBP, 밀도-압력 곡선으로부터의 비체적 및 TEM에 의해 평가될 수 있다.

[0117] 형태학적 특성의 예 및 이들을 측정하는데 사용된 시험은 하기 표 1에 나타난다. 이러한 형태학적 값들은 단독으로 또는 다른 형태학적 값과의 조합으로 이용될 수 있다.

표 1

[0118]

형태학적 특성	시험 방법
입도 및 분포	투과 전자 현미경(TEM) 표면적으로부터 계산 매스톤
표면적	질소 흡착(ASTM D3037) 요오드 흡착(ASTM 1510) CTAB 흡착 (ASTM D3765) 카르만 표면적
공극 크기 및 분포	질소와 CTAB 표면적의 차
응집체 크기 및 분포	TEM 광 산란 디스크 원심분리
응집체 형상	TEM 오일 흡착 DBP 흡착계측법 밀도-압력 곡선으로부터의 비체적

[0119] 본 발명의 방법은 추가로 다양한 본 발명의 실시태양에서 하나 이상의 화학적 값에 대해 부분적으로 기초하여 선택하는 단계를 포함할 수 있다. 미립자 물질의 화학은 물질의 전반적(또는 벌크) 조성, 표면 조성 및(또는) 추출가능한 물질들이다. 표면에서의 화학적 부분들의 형태, 양, 및 배열은 표면 화학이라 불린다. 예를 들어, 카본블랙의 표면은 탄소-산소 표면 기, 탄소-수소 표면 기 및(또는) 기타 치환된 탄소 기들을 포함할 수 있다.

[0120] 미립자 물질의 화학적 값은 당업계에 공지된 임의의 기술을 이용하여 결정될 수 있다. 예를 들어, 화학적 부분들의 양은 탈착(예를 들어, 카본블랙 상의 산소 기의 탈착), 산 및 염기에 의한 표면 기들의 중화, 적정, 열 적정 및 방사 적정, 동전기 측정, 특정 화학 반응에 의한 직접적 분석, 폴라로그래피, 적외선 분광(IR), 전자 스

핀 공명(ESR) 및 X선 광전자 분광(XPS)에 의해 측정될 수 있다. 표면 화학은 화학 반응 또는 추출가능한 물질의 제거에 의해 변할 수 있다. 화학적 값들의 예로는 pH, 관능기 수준, 및 제타 전위가 있지만, 이에 한하지 않는다.

[0121] 일반적으로 형태학의 측정과 함께 화학적 성분의 측정은 미립자 물질을 효과적으로 특정하고, 이에 의해 최종 제품에서의 더 큰 일관성을 제공하는데에는 충분하지 않다는 것이 밝혀졌다. 입자 표면은 다수의 상이한 형태의 화학종들을 함유할 수 있고, 따라서 너무 많은 화학종들이 확인되어야 하며 표면에서의 그들의 상대적 위치가 미립자 물질을 효과적으로 특정하기 위해 결정되어야 할 것이다. 더욱이, 정성적 및 정량적 분석에 대한 방법이 존재하지만, 표면 위치를 정하는 것은 현재의 최고 기술 수준을 벗어나는 것이다.

[0122] 상기한 바와 같이, 계면전위 특성값은 미립자 물질의 계면전위에 관련될 수 있는 임의의 특성일 수 있다. 본 발명의 목적을 위하여, 그리고 하기 더 상세히 설명되는 바와 같이, 계면전위를 측정하거나, 미립자 물질의 계면전위 특성들에 의해 영향을 받는, 미립자 물질 자체 또는 미립자 물질의 등급 또는 브랜드에 일정 값을 할당하는 방식을 허용하는데 이용될 수 있는 시험으로부터의 결과들은 본 발명에서 계면전위 특성값으로 간주된다. 이들은 하기한 것들을 포함하여, 당업계에 공지된 다양한 기술들을 이용하여 측정될 수 있다:

[0123] **매스톤에 의한 계면전위.** 매트릭스 중의, 안료와 같은 미립자 물질의 광학 밀도는 그 고유의 특성 및 그 미립자 물질이 매트릭스를 통하여 어떻게 분산되는지에 따라 변한다. 잘 분산되지 않는다면, 광학 밀도는 낮다. 잘 분산된다면, 광학 밀도는 높다. 미립자 물질의 분산성은 그 형태학 및 그의 계면전위 둘 다에 의존한다. 따라서, 매스톤은 안료의 계면전위에 따라 변한다. 상이한 매트릭스에 동일한 조건하에서 분산된 동일한 미립자 물질에 대한 매스톤에서의 차이는 특정 충전제의 계면전위에 대한 명세서로서 이용될 수 있다.

[0124] ***기체 흡착 기술에 의한 계면전위.** 기체 흡착으로부터 표면적을 측정하는 상기 방법 중 일부, 예를 들어 BET 분석은 2개의 파라미터 - 하나는 표면적에 대한 것이고 다른 하나는 고체-기체 상호작용에 관한 것임 - 로 데이터를 정합시킨다. 고체-기체 상호작용에 대한 파라미터는 계면전위의 척도이다. 따라서, BET 분석에 의해 표면적을 보고하는데 이용되는 동일한 데이터로부터, 계면전위에 대한 정보를 이용할 수 있다. 따라서, 질소 또는 크립톤(BET 분석에 대해 이용되는 통상적인 "불활성" 기체들)이 아닌 기체들의 흡착을 측정하는 것을 포함하는 방법이 계면전위를 측정하는데 이용될 수 있다(계면전위 증기 흡착 기술). 계면전위 측정에 이용될 수 있는 다른 기체들의 예로는 수증기, 암모니아, 및 톨루엔, 에탄올, 펜탄, 노난, 아세토니트릴, 메틸렌 클로라이드 등과 같은 다양한 유기 기체가 있다. 계면전위를 얻기 위한 바람직한 기체 흡착 기술 및 데이터 분석은 하기 더 상세히 설명되는 확산 압력을 측정하는 것이다.

[0125] **용액으로부터의 흡착으로부터의 계면전위.** 용액으로부터의 흡착은 기체 흡착에 대한 기술과 유사하다. 다수의 용질이 표면 활성이며, 즉 용액에 혼합될 때 미립자 물질의 표면에 우선적으로 축적된다. 흡착의 양은 표면적, 형태학 및 계면전위에 따라 변한다. 2 이상의 상이한 표면 활성 용질의 흡착 양을 동일한 미립자 물질에 대해 측정한다면, 형태학 및 계면전위에 대해 독립적으로 감도를 나타내도록 충분한 정보가 모이고, 따라서 계면전위를 결정하는 방법으로서 유용할 것이다. 예를 들어, 요오드 및 CTAB의 흡착이 포화 표면 층을 형성하는데 요구되는 것보다 낮은 농도에서 동일한 카본블랙에 대해 측정된다면, 형태학 및 계면전위에 독립적으로 감도를 나타내도록 충분한 정보를 수집할 수 있다.

[0126] **광 산란 또는 디스크 원심분리로부터의 계면전위.** 광 산란에 의해 응집체 크기를 얻기 위해, 미립자 물질은 액체에 고도로 희석되어야 한다. 종종 계면활성제를 첨가하여 미립자 물질이 잘 분리되고 측정 시간 동안 응집되지 않도록 하여, 정확한 크기 측정이 되도록 한다. 이러한 시험의 한 변형은 계면전위에 대한 정보, 특히 미립자 물질의 응집에 대한 정보를 제공할 것이다. 이러한 방법에 대하여, 입도는 계면활성제를 첨가하지 않은 채 시간의 함수로서 측정될 것이다. 고도로 희석된 경우에도, 분산물은 시간에 따라 응집될 것이다. 응집(flocculation)의 속도는 미립자 물질의 응집(cohesion)의 척도이다. 따라서, 시간의 함수로서 입도 또는 입도 분포의 측정은 계면전위, 특히 응집의 척도이다.

[0127] **오일 흡착에 의한 계면전위.** 카본블랙과 같은 미립자 물질의 구조에 대한 QA/QC 시험의 통상적 형태는 교반시키면서 물질 덩어리에 천천히 액체를 가하는 것이다. 미립자 물질 덩어리에 대한 액체의 부피 비율이 증가함에 따라, 혼합에 요구되는 토크는 변한다. 대체로, 최대 토크에서 물질의 덩어리에 가해지는 액체 부피의 비율은 구조에 대한 QA/QC 시험으로서 보고되며 제품 명세서에 나타낼 수 있다. 또 다른 QA/QC 시험은 최대 토크의 미리 측정된 분획에서의 동일 비율을 보고하는 것이다. 바람직한 액체는 디부틸 프탈레이트(DBP)이고, 보고된 값은 종종 DBP 수로 불린다. 파라핀 오일도 이용된다. 이들 부피 대 질량 비율은 미립자 물질의 형태학의 강력한 함수이다.

