



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0118990
(43) 공개일자 2018년11월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09B 57/00 (2006.01) C09B 67/42 (2006.01)
C09D 11/037 (2014.01) C09D 7/00 (2018.01)
(52) CPC특허분류
C09B 57/00 (2013.01)
C09B 67/0071 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0052382
(22) 출원일자 2017년04월24일
심사청구일자 2017년04월24일

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
손영아
대전광역시 유성구 대학로 99, 1호관 238호 (궁동, 충남대학교 공과대학)
정재명
대전광역시 유성구 대학로 99, 1호관 238호 (궁동, 충남대학교 공과대학)
랑가라주 사티쉬 쿠마르
대전광역시 유성구 대학로 99, 1호관 238호 (궁동, 충남대학교 공과대학)
(74) 대리인
특허법인 무한

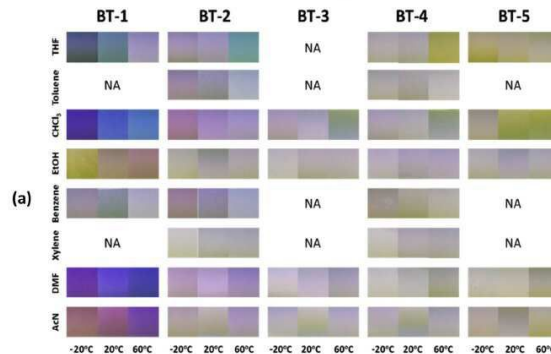
전체 청구항 수 : 총 18 항

(54) 발명의 명칭 신규한 베테인계 염료 화합물, 베테인계 염료 조성물 및 이를 이용한 제품

(57) 요약

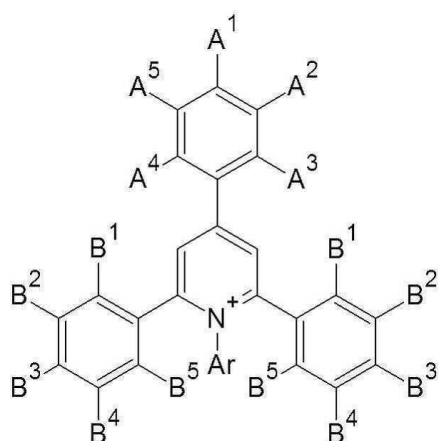
본 발명은, 신규한 베테인계 염료 화합물, 베테인계 염료 조성물 및 이를 이용한 제품에 관한 것으로, 하기의 화
(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



학식 1로 표시되는 신규한 베테인계 염료 화합물, 베테인계 염료 조성물 및 이를 이용한 제품에 관한 것이다.

[화학식 1]



(화학식 1은, 청구항 제1항에서 정의된 바와 같다.)

(52) CPC특허분류

C09D 11/037 (2013.01)

C09D 7/41 (2018.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 NRF-2014M3C1A9060739

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 원천기술개발사업 (민군기술협력사업)

연구과제명 은폐업패를 위한 신규 감온색소 및 가변패턴 섬유소재 개발 (감온색소의 구조설계, 합성 및 변색특성 개발-연차:3)

기 여 율 1/1

주관기관 충남대학교

연구기간 2014.11.01 ~ 2017.09.30

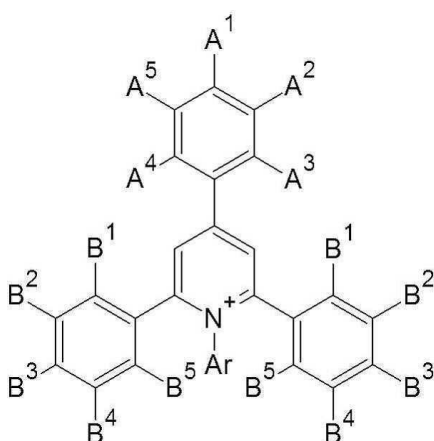
명세서

청구범위

청구항 1

하기의 화학식 1로 표시되는 베테인계 염료 화합물:

[화학식 1]



(여기서, A1 내지 A5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택되며,

B1 내지 B5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택되며,

Ar은, 하나 이상의 벤젠 고리를 포함하는 방향족 고리기이며, 상기 방향족 고리기는, 하나 이상의 음이온성 치환기로 치환된다.)

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 A1 내지 A5 및 상기 B1 내지 B5는, 각각, 수소, 할로젠, C1 내지 C10의 알킬기 및 C2 내지 C10의 알케닐기에서 선택되는 것인, 베테인계 염료 화합물.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 Ar은, 1개 또는 2개의 벤젠 고리를 포함하는 방향족 고리기인 것인, 베테인계 염료 화합물.

청구항 4

제1항에 있어서,

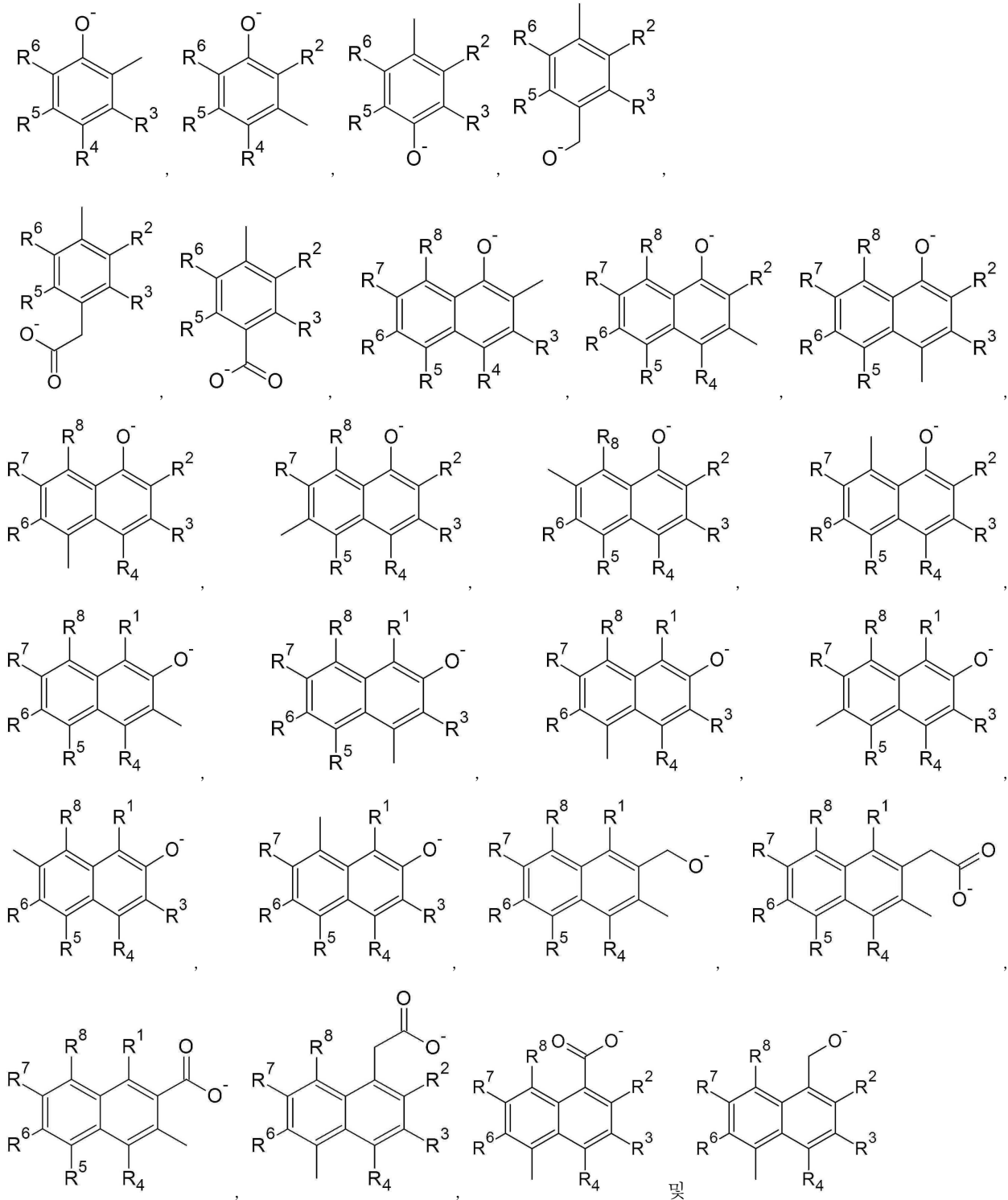
상기 음이온성 치환기는, $-O^-$, $-COO^-$, $-R-COO^-$ 및 $-R-O^-$ (R은, C1 내지 C10의 알킬렌이다)에서 선택되는 것인, 베테인계 염료 화합물.

