(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.[5]
G11B 5/842

(45) 공고일자 1993년01월08일
(11) 공고번호 특1993-0000074

(21) 출원번호	특1985-0000665	(65) 공개번호	특1985-0005852
(22) 출원일자	1985년02월02일	(43) 공개일자	1985년09월26일
(30) 우선권주장	8402801 1984년02월02일 영국(GB) 8500179 1985년01월04일 영국(GB)		
---	---
(71) 출원인	임페리알 케미칼 인더스트리스 피엘씨 알란 브리안 베크 영국, 런던 에스더블유 1피 3제이에프, 밀뱅크, 임페리알 케미칼 하우스
(72) 발명자	프레데릭 캠프벨 영국, 엠9 3디에이 맨체스터, 블랙클리, 헥사곤하우스, 피오박스 42 피터 킹슬리 데이비스 영국, 엠9 3디에이 맨체스터, 블랙클리, 헥사곤하우스, 피오박스 42 죤 데이비스 스코필드 영국, 엠9 3디에이 맨체스터, 블랙클리, 헥사곤하우스, 피오박스 42
(74) 대리인	목영동

심사관 : 강응선 (책자공보 제3091호)

(54) 자기 입자 분산액

요약

내용 없음.

명세서

[발명의 명칭]

자기 입자 분산액

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 미세한 자기 입자(magnetic particles)의 신규한 분산액, 신규한 분산제 및 분산액으로부터 제조된 자기 기록매체에 관한 것이다.

비데오, 컴퓨터, 오디오테이프 및 디스크와 같은 자기 기록 매체는 예컨데 중합 물질 또는 금속과 같은 비-강자성 물질을 포함하는데 이것은 필름-형성용 수지에 의해 기질에 결합 또는 포함되는 자기 입자의 표면층을 가진다. 그러한 기록매체는 일반적으로 용매/수지 시스템내에 자기 입자의 분산액을 형성하고 분산액을 기질에 가한후 용매를 증발시켜 기질의 표면상에 수지 및 자기 입자의 층을 남겨둠으로서 제조된다. 건조공정 동안 또는 전에, 기질을 자기장에 통과시킴으로서 자기입자들은 오리엔테이션(orientation)된다.분산액의 질은 높이기 위하여, 예컨대 레시틴, 알킬 페녹시에톡실레이트의 포스페이트 에스테르, 설포 석시네이트 또SMS 지방산염과 같은 분산 보조제를 분산액 제조동안 자주 가한다. “자기 거형(magnetic squareness)”, “오리엔테이션 비”, “잔류 자기유도”, “스위치 장분배(switchingfield distribution)” 및/또는 “보자도(保磁度)”와 같은 기록용 매체의 자기 특성은 산규한 분산제를 더함으로서 개선될 수 있음을 알았다. 분산액의 질을 높이기 위해, 예컨데 분산제 및 자기물질의 농도와 분쇄 조건과 같은 분산액 시스템의 변수는 자기 물질의 성질에 따라 맞춰져야 한다.

본 발명에 따라서, 폴리(PCA0카보닐알킬렌옥시) 사슬(알키렌 그룹은 8개까지의 탄소를 함유) 또는 그의산염을 가지는 아민 분산제를 함유하는, 유기액체내의 미세한 자기 물질입자로된 분산액이 제공된다.

자기 물질은 자기 기록용 매체를 제조하는데 사용되는 혹종의 물질일 수 있는데, 예컨데 철 및 크롬과 같은 전이금속의 자기 산화물, 특히 감마-$Fe_1 0_3$, $Fe_3 0_4$, 코발트-처리된 철산화물, $Cr0_2$, 아철산염, 특히 바륨 아철산염 및 금속입자, 특허 금속성 철, 니켈, 코발트 및 그의 합금이다. 미세하다는 말은 입자가 5미크론, 더욱 바람직하게는 1미크론 이하인 것을 말한다. 자기 입자는 일반적으로 이방성(異方性)이며, 상기의 입자크기는 가장 긴 입자의 길이를 말한다.

유기액체는 바람직하게, 기질상의 자기입자둘레에 보호막을 제공하고 입자를 기질에 결합시키는 수지용매이다. 이러한 목적에 적합한 수지는 폴리우레탄, 비닐아세테이트/비닐클로타이트, 공중합체 및 그 유도체, 폴리에스테르, 에폭시 수지, 페녹시 수지, 셀룰로즈 질화물, 폴리비닐리덴디클로라이드/아크릴로나트릴 공중합체, 부티디엔/스티렌 공중합체, 부타디엔/아크릴로니트릴 공중합체, 폴리

이소시아네이트 및 알키드 수지이다.

이러한 수지는 일반적으로 예컨데 케론, 에스테르, 에테르 및 아미드와 같은 극성 유기 액체에 가용성이며, 이것이 바람직한 본원의 유기 액체이다. 그러한 액체의 특정예에는 메틸에틸케톤, 싸이클로헥사논, 메틸이소부틸케톤, 테트라하이드로 푸란, 아세테이트 및 에틸렌 글리콜의 알킬 에테르 및 C_{1-4}- 알킬에테르가 있다.

톨루엔 및 크실렌과 같은 기타 덜 극성인 유기 액체가 상기의 더욱 극성인 용매와 혼합되어 사용되거나 또는 단독으로 사용될 수 있는데, 단 수지는 여기에 가용적이다.