- [0128] 그러나, 액체에 의해 습윤된 미립자 물질의 유동도 입자-입자 상호작용과 입자-액체 상호작용의 상대적 강도를 통한 계면전위에 따라 변한다. 흡착계측계 시험이 동일한 미립자 물질에 대한 제2의 액체로 반복될 경우, 토크 및 첨가된 액체 부피 사이의 관계는 변한다.
- [0129] 예를 들면, 최대 토크는 상이한 액체 중의 동일한 미립자 물질에 대해 상이할 수 있거나, 또는 최대 토크에 도달하기 위해 첨가되는 액체의 부피가 상이할 수 있다. 이러한 차이는 미립자 물질의 계면전위를 반영한다. 따라서, 상이한 액체를 이용한 오일 흡수 시험의 조합을 이용하여 미립자 물질의 계면전위를 특정할 수 있다. 바람직하게는, 흡수계측법은 DBP 또는 파라핀 오일 이외의 액체를 이용한다. 사용될 수 있는 액체의 예로는 프로필렌 카르보네이트, 에틸렌 글리콜, 또는 이들의 혼합물을 포함한다.
- [0130] **위킹 속도에 의한 계면전위.** 미립자 물질이 칼럼으로 패킹(packaging)되고, 패킹층의 하부가 액체와 접촉하는 경우, 액체는 패킹층을 통해 상부로 위킹될 수 있다. 위킹 속도는 미립자 물질의 패킹(형태에 의존함) 및 미립자 물질 및 액체 간의 상호작용(계면전위에 의존함)에 의존한다. 노난, 헥사데칸, 이소알칸, 에틸렌 글리콜, 포름아미드, 브로모나프탈렌, 아세토니트릴, 벤즈알데히드, 프로필렌 카르보네이트, 아닐린, 시클로헥사놀, 니트로아니솔, 디클로로벤젠, 물, 또는 이들의 혼합물을 포함할 수 있는 2 이상의 액체의 동일 미립자 물질의 균등한 패킹 칼럼으로의 위킹 속도의 비교를 미립자 물질의 계면전위의 척도로서 이용할 수 있다. 액체의 선택은 독성, 증기압, 점도 및 극성을 비롯한 다양한 인자에 의해 좌우된다. 일반적으로, 낮은 독성, 낮은 증기압(예를 들면, 0.6 kPa 미만) 및(또는) 낮은 점도(예를 들면, 약 5cp 미만)를 갖는 액체를 이용하는 것이 바람직하다. 또한, 일정 범위의 극성이 바람직하다.
- [0131] **레올로지 시험에 의한 계면전위.** 액체 중의 미립자 물질의 응집의 정도는 입자-입자 상호작용 및 입자-액체 상호작용 간의 균형에 의존한다. 달리 말하면, 응집의 정도는 미립자 물질의 계면전위에 의존한다. 상기 균형의 한 척도는 전단 담화(shear thinning)의 정도 - 전단 속도의 증가와 함께 점도의 하락 - 이다. 응집 정도의 다른 척도는 병행 항복점(Bingham yield point)이다. 또 다른 응집의 척도는 낮은 응력에서의 탄성 모듈이다. 상기 방법 각각을 미립자 물질의 계면전위를 측정하기 위하여 사용할 수 있다. 예를 들면, 파라핀 오일, 헥사데칸, 노난 또는 이들의 혼합물과 같은 탄화수소 유체를 이용한 항복점 방법을 이용하여 계면전위를 측정할 수 있다.
- [0132] **침강 부피에 의한 계면전위.** 분산액이 응집함에 따라서, 입자의 크기가 증가하기 때문에 입자 침강이 발생한다. 입자-입자 에너지가 입자-액체 에너지와 비교하여 강하다면, 덩어리(floc)는 크고, 침강 높이는 높다. 따라서, 미립자 물질의 응집된 분산액의 침강 높이의 척도를 계면전위의 척도로서 이용할 수 있다.
- [0133] **상 분리에 의한 계면전위.** 미립자 물질이 2 이상의 불혼화성 액체를 갖는 용기 첨가되는 경우, 물질은 우선적으로 상의 한쪽 또는 상 경계에서 축적된다. 이러한 우선적 분리는 미립자 물질의 계면전위의 결과이고, 따라서 미립자 물질의 명세로서 이용될 수 있다.
- [0134] **역상 기체 크로마토그래피에 의한 계면전위.** 역상 기체 크로마토그래피 (IGC)는 미립자 물질의 패킹층을 통하여 흐르는 기체 프로브의 체류 시간을 측정하는 것이다. 계면전위가 강할 수록, 체류 시간이 더 길어진다. 체류 시간은 또한 미립자 물질의 형태 및 패킹에 의존한다. 따라서, 통상적인 절차에서, 유기 증기의 체류 시간은 탄화수소의 것과 비교된다. 상기 분석은 미립자 물질의 계면전위의 척도를 제공하고, 따라서 미립자 물질을 규정하는 방법으로 이용될 수 있다. IGC에 의한 계면전위의 척도로서 이용될 수 있는 유기 증기는 부탄, 펜탄, 헥산, 헵탄, 테트라히드로푸란, 아세톤, 에틸 아세테이트, 에테르, 클로로포름, 아세토니트릴 또는 이들의 혼합물을 포함한다.
- [0135] **압력 분산에 의한 계면전위.** 미립자 물질 상의 기체의 압력 분산은 계면전위의 척도이다. 이는 기체 흡착 등온선(기체의 부분압의 함수로서 흡착된 몰(mole))으로부터 계산될 수 있다. 압력 분산은 부분압이 대수로 플로팅(plotting)되는 경우, 흡착 곡선하의 적분이다. 데이터가 단위 질량 당 흡착된 몰로서 보고된다면, 압력 분산은 단위 질량 당 에너지이다. 계산된 압력 분산은 비표면적으로 나누어서 단위 면적 당 에너지의 단위로 계면전위를 얻을 수 있다. 예를 들면, 테트라히드로푸란, 물, 에탄올, 톨루엔, 메틸에틸 케톤, 시클로헥사논 등을 비롯하여 넓은 범위의 기체를 이용할 수 있다. 각 기체에 대한 미립자 물질의 압력 분산의 계산은 계면전위의 척도를 제공한다.
- [0136] 미립자 물질의 계면전위를 측정하는 다른 방법이 이용될 수 있으며, 당업자들에게 알려질 수 있다. 예로는 다음의 것들을 포함한다:
- [0137] a) 프로브 액체의 접촉각이 측정될 수 있는 평평한 표면을 얻기 위하여 미립자 물질을 압축하는 것;

- [0138] b) 프로브 액체로 충전 또는 부분적으로 충전된 후 미립자 물질의 패킹층의 공극으로부터 프로브 액체를 제거하기 위한 기체의 압력을 측정하는 것;
- [0139] c) 프로브 액체 상에 뜨는 미립자 물질의 입자를 함침하기 위해 필요한 원심력을 측정하는 것;
- [0140] d) 미립자 물질의 입자를 랭뮤르조(Langmuir trough) 중의 프로브 액체 상에 뜨게 하기에 충분한 2차원 압력을 측정하는 것;
- [0141] e) 염료 프로브의 상대 흡착을 측정하는 것;
- [0142] f) 미립자 물질이 프로브 액체로 함침되는 경우의 열을 측정하는 것;
- [0143] g) 시험 흡착물이 미립자 물질에 의해 흡착될 때 방출되는 열을 측정하는 것. 이는 캐리어(carrier) 액체에 용해되는 흡착물을 이용한 유동 열량계, 또는 흡착물이 거의 액체이거나 용액인 배치 열량계 중에서 수행될 수 있다.
- [0144] h) 본원에 전체가 참고문헌으로 인용된 문헌[Morrison, I.D.; Ross, S. Colloidal Dispersions: Suspensions, Emulsions, and Foams; John Wiley & Sons: New York; 2002, pp 505-515]에 기술된 바와 같은, 균질계의 시험 액체 중의 침강 부피를 측정하는 것;
- [0145] i) 미립자 물질의 부유 입자를 함침시키기 위하여 정확하게 충분한 용매 혼합물의 조성을 측정하는 것;
- [0146] j) 경질 구체의 유동에 대한 아인슈타인 방정식(Einstein equation)으로부터의 점도의 편차 또는 더 높은 농도에서의 경질 구체 분산액의 거동으로부터의 다른 편차를 측정하는 것.
- [0147] 본 발명의 다른 측면은 조성물로 또는 매트릭스 화합물로 사용될 때 우수한 성능을 일으킬 수 있는 미립자 물질을 개발하는 개선된 방법에 관한 것이다. 본 발명은 미립자 물질이 그 자체 및 매트릭스와의 상호작용함에 따른 미립자 물질의 계면전위가 성능을 결정하는데 중요함을 인식한 것이다. 형태학과 같은 미립자 물질의 다른 특성이 또한 중요할 수 있으며, 본 발명은 계면전위와 함께 이러한 다른 특성을 조절하는 것에 의해 성능을 개선하는데 사용될 수 있다. 방법은 2가지 주요 별개 단계를 갖는다. 제1 단계는 계면전위가 성능에 어떻게 영향을 미치는지 이해하는 것을 나타내는 것이다. 상기 이해는 맵핑(mapping)의 형태이다. 제2 단계는 미립자 물질의 기존 목록으로부터 개선된 성능을 일으킬 수 있는 계면전위 값을 갖는 1 이상을 선택하거나, 또는 요망되는 계면전위 값을 갖는 입자를 산출할 수 있는 제조 공정 조건을 선택하는 것이다. 적합한 제조 조건을 선택하는 것은 제2 유형의 맵핑, 즉 제조 공정 파라미터 및 생성된 계면전위 간의 관련성을 나타내는 것에 의존한다.
- [0148] 본 발명의 이러한 측면의 일 실시태양에서, 카본블랙 등과 같은 미립자 물질을 포함하는 조성물의 성능은 전기 저항 또는 전도성, 충격 강도, 색채, UV 저항, 모듈러스, 화합물 흡습, 레올로지, 전도성, 분산성, 강성, 분말 유도성, 마찰대전성 등과 같은 성능 특성이 미립자 물질의 계면전위에 어떻게 의존하는지를 나타내도록 맵핑될 수 있다. 따라서, 상기 실시태양에 대하여, 본 발명은
- [0149] A) 매트릭스 및 미립자 물질을 포함하는 조성물의 1 이상의 성능 특성, 및
- [0150] B) 1) 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터 또는
- [0151] B) 2) 미립자 물질의 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터, 및 미립자 물질 및 매트릭스의 하나 이상의 비균일 상호작용 파라미터
- [0152] 를 포함하는 성능 맵에 관한 것이다. 상호작용 파라미터는 상기한 바와 같다. 이러한 성능의 맵핑은 소비자에 의해서, 미립자 제조자에 의해서 및(또는) 임의의 제3자에 의해서 행해질 수 있다. 맵핑은 예를 들어 도면, 미가공 데이터, 표, 공식, 알고리즘 등의 형태일 수 있다. 맵핑은 바람직하게는 a) 다양한 계면전위 값(또한 본원에서 미립자 물질 및(또는) 미립자 물질의 계면전위 값과 매트릭스 계면전위 값의 조합으로 지칭됨), 및 b) 미립자 물질을 함유하는 조성물의 하나 이상의 성능 특성 간의 경향 및(또는) 함수 관계를 제공한다. 본원에 개시된 상기한 경향 또는 함수 관계를 보다 잘 이해하기 위하여 매트릭스의 계면전위 값 또는 매트릭스의 다른 특성이 임의로 사용되거나 측정될 수 있다. 일반적으로, 상이한 계면전위 값을 갖는 2 이상의 미립자 물질이 맵을 생성하기 위해 이용된다. 더욱 바람직하게는, 3 이상, 4 이상, 5 이상 또는 10 이상의 상이한 미립자 물질 등이 맵 성능에 이용될 수 있다. 바람직하게는, 이들 미립자 물질 각각은 상이한 계면전위 값을 갖는다. 계면전위 값은 단일 값으로서, 또는 2, 3 또는 그 이상의 값으로서 측정될 수 있다. 즉, 계면전위는 하나의 숫자일 수 있거나, 또는 전위의 상이한 성분들을 나타내는 2 이상의 숫자일 수 있다. 2 성분의 예는 극성 및 비