테인계 염료 화합물.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 Ar은, 하기에서 선택되는 것인, 베테인계 염료 화합물:



(여기서, R¹ 내지 R⁸은, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, C₁ 내지 C₁₀의 알콕실기, C₁ 내지 C₁₀의 알킬기 및 C₂ 내지 C₁₀의 알케닐기에서 선택된다.)

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 베테인계 염료 화합물은, 용매 변색성 및 감온 변색성을 갖는 것인, 베테인계 염료 화합물.

청구항 7

하기의 화학식 2의 화합물, 아세트산염 및 용매를 상온에서 혼합하는 단계;

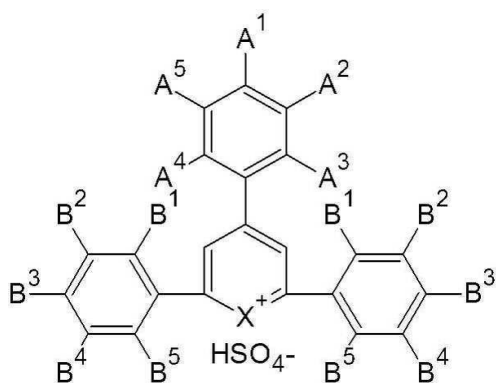
상기 혼합하는 단계 이후에, 하기의 화학식 3의 화합물을 첨가하여 반응 혼합물을 형성하는 단계; 및

반응 혼합물을 환류하여 베테인계 염료 화합물을 합성하는 단계;

를 포함하는,

제1항의 베테인계 염료 화합물의 제조방법:

[화학식 2]



(여기서, X는, O이며, A1 내지 A5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택되며, B1 내지 B5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택된다.)

[화학식 3]

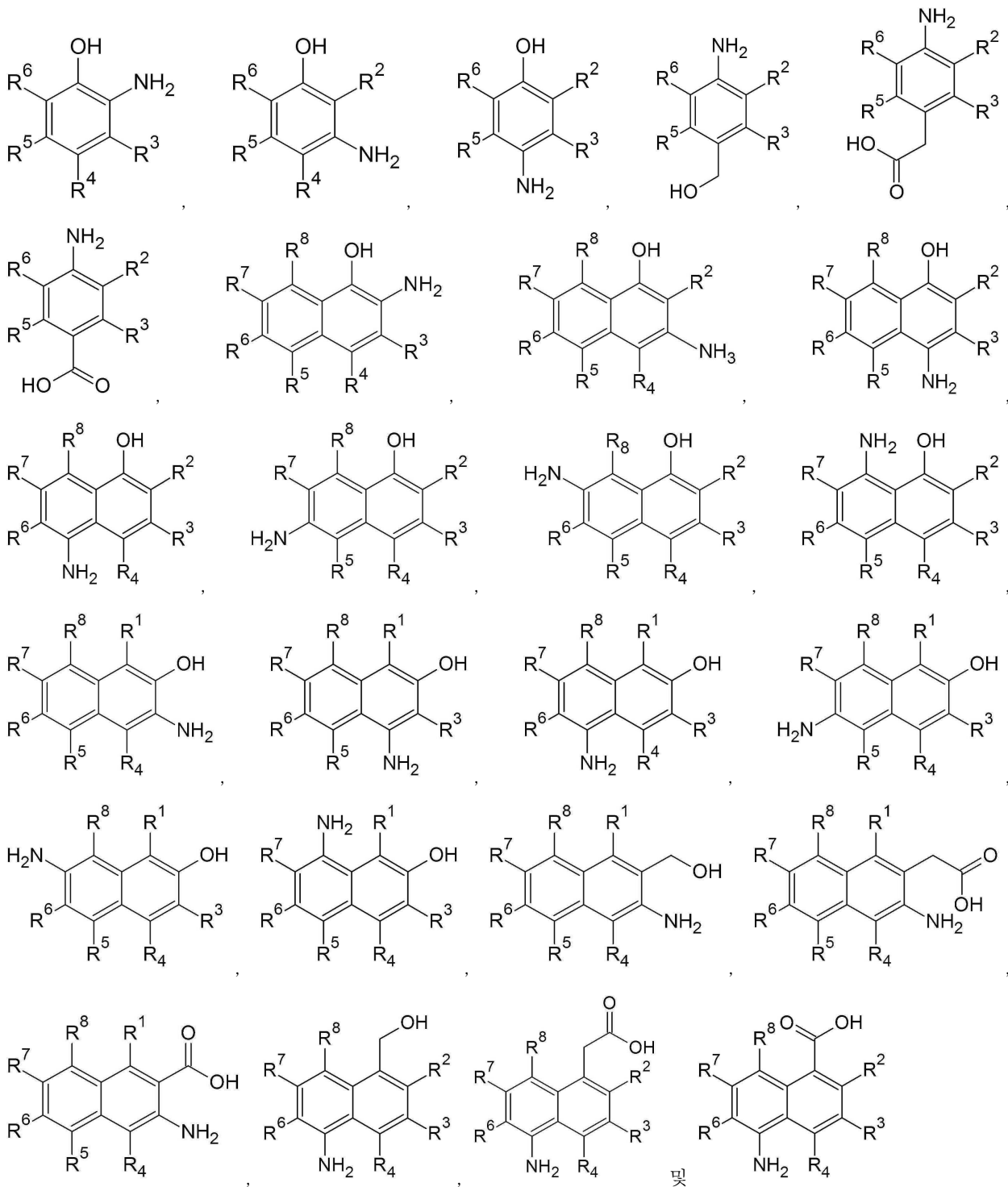
Ar-NH₃

(Ar은, 하나 이상의 벤젠 고리를 포함하는 방향족 고리이며, 상기 방향족 고리는, -OH, -COOH, -R-COOH 및 -R-OH(R은, C1 내지 C10의 알킬렌) 중 적어도 하나 이상의 치환기로 치환된다.)

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 화학식 3은, 하기에서 선택되는 것인, 베테인계 염료 화합물의 제조방법:



(여기서, R¹ 내지 R⁸은, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, C₁ 내지 C₁₀의 알콕실기, C₁ 내지 C₁₀의 알킬기 및 C₂ 내지 C₁₀의 알케닐기에서 선택된다.)

청구항 9

제1항의 베테인계 염료 화합물; 및

용매;

를 포함하는,

베테인계 염료 조성물.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 용매는, 아세톤 (Acetone), 벤질알콜, 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, n-프로판올, n-부탄올, tert-부탄올, 아세토니트릴 (Acetonitrile), 에테르, 엔-메틸-2-피롤리돈 (NMP, N-methyl-2-pyrrolidone), 디메틸폼아미드 (Dimethylformamide, DMF), 디메틸아세트아미드 (DMAc, dimethylacetamide), 자일렌 (Xylene), 벤젠 (Benzene), 클로로폼 (CHCl_3), 톨루엔 (Toluene), 테트라하이드로퓨란 (THF), 글리세린 (Glycerin), 에틸렌 글리콜 (Ethylene glycol), 디메틸피롤리돈 (Dimethylpyrrolidone), 사이클로헥산 (Hexane) 및 디메틸설폭사이드 (Dimethyl sulphoxide)로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 포함하는 것인, 베테인계 염료 조성물.

청구항 11

제9항에 있어서,

상기 베테인계 염료 조성물은, 용매 변색성 및 감온 변색성을 갖는 것인, 베테인계 염료 조성물.

청구항 12

제9항에 있어서,

상기 베테인계 염료 조성물은, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 이상의 온도에서 감온 변색되는 것인, 베테인계 염료 조성물.

청구항 13

제9항에 있어서,

상기 베테인계 염료 화합물은, $1 \times 10^{-5}\text{ M}$ (몰) 이상의 농도로 포함되는 것인, 베테인계 염료 조성물.

청구항 14

제1항의 베테인계 염료 화합물 또는 제9항의 베테인계 염료 조성물을 이용하여 기재를 염색 및 날염하는 단계;
를 포함하는,
염색 방법.