아민은 바람직하게 다음 일반식(1)을 갖는다.

$$X-Y-Z \qquad (1)$$

식중, X는 폴리(카보닐알킬렌옥시)사슬
Y는 가교기
Z는 아미노 그룹을 함유하는 유기기

폴리(카보닐아킬렌옥시) 사슬내의 알킬렌 그룹은 이후로는 "PCAO 사슬"이라고 언급되며, 바람직하게 3-6개 탄소원자를 함유하며, 특히 바람직한 알킬렌 그룹은 펜타메틸렌이고, 사슬은 E-카프로탁탐으로부터 유도 가능한 폴리(6-하이드록시카프론)산 사슬이다.

PCAO 사슬은 상이한 길이의 알킬렌 그룹으로 된 혼합물을 함유할 수 있으나, 바람직하게는 호모중합체이다. PCAO 사슬은 아무 말단에서나, 사슬-막음 말단 그룹인 임의로 치환된 알킬, 예컨데 알킬, 알콕시알킬 또는 할로알킬을 가질 수 있으며, 치환체는 PCAO 사슬이 더 이상 커지는 것을 막는다. 분산제가 아민의 존재하에 카보닐알킬렌옥시 단량체의 중합화에 의해 형성되는 경우, 사슬 마개의 존재는 필요하지 않으며 PCAO 사슬은 하이드록시 그룹에 의해 종결지워질 수 있다. PCAO 사슬은 바람직하게는 3-80 카보닐알킬렌옥시 단위를 함유한다.

PCAO 사슬을 아민과 연결하는 가교그룹은 바람직하게 에스테르 그룹인-CO-O-이며, 더욱 바람직하게는 아미드그룹인 -CO-NR-(R은 H 또는 C_{1-20} 알킬, 특히 C_{1-4} 알킬이다) 또는 아민과 PCAO 사슬에 각각 두개의 역 이온(counterion)을 가진 $-CO-O^{-}\ ^{+}NT_3-$ (T는 H 또는 유기기)이다. 분산제는 한개이상의 PCAO 사슬을 포함 할 수 있거나 화합물의 혼합물을 포함할 수 있는데, 이 경우, 아미드와 염 결합물의 혼합물이 포함될 수 있다. 유기기 T는 지방족, 알리싸이클, 방향족이거나 두개의 T일수 있으며, 질소원자와 함에 헤테로싸이클을 형성할 수 있다. 유기기T의 예로는 메틸, 에틸, 라우릴, 스테아릴, 페닐, 벤질이 있으며, 두개의 T-2그룹은 펜타메틸렌, 에틸렌옥시에틸렌 또는 에틸렌 아미노에틸렌그룹을 형성할 수 있다.

유기그룹 Z는 바람직하게 다음 일반식(2)이다 .

$$-A-N\begin{matrix}B\\D\end{matrix} \qquad (2)$$

식중, A는 알킬렌
B는 H 또는 임의로 치환된 알킬
D는 임의로 치환된 알킬

A,B 또는 D가 알킬렌 그룹일 경우, 이것은 바람직하게 C_{1-4}-알킬렌 그룹이며, B 또는 D가 알킬인 경우, 이것은 20개까지의 탄소원자(하이드록시, 아미노, 할로겐 또는 알콕시 그룹으로 치환될 수 있는)를 함유할 수 있다. B 및 D가 임의로 치환된 알킬기인 경우의 예로는 에틸, 메틸, 라우릴 및 옥타데실과 같은 알킬, 아미노에틸 및 아미노에틸아미노에틸과 같은 아미노알킬, 하이드록시에틸과 같은 하이드록시알킬, 하이드록시에틸아미노에틸과 같은 하이드록시알킬 아미노알킬, 아미노에톡시에틸과 같은 아미노 알콕시알킬, 및 폴리(알킬레이민)이 있다. B및/또는 D가 폴리(알킬렌 아민)인 경우, 이것은 바람직하게 600,000까지의 무게 평균 분자량을 가지며 직쇄 또는 분지쇄일 수 있는 폴리(에틸렌이민)이다.

분산제는 적당한 반응성 그룹 및 폴리(카보닐알킬렌옥시)산 또는 락톤과 같은 그의 전구물질을 가지는 아민으로부터 유도 가능하다. 가교 그룹이 에스테르인 경우, 분산제는 하이드록시 그룹 및 PCAO 산을 가진 아민으로부터 유도될 수 있으며, 아민상의 하이드록시 그룹과 PCAO 산상의 말단 카보닐 그룹과의 반응은 에스테르가교 그룹을 형성한다가교그룹이 아미드 또는 염 그룹일 경우, 분산제는 폴리아민(최소한 한개의 1차 또는 2차 아미노그룹을 가짐)과 PCAO산으로부터 유도될 수 있으며, 폴리아민내의 P-또는 S-아미노 그룹과 PCAO 상의 말단 카보닐 그룹과의 반응은 아미드 또는 염그룹을 형성한다. 분산제는 예컨데 디메틸 아미노프로필아민(DMAPA) 디에틸 아미노프로필아민(DEAPA), 디에 탈렌트리아민(DETA), 트리에틸렌테트라민(TETA), 3-도데실아미노- 및 3-테트라데실아미노-프로필아민 및 3-옥타데실아미노프로필아민(ODAPA)과 같은 간단한 폴리아민, 디에틸아미노에탄올(DEAE), 디메틸아미노에탄올(DMAE) 및 트리에탄올아민(TEA)와 같은 아미노알콜로부터 예컨데, 600,000까지의 무게 평균 분자량을 가지는 폴리(에틸렌이민)과 같은 폴리(알킬렌이민)의 거대 중합체 아민까지 넓은 범위의 아민으로부터 유도가능하다.