극성 성분이고, 3 성분의 예는 비극성, 산 및 염기 성분이다.

[0153] 성능을 맵핑하기 위하여 필요한 미립자 물질의 수는 계면전위에 할당된 성분의 수와 동등하거나 그 이상일 수 있다. 미립자 물질은 동일 또는 상이한 형태학적 값 및(또는) 화학적 값을 가질 수 있다. 조성물의 성능이 계면전위 뿐만 아니라 미립자 물질의 형태학 또는 다른 특성에 의존한다면, 맵핑이 혼동되지 않는 것을 보장하기 위하여 미립자 물질의 수는 증가될 수 있다. 광범위한 계면전위를 갖는 미립자 물질의 선택을 이용하는 것에 의해, 미립자 물질을 함유하는 조성물의 성능 특성의 광범위한 맵핑을 얻을 수 있다. 이어서, 상기 맵핑을 이용하여 더 나은 또는 개선된 또는 보다 적합한 미립자 물질, 또는 요망되는 성능을 얻기 위해 매트릭스에서 사용하기 위한 최선의 또는 가장 적합한 미립자 물질을 결정할 수 있다.

[0154] 맵핑은 2차원 표시일 수 있거나, 또는 다차원일 수 있다. 바람직하게는, 맵핑은 하나 이상의 매트릭스의 특성 뿐만 아니라 미립자 물질의 다양한 계면전위 값을 고려한 경향 및(또는) 함수 관계를 제공한다. "매트릭스의 특성"이라는 용어는 이의 계면전위 값 및(또는) 분자량, 물 부피, 양극 모멘트, 상대 유전율, 점도, 밀도, 표면 장력, 융점, 유리 전이 온도, 색채, UV 흡수 등과 같은 다른 물리적 성질을 포함할 수 있다. 매트릭스의 특성은 힐데브란트(Hildebrand) 파라미터, 수소 결합 특성, 정전기 인자, 분류 극성, 한센(Hansen) 용해도 파라미터, 스나이더 극성 인덱스(Snyder's Polarity index), 솔바토크롬 파라미터(Solvatochromic parameter) 등과 같은 공개된 척도로부터 유래될 수 있다. 매트릭스의 특성은 하나 이상의 미립자 물질과 일단 조합된 매트릭스의 하나 이상의 성능 특성으로부터 유래될 수 있다. 매트릭스의 특성은 한 세트의 미립자 물질 각각과 조합된 매트릭스의 하나 이상의 성능 특성으로부터 유래될 수 있다. 조성물의 성능 특성 및 미립자 물질과 매트릭스 양자의 계면전위 특성 간의 수학적 관계가 공지되어 있고 미립자 물질의 값들이 공지되어 있다면, 성능 특성의 측정치를 해석하여 매트릭스의 계면전위를 계산할 수 있다. 예를 들면, 매트릭스의 특성은 한 세트의 2 이상의 미립자 물질 각각과 조합된 매트릭스의 점도로부터 유래될 수 있다. 한 세트의 매트릭스의 특성은 한 세트의 미립자 물질 각각과 조합된 매트릭스의 하나 이상의 성능 특성으로부터 유래될 수 있다. 별법으로, 수학적 관계가 공지되어 있다면, 매트릭스 및 미립자 물질의 계면전위 값의 자가 일관적 세트(self consistent set)가 각각의 미립자 물질과 조합된 각각의 매트릭스의 하나 이상의 성능 특성으로부터 유래될 수 있다. 미립자 물질과 매트릭스 양자에 대한 자가 일관적 세트의 계면전위 값을 유도하는 것은 다수의 조합을 검사하는 것을 요할 수 있다.

[0155] 맵핑은 미립자 물질의 하나 이상의 형태학적 값을 또한 고려한 경향 및(또는) 함수 관계를 제공할 수 있다. 예를 들면, 맵핑은 a) 미립자 물질의 다양한 계면 특성 및 이들의 DBP 값 (및 임의로 미립자 물질을 함유하는 매트릭스의 특성을 고려함) 및 b) 미립자 물질을 함유하는 조성물의 전도성 사이일 수 있다. 형태학적 특성은 표면적, 또는 표면적과 DBP 값의 조합일 수 있다.

[0156] 맵핑은 매트릭스 중 미립자 물질의 고정 농도에서일 수 있거나, 또는 농도 범위에 걸쳐 이용될 수 있는 맵핑일 수 있다. 예를 들면, 점도 또는 색채와 같은 성능 특성의 맵핑은 매트릭스에 첨가된 미립자 물질의 질량 분획 중 편차의 원인일 수 있다. 맵핑은 매트릭스 중 미립자 물질의 제조에서의 편차의 원인일 수 있다. 예를 들면, 한 맵핑이 연장된 시간 동안 높은 전단 속도에서 매트릭스 중의 미립자 물질의 혼합에 대해 주어질 수 있고, 다른 맵핑이 최소량의 교반을 갖는 매트릭스 중의 미립자 물질의 혼합에 대해 주어질 수 있다. 상이한 맵핑이 온도 편차 또는 주위 조건에서의 편차와 같은 상이한 조건에 대해 제공될 수 있다.

[0157] 미립자 물질의 다양한 계면전위 값의 성능 특성의 맵핑은 일반적으로 각각의 매트릭스에 대해 달라질 수 있다. 소비자가 상이한 매트릭스를 이용할 수 있다면, 소비자가 개선된 성능 특성에 충분히 흥미를 가질 수 있다. 다양한 매트릭스 중의 다양한 미립자 물질의 성능 특성의 맵핑은 미립자 물질과 매트릭스 양자의 선택에 의해 하나 이상의 성능 특성이 개선될 수 있는 방법을 제공한다.

[0158] 따라서, 일 실시태양에서, 본 발명은 상기한 바와 같이 성능을 맵핑하는 것에 의해 하나 이상의 유형의 미립자 물질을 함유하는 신규하거나 또는 개선된 제품을 개발하는 방법에 관한 것이다. 이러한 성능의 맵핑은 또한 요망되는 계면전위 값 또는 값들을 이해하는 것으로부터 바람직한 미립자 물질을 확인하는 것을 허용할 수 있다. 이러한 성능의 맵핑은 또한 계면전위 값 및 형태학적 값 및(또는) 다른 값 간의 교환-단절(trade-off)을 확인하는 것을 허용할 수 있다. 하나 보다 많은 성능 특성이 2 이상의 성능 특성에 대한 맵을 이용하는 것에 의해 동시에 개선될 수 있다. 이러한 성능의 맵핑은 또한 요망되는 성능 특성 간의 요망되는 매매-단절을 가능하게 하는 미립자 물질을 확인하는 것을 허용할 것이다. 예를 들면, 계면전위 값 및 색채와 충격 강도의 맵은 성능 특성 모두에서 만족스럽거나 또는 향상된 성능을 제공하는 미립자 물질을 선택하는 것을 허용할 수 있다.

[0159] 성능을 맵핑함으로써, 미립자 물질 어느 것도 요망되는 성능에 대하여 최적이거나 또는 충분하지 않다고 판단될

수 있다. 예를 들면, 성능을 맵핑한 후, 그 성능이 더욱 요망되는 성능 특성의 측면 상에 위치하는 2개의 미립자 물질이 존재할 수 있다. 이러한 경우, 요망되는 성능 특성에 필적하도록 요망되는 계면전위 값을 갖는 요망되는 특정 미립자 물질에 적합한 미립자 물질이 제조자의 라이브러리 또는 목록 중에 없다면, 제조자 또는 제3자는 요망되는 계면전위 값을 갖는 미립자 물질의 제조에 착수할 수 있다. 다른 방식으로, 다양한 미립자 물질의 계면전위 값에 대하여 성능을 맵핑하는 것에 의해 "스위트 스팟(sweet spot)"이 결정 또는 측정될 수 있으며, 상기 "스위트 스팟"이 결정되면, 제조자는 미립자 물질이 상기 요망되는 "스위트 스팟"에 적합한지 알아보기 위하여 미립자 물질의 목록 또는 라이브러리를 검사할 수 있거나, 또는 제조자는 이전에 이용할 수 없었던 미립자 물질의 제조에 착수할 수 있다. 별법으로, 조성물의 요망되는 성능은 하나 이상의 계면전위의 값을 증가 또는 감소시킴에 따라서 개선될 수 있다. 이러한 경우, 더 나은 성능 조성물은 제조자로부터 입수가 가능한 것 보다 더 높거나 더 낮은 계면전위 값을 갖는 미립자 물질을 함유할 수 있으며, 제조자는 더 높거나 또는 더 낮은 값을 갖는 미립자 물질의 제조에 착수할 수 있다. 본 발명의 목적을 위하여, 최선값, 또는 최적값, 또는 개선된 값은 적어도 하나의 성능 특성에 대하여 더 양호한 성능 기준점으로부터, 소비자에 의해 일정한 기준으로 이전에 얻은 것 보다 더 양호한 값들을 포함한다.