청구항 15

제14항에 있어서,

상기 기재는, 섬유, 목재, 종이 또는 필름인 것인, 염색 방법.

청구항 16

제1항의 베테인계 염료 화합물 또는 제9항의 베테인계 염료 조성물을 포함하는 제품.

청구항 17

제16항에 있어서,

상기 제품은, 잉크, 페인트 및 지시약 중 적어도 하나인 것인, 제품.

청구항 18

제1항의 베테인계 염료 화합물 또는 제9항의 베테인계 염료 조성물을 포함하는 감온 센서.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 신규한 베테인계 염료 화합물, 베테인계 염료 조성물 및 이를 이용한 제품에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 감온변색 (Thermochromism)은, 서로 다른 흡수스펙트럼을 갖는 두 가지 형태 사이에서 화학종의 가역적인 열변형에 관련된 것이다. 최근에 감온변색 효과를 나타내는 재료는, 외부 자극에 대한 반응에 따른 흡수 및 발광 특성의 현저한 변화에 관련해서 연구가 진행되고, 잉크, 페인트, 지시약, 가변 광 필터, 광학 저장 장치, 화학/바이오 센서, 식물 등 다양한 산업분야에 활용되고 있다.

[0003] 감온변색 효과를 나타내는 재료로는, 플루오로안트라퀴논 염료, 베테인계 염료, 공액고분자, 스피로피란, 크리스탈 바이올렛, 무기물 화합물 등 다양한 염료가 개발되었다.

[0004] 이중 베테인계 염료는 양쪽성 이온 (Zwitterion)을 가진 화합물로서 용액상에서 온도의 변화에 따라 ICT (Intramolecular charge transfer, ICT) 효과로 감온변색이 나타나게 되며, 이들 베테인계 염료는 양쪽성 이온을 가진 화합물이므로, 하나의 입체구조에서 다른 입체구조로 변화할 수 있는 에너지값이 매우 작기 때문에 온도변화에 민감하게 반응할 수 있다.

[0005] 최근에는 베테인계 염료와 같은 양쪽성 이온을 가진 화합물의 감온변색 효과를 개선하기 위한 유도체의 개발 및 이의 활용을 위한 다양한 연구가 진행되고 있으며, 본 발명은, 감온 변색 특성을 갖는 신규한 베테인계 염료 화합물을 제공하는 것이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은, 전술한 바와 같은 문제점을 해결하기 위한 것으로, 우수한 감온 변색 특성을 갖는 신규한 베테인계 염료 화합물을 제공하는 것이다.

[0007] 또한, 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0008] 또한, 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물을 포함하는 베테인계 염료 조성물을 제공하는 것이다.

[0009] 또한, 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물을 이용한 염색 방법을 제공하는 것이다.

[0010] 또한, 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물을 포함하는 제품을 제공하는 것이다.

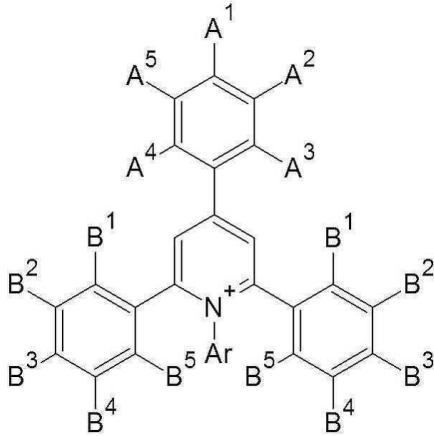
[0011] 또한, 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물을 포함하는 감온 센서를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명의 하나의 양상은,

[0013] 하기의 화학식 1로 표시되는 베테인계 염료 화합물에 관한 것이다.

[0014] [화학식 1]



[0015]

[0016] (여기서, A1 내지 A5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택되며,

[0017] B1 내지 B5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택되며,

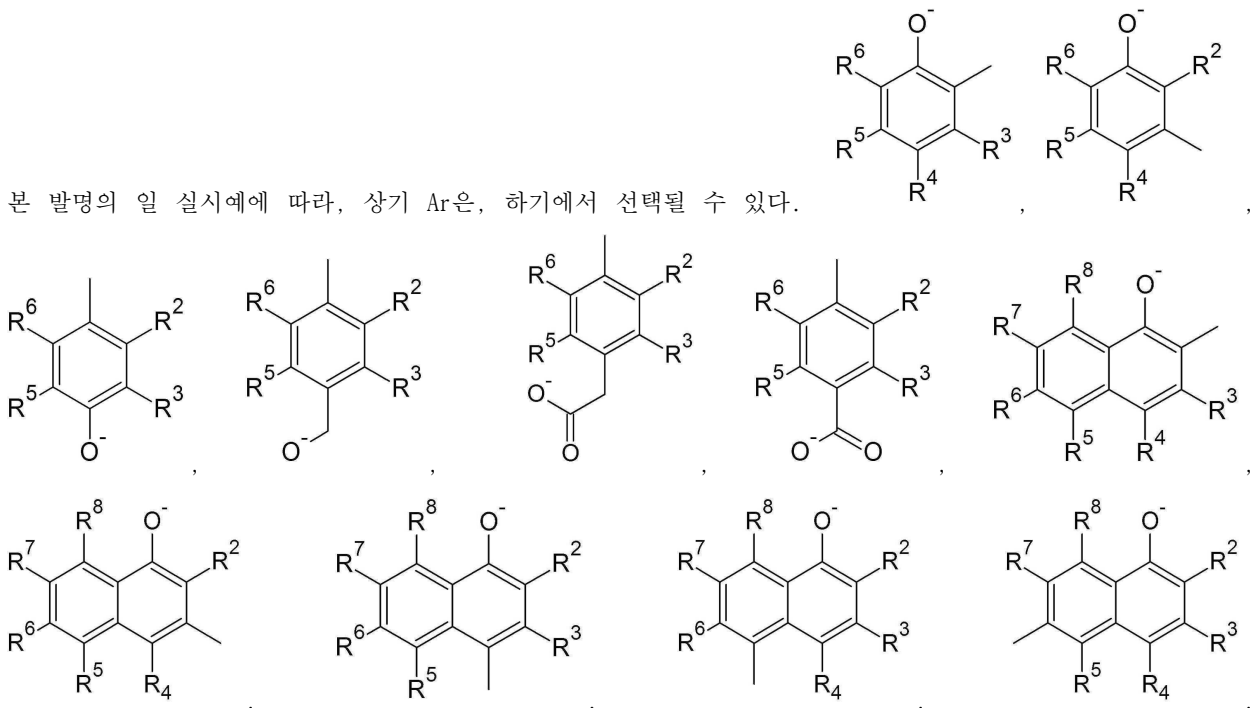
[0018] Ar은, 하나 이상의 벤젠 고리를 포함하는 방향족 고리이며, 상기 방향족 고리기는, 하나 이상의 음이온성 치환기로 치환된다.)