아민이 에스테르, 아미드 또는 염 그룹을 형성할 수 있는 두개 또는 그 이상의 하이드록시 및/또는 아미노 그룹을 그룹을 함유할 경우, 분산제는 한개이상의 PCAO 사슬을 가질 수 있으며, 각각은 에스

테르, 아미드 또는 염 가교 그룹에 의해 폴리아민에 부착된다.

바람직한 분산제는 아미드 및/또는 염 가교 그룹에 의해 결합된 최소한 두개의 PCA0 사슬을 가진다. 폴리에틸렌이민은 직쇄일 수 있으나 바람직하게는 분지쇄이며, 삼차 아미노그룹내에 최소한 10%의 질소원자를 가진다.

분산제의 산-염 형태는 유리 아민형태를 산과 반응시키고 아미노그룹을 4원화(quatermisation)하여 포화 암모늄이온을 형성함으로서 제조될 수 있다. 이러한 목적을 위한 시약으로서 적당한 것은 예컨데 아세트산, 황산, 염화수소산, 알킬설폰산, 아릴설폰산 및 알킬 수소 황산염과 같은 강한 유기산 또는 산성염 및 예컨데 디메틸 황산염(DMS), 메딜 및 에틸 할라이드 및 디에틸 황산염(DES)와 같은 4원화제이다.

분산액은 바람직하게 분산액의 총 중량에 기준하여 3o중량%-9o중량%의 자기물질을 함유하며 자기물질의 중량에 기준하여 0.25중량%-10중량%의 분산제를 함유한다. 분산액이 또한 필름 형성용 수지를 함유하는 경우, 이것은 바람직하게 분산액이 총 중량에 기준하여 0중량%-20중량%로 존재한다.

분산액은 자기 물질 및 분산제를 임의적으로 적당한 수지를 지니는 유기 액체내에 혼합하고 혼합물을 분쇄하여 자기 물질 입자의 응집을 막거나 적당한 크기로 자기 물질 입자의 크기를 감소히킴으로서 제조될 수 있다. 최대 이방성을 얻기위해, 입자 또는 응집물이 적당한 크기로 감소되기 위해 필요한 최대 시간동안 분쇄 공정을 계속한다. 분쇄공정을 위한 적당한 장치는 볼밀 또는 비드밀이다.

본원 분산액이 필름 형성용 수지와 혼합되었을 경우, 폴리에스테르 테이프나 디스크 또는 할루미늄 디스크와 같은 적당한 기질에 적용하여 자기 기록용 배지를 형성하는데 특히 유용하다.

수지를 함유하는 분산액은 적당한 코팅-기술에 의해 테이프나 디스크에 적용할 수 있으며, 증발시켜 유기액체를 제거하여 평평하게 분산된 자기 입자를 함유하는 수지 필름을 얻는다. 유기액체를 증발시키기전 또는 동안 테이프 또는 디스크를 즉시 자기장에 통과시켜 입자를 영구히 수지 필름내에 오리엔테이션 시킬수 있다.

본 발명에 따라, PCA0 사슬을 지니는 분산제 및 미세한 자기물질이 분산되어 있으며, 필름 형성용 수지의 표면층을 지닌 기질을 함유하는 자기 기록용 매체가 제공된다.

본원에 기술된 흑종의 분산제는 신규한 화합물이며, 본 발명의 특징에 따라 아미드 또는 염 가교그룹에 의해 부착된 최소한 두개의 폴리(카보닐알킬렌옥시) 사슬로된 폴리(에틸렌 이민)을 함유하는 분산제가 제공된다(알킬렌 그룹은 3-6개 탄소 원자를 함유한다).

알킬렌 그룹은 모두 펜타메틸렌인것이 바람직하며, PCA0 사슬은 3-80카보닐알칼렌 옥시 단위를 함유하는 것이 바람직하다.

이 분산제는 폴리(에틸렌이민)을 PCA0 또는 예컨데 락톤이나 하이드록시 카복실산과 같은 그 전구물을 25℃-250℃의 온도에서 24시간까지의 시간동안 반응시킴으로서 제조될 수 있다. 온화한 조건(저온 및/또는 짧은 반응시간)하에서는 염 가교그룹이 형성되며 더욱 심한 조건(고온 및/또는 긴 반응시간)하에서는 아미드 또는 아미드의 혼합물 및 염가교기가 형성된다.

본 발명의 특징에 따라, 에스테르, 아미드 또는 염 가교 그룹에 의해 부착된 폴리(카보닐 알킬렌 옥시)를 가지는 (알킬렌 그룹은 3-6개 탄소원자를 함유) 아민의 산-염을 제공된다.

알킬렌 그룹은 모두 펜타메틸렌이며, PCA0 사슬은 3-80카보닐알킬렌 옥시 단위를 함유하는 것이 바라직하다.

이 분산계는 하이드록시 그룹을 가지는 아민, 또는 최소한 한개의 1차 또는 2차 아미노 그룹을 가지는 폴리 아민을 PCA0 산, 또는 락톤이아 하이드록시카복실산과 같은 이의 전구물과 25℃-250℃의 온도에서 24시간까지의 시간동안 반응시키고, 산 또는 4원화제와 반응시켜 아민의 산-염기를 형성함으로서 제조될 수있다.

PCA0 산은 하이드록시카복실 산 또는 락톤을 예컨데 아세트산, 카프론산, 라우린산 및 메톡시아세트산과 같은 카복실산(하이드록시 그룹이 없음)과 가열하여 제조될 수 있다. 중합공정은 편리하게 100℃-250℃, 바람직하게 130℃-200℃ 의 온도에서 예컨데 테트라부틸 티타네이트, 지르코늄, 나프티리네이트, 아연 아세트산 염 또는 톨루엔설폰산과 같은 에스테르화 촉매의 존재하에서 형성된다.