[0160] 성능 특성은 소비자의 정확한 배합물 또는 소비자의 정확한 배합물의 대용물(예: 화학적으로 관련된 배합물)과 같은 구체적 매트릭스로 맵핑될 수 있다. 소비자의 정확한 배합물 중의 다양한 미립자 물질의 성능 특성은 미립자 물질의 제조자에 의해서, 또는 소비자에 의해서, 또는 제3자에 의해서 실행될 수 있다. 예를 들면, 미립자 물질의 제조자는 계면 특성값이 다양한 한 세트의 미립자 물질을 줄 수 있으며, 소비자는 소비자 자신의 매트릭스 및 구성 맵 중에서 상기 미립자 물질의 성능 특성을 평가할 수 있다. 제조자는 상이한 매트릭스를 이용하여 맵이 소비자의 것과 유사한 것을 찾을 수 있다. 이러한 맵을 이용하여 시험할 다른 미립자 물질을 선택할 수 있다.

[0161] 성능 특성은 다양한 화학적 카테고리의 중합체와 같은 매트릭스 부류에 대하여 맵핑될 수 있다. 특정한 소비자 배합물 중의 미립자 물질의 성능을 맵핑하고, 바람직한 계면전위 값을 결정하는 것에 의해서, 성능의 맵핑은 소비자의 정확한 배합물에 대한 특정하게 제안된 미립자 물질을 제공할 수 있다. 그러나, 보다 광범위한 지식이 바람직하거나, 또는 소비자가 정확한 배합물을 미립자 물질 제조자에게 제공하지 않는 것을 선호하는 상황에서, 제조자 또는 다른 사람은 폴리에틸렌, 폴리스티렌 및 다른 열가소성체 등과 같은 광범위한 카테고리의 매트릭스 또는 배합물에 대해 성능 맵핑을 개발하고 제공할 수 있다. 이러한 보다 일반적 성능 맵핑은 소비자가 신규 제품을 개발하고 있으며 미립자 물질을 신규 배합물의 일부로서 최적화하기를 원하는 경우 이상적이다. 일반적 성능 맵핑은 특히 다양한 응용에 일반적으로 사용되는 표준 중합체와 같은 표준 매트릭스에 대해 행해질 수 있다. 예를 들면, 폴리스티렌, 폴리아크릴레이트, 폴리우레탄, 폴리에틸렌, 탄화수소 오일, 프린팅 오일, 실리콘 오일, 실리콘 중합체 중 다양한 미립자 물질에 대하여, 전도성, 분산성 또는 색채와 같은 성능 특성을 미립자 물질을 선택하기 위한 기준으로 구성하고 제공할 수 있다. 이러한 유형의 일반적 성능의 맵핑은 제조자 및 소비자가 신규 배합물을 개발하고 이전 배합물을 최적화하기 위하여 탁월한 관계 및 지식 기반을 제공한다. 또한, 상기한 바와 같이, 성능의 맵핑은 미립자 물질 단독에 대하여, 또는 또한 상기한 바와 같은 매트릭스 중에서도 행해질 수 있다.

[0162] 요망되는 계면전위 값을 갖는 미립자 물질을 제조하는 경우, 이미 공지된 계면전위 값을 갖는 이미 공지된 미립자 물질을 취하여, 이러한 구체적인 이미 공지된 미립자 물질이 어떻게 제조되었는지를 연구할 수 있으며, 이어서 상기 세팅을 출발점으로 이용하여, 하나 이상의 다양한 파라미터를 조작하여 요망되는 계면전위 값을 갖는 요망되는 미립자 물질을 제조하도록 제조 공정을 조정할 수 있다. 공정 변수는 온도, 압력, 화학 조성, 화학량론, 반응기 케칭 길이, 케칭 공기의 양, 공급원료 조성, 1차 연료 유형, 하류 첨가제의 유형 및(또는) 수준, 또는 후처리의 유형, 농도 및(또는) 양을 포함할 수 있다. 예를 들면, 하기 파라미터 중 하나 이상을 조정할 수 있다: 공기 대 연료의 비; 제2 공기의 백분율; 하류 공기의 백분율; 케칭 수준 및(또는) 케칭 길이; 연료 또는 공급원료의 단계적 도입; 산소의 백분율; 건조기 온도; 건조기 중 산소의 백분율; 공급원료 및 제2 기체의 사용; 및 공급원료 및 분쇄의 사용 등. 다른 예는 일차 버너에 대한 공기 선행가열, 일차 버너 중의 공기/기체 비, 총 공급원료에 대한 총 공기의 비, 칼럼 소비, 공급원료 품질(천연 기체를 포함하는 공급원료를 포함함), 일차 버너 중의 기체 또는 오일의 유형, 분쇄의 케칭, 케칭수 품질, 펠렛화의 유형(습윤 또는 건조 펠렛화 등), 첨가제의 유형 및 양(기체 스트림 중에 도입된 첨가제, 케칭 전 기체로 도입된 첨가제 및 펠렛화기 중에 첨가된 첨가제), 건조기 중에 도입된 기체의 유형 및 수준, 온도 및 압력(특히 건조기 중에서). 따라서, 후처리에 대한 조건 뿐만 아니라 미립자가 형성되는 조건에 영향을 미치는 공정 변수가 조절될 수 있다. 후처리의 예는 미립자 물질의 화학적 변형(예를 들면, 표면 반응 및 화학적 부착) 뿐만 아니라 응착제의 사용(예를 들면 계면활

성제 및 분산제)을 포함한다.

[0163] 본 발명의 다른 실시태양에서, 상이한 계면전위 값을 갖는 다양한 미립자 물질을 제조하는데 있어서의 상기한 공정 변수들이 달성되는 계면전위 값에 대하여 맵핑될 수 있다. 따라서, 이러한 유형의 공정 변수의 맵핑은 미립자 물질에 대해 요망되는 계면 값을 달성하기 위하여 어떤 공정 변수를 변화시켜야 하는지 이해하는 것에 의해 용이하게 요망되는 계면전위 값을 달성하는 것을 허용할 것이다. 나아가, 이러한 공정 변수의 맵핑은 요망되는 계면전위 값을 유지하는 조건 또는 조건의 조합을 선택하는 것에 의해 제조 공정을 개선하는 한편, 동시에 제조가능성, 자금 설비 요구도 또는 수율 또는 가격 또는 이들의 조합을 개선하는 것을 허용할 수 있다.

[0164] 본 발명은 성질상 단지 예시적인 것으로 의도되는 하기 실시예에 의해 추가로 명백해 질 수 있다.

[0165] <실시예>

[0166] 실시예 1

[0167] 표준 등급의 카본블랙은 다양한 제조자로부터 입수가능하다. 이들 표준 등급에 대한 Q/C 명세서 중 하나는 DBP 수이다. 디부틸 프탈레이트(DBP)에 대한 최대 토크에서의 부피는 카본블랙의 형태의 QA/QC 척도이다.

[0168] DBP 값의 토크 데이터를 기록하기 위한 수단을 갖는 장치를 이용하여 브라벤더(Brabender) 혼합기 중에서 6개의 표준 등급에 대하여 측정되었다. 데이터는 하기 표 2에 보고된 바와 같다. 카본블랙은 이들의 DBP 수에 의해 주문된다.

[0169] 다른 액체에 대한 최대 토크에서의 부피를 측정하는 것은 미립자 물질을 규정하기 위하여 사용될 수 있는, 카본블랙의 계면전위에 대한 QA/QC 시험의 예이다. 상기 예에 대하여, 물, 60/40 에틸렌 글리콜/물 혼합물 (60 부피부의 에틸렌 글리콜 대 40 부피부의 물), 에틸렌 글리콜 및 파라핀 오일을 사용하였다. 최대 토크에서의 부피를 또한 표 2에 나타낸다. 이들 결과는 표준 등급이 프로브 액체로 사용되는 액체에 상이하게 의존하여 정해짐을 나타낸다. 예를 들면, 물에 대한 데이터를 살펴보면, DBP 수가 증가함에 따라서, 계면전위 특성값이 증가 또는 감소할 수 있다. 이들 카본블랙이 구조 및 계면전위 양자 모두가 유의한 인자인 응용에서 이용되는 경우, 따라서 제품 특성은 예상외로 달라질 수 있다. 따라서 특히 제품 명세서 상에 이들 미립자 물질을 규정하기 위하여 하나 이상의 계면전위 특성값이 포함될 수 있다.

표 2

샘플 명	5종의 액체에 대한 최대 T에서의 부피				
	물	60% 글리콜	100% 글리콜	DBP	파라핀 오일
ASTM 참조 블랙 A6	205.5	152.6	128.3	128.7	130.65
ASTM 참조 블랙 B6	238	142.3	119.5	121.7	123.74
ASTM 참조 블랙 C6	154.55	94.6	74.9	80.4	83.05
ASTM 참조 블랙 D6	122.2	81.5	69.8	74.05	75.9
ASTM 참조 블랙 E6	150.8	103.3	88.9	95.25	98.1
ASTM 참조 블랙 F6	227.3	156.2	133.9	137.9	139.6

[0171] 실시예 2

[0172] *제조자는 종종 상이한 제조 설비에서 동일한 제품을 제조한다. 제품은 이들이 어디서 제조되는지에 무관하게 제품 명세서를 충족할 것이 요구된다.