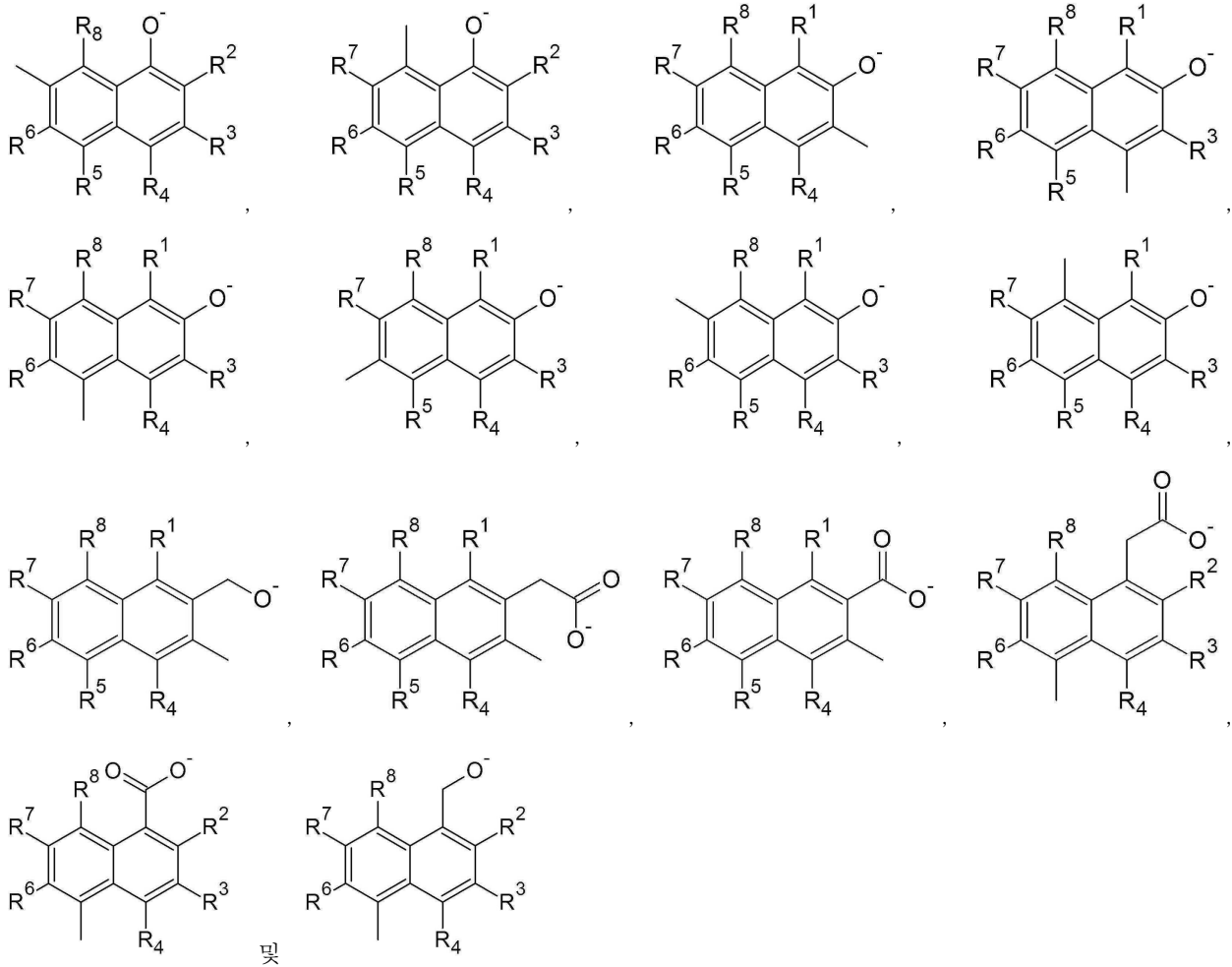
[0019] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 A1 내지 A5 및 상기 B1 내지 B5은, 각각, 수소, 할로젠, C1 내지 C10의 알킬기 및 C2 내지 C10의 알케닐기에서 선택될 수 있다.

[0020] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 Ar은, 1개 또는 2개의 벤젠 고리를 포함하는 방향족 고리일 수 있다.

[0021] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 음이온성 치환기는, $-O^-$, $-COO^-$, $-R-COO^-$ 및 $-R-O^-$ (R은, C1 내지 C10의 알킬렌이다)에서 선택될 수 있다.

[0022] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 Ar은, 하기에서 선택될 수 있다.



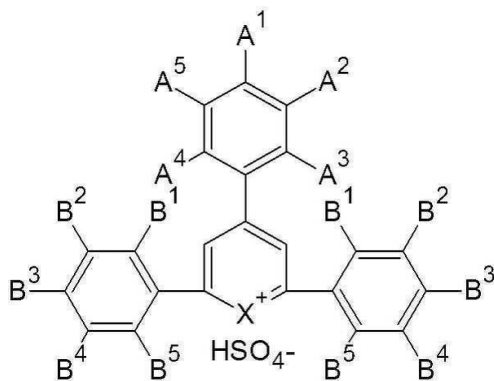


[0023] (여기서, R¹ 내지 R⁸은, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, C₁ 내지 C₁₀의 알콕실기, C₁ 내지 C₁₀의 알킬기 및 C₂ 내지 C₁₀의 알케닐기에서 선택된다.)

[0024] 본 발명의 다른 양상은,

[0025] 하기의 화학식 2의 화합물, 아세트산염 및 용매를 상온에서 혼합하는 단계; 상기 혼합하는 단계 이후에, 하기의 화학식 3의 화합물을 첨가하여 반응 혼합물을 형성하는 단계; 및 반응 혼합물을 환류하여 베테인계 염료 화합물을 합성하는 단계; 를 포함하는, 베테인계 염료 화합물의 제조방법에 관한 것이다.

[0026] [화학식 2]



[0027] (여기서, X는, O(산소)이며, A¹ 내지 A⁵는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C₁ 내지 C₁₀의 알킬기, C₂ 내지 C₁₀의 알케닐기, C₁ 내지 C₁₀의 알콕실기 및 C₁ 내지 C₁₀의 하이드록시알킬기에서 선택되며, B¹ 내지 B⁵는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C₁ 내지 C₁₀의 알킬기, C₂ 내지 C₁₀의 알케닐기, C₁ 내지 C₁₀의 알콕실기 및 C₁ 내지 C₁₀의 하이드록시알킬기에서 선택된다.)

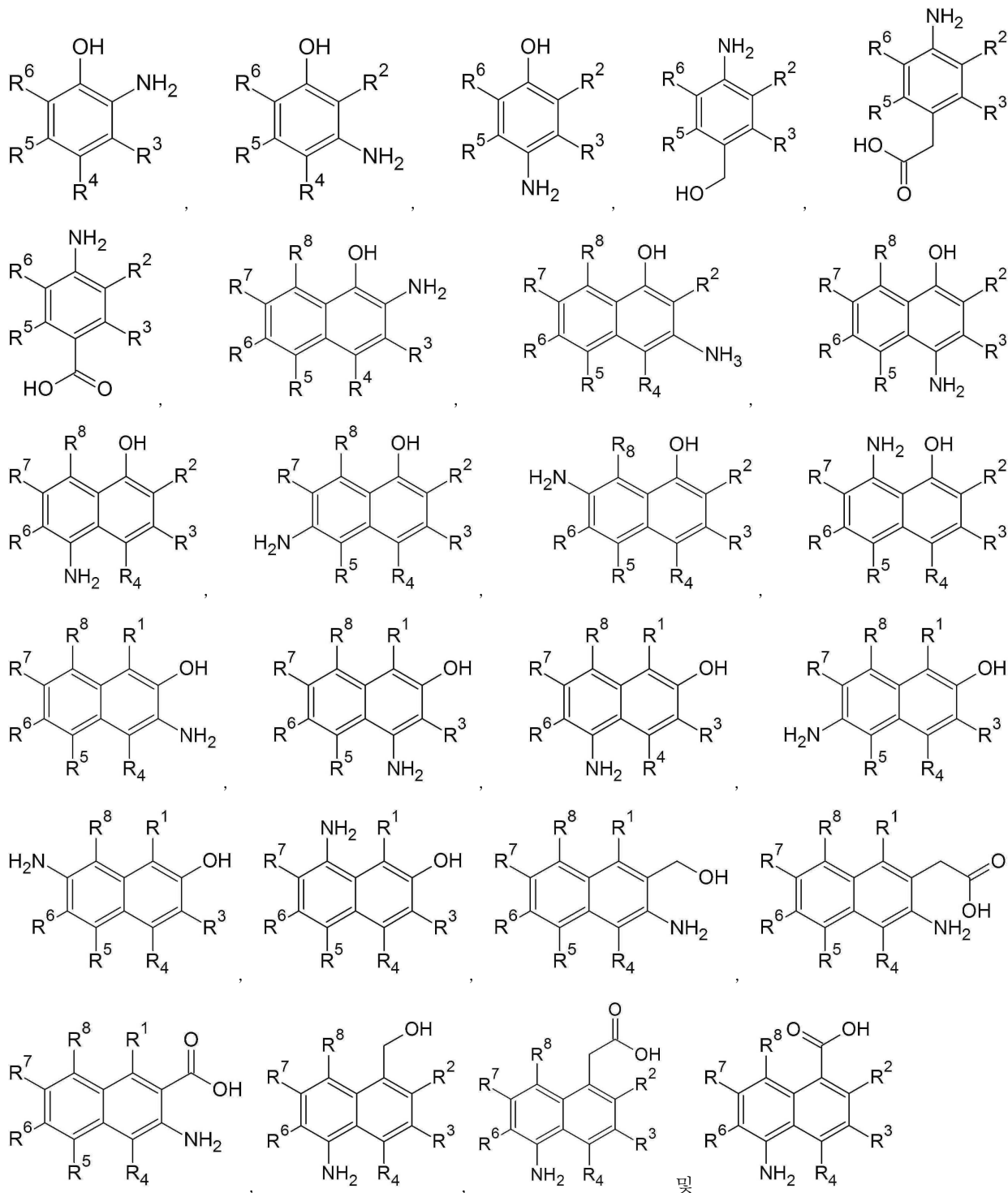
C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택된다.)