생성물 및 반응물의 붕괴를 최소화하기 위해, 반응은 바람직하게 질소와 같은 불활성 대기하에서 바람직하게 행해진다.

본 발명은 다음의 실시예에 의해 예증되며 사용되는 모두 부 및 퍼센트는 별다른 언급이 없는 한 중량에의한다.

[분산제 1]

111g의 E-카프로락톤, 8.1g의 DMPAPA 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트의 혼합물을 175℃-185℃에서 11/2시간동안 질소 대기하에서 교반하였다. 생성물은 동량 1604의 단단한 왁스였다.

[분산제 2]

230g의 E-카프로락톤, 8.1g의 DMAPA 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트 혼합물을 175℃-185℃에서 24시간동안 질소대기하에서 교반하였다. 생성물은 동량 3108의 단단한 왁스였다.

[분산제 3]

175g의 E-카프로락톤, 4.05g의 DMAPA 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트 혼합물을 210℃에서 12시간동안 질소대기하에서 교반한다. 생성물은 동량 4596의 단단한 왁스였다.

[분산제 4]

150.6g의 E-카프로락톤, 8.1g의 DMAPA 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트 흔합물을 160℃-165℃, 질소 대기하에서 11/2시간동안 교반하였다. 생성물은 동량 2050의 단단한 왁스였다.

[분산제 5]

150g의 E-카프로락톤, 32.4g의 DMAPA 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트 혼합물을 170℃-190℃, 질소 대기하에서 7시간동안 교반하였다. 생성물은 동량 640의 연한 왁스였다.

[분산제 6]

100g의 중간물 3 및 10g의 트리에틸렌 테트라민의 혼합물 80℃의 질소대기하에서 1/2시간동안 교반하였다. 생성물은 동량 708의 연한 왁스였다.

[분산제 7]

100g의 중간물 3 및 20g의 DUOMEENC의 혼합물, 알킬 디아민, 많은 량의 3-도데실아미노프로필아민및 3-테트라데실아미노프로필아민의 혼합물(DUOMEEN은 AKEO Chemie의 상표이다)을 80℃ 질소대기하에서 1/1시간동안 교반하였다. 생성물은 동량 1075의 연한 왁스였다.

[분산제 8]

66.8g의 E-카프로락톤, 8.85g의 디에틸 에탄올아민 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트 혼합물을 160℃-165℃에서 1/2시간동안 질소대기하에서 교반하였다. 생성물은 동량 1680의 단단한 왁스였다.

[분산제 9]

102.5g의 E-카프로락톤, 10g의 디메틸아미노에탄올 및 0.1g의 테트라부틸 티타네이트의 혼합물을 160℃-165℃ 질소대기하에서 2시간동안 교반하였다. 생성물은 동량 1200의 단단한 왁스였다.

[중간물 1]

112g의 E-카프로락톤, 9.2g의 n-카프론산 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트 혼합물을 180℃-190℃ 질소대기하에서 18시간동안 교반하였다. 생성물은 36mg KOH/g의 산가를 지닌 단단한 왁스였다.

[중간물 2]

582g의 E-카프로락톤, 32.25g의 메톡시아세트산 및 0.5g의 테트라부틸티타네이트 혼합물을 170℃-180℃ 질소대기하에서 20시간동안 교반하였다. 생성물은 35.2mg KHO/g의 산가를 가지는 단단한 왁스였다.

[중간물 3]

500g의 E-카프로락톤, 73g의 라우린산 및 0.5g의 테트라부틸티타네이트의 혼합물을 170℃-180℃, 질소 대기하에서 20시간동안 교반하였다. 생성물은 36.35mg KHO/g의 산가를 가지는 단단한 왁스였다.

[중간물 4]

250g의 E-카프로락톤, 88g의 라우린 산 및 0.29g의 테트라부틸티타네이트의 혼합물을 160℃-180℃, 질소대기하에서 8시간동안 교반하였다. 생성물은 75.7mg KHO/g의 산가를 가지는 왁스였다.

[중간물 5]

485g의 E-카프로락톤, 34g의 라우린산 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트의 혼합물을 170℃-190℃, 질소 대기하에서 19시간동안 교반하였다. 생성물은 18.6mg KHO/g의 산가를 가지는 왁스였다.

[중간물 6]

486g의 E-카프로락톤, 22.4g의 라우린 산 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트의 혼합물을 170℃-190℃,질소대기하에서 19시간동안 교반하엿다. 생성물은 12.4mg KHO/g의 산가를 가지는 단단한 왁스였다.

[중간물 7]

500g의 E-카프로락톤, 17g의 라우린산 및 0.1g의 테트라부틸티타네이트 혼합물을 180℃-200℃, 질소대기하에서 19기간동안 교반하였다. 생성물은 단단한 왁스였다.

[실시예 1]

융점(약 65℃)이상으로 교반되는 46.6g의 분산제 4에 2.7g의 디메틸설페이트를 부가하여 온도를 약 15℃로 올렸다. 혼합물을 90℃-100℃에서 11/2시간동안 교반하고 실온으로 냉각시켰다. 생성물은 단단한 왁스였으며 이후로 분산제 9라고 명명한다.

[실시예 2]

32.5g의 중간물과 "POLYMIN Waterfree"(POLYMIN은 상표명)이름으로 시판되는 BASF로부터 100,000 범위의 무게 평균 분자량을 가지는 1.25g의 무수 폴리에틸렌이민의 혼합물을 120℃, 질소대기하에서 8시간동안 교반하였다. 생성물은 동량 3175의 왁스였으며 이후로 분산제 10으로 명명한다.