[0173] 표 3은 4개의 제조 설비 유래의 동일 등급의 카본블랙으로부터 얻은 데이터를 나타낸다. 이러한 예에서, "최대 DBP의 %"는 표 중 최대 DBP 값의 백분율이고, 이는 설비 E의 것이었다. DBP 수는 토크 데이터를 기록할 수 있는 장치가 장착된 브라벤더 흡수계측계(Brabender absorptometer) 상에서 최대 토크에서의 부피로서 측정하였다. DBP 값이 거의 동일 (최대 값의 약 96% 이내)하다는 것을 주목한다. DBP 값은 현재 제품 명세서의 일부이고, 이러한 기준에 의해서, 따라서 모든 샘플은 동일한 것으로 여겨진다(즉, 명세서 내에서).

[0174] 최대 토크에서의 부피를 또한 3종의 다른 액체, 즉 에틸렌 글리콜(EG), 60/40 에틸렌 글리콜/물 (60부피부의 에틸렌 글리콜 및 40 부피부의 물) 및 순수한 물에 대하여 측정하였다. 이는 계면전위 특성 시험의 예이다.

표 3

[0175]

샘플 명	최대 토크에서의 부피			
	최대 DBP의 %	EG	60% EG	물
설비 A	97	77.1	108.8	17.15
설비 B	98.8	71.95	92.9	132.15
설비 C	97.8	72.8	90	138.35
설비 D	95.8	82.3	115.4	145.8
설비 E	199	73.5	91.9	100.35

[0176]

표 3의 데이터가 나타내는 바와 같이, 다른 액체에 대하여 얻은 부피는 제조 설비간에서 동일하지 않았다. 이는 계면전위가 4개의 샘플에 대하여 동일하지 않고, 따라서 제품이 동일하지 않다는 것을 의미한다. 따라서, 하나 이상의 상기 계면전위 값이 포함되는 경우 제품은 보다 잘 규정될 것이다.

[0177]

실시예 3

[0178]

실시예 2의 카본블랙은 낮은 DBP 값을 가졌다. 동일한 시험을 더 높은 DBP 명세서를 갖는 카본블랙의 등급에 대하여 수행하였다. 샘플을 3개의 제조 설비로부터 취하였다. 다시, DBP로 최대 토크에서의 부피를 토크 데이터를 기록하는 수단을 갖는 장치가 장착된 브라벤더 흡수계측계에서 측정하였고, 결과는 최대 값 (설비 F)의 백분율로서 나타내었다. 결과는 하기 표 4에 나타낸다. 최대 토크에서의 부피를 또한 에틸렌 글리콜 (EG), 60/40 EG/물 (60 부피부의 에틸렌 글리콜 및 40 부피부의 물) 및 순수한 물로 측정하였고, 얻은 데이터를 또한 표 4에 나타낸다.

표 4

[0179]

샘플 명	최대 토크에서의 부피			
	최대 DBP에서의 %	EG	60% EG	물
설비 F	100	115.3	150.5	217.1
설비 G	98.3	114.0	141.5	183.95
설비 H	97.2	111.5	138.9	208.2
설비 I	97.5	114.1	139.6	226.75

[0180]

상기 데이터는 계면전위 특성값을 측정한 경우, 다른 설비에서 제조된 등급이 상이한 것으로 밝혀졌음을 나타낸다. 따라서, 하나 이상의 계면전위 특성값의 포함은 이들 미립자 물질을 규정하는데 유용할 것이다.

[0181]

실시예 4

[0182]

현대 카본블랙 제조 설비는 다양한 공정 조건 하에서 실행될 수 있으며, 여전히 요오드가(I2 수), DBP 수(DBPA), 질소 표면적(N2SA), t-면적(STSA) 및 색조와 같은 거의 동일한 표준 QA/QC 값(분석 특성)을 갖는 제품을 제조할 수 있다. 하기 표 5의 윗쪽 행은 표준 QA/QC 값에 의하여 열거된 카본블랙이 동일함을 나타낸다. 그러나, 바텔(Bartell) 방법(본원에 전체가 참고문헌으로 인용된 문헌[Morrison, I.D.; Ross, S. Colloidal Dispersions: Suspensions, Emulsions, and Foams: John Wiley & Sons: New York; 2002; pp 210-212]에 기재됨)을 이용하여 패킹된 분말 층로의 다양한 액체의 위킹 속도에 의해 계면전위를 측정한 경우, 유의한 차이가 나타났다. 위킹 속도는 g^2/s 의 단위를 갖는다.

표 5

분석 특성

I2 수	71	85.3	88	86.5	88.6	85.7	85.8	85.8	82.2	85.9	87.9
DBPA	108	106.9	108.2	106.5	108.1	104.9	104.4	105.9	104.5	102.9	107.8
N2SA	61.8	75.6	76	75.7	75.7	73.9		76.1	73.6	74.6	77
STSA	61.4	74.7	71.7	72.2	69.6	69.4		72.8	70.3	70.1	71.3
색조	89.3	105.5	99.2	98	99.3	104	98.1	94.1	98.3	102.9	94.8

위킹 속도

물	0.0005	0.0011	0.0011	0.0007	0.0009	0.0006	0.0007	0.0006	0.0006	0.0009	0.0010
폴리아미드	0.0044	0.0062	0.0049	0.0039	0.0063	0.0049	0.0054	0.0029	0.0025	0.0045	0.0050
에틸렌 글리콜	0.0023	0.0011	0.0012	0.0008	0.0016	0.0011	0.0016	0.0007	0.0004	0.0012	0.0015
브로모나프탈렌	0.0060	0.0023	0.0031	0.0017	0.0021	0.0017	0.0017	0.0017	0.0011	0.0020	0.0020
벤젠	0.0212	0.0046	0.0077	0.0029	0.0074	0.0091	0.0070	0.0038	0.0028	0.0049	0.0085
테트라히드로푸란	0.0094	0.0055	0.0125	0.0047	0.0185	0.0065	0.0138	0.0062	0.0032	0.0090	0.0136

[0183]

[0184]

따라서, 상기 미립자 물질은 표준 명세서에서 모두 동일한 한편, 계면전위에서 상이하고, 하나 이상의 계면전위 특성값을 할당하는 것을 포함하는 본 발명의 방법을 이용하여 이들을 구분할 수 있을 것이다.

[0185]

실시예 5

[0186]

상기 실시예들은 각각의 시험으로부터 단일 계면전위 파라미터를 이용하였다. 그러나, 복수 파라미터의 조합을 또한 이용할 수 있다.

[0187]

흡수계측계(미국 07606 뉴저지주 사우쓰 핵켄색 이. 웨슬리 스트리트 50 소재 씨. 더블유. 브라베티 인스트루먼트 인크로부터 입수가가능)를 ASTM 시험 D-2414-01에 기술된 방법에 따라서 사용하였다. 디부틸 프탈레이트(DBP)를 혼합기 챔버 중의 카본블랙의 샘플에 일정한 속도의 부렛을 이용하여 첨가하였다. 토크 감지기는 자유 유동성 분말부터 연속 질량의 반-가소성 유동까지 점도의 증가를 검출하였다. 최대 토크에 도달하였음이 확인 되는 양식으로 토크가 특징적 최대점을 통하여 통과할 때 흡수계측계 및 부렛을 차단하였다. 카본블랙의 단위 질량 당 DBP의 부피를 DBP 흡수 수로 기록하였다. 시험을 수행하기 전 카본블랙을 미리압착한 유사한 시험을 이용하여 CDBP 값을 얻었다. (ASTM-D-3493)

[0188]

요오드가 및 질소, 및 STSA 표면적 값과 함께, 상기 데이터를 표 6에 나타내었다. 이들 형태학적 값은 표에 최대 값의 백분율로 보고하였다. 모든 나타낸 값에 기초하여, 특히 표준 액체 DBP에 대한 값에서, 이들 물질이 동일한 것으로 여겨질 수 있음을 주목한다.

표 6

[0189]

샘플	70%에서의 최대 DBP 수의 % (cc/100g)	70%에서의 최대 CDBP의 % (cc/100g)	최대 I ₂ NO의 % (mg/g)	최대 BET 표면적의 % (m ² /g)	최대 STSA의 % (m ² /g)
CB-A	100	100	91.1	97.6	95.1
CB-B	99.2	96.4	95.6	95.1	92.7
CB-C	98.3	96.3	95.6	97.6	97.6
CB-D	99.2	94.0	97.8	100	100
CB-E	98.3	100	100	100	97.6

[0190]

파라핀 오일, 에틸렌 글리콜, 물, 및 에틸렌글리콜과 물의 60/40 혼합물을 이용하여, 유사한 흡수계측계 측정 과정을 수행하였다. 결과는 도 1에 나타낸다. 이로부터 이해될 수 있는 바와 같이, 에틸렌 글리콜 중 측정된 파라미터에 대한 값은 각각의 샘플에 대하여 상이하다. 파라핀 오일에 대하여도 이는 마찬가지이다. 카본블랙의 형태학상으로 동일한 샘플 간에 유의한 분리가 60/40 에틸렌 글리콜/물 혼합물 (60 부피부의 에틸렌 글리콜 및 40 부피부의 물) 또는 단지 순수한 물을 사용한 경우 발견된다. 또한, 샘플의 순서화는 사용된 용매에 따라서 변화한다 (높은 값 및 낮은 값을 나타내는 카본블랙 샘플을 도 1에 나타냄). 따라서, 도 1은 표준 형태학상 시험에 의해 동일하였던 카본블랙 샘플이 상이한 액체를 이용하여 시험한 경우 서로 상이한 것으로 나타남을 보여준다. 따라서, 이들 값을 이용하여 카본블랙을 규정할 수 있다. 상기 값의 조합을 또한 이용할 수 있다. 형태학적 값의 포함은 더 양호한 제품 명세서를 제공할 것이다.