[화학적식 3]

Ar-NH₃

(Ar은, 하나 이상의 벤젠 고리를 포함하는 방향족 고리이며, 상기 방향족 고리는, -OH, -NO₂, -COOH, -R-COOH 및 -R-OH(R은, C1 내지 C10의 알킬렌이다) 중 적어도 하나 이상의 치환기로 치환된다.)

본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 화학식 3은, 하기에서 선택될 수 있다.



(여기서, R¹ 내지 R⁸은, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, C1 내지 C10의 알콕실기, C1 내지 C10의 알킬기 및 C2 내지 C10의 알케닐기에서 선택된다.)

- [0035] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 베테인계 염료 화합물은, 용매 변색성 및 감온 변색성을 갖는 것일 수 있다.
- [0036] 본 발명의 또 다른 양상은,
- [0037] 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물; 및 용매; 를 포함하는, 베테인계 염료 조성물에 관한 것이다.
- [0038] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 용매는, 아세톤 (Acetone), 벤질알콜, 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, n-프로판올, n-부탄올, tert-부탄올, 아세토니트릴 (Acetonitrile), 에테르, 엔-메틸-2-피롤리돈 (NMP, N-methyl-2-pyrrolidone), 디메틸폼아미드 (Dimethylformamide, DMF), 디메틸아세트아미드 (DMAc, dimethylacetamide), 자일렌 (Xylene), 벤젠 (Benzene), 클로로폼 (CHCl_3), 톨루엔 (Toluene), 테트라하이드로퓨란 (THF), 글리세린 (Glycerin), 에틸렌 글리콜 (Ethylene glycol), 디메틸피롤리돈 (Dimethylpyrrolidone), 사이클로헥산 (Hexane) 및 디메틸설폭사이드 (Dimethyl sulphoxide)로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.
- [0039] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 베테인계 염료 조성물은, 용매 변색성 및 감온 변색성을 갖는 것일 수 있다.
- [0040] 본 발명의 다른 실시예에 따라, 상기 베테인계 염료 조성물은, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 이상의 온도에서 감온 변색될 수 있다.
- [0041] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 베테인계 염료 화합물은, $1 \times 10^{-5}\text{ M}$ (몰) 이상의 농도로 포함될 수 있다.
- [0042] 본 발명의 또 다른 양상은,
- [0043] 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 본 발명에 의한 베테인계 염료 조성물을 이용하여 기재를 염색 및 날염하는 단계; 를 포함하는, 염색 방법에 관한 것이다.
- [0044] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 기제는, 섬유, 목재, 종이 또는 필름일 수 있다.
- [0045] 본 발명의 또 다른 양상은,
- [0046] 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 본 발명에 의한 베테인계 염료 조성물을 포함하는 제품에 관한 것이다.
- [0047] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제품은, 잉크, 페인트 또는 지시약일 수 있다.
- [0048] 본 발명의 또 다른 양상은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 본 발명에 의한 베테인계 조성물을 포함하는 감온 센서에 관한 것이다.

발명의 효과

- [0049] 본 발명은, 치환기의 위치 및 종류에 따라 변색 특성을 조절할 수 있는 신규한 베테인계 염료 화합물을 제공할 수 있다.
- [0050] 본 발명은, 용매 변색성 및 감온 변색성을 동시에 갖는 신규한 베테인계 염료 화합물을 제공할 수 있고, 용매 및 온도를 조절하여 거의 모든 색상으로 발색시킬 수 있다.
- [0051] 본 발명은, 다양한 용매 내에서 감온 변색성을 나타낼 수 있으므로, 다양한 분야에 적용이 가능하다.

도면의 간단한 설명

- [0052] 도 1은, 본 발명의 실험예 1에 따라 베테인계 염료 조성물 ($1 \times 10^{-4}\text{ M}$)의 감온 변색 결과를 나타낸 것이다.
- 도 2는, 본 발명의 실험예 1에 따라 베테인계 염료 조성물 ($1 \times 10^{-3}\text{ M}$)의 감온 변색 결과를 나타낸 것이다.
- 도 3은, 본 발명의 실험예 2에 따라 BT2 클로로폼 용액 ($1 \times 10^{-3}\text{ M}$)의 감온 변색 및 UV-Vis 흡수 스펙트럼을 나타낸 것이다.
- 도 4는, 본 발명의 실험예 2에 따라 BT3 클로로폼 용액 ($1 \times 10^{-3}\text{ M}$)의 감온 변색 및 UV-Vis 흡수 스펙트럼을 나타낸 것이다.
- 도 5는, 본 발명의 실험예 2에 따라 BT4 클로로폼 용액 ($1 \times 10^{-3}\text{ M}$)의 감온 변색 및 UV-Vis 흡수 스펙트럼을 나타낸 것이다.

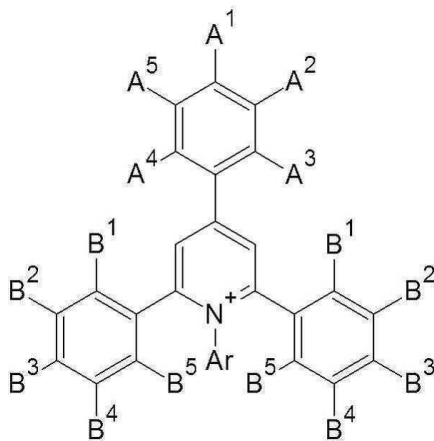
발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0053] 이하 본 발명의 실시예들을 상세히 설명한다. 본 발명을 설명함에 있어서, 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략할 것이다. 또한, 본 명세서에서 사용되는 용어들은 본 발명의 바람직한 실시예를 적절히 표현하기 위해 사용된 용어들로서, 이는 사용자, 운용자의 의도 또는 본 발명이 속하는 분야의 관례 등에 따라 달라질 수 있다. 따라서, 본 용어들에 대한 정의는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다.

[0054] 본 발명은, 신규한 베테인계 염료 화합물에 관한 것으로, 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 베테인계 염료 화합물은, 치환기의 종류 및 치환기의 위치에 따라 변색 특성을 조절할 수 있고, 용매별로 상이한 감온 변색성을 나타낼 수 있다.

[0055] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 베테인계 염료 화합물은, 하기의 화학식 1로 표시되는 화합물일 수 있다.

[0056] [화학식 1]



[0057]

[0058]

[0059] 본 발명의 일 예로, 상기 화학식 1에서 A1 내지 A5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택될 수 있다.

[0060] 예를 들어, 상기 화학식 1에서 A1 내지 A5는, 각각, 수소, 할로젠, C1 내지 C10의 알킬기 및 C2 내지 C10의 알케닐기에서 선택될 수 있다.

[0061] 본 발명의 일 예로, 상기 화학식 1에서 B1 내지 B5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택될 수 있다.

[0062] 예를 들어, 상기 화학식 1에서 B1 내지 B5는, 각각, 수소, 할로젠, C1 내지 C10의 알킬기 및 C2 내지 C10의 알케닐기에서 선택될 수 있다.

[0063] 예를 들어, 상기 할로젠은, F, Br, Cl 및 I에서 선택될 수 있다.

[0064] 본 발명의 일 예로, Ar은, 상기 화학식 1에서 "N+" 양이온과 짝이온을 형성하는 치환기이며, 상기 Ar은, 치환 또는 비치환된 방향족 고리기일 수 있다. 상기 Ar은, 방향족 고리에 결합되는 치환기의 종류, 치환 위치 등을 조절하여 베테인계 염료 화합물의 구조변화를 유도하고, 상이한 변색 특성을 갖는 베테인계 염료 화합물을 제공할 수 있다.