[실시예 3]

40g의 중간물 1과 3.33g의 "POLYMIN Waterfree"를 사용하고 실시에 2와 동일한 방법을 행하였다. 생성물은 동량 1510의 왁스였으며 이후로 분산제 11로 명명된다.

[실시예 4]

40g의 중간물 1과 13.3g의 "POLYMIN Waterfree"를 사용하고 실시예 2와 동일한 방법을 행하였다. 생성물은 동량 475의 접착성 왁스였으며, 이후로 분산제 12라고 명명한다.

[실시예 5]

10.8g의 실시예 2 생성물 및 10.8g의 테트라히이드로푸란의 혼합물을 교반하고 투명한 용액이 얻어질때까지 가열한다.

용액을 35℃로 냉각하고 0.405g의 디메틸설페이트를 부가한다.

그런다음, 혼합물을 65-70℃에서 1시간동안 교반한다. 테트라하이드로푸란을 증류하여 혼합물로부터 제거하여 나온 생성물을 분산 제13이라고 명명한다.

[실시예 6]

실시예 3의 생성물 10.24g, 테트라하드로푸란 10.24g 및 디메틸설페이트 0.81g을 사용하고 실시예 5의 방법을 반복하였다.

생성물을 이후로 분산제 14라고 명명한다.

[실시예 7]

16.1g의 실시예 4 생성물과 16.1g의 테트라하이드로푸란의 혼합물을 교반하고 가열한다. 용액을 얻었으나 이것은 완전히 투명하지 않았다. 용액을 40℃로 냉각하고 4.05g의 디메틸설페이트를 천천히 가한다. 격렬한 발열이 있었다. 혼합물을 65-70℃에서 1시간동안 교반하였다. 테트라하이드로푸란을 증발시켜 혼합물로부터 제거하여 얻은 생성물을 이후로 분산제 15로 명명한다.

[실시예 8]

95.7g의 중간물 2와 7.36g의 "POLYMIN Waterfree"를 사용하고 실시예 2에 기술된 방법을 반복하였다. 생성물을 이후로 분산제 16이라 명명한다.

[실시예 9]

97.3g의 중간물 3 및 7.48g의 "POLYMIN Waterfree"를 사용하고 실시예 2에 기술된 방법을 반복하였다. 생성물을 이후로 분산제 17이라 명명한다.

[실시예 10-17]

실시예 2와 동일한 온도 및 동일한 방법을 사용하되, 출발물질, 그 무게 반응온도는 표 1에 기록된 바와같이 하여 반응시켰다.

[표 1]

실시예 번 호	폴 리 에 스 테 르 성 분중 간 물 번 호	폴리에스테르 성분의 무게(g)	사용된"Polymin Waterfree"의 무게(g)	반응시간 (시간)	분산제생성물 번 호
10	4	140	20	8	18
11	3	90	30	18	19
12	5	90	30	18	20
13	5	143	11	15	21
14	6	90	30	18	22
15	6	143	11	15	23
16	7	90	30	18	24
17	7	138	10.6	17	25

[실시예 18]

65g의 분산제 16을 융점(약 60℃)이상에서 교반하고 4.05g의 디메틸 설페이트를 부가하여 온도를 약 15℃ 상승시킨다.

혼합물을 85℃-95℃에서 11/2시간동안 교반하였다. 생성물을 이후로 분산제 26이라고 명명한다.

[실시예 18]

68g의 분산제 17과 4.05g의 디메틸 설페이트를 사용하며, 실시예 18의 방법을 반복하였다. 생성물을 이후로 분산제 27이라고 명명한다.

[실시예 20]

37.6g의 분산계 8을 융점(약 45℃)이상에서 교반하고, 2.7g의 디메틸 설페이트를 가하여 온도를 약 15℃상승시킨다.

혼합물을 85℃-95℃에서 2시간동안 교반하였다 생성물을 이후로 분산제 28이라고 명명한다.

[실시예 21]

100g의 중간물 3과 Dow Chemiocal company에 의해 "MONTREK 6" (MONTREK는 상표명)로 시판되는 약 600의 수평균 분자량을 가지는 7.69g의 폴리에틸렌이민의 혼합물을 110℃-130℃, 질소대기하에서 8시간동안 교반하였다. 생성물은 단단한 왁스였으며, 이후로 분산제 29로 명명된다.

[실시예 22-24]

실시에 1과 동일한 온도 및 동일한 방법을 사용하되, 출발 물질, 그 무게 및 반응온도를 표 2에 기록된 바와 같이 하여 반응시켰다.

[표 2]

실시예 번호	폴리에스테르 성분분산제 번호	폴리에스테르 성분의 무게 (g)	사용된 디메틸설페이트의 무게 (g)	분산제 생성물 번호
22	5	73	13M5	30
23	2	7.02	2.7	31
24	3	69	1.75	32

[실시예 25]

27.3g의 분산제 9를 융점(약 50℃)이상에서 교반하고, 2.7g의 디메틸 설페이트를 가하여 온도를 약 15℃상승시킨다.

혼합물을 85℃-95℃에서 2시간동안 교반하였다. 생성물을 이후로 분산제 33이라고 명명한다.

[실시예 26-60, 비교 실시예(CB)1-9]

표 3에 지시된 바와 같이 자기물질, 분산제, 수지 및 용매의 혼합물을 고속 교반기를 사용하여 예비 사용하여 예비 혼합하고, 표 3에 보여준 시간동안 높은 에너지 볼밀(ball-mill)처리한다.