[0191]

도 1 및 도 2는 카본블랙 입자 및 매트릭스의 계면 특성값과 관련하여 고밀도 폴리에틸렌 및 폴리아미드 중합체 계에 대한 응집일(work of cohesion; Wc) 및 응착일(work of adhesion; Wa)을 계산하는 유용성을 도시한다.

전도성 및 카본블랙 로딩 간의 미리 측정된 관계를 이용하여 계면 특성의 조합을 복합물의 비저항을 달성하는데 요구되는 카본블랙의 양을 예상하기 위하여 이용할 수 있다. 예를 들면, 복합물 중 5% 카본을 이용하여 10^3 ohms/cm의 전도성을 얻기 위한 Wc-Wa 값은 약 200이어야 한다. 카본블랙 로딩을 증가시키는 것은 세트 복합물의 저항성을 유지하기 위하여 Wc-Wa 값의 크기를 감소시키는 것을 필요로 한다. 이러한 유형의 플롯은 특히 카본블랙 입자가 1 초과의 기능으로 작용하는 경우 유용하다. 예를 들면, 케이블 코팅은 특이적 전도성 및 UV 안정성을 필요로 할 수 있다. UV 저항 특성을 개선하기 위하여 카본블랙 로딩을 증가시키는 것은 또한 요망하지 않는 방식으로 전도성을 또한 증가시킬 것이다. 따라서, UV 및 전도성 명세서를 충족하는 도 1 및 도 2의 정보를 이용하여 특이적 카본블랙 입자를 선택할 수 있다.

[0192] 도 3 및 도 4는 추가로 소정의 응용에 대하여 카본블랙을 선택하기 위하여 계면전위 값을 이용하는 유용성을 도시한다. 각각 고밀도 폴리에틸렌 및 폴리아미드에 대한 도 3 및 4에 나타낸 미리 측정된 관계는 요망되는 충격 강도를 달성하기 위하여 이들의 계면 성질에 기초한 카본블랙의 선택을 가능하게 한다. 예를 들면, 도 3의 관계는 카본블랙 입자가 약 5%의 낮은 카본 로딩에서 25 kJ/m^2 에서 충격 강도를 달성하기 위하여 높은 Wc-Wa 값을 가져야 함을 나타낸다. 마찬가지로, 유사한 관계가 도 4에 나타낸 바와 같은 폴리아미드 중합체에 대하여 존재한다. 이러한 유형의 플롯은 충격 특성을 손상함이 없이 복합물 시스템 중의 상이한 로딩을 달성하기 위하여 카본블랙의 계면 특성을 어떻게 조작하는지를 나타낸다.

[0193] 실시예 6

[0194] 하기 실시예는 복합물 중 분산성을 위하여 개선된 카본블랙을 선택하기 위한 응착일(Wa)을 결정하기 위하여 계면전위 값을 이용하는 유용성을 나타낸다. 고 색채 카본블랙을 스티렌-아크릴로니트릴 기재 중합체 시스템 중 색채 및 분산성 특질(즉, 평탄성(smoothness))에 대하여 시험하였다. 카본블랙의 계면전위 값을 하기 "계면전위 관계를 확정하기 위한 단계의 일반적 설명"에서 언급한 바와 같이 측정하였다. 샘플을 추가로 예정된 양의 시간 동안 승온(500°C 초과)에서 열처리하였다. 후속적으로, 샘플을 스티렌-아크릴로니트릴 기재 중합체에서 평가하였고, 계면전위 값을 측정하였다. 하기 표는 L^* , a^* 및 b^* 에 대한 색채 품질, 및 Wa에 대한 평탄도 인덱스를 요약한 것이다.

표 7

중합체 응용에서 개선된 분산성을 위하여 카본블랙 입자를 선택하기 위하여

Wa를 사용한 예

샘플	L^*	a^*	b^*	평탄도 인덱스	Wa
블랙 A	4.136	-0.212	-1.28	2444	55.8
개선된 블랙 A	3.562	-0.243	-1.147	1822	72.6

[0195]

[0196] 상기 예는 계면전위 값을 기초로 매트릭스 및 카본블랙 간의 Wa를 증가시키는 것은 스티렌-아크릴로니트릴 기재 중합체 시스템에서의 발색 및 평탄도를 개선함을 나타낸다. 이는 개선된 특성에 대한 최적 카본블랙을 선택하는 것을 가능하게 한다.

[0197] 실시예 7: 계면전위 관계를 확정하기 위한 단계의 일반적 설명

[0198] 본 실시예는 카본블랙의 계면전위 값 및 일반적 성능 관계 또는 맵의 구성을 결정하기 위한 일반적 방법을 약속한다. 언급된 단계들은 계면전위 값에 기초하여 성능 관계를 확정하기 위한 일반적 양식을 확정하기 위하여 제공되는 것이고, 임의의 한 특정 기술로 제한되는 것을 의도하지 않는다.

[0199] 1. 각각의 카본블랙 (도 1-4에서 언급된 실시예에서는 총 5-7개의 블랙)에 대하여 15개의 상이한 프로브의 위킹 속도를 측정한다.

[0200] 2. 각각의 고체/액체 상호작용의 위킹 속도를 공지된 스케일(한센 용해도 파라미터)과 관련시키고, 기존 수학적 관계를 이용하여 공지된 액체 스케일에 대하여 각각의 블랙의 계면전위 성분을 계산한다. (이는, 상기 언급된 미국 가특허 출원에 언급된 것과 유사한 방식이다.)

[0201] 3. 계면전위 값의 공지된 스케일을 이용하여 카본블랙을 함유하는 매트릭스/매질의 계면 특성을 결정한다.

[0202] 4. 공지된 매트릭스 계면전위 값 및 계산된 카본블랙 계면전위 값로부터 입자-매질 상호작용을 계산한다. 이는

카본블랙 입자 및 적용 매트릭스 간의 응착일을 결정한다.

[0203] 5. 일정한 부피 분획에서 미네랄 오일 중 각 카본블랙의 항복점을 측정한다.

[0204] 6. 공지된 카본블랙의 물성(표면적, 밀도, 응집 크기)에 기초하여 입자-입자 상호작용을 계산한다. 이는 각각의 카본블랙 입자간의 응집일을 결정한다.

[0205] 7. 제공된 실시예에 설명된 바와 같이, 전도성 또는 충격 강도와 같은 공지된 성능 특성으로 W_c 및 W_a 의 함수 형태를 결정하여 카본블랙 입자에 대해 필요한 최적 특성/성질을 결정한다.

[0206] 실시예 8

[0207] 한센 용해도 파라미터 스케일에 기초한 계면전위 값의 결정. 한센 용해도 파라미터 스케일에 기초한 계면전위 값을 플라스틱 조성물 중에 사용된 카본블랙에 대하여 측정하였다. 11종의 액체(헥사데칸, 노난, 아세토니트릴, 아닐린, 벤즈알데히드, 시클로헥사놀, o-디클로로벤젠, 에틸렌 글리콜, 포름아미드, o-니트로아니솔 및 프로필렌 카르보네이트)의 위킹 속도 (질량²/시간)를 7종의 카본블랙 각각의 패키징 층 상에서 측정하였다. 각각의 카본블랙을 모든 시험 액체에 대하여 동일 밀도로 패키징하였다. 위킹 속도 데이터 및 셀 치수를 표 8에 나타낸다.

표 8

위킹 속도 (g^2/s) 및 셀의 치수

샘플	568	561	560	481	562	467	555	502	502	505
질량 (g)	0.5570	1.3752	1.0802	1.1315	1.3206	0.4318	0.4253	1.1192	1.2883	1.1183
부피 (cm ³)	1.859	1.757	1.661	1.88	1.978	1.664	1.859	1.781	2.05	1.664
길이 (mm)	23.04	14.86	15.4	16.91	17.94	14.81	23.04	15.78	18.14	14.81
면적 (m ² /gm)	1.64E+03	3.58E+01	5.67E+01	2.29E+02	6.41E+01	9.45E+02	1.35E+03	5.21E+01	5.21E+01	1.17E+02
헥사데칸	6.31E-05	1.53E-04	1.75E-04	1.24E-04	1.32E-04	1.74E-04	7.34E-05	1.35E-04		1.27E-04
노난	2.38E-04	4.95E-04	6.12E-04	4.36E-04	4.35E-04	6.22E-04	2.47E-04	5.13E-04		4.31E-04
아세토니트릴	1.15E-04	1.58E-03	1.85E-03	1.57E-03	9.07E-04	1.37E-03	9.01E-04	1.44E-03		1.30E-03
벤즈알데히드	1.15E-04	5.66E-04	8.85E-04	8.51E-04	5.87E-04	8.74E-04	3.47E-04		6.29E-04	7.19E-04
브로모나프탈렌	1.15E-04	3.29E-04	3.72E-04	5.32E-04	3.69E-04	3.73E-04	1.87E-04	3.38E-04		2.87E-04
시클로헥사놀	1.68E-05	1.79E-05	2.02E-05	1.80E-05	2.32E-05	2.55E-05	4.21E-05		1.73E-05	1.75E-05
디클로로벤젠	3.45E-04	1.06E-03	1.22E-03	1.16E-03	1.06E-03	1.47E-03	5.01E-04		1.14E-03	9.99E-04
에틸렌 글리콜	5.62E-05	7.93E-05	9.37E-05	1.12E-04	1.41E-04	9.91E-05	8.76E-05		1.01E-04	8.11E-05
포름아미드	3.40E-04	3.80E-04	4.33E-04	6.06E-04	4.90E-04	6.31E-04	3.12E-04	4.32E-04		3.73E-04
니트로아니솔	9.95E-05	2.54E-04	3.25E-04	4.06E-04	2.84E-04	3.32E-04	1.96E-04		2.75E-04	2.49E-04
프로필렌 카르보네이트	3.81E-04	5.06E-04	7.98E-04	6.64E-04	4.74E-04	6.75E-04	4.72E-04		7.61E-04	6.60E-04

[0208]

[0209] 액체 및 분말 간의 응착일(W_{tp}^{adh})을 하기 수학적 식 1의 워시번 방정식(Washburn equation)으로부터 각각의 위킹 속도에 대하여 계산하였다.