[0065] 예를 들어, 상기 방향족 고리기는, C6 내지 C60의 방향족 고리기일 수 있고, 예를 들어, 페닐기, 비페닐기, 나프틸기, 안트라센기, 톨릴기, 플루오렌기, 크실릴기 등일 수 있다.

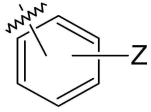
[0066] 예를 들어, 상기 방향족 고리기는, 헤테로 방향족 고리기일 수 있으며, 상기 헤테로 방향족 고리기에서 헤테로 원자는, N, O, S, P 및 Si에서 선택될 수 있다.

[0067] 예를 들어, 상기 방향족 고리기는, 하나 이상의 음이온성 치환기로 치환될 수 있으며, 상기 음이온성 치환기는,

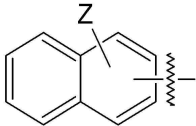
$-O^-$, $-COO^-$, $-R-COO^-$ 및 $-R-O^-$ (R은, C1 내지 C10의 알킬렌이다)에서 선택될 수 있다.

예를 들어, 상기 Ar은, 하기의 화학식에서 선택될 수 있다.

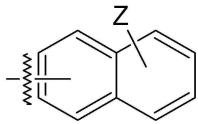
(a-1)



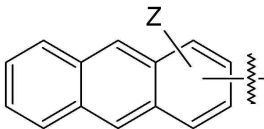
(a-2)



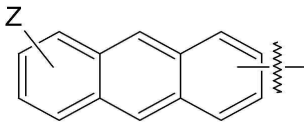
(a-3)



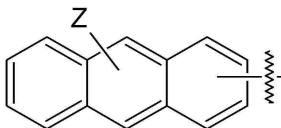
(a-4)



(a-5)

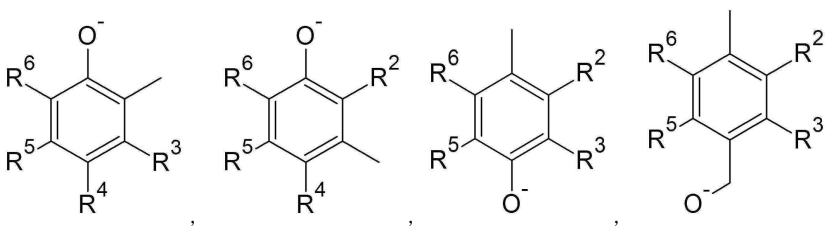


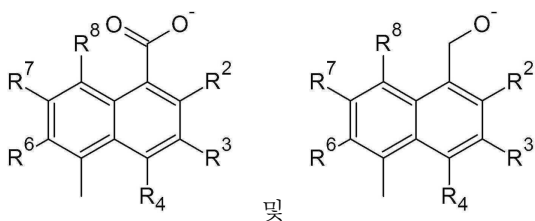
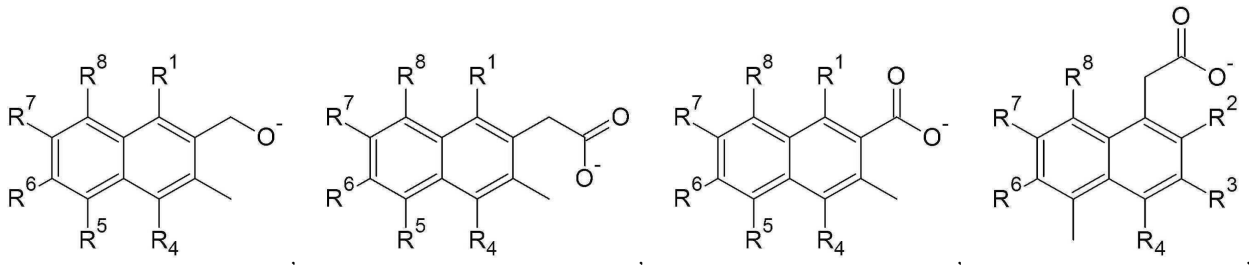
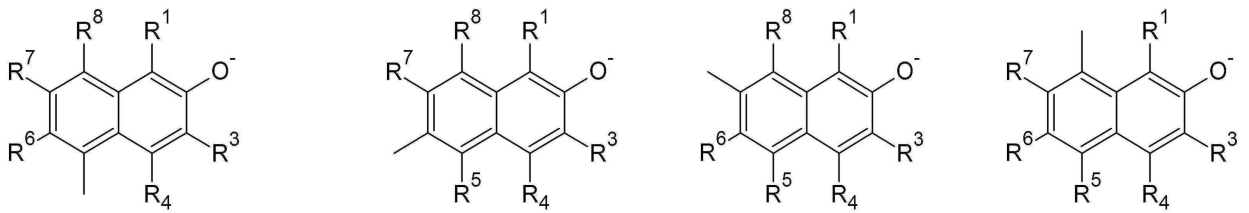
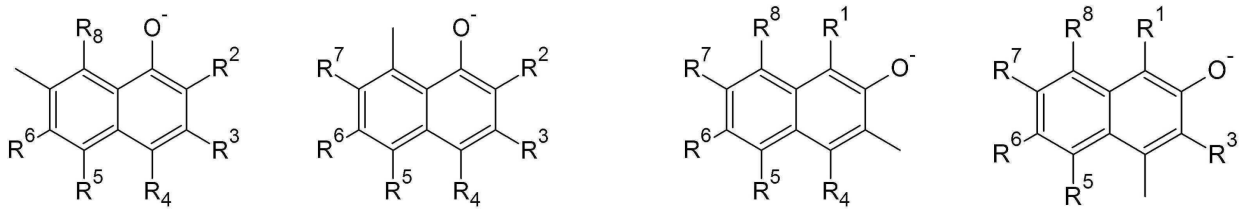
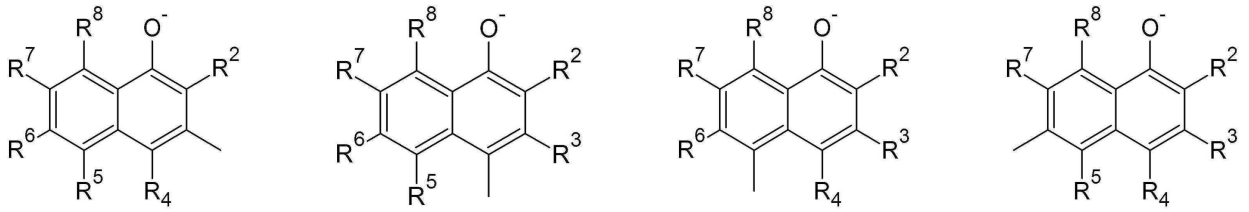
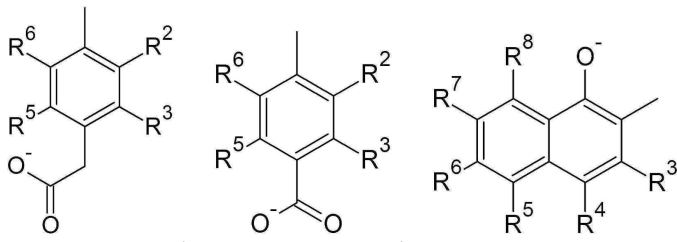
(a-6)



여기서, Z는, 음이온성 치환기이며, Z가 치환되지 않은 방향족 탄소는, 각각, 수소, 할로젠, C1 내지 C10의 알콕실기, C1 내지 C10의 알킬기 및 C2 내지 C10의 알케닐기 중 적어도 하나 이상의 치환기와 결합될 수 있다.

예를 들어, 상기 Ar은, 하기에서 선택될 수 있다.



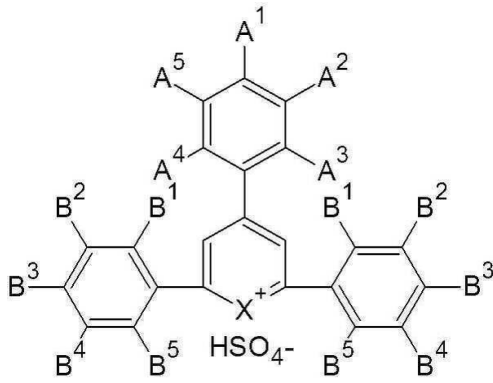


및

[0086] 여기서, R¹ 내지 R⁸은, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, C₁ 내지 C₁₀의 알콕실기, C₁ 내지 C₁₀의 알킬기 및 C₂ 내지 C₁₀의 알케닐기에서 선택된다.