자기 매체를 제조하는데 사용하기 적당한 분산액은 이 방법으로 얻어진다.

실시예 26-60은 분산제 1-33을 사용하여 제조되며 ; 비교실시예(CE)는 레시틴 및 GAFAC RE 610을 사용하여 제조된다.

사용된 자기물질은 다음과 같다 ;

[A형태]

표면적 18.5m^2/g, 오일흡수 41ml/100g 및 입자길이 0.4미크론의 감마-Fe_2O_3. 이것은 오디에 테이프에 사용되는 전형적인 자기 산화철이다.

[B형태]

표면적 23m^2/g, 오일흡후 41g/100g 및 입자길이 0.35미크론의 코발트 처리된 감마-/Fe_2O_3. 이것은 BAYFERROX AC 5120M(BAYFERROX는 상표)의 상표명으로 Bayer UK Ltd.에 의해 시판되는 물질로 이것은 고-바이어스 오디오 테이프 및 비데오 카세트 테이프에 사용되는 전형적 자기 산화철이다.

[C형태]

표면적 19m^2/g, 오일흡수 40g/100g 및 입자길이 0.45미크론의 안정화된 자철광. 이물질은 BYFERROXAC 5110M으로 Bayer UK Ltd.에 의해 시판된다.

[D형태]

컴퓨터 테이프 및 비데오 카세트 테이프에 사용되는 형태의 이산화 크롬 자기물질.

[E형태]

Aldrich Chemical Co Inc.에 의해 시판되는 99%순도 노켈.

수지는 UCAR VAGH 상표명으로 유니온 카바이트사가 시판하는 하이드록실화된 염화비닐/비닐 아세테이트 공중합체이다.

다음 표3에서 하기와 같은 약호가 사용된다 :

THF : 테트라하이드로푸란, MEK : 메틸 에틸 케톤, EOEA : 2-에톡시에틸 아세테이트, MIBK : 메틸이소-부틸케톤, BA : 부틸 아세테이트, BOEA : 2-부톡시에틸아세테이트, EA : 에틸 아세테이트, CH : 싸이클로헥사논, Tol : 톨루엔

GAFAC RE-610은 GAF Corporation(GAFAC는 상표)에 의해 시판되는 인산화 알킬페놀-에톡실레이트이다.

[표 3a]

실시예 또는 CE (비교실시예)번호	자기물질 양(g)	분산제 및 양(g)	용매 및 량(g)	추지량(g)	그 에너지 밀
26	A형	분산제 1	THF36.98	2.41	30
	80.4	3.22	MEK36.98		
CE1	A형	레시틴	THF36.98	2.41	30
	80.4	3.22	MEK36.98		
27	A형	분산제 2	THF37.2	2.41	60
	80.0	3.2	MEK37.2		
CE2	A형	레시틴	THF37.2	2.41	60
	80.0	3.2	MEK37.2		
CE3	A형	GAFAC	THF37.2	2.41	60
	80.0	3.2	MEK37.2		
CE4	B형	레시틴	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
28	B형	분산제 17	THF9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
CE5	B형	GAFAC	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
29	B형	분산제18	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
30	B형	분산제21	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
31	B형	분산제23	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
32	B형	분산제25	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
33	B형	분산제19	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
34	B형	분산제20	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
35	B형	분산제11	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
36	B형	분산제13	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
37	B형	분산제16	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		

[표 3b]

38	B형	분산제29	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
39	B형	분산제 6	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
40	B형	분산제 7	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
41	B형	분산제17	THF11.3	0.76	60
	16.0	0.64	MEK11.3		
42	B형	분산제17	THF 7.14	0.76	60
	24.0	0.96	MEK 7.14		
43	B형	분산제17	THF 9.4	0.76	60
	20.0	0.4	MEK 9.4		
44	B형	분산제17	THF13.83	0.76	60
	20.0	0.8	To14.61		
45	B형	분산제17	THF6.15	0.76	60
	20.0	0.8	MIBK6.15 To16.15		
46	B형	분산제17	CH 12.91	0.76	60
	20.0	0.8	THF 5.53		
47	B형	분산제17	EOEA12.91	0.76	60
	20.0	0.8	THF 5.53		
48	B형	분산제17	BA12.91	0.76	60
	20.0	0.8	T5.53		
49	B형	분산제17	BOEA12.91	0.76	60
	20.0	0.8	T5.53		
50	B형	분산제17	EA 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	THF 9.2		
51	A형	분산제17	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
CE6	A형	레시틴	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
52	D형	분산제17	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
CE7	D형	레시틴	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
53	C형	분산제17	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		

[표 3a]

CE8	C형	레시틴	THF 9.2	0.76	60
	20.0	0.8	MEK 9.2		
54	A형	분산제1	THF36.98	2.41	60
	80.4	3.22	MEK36.98		
CE9	A형	레시틴	THF36.98	2.41	60
	80.4	3.22	MEK36.98		
55	A형	분산제 1	THF35.38	2.41	45
	80.4	6.41	MEK35.38		
56	A형	분산제 1	THF28.84	2.41	45
	96.0	3.92	MEK28.84		
57	A형	분산제 1	THF45.52	2.41	45
	64.0	2.56	MEK45.52		
58	A형	분산제 1	THF38.19	—	60
	80.4	3.22	MEK38.19		
59	A형	분산제 1	THF37.20	2.41	60
	80.0	3.20	MEK37.20		
60	A형	분산제 3	THF37.20	2.41	60
	80.0	3.20	MEK37.20		

[실시예61]

80g의 자기물질 E형, 3.2g의 분산제 17, 9.2g의 THF, 9.2g의 MEK 및 0.76g의 UCAR VAGH 수지를 600g의 7mm 강철볼이 장착된 통상적인 볼 밀에 넣는다. 7일의 밀링후, 자기 매체 제조에 사용하기 적당한 분산액이 얻어진다.