수학적 식 1

$$\frac{m^2}{t} = \frac{(V_c - m_p / \rho_p)^3}{m_p \Sigma L_c^2} \frac{\rho_l^2}{\eta} (W_{tp}^{adh} - \sigma_l)$$

[0210]

[0211] 여기서, m/t^2 은 위킹 속도이고, V_c 는 패키징 층의 부피이고, m_p 는 패키징 층 중 입자의 질량이고, ρ_p 는 입자의 밀도이고, Σ 는 분말의 비표면적이고, L_c 는 칼럼의 길이이고, ρ_l 은 액체의 밀도이고, η 은 액체의 점도이며, σ_l 은 액체의 표면 장력이다.

[0212] 한센 용해도 파라미터는 플라스틱 서로 간의 혼화성 및 이들의 다양한 용매 층의 용해도를 예측하기 위하여 플라스틱 산업에서 이용된다. 위킹 액체에 대한 한센 용해도 파라미터를 표 9에 나타낸다.

표 9

액체에 대한 한센 용해도 파라미터

용매	S^d	S^p	S^H
헥사데칸	16.3	0	0
노난	15.7	0	0
아세트니트릴	15.3	18	6.1
벤즈알데히드	19.4	7.4	5.3
브로모나프탈렌	20.3	3.1	4.1
시클로헥사놀	17.4	4.1	13.
o-디클로로벤젠	19.2	6.3	3.3
에틸렌 글리콜	17	11	26
포름아이드	17.2	26.	19
o-니트로아니솔	19.1	9.4	6.1
프로필렌	20	18	4.1

[0213]

[0214]

응착일은 분말의 매트릭스와의 혼화성의 척도이다. 고체 및 액체 간의 응착일은 하기 수학식 2의 한센 용해도 파라미터로부터 계산될 수 있다.

수학식 2

$$W_{ip}^{adh} = (S_p^d \cdot S_i^d)^{1/2} + (S_p^p \cdot S_i^p)^{1/2} + (S_p^H \cdot S_i^H)^{1/2}$$

[0215]

[0216]

여기서, S_p^d , S_p^p 및 S_p^H 는 분말에 대한 상응하는 한센 파라미터이다. 상기 세트의 3개의 상수는 분말의 계면전위 값이다. 각 카본블랙에 대한 한센 용해도 스케일에 상응하는 한 세트의 계면전위 값을 측정된 응착일 및 액체에 대한 공지의 용해도 파라미터의 최소 평방법(a least square fit)에 의해 발견하였다. 결과는 표 10에 나타낸다. 각 분말의 계면전위 값은 3 성분을 가짐을 주목한다.

표 10

계면전위 값 - 한센 용해도 파라미터 스케일

샘플번호	S^d	S^p	S^H
568	159	0.001	173
561	54	1.6	23
560	63	1.8	25
481	109	4.0	109
562	57	0	56
467	128	0.006	97
555	116	1.1	130
502	51	1.1	28
505	78	0.69	47

[0217]

[0218]

실시예 9

[0219]

힐데브란트 스케일 상의 계면전위의 측정. 힐데브란트 파라미터 기재의 계면전위 값을 또한 실시예 7에서 기술한 플라스틱 배합물에서 사용한 동일한 7종의 시판 카본블랙에 대하여 측정하였다. 실시예 8에서 사용된 액체 중 9종에 대한 힐데브란트 파라미터를 하기 표 11에 나타낸다.

표 11

액체들의 힐데브란트 파라미터

용매	δ_1
노난	15.6
아세토니트릴	24.3
벤즈알데히드	21.1
브로모나프탈렌	19.2
시클로헥사놀	21.7
o-니트로벤젠	20.5
에틸렌 글리콜	29.9
포름아미드	39.3
프로필렌	27.2

[0220]

[0221]

힐데브란트 파라미터는 또한 플라스틱 상호간의 혼화성 및 이들의 다양한 용매에서의 용해도를 예측하기 위하여 플라스틱 산업에서 통상적으로 사용된다. 고체 및 액체 간의 응착일은 하기 수학적 식 3에 의해 힐데브란트 파라미터로부터 계산될 수 있다.

수학적 식 3

$$W_{pl}^{adh} = (\delta_p \square \delta_l)^{1/2}$$

[0222]

[0223]

*여기서, δ_p 및 δ_l 은 각각 분말 및 액체에 대한 힐데브란트 파라미터이다.

[0224]

각각의 카본블랙에 대한 힐데브란트 파라미터 스케일에 상응하는 계면전위 값을 측정된 응착일 및 액체에 대한 공지의 힐데브란트 파라미터의 최소 평방법에 의해 발견하였다. 결과를 하기 표 11a에 나타낸다. 각각의 분말의 계면전위 값이 하나의 성분을 가짐을 주목한다.

표 11a

계면전위 값 - 힐데브란트 파라미터

분말	δ_p
568	341
561	93
560	107
481	248
562	113
467	231
555	244
502	94
505	142

[0225]

[0226]

실시예 10

[0227]

Ab 초기 스케일(Ab Initio Scale)에 기초한 계면전위 값의 측정. 응착일은 또한 분말 뿐만 아니라 액체에 대한 독립적인 세트의 파라미터에 기초할 수 있다. 여기서 사용되는 것은 각각의 액체 및 블랙에 대한 3개의 파라미터와 함께 수학적 식 2와 유사하다.

수학적 식 4

$$W_{lp}^{adh} = 2(S_p^1 \cdot S_l^1)^{1/2} + 2(S_p^2 \cdot S_l^2)^{1/2} + 2(S_p^3 \cdot S_l^3)^{1/2}$$

[0228]

[0229]

[0230]

여기서, S_p^1 , S_p^2 및 S_p^3 은 분말에 대한 3개의 파라미터이고, S_l^1 , S_l^2 및 S_l^3 은 액체에 대한 3개의

파라미터이다. 이들 파라미터는 전체 데이터 세트에 대한 자승의 합을 최소화하는 것에 의해 알 수 있다. 이를 표 12에 카본블랙 및 액체에 대하여 수행하였다. 파라미터의 합이 액체 표면 장력과 동일하도록 액체 파라미터를 선택하였다.

수학식 5

$$\sigma_i = S_i^1 + S_i^2 + S_i^3$$

*노난 및 헥산 양자에 대한 제2 및 제3 성분은 0으로 취하였다. 카본블랙에 대해 얻은 파라미터를 표 12에 나타낸다. 액체에 대한 상응하는 값을 표 13에 나타낸다.

표 12

계면전위 값 - Ab 초기 스케일

샘플	S ¹	S ²	S ³
568	49.0	175.0	4.7
561	10.4	7.1	8.0
560	12.2	7.8	9.1
481	23.3	22.4	24.9
562	11.1	12.7	8.4
467	25.9	22.6	14.9
555	24.1	136.2	16.1
502	10.2	7.0	7.7
505	16.1	12.4	11.5

표 13

용매 파라미터 - Ab 초기 스케일

용매	S ¹	S ²	S ³
헥사데칸	27.1	0.0	0.0
노난	22.4	0.0	0.0
아세토니트릴	1.0	0.0	27.2
벤즈알데히드	4.4	0.0	34.8
브로모나프탈렌	3.5	0.3	40.8
시클로헥사놀	4.5	29.5	0.0
에틸렌 글리콜	4.5	23.7	19.8
포름아미드	49.3	3.1	5.8
o-니트로아니솔	4.5	1.9	39.6
프로필렌	39.0	1.4	1.0

실시예 11

다음은 유사한 형태학적 값을 가지나 상이한 계면전위 특성값을 갖는 카본블랙을 생산하기 위하여 어떻게 공정 변수를 조정할 수 있는지에 대한 예이다.

3종의 카본블랙(CB-6A, CB-6B 및 CB-6C)을 미국 특허 제5,456,750호 나타난 바와 유사한 화로 반응기를 이용하여 제조하였다. 구체적인 반응기 조건은 하기 표 14에 나타낸다.

표 14

조건	CB-6A	CB-6B	CB-6C
버너 공기 속도 (nm ³ /h)	5976	5976	5976
버너 기체 속도(nm ³ /h)	305	305	305
반응기에 대한 공급원료 속도 (kg/h)	2209	2225	2207
반응기에 대한 접선 공기 (nm ³ /h)	724	724	724
공기 전가열 (°C)	510	510	510

공급원료 전가열 (°C)	173	173	173
공급원료 중 K ⁺ 농도 (gm/1000 kg)	8.1	7.5	2.8
반응기 켄칭 길이 (ft)	17	22.5	33.5

[0239] 알 수 있는 바와 같이, 3종의 카본블랙에 대하여, 켄칭 길이가 17 ft.에서 33.5 ft.로 증가되는 동안 반응기 유입을 유사하게 유지하였다. 또한, 켄칭 길이가 증가함에 따라 유사한 DBPA 수치를 유지하기 위하여 공급원료 중 칼륨 농도는 감소하였다. 표 15는 각각의 카본블랙에 대한 형태학적 수치(표면적 및 구조) 뿐만 아니라 계면전위 특성 수치(2종의 액체에 대한 위킹 속도 - 에틸렌 글리콜 및 브로모나프탈렌, gm²/초) 모두를 나타낸다. 또한 2개의 측정된 위킹 속도의 비가 포함된다.

표 15

[0240]

특성	CB-6A	CB-6B	CB-6C
플러피 블랙 N ₂ 표면적 (m ² /gm)	76	74	76
플러피 블랙 DBPA (cc/100 gm)	107	107	108
에틸렌 글리콜	0.00142	0.00119	0.00150
브로모나프탈렌	0.00162	0.00129	0.00143
에틸렌 글리콜/브로모나프탈렌	0.874	0.921	1.046

[0241] 알 수 있는 바와 같이, 3종의 카본블랙에 대한 질소 표면적 및 DBPA 값 양자는 매우 유사하였다. 따라서, 3개의 척도만을 이용하여, 3종의 카본블랙은 유사한 것으로 여겨질 수 있다. 그러나, 계면전위 값의 척도를 이용하여, 3종의 카본블랙은 완전히 상이함이 명백하다.