[0087] 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명의 일 실시예에 따라, 하기의 화학식 2의 화합물, 아세트산염 및 용매를 상온에서 혼합하는 단계; 상기 혼합하는 단계 이후에, 하기의 화학식 3의 화합물을 첨가하여 반응 혼합물을 형성하는 단계; 및 반응 혼합물을 환류하여 베테인계 염료 화합물을 합성하는 단계;를 포함할 수 있다.

[0088] [화학식 2]



[0089]

[0090] 여기서, X는, O이며, A1 내지 A5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택되며, B1 내지 B5는, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 수소, 할로젠, 니트로기, 시아노기, 카르복실기, 하이드록실기, C1 내지 C10의 알킬기, C2 내지 C10의 알케닐기, C1 내지 C10의 알콕실기 및 C1 내지 C10의 하이드록시알킬기에서 선택된다.

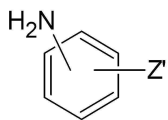
[0091] [화학식 3]

[0092] Ar-NH_3

[0093] Ar은, 하나 이상의 벤젠 고리를 포함하는 방향족 고리기이며, 상기 방향족 고리기는, -OH, -NO₂, -COOH, -R-COOH 및 -R-OH (R은, C1 내지 C10의 알킬렌) 중 적어도 하나 이상의 치환기(Z')로 치환된다.

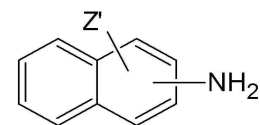
[0094] 예를 들어, 상기 화학식 3은, 하기의 화학식에서 선택될 수 있다.

[0095] (b-1)



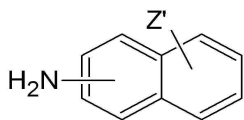
[0096]

[0097] (b-2)



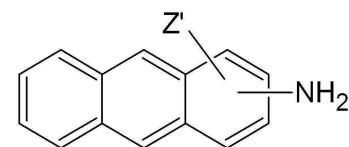
[0098]

[0099] (b-3)



[0100]

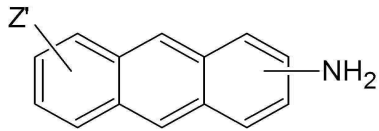
[0101] (b-4)



[0102]

[0103]

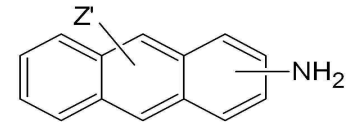
(b-5)



[0104]

[0105]

(b-6)



[0106]

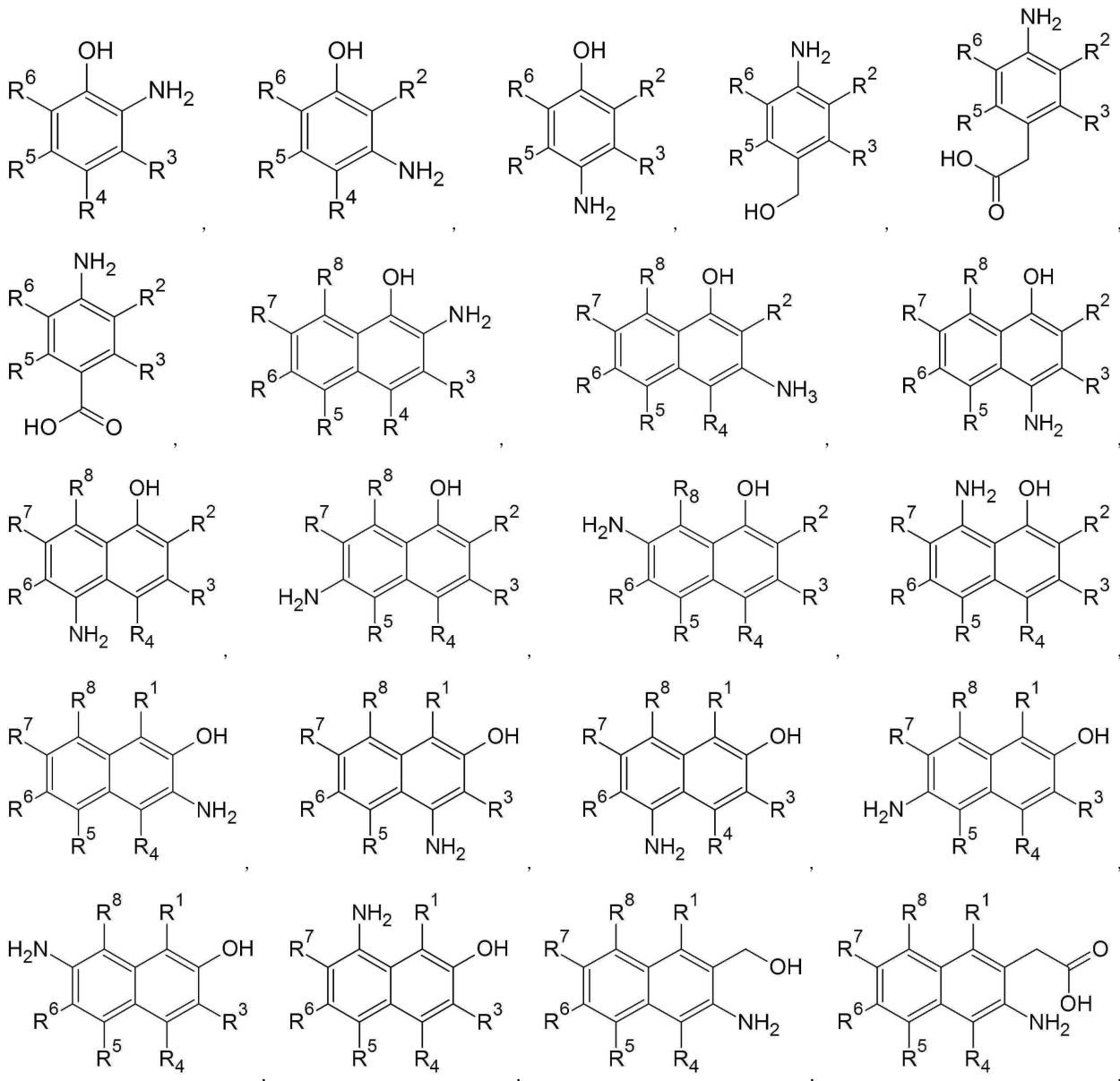
[0107]

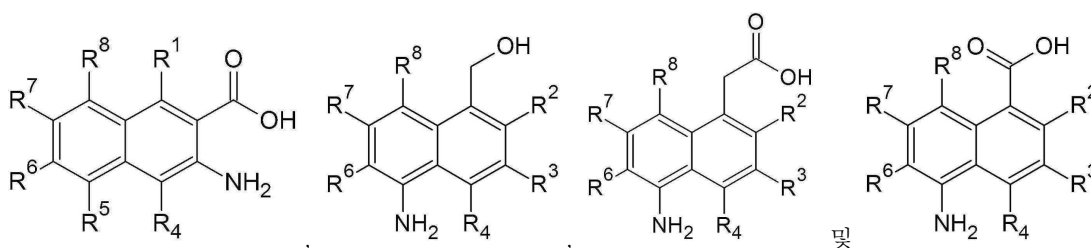
여기서, Z'는, 음이온성 치환기이며, Z'가 치환되지 않은 방향족 탄소는, 각각, 수소, 할로젠, C1 내지 C10의 알콕실기, C1 내지 C10의 알킬기 및 C2 내지 C10의 알케닐기 중 적어도 하나 이상의 치환기와 결합될 수 있다.

[0108]

예를 들어, 상기 화학식 3은, 하기에서 선택될 수 있다.

[0109]





[0110] 여기서, R1 내지 R8은, 서로 동일하거나 또는 상이하고, 각각, 수소, 할로젠, C1 내지 C10의 알콕실기, C1 내지 C10의 알킬기 및 C2 내지 C10의 알케닐기에서 선택된다.

[0111] 예를 들어, 상기 아세트산염은, 금속 아세트산염이며, 예를 들어, 아세트산나트륨, 아세트산칼륨, 아세트산칼슘 등일 수 있다.