분산제 17을 동일 중량의 레시틴 및 동일 중량의 GAFAC RE-610으로 대체하여 밀 내에서 고형화하여 동일 제제를 만들었으나 분산액 생성에 실패하였다.

[실시예26A-53A 및 비교실시예 1A-8A]

실시예 26-53에서 제조된 분산액과 비교 실시예 1-8에서 제조된 분산액을 테트라하이드로푸란내의 폴리우레탄(PU)수지 20%w/w 용액으로 준비한다. 전형적으로, 준비(let down)는 매시간 대략 동일량의 폴리우레탄 용액으로 3단계로 행해진다. 준비의 각 단계 후에 혼합물을 5분동안 고-에너지 볼 밀 처리한다. 결과의 래커를 용매와 함께 끌어내린후 5분동안 고-에너지 볼 밀 처리한다.

표4는 준비에 사용했던 분산액, PU 수지용액의 중량, 용매의 중량을 기술한다 ; 그렇지 않은 경우 끌어내리는데 사용된 용매는 테트라하이드로푸란과 메틸 에틸 케톤의 1 : 1혼합물이다. 사용되는 PU 수지는 ESTANE 5701-F1(ESTANE는 상표)라는 상표명으로 B.F.Goodrich Inc.에 의해 시판되는 것이다.

[표 4]

실시예 또는 CE번호	사용된 분산액	20%PU수지용액의 양(g)	사용된 용매의 양(g)
26A	실시예 26	68.2	119.6
CE 1A	CE 1	68.2	119.6
27A	실시예 27	76	119.6
CE 2A	CE 2	76	119.6
CE 3A	CE 3	76	119.6
CE4A	CE 4	22	14.92
28A	실시예 28	22	14.92
CE 5A	CE 5	22	14.92
29A	실시예 29	22	14.92
30A	실시예 30	22	14.92
31A	실시예 31	22	14.92
32A	실시예 32	22	14.92
33A	실시예 33	22	14.92
4A	실시예 34	22	14.92
5A	실시예 35	22	14.92
36A	실시예 36	22	14.92
37A	실시예 37	22	14.92
38A	실시예 38	22	14.92
39A	실시예 39	22	14.92
40A	실시예 40	22	14.92
41A	실시예 41	17.6	3.94
42A	실시예 42	26.4	25.90
43A	실시예 43	22	14.92
44A	실시예 44	22	14.92
45A	실시예 45	22	14.92
46A	실시예 46	22	14.92
47A	실시예 47	22	14.92
48A	실시예 48	22	14.92
49A	실시예 49	22	14.92
50A	실시예 50	22	14.92
51A	실시예 51	22	14.92
CE 6A	CE 6	22	14.92
52A	실시예 52	22	14.92
CE 7A	CE 7	22	14.92
53A	실시예 53	22	14.92
CE 8A	CE 8	22	14.92

[실시예 61A]

분산액 61을 40g의 20% PU 수지용액으로 끌어내리고 1시간동안 밀링한후, 48g의 20% PU 수지용액으로 또 끌어내리고 1/2시간 동안 밀링한다. 그런다음 50g의 1:1 THE와 MEK 혼합물로 끌어내린후 1/2시간도안 밀링한다.

[정자기성 평가]

끌어내린 래커를 볼밀로부터 방류시켜 12미크론 두께의 2축-오리엔테이션된 폴리에스트테르 필름의 롤을코팅하는데 사용한다 실시예 26A 및 27A와 비교실시예 1A-3A의 경우, 그라비야 코팅을 한다. 코팅후, 즉시 및 건조전에 필름을 두개의 강력한 자석 사이를 통과시킨다. 그런다음, 감기전에 용매를 증발시켜 필름을 건조시킨다.

실시예 28A-53A 및 61A와 비교실시예 4A-8A의 경우, 코팅은 철사 감긴 K-바(Meyer Bar)끌어내림시스템을 사용하여 행한다. K-바는 50미크론 두께의 습윤 필름이 생성되도록 구경화되어있다. 기계는 폴리에스테르 필름 약 1.5cm 위에 강력한 영구 자석이 설치되도록 변형되며 그후 K-바가 운동한다. 이러한 방법으로, 혹종의 적당한 용매 증발이 발생하기전에 강력한 자기장이 습윤 필름을 통과한다.

코팅한 필름의 샘플은 진동하는 샘플의 자력계상에서 통상적인 방법으로 평가된다.

이 장비를 사용하는 통상 공정은 일턴의 샘픔을 사용하여 연속 측정하는 것을 포함하다. 내부 대조를 위해, 그리고 상이한 연속물과 관련된 데이타간의 비교를 위해 한개의 대조가 각 연속물내에 포함된다. 이러한 대조는 분산제로서 레시틴을 함유하고 평가하고있는 자기물질을 포함하는 비교 실시

예이다. 표5는 연속 측정하는 10개 연속물내에서 결정된 코팅 필름의 자기변수를 기록한 것이다. 각 연속물의 첫번재 샘플은 대조용이다.

측정된 자기변수는 보자도(Oersteds내 측정), 거형비(Br/Bs) 및 자기 오리엔테이션 비(OR)이다. 보자도및 거형은 자석을 통과하는 필름 또늘 필름위의 자기의 운동방향에 평형하다.