[0242] 표 15에 나타난 위킹 속도의 비에 대한 켄칭 길이의 효과를 도 5에 나타낸다. 도면은 공정 변수와 계면전위 특성 값 간의 관계를 증명한다.

[0243] 실시예 12

[0244] 하기 예는 흡수계측계에 의해 측정된 계면전위 특성값과 고무 및 카본블랙을 포함하는 고무 조성물에 대한 스코치 간의 관계를 보여준다.

[0245] 하기 표 16은 약간 상이한 조건하에서 제조된 5종의 상이한 샘플의 카본블랙의 분석 값을 나타낸다. 하기 표는 또한 최대 토크 및 실시예 5에 기술된 것과 유사한 방법을 이용하여 흡수계측계에서 전개한 상기 토크에서의 프로필렌 카르보네이트의 부피를 나타낸다. 하기 표는 또한 5종의 블랙 각각의 스코치 값을 나타낸다. 스코치 값은 ASTM D-1646에 기술된 방법을 이용하여 측정하였다.

표 16

ID	SBR 스코치 T5	요오드가 (mg/g)	70% 에서의 DBP (cc/100g)	BET 표면적 (m ² /g)	STSA (m ² /g)	DCP에 의한 중량 응집체 크기(nm)	DCP에 의한 델타 D50 응집체 크기(nm)	최대 T 프로필렌 카르보네이트 에서의 부피	최대 T 프로필렌 카르보네이트
CB-1	14.8	84	74	77	76	87	62	88.2	6372.5
CB-2	13.4	80	75	77	76	86	64	78.75	8561
CB-3	14.5	80	75	75	75	85	57	77.1	8264.5
CB-4	14.1	80	74	74	73	90	66	91.35	5759.5
CB-5	16.5	77	75	74	73	91	71	81.55	5931.5

[0246]

[0247] 결과는 5종의 카본블랙이 이들의 형태학적 값에 기초하여 매우 유사한 한편, 이들은 계면전위의 측정에 기초하여 상이함을 나타낸다. 데이터는 또한 스코치 값 대 최대 토크 및 최대 토크에서의 부피를 나타내는 도 6에 나타난 바와 같다.

[0248] 본 발명의 다른 실시태양은 본원의 고려 및 본원에 개시된 본 발명의 실시로부터 당업자들에게 명백할 것이다. 본원 명세서 및 실시예는 단지 예시인 것으로 여겨지고, 본 발명의 진정한 범위 및 요지는 하기 특허청구의 범

위 및 이의 균등범위에 의해 나타나는 것으로 의도된다.

발명의 효과

[0249] 본 발명에 있어서 하나 이상의 균일 상호작용 파라미터를 단독 사용하거나 하나 이상의 불균일 상호작용 파라미터와 병용함으로써 미립자 물질 및 매트릭스를 포함하는 조성물에 대해 미립자 물질을 선택하고(하거나) 개발할 수 있다.

[0250]

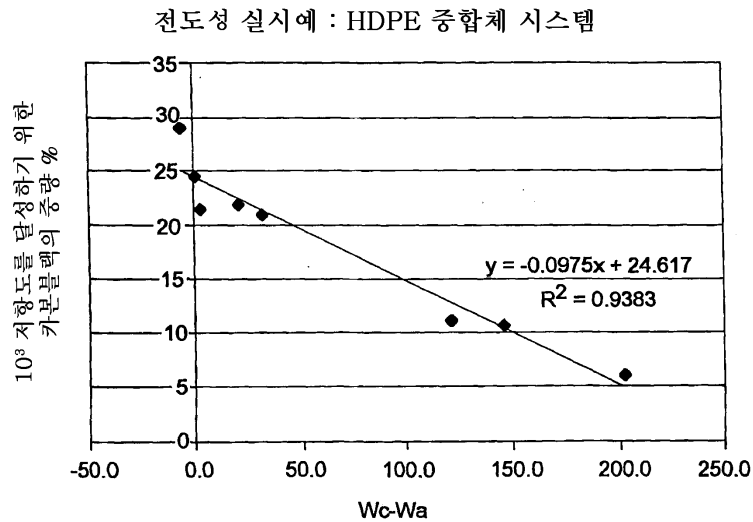
도면의 간단한 설명

[0001] 도 1-4 및 6는 성능 특성과, 미립자 물질의 하나 이상의 계면전위 특성값, 계면전위 특성값으로부터의 하나 이상의 유도값, 계면전위 특성값의 하나 이상의 성분 또는 이들의 조합 사이의 관계의 그래프이다.

[0002] 도 5는 미립자 물질의 계면전위 값에 대한 켄칭 길이의 효과를 보여주는 그래프이다.

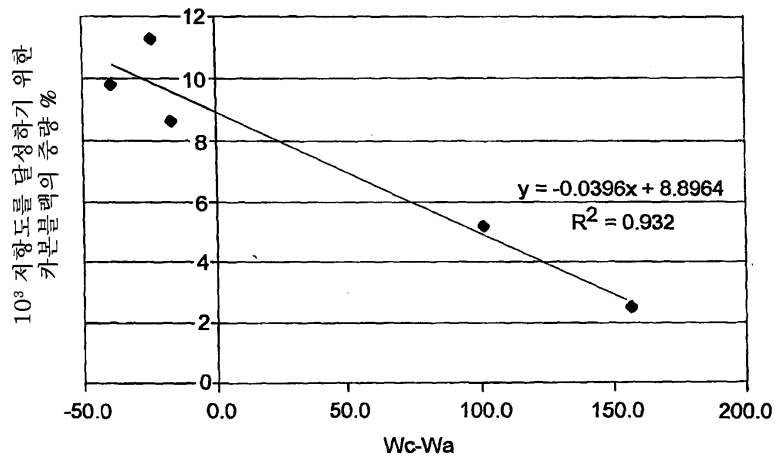
도면

도면1



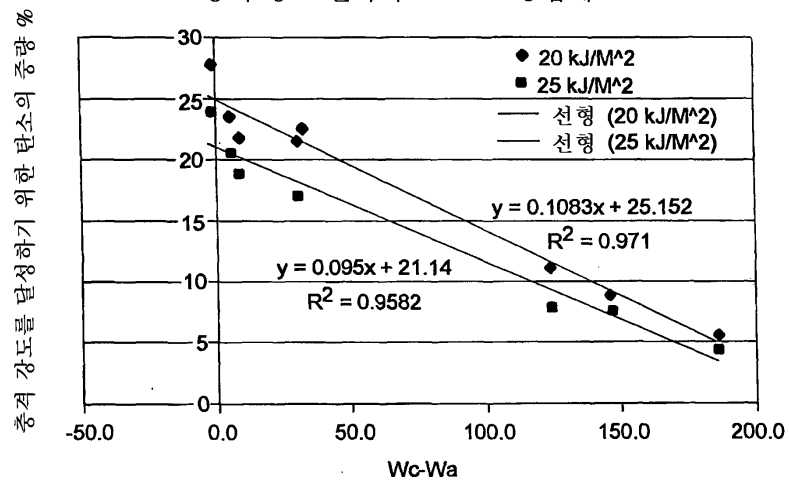
도면2

전도성 실시예 : 폴리아미드 중합체 시스템



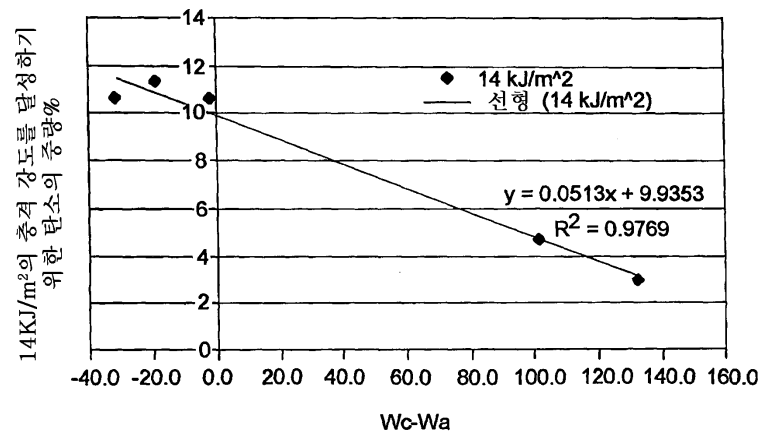
도면3

충격 강도 실시예 : HDPE 중합체



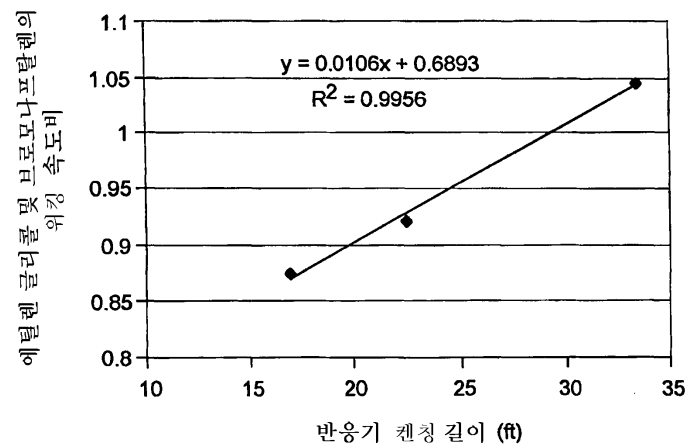
도면4

충격 강도 실시예 : 폴리아미드 중합체



도면5

계면전위에 대한 켄칭 길이의 영향



도면6