[표 5]

연속물번호	실시예 또는 CE번호	보자도(Oersteds)	거형(Br/Bs)	오리엔테이션 비
1	CE 1A	430	0.76	1.79
	실시예 26A	449	0.80	2.27
2	CE 2A	434	0.80	2.29
	CE 3A	430	0.80	2.40
	실시예 27A	448	0.81	2.32
3	CE 4A	657	0.68	1.46
	CE 5A	671	0.78	2.07
	실시예 28A	690	0.80	2.10
4	CE 4A	699	0.69	1.30
	실시예 29A	712	0.79	1.79
	실시예 30A	727	0.81	1.83
	실시예 31A	723	0.78	1.85
	실시예 32A	723	0.81	1.77
	실시예 33A	713	0.79	1.73
	실시예 34A	716	0.82	1.86
	실시예 35A	716	0.81	1.80
	실시예 36A	718	0.78	1.82
5	CE 4A	708	0.68	1.31
	실시예 37A	739	0.77	1.80
	실시예 38A	745	0.81	1.89
6	CE 4A	707	0.68	1.39
	실시예 39A	736	0.77	1.78
	실시예 40A	738	0.79	1.85
	실시예 41A	733	0.78	1.74
	실시예 42A	749	0.82	2.00
	실시예 43A	739	0.77	1.79
	실시예 44A	742	0.80	1.90
	실시예 45A	744	0.80	1.88
	실시예 46A	744	0.82	1.87
	실시예 47A	737	0.80	1.79
	실시예 48A	727	0.79	1.70
	실시예 49A	728	0.78	1.83
	실시예 50A	722	0.79	1.71
7	CE 6A	425	0.76	2.02
	실시예 51A	431	0.82	2.44
8	CE 7A	716	0.70	1.56
	실시예 51A	728	0.72	1.34
9	CE 8A	465	0.61	1.22
	실시예 53A	474	0.61	1.22
10*	실시예 60A	154	0.46	1.43

* 본 연속물에는 비교 실시예가 없는데, 왜냐하면 레시틴을 사용한 분산액은 생성되지 않기 때문이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

알킬렌 그룹이 8개까지의 탄소원자를 포함하는 폴리(카보닐알킬렌옥시)사슬을 갖는 아민 또는 그 산염으로 이루어지는 분산제를 포함하는 유기 액체중의 자기물질 미세입자 분산액.

청구항 2

제1항에 있어서, 아민이 다음 일반식을 갖는 분산액 :

$$X-Y-Z \qquad (1)$$

식중, X는 폴리(카보닐알킬렌옥시)사슬 ; Y는 가교기 ; 2는 아미노 그룹을 포함하는 유기기.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 폴리(카보닐알킬렌옥시)사슬내의 알킬렌 그룹이 3-6개의 탄소원자를 함유하는 분산액.

청구항 4

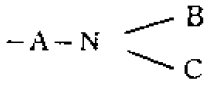
제1항 또는 제2항에 있어서, 폴리(카보닐알킬렌옥시)사슬이 3-80의 카보닐알킬렌옥시 단위를 포함하는 분산액.

청구항 5

제2항에 있어서, 가교기Y가 -CO-O-(에스테르),-CO-NR(아미드) 및 $-CO-O^{-}\,{}^{+}NT_3$ (염)(R은 H 또는 C_{1-20}알킬이고, T는 H 또는 유기기)로부터 선택되는 분산액.

청구항 6

제2항에 있어서, 아미노 그룹을 포함하는 유기기, Z가 다음 일반식인 분산액 :



식중, A는 C_{1-4}알킬렌 ; B는 H 또는 선택적으로 치환된 C_{1-20}알킬 ; D는 선택적으로 치환된 C_{1-20}알킬.

청구항 7

제6항에 있어서, B 및/또는 D는 600,000까지의 분자량을 가지는 폴리에틸렌이민인 분산액.

청구항 8

제1항에 내지 제7항중의 어느 한 항에 있어서, 분산백의 총 중량에 기준하여 30중량%-90중량%의 자기물질 및 자기물질의 중량에 기준하여 0.25중량%-10중량%의 분산제를 포함하는 분산액.

청구항 9

제1항 내지 제7항중의 어느 한 항에 있어서, 분산액의 총 중량에 기준하여 20중량%까지의 필름 형성용 수지를 또한 포함하는 분산액.

청구항 10

자기물질의 미세입자가 분산된 필름 형성용 수지의 표면층을 가지는 기판 및 제1항에서 제7항중의 어느 한 항에서 정의된 분산제로 이루어지는 자기 기록용매체.

청구항 11

아미드 또는 염 가교기에 의해 부착된 폴리(카보닐알킬렌옥시) 사슬을 가지는 폴리(에틸렌 이민)으로 이루어지며, 알킬렌 옥시 그룹이 3-6개의 탄소원자를 포함하고 폴리(카보닐알킬렌옥시)사슬이 3-80개의 카보닐알킬렌옥시 그룹을 포함하는 제1항에 따른 분산액에 사용하기 적당한 분산제.

청구항 12

아미드 또는 염 가교기에 의해 부착된 폴리(카보닐알킬렌옥시)사슬을 가지는 아민의 산염으로 이루어지며, 알킬렌옥시 그룹이 3-6개의 탄소원자를 포함하며 폴리(카보닐알킬렌옥시) 사슬이 3-80개의 카보닐알킬렌옥시 그룹을 포함하는, 제1항에 따른 분산액에 사용하기 적당한 분산제.