[0112] 예를 들어, 상기 용매는, 디클로로메탄, 클로로포름, N,N-디메틸폼아마이드(DMF), 톨루엔, 메탄올, 에탄올, 이소프로필알콜, 부탄올, 물 및 테트라하이드로퓨란(THF)으로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0113] 예를 들어, 반응 혼합물을 환류하여 베테인계 염료 화합물을 합성하는 단계는, 반응 혼합물의 환류되는 온도에 서 실시될 수 있고, 예를 들어, 50 ℃ 내지 100 ℃; 또는 80 ℃ 내지 90 ℃에서 반응시간은 1 시간 이상; 1 시간 내지 72 시간; 또는 3시간 내지 15 시간 동안 교반하면서 반응을 진행할 수 있다. 반응 이후에 본 발명의 기술 분야에서 이용되는 통상적인 방법으로 여과 등의 분리, 추출, 재결정, 크로마토그래피 등의 정제, 건조 등을 이용하여 반응 생성물을 획득할 수 있다.

[0114] 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물을 포함하는 베테인계 염료 조성물에 관한 것이다. 본 발명의 일 예로, 상기 베테인계 염료 조성물은, 용매 변색성 및 감온 변색성을 갖는 것일 수 있다

[0115] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 베테인계 염료 조성물은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물; 및 용매; 를 포함할 수 있다.

[0116] 본 발명의 일 예로, 상기 용매는, 상기 베테인계 염료 화합물을 용해 및 분산할 수 있는 용매라면 제한 없이 적용될 수 있으며, 바람직하게는 베테인계 염료 화합물을 용해하고, 용매 변색성을 나타낼 수 있는 용매를 적용할 수 있다. 예를 들어, 상기 용매는, 물, 아세톤 (Acetone), 벤질알콜, 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, n-프로판올, n-부탄올, tert-부탄올, 아세토니트릴 (Acetonitrile), 에테르, 엔-메틸-2-피롤리돈 (NMP, N-methyl-2-pyrrolidone), 디메틸폼아미드 (Dimethylformamide, DMF), 디메틸아세트아미드 (DMAc, dimethylacetamide), 자일렌 (Xylene), 벤젠 (Benzene), 클로로폼 (CHCl₃), 톨루엔 (Toluene), 테트라하이드로퓨란 (THF), 글리세린 (Glycerin), 에틸렌 글리콜 (Ethylene glycol), 디메틸피롤리돈 (Dimethylpyrrolidone), 사이클로헥산 (Hexane) 및 디메틸술폭사이드 (Dimethyl sulphoxide)로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0117] 본 발명의 일 예로, 상기 염료 조성물은, -20 ℃ 이상; -5 ℃ 이상; 10 ℃ 내지 150 ℃; 10 ℃ 내지 100 ℃; 10 ℃ 내지 90 ℃; 또는 20 ℃ 내지 50 ℃; 에서 동일거나 또는 상이한 감온 변색성을 나타낼 수 있다.

[0118] 본 발명의 일 예로, 상기 염료 조성물의 용매 변색성 및 감온 변색성에 따른 발색 범위(예를 들어, 컬러 등), 발색 강도, 변색 온도, 변색 온도 범위, 변색 가능한 용매 등은, 본 발명의 베테인계 염료 화합물의 구조 (치환기의 위치, 종류 등), 염료 조성물의 용매, 농도, 첨가제(예를 들어, 염료 등) 등에 의해서 조절할 수 있다.

[0119] 본 발명의 일 예로, 상기 염료 조성물은, 액체 형태, 고체 형태, 또는 이 둘의 형태의 혼합물일 수 있고, 바람직하게는 액체 형태의 혼합물일 수 있다.

[0120] 본 발명의 일 예로, 상기 베테인계 염료 화합물은, 1 X 10⁻⁵ M(몰) 이상; 또는 1 X 10⁻⁴ M(몰) 이상의 농도로 포함될 수 있다.

[0121] 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물을 이용한 염색 방법에 관한 것이다. 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 염색 방법은, 용매 및 온도에 의한 변색성을 조절하여 염료 대상, 적용 분야 등에 따라 적절한 발색과 변색성을 갖는 제품을 용이하게 제공할 수 있다.

[0122] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 염색 방법은, 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물을 이용하여 기재를 염색 및 날염하는 단계; 를 포함할 수 있다.

- [0123] 예를 들어, 상기 염색 및 날염하는 단계는, -20 ℃ 이상; -5 ℃ 이상; 10 ℃ 내지 150 ℃; 10 ℃ 내지 100 ℃; 10 ℃ 내지 90 ℃; 20 ℃ 내지 50 ℃; 또는 20 ℃ 내지 30 ℃에서 실시될 수 있다.
- [0124] 예를 들어, 상기 기재는, 염색 및 날염 가능한 기재라면 제한 없이 적용될 수 있으며, 예를 들어, 섬유; 목재; 셀룰로오스 종이; 직물; 및 금속, 폴리머 수지 또는 유리의 분말, 시트, 필름 또는 비즈; 로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있으나, 이에 제한하는 것은 아니다.
- [0125] 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 본 발명에 의한 베테인계 염료 조성물을 포함하는 제품에 관한 것이다.
- [0126] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제품은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물이 코팅된 기재, 염색 및 날염된 기재, 함침된 기재, 염료 화합물 또는 염료 조성물과 함께 성형된 기재, 및 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물과 혼합된 액체, 고체 또는 이 둘을 포함하는 제형으로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.
- [0127] 본 발명의 일 예로, 상기 기재는, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물이 적용 가능한 것이라면 제한 없이 사용될 수 있고, 예를 들어, 다공성 또는 비다공성일 수 있고, 섬유; 목재; 셀룰로오스 종이; 직물; 및 금속, 폴리머 수지 또는 유리의 분말, 시트, 필름 또는 비즈; 로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다. 상기 기재는, 본 발명의 기술 분야에서 적용되는 염색, 코팅, 함침 또는 성형 방법을 적용하여 염색, 코팅, 함침 또는 성형될 수 있고, 본 명세서에서 구체적으로 언급하지 않는다. 예를 들어, 상기 성형 방법은, 본 발명의 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물과 성형 대상을 혼합한 이후에 성형하거나 또는 성형 대상의 사출 성형 시 함께 투입하여 성형할 수 있다.
- [0128] 본 발명의 일 예로, 상기 섬유는, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물이 적용 가능한 것이라면 제한 없이 사용될 수 있고, 예를 들어, 우레탄 섬유, 폴리프로필렌 섬유, 폴리에스테르 섬유, 폴리아릴렌 설파이드 섬유, 폴리에틸렌 섬유, 폴리아마이드 섬유, 폴리락트산 섬유 등의 합성 섬유; 면, 마뮈, 레이온 등의 식물섬유, 견, 양모 등의 동물섬유, 아스베스토스 등의 광물섬유 등을 포함하는 천연 섬유; 및 유리 섬유; 등일 수 있으나, 이에 제한하는 것은 아니다.
- [0129] 본 발명의 일 예로, 상기 직물은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물이 적용 가능한 것이라면 제한 없이 사용될 수 있고, 예를 들어, 평직, 사문직, 수자직 등일 수 있고, 구체적으로, 데님, 드릴, 개버딘, 트윌, 트리코틴, 서지, 프레스코 오간디, 태프트, 머슬린, 새틴, 다마스크, 애틀라스 등일 수 있고, 상기 직물은 편직물을 더 포함하고, 상기 편직물은, 편편 조직, 고무편 조직, 양면편 조직, 트리모 조직, 라셀 조직 및 밀라니즈 조직 등일 수 있으나, 이에 제한하는 것은 아니다.
- [0130] 본 발명의 일 예로, 상기 금속은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물이 적용 가능한 것이라면 제한 없이 사용될 수 있고, 예를 들어, 철, 코발트, 몰리브데늄, 니오브, 구리, 탄탈륨, 은, 니켈, 알루미늄, 주석, 아연, 티타늄, 텅스텐, 철 함유 합금, 코발트 함유 합금, 몰리브데늄 함유 합금, 니오브 함유 합금, 구리 함유 합금, 탄탈륨 함유 합금, 은 함유 합금, 니켈 함유 합금, 알루미늄 함유 합금, 주석 함유 합금, 아연 함유합금, 티타늄 함유 합금, 텅스텐 함유 합금 등일 수 있으나, 이에 제한하는 것은 아니다.
- [0131] 본 발명의 일 예로, 상기 폴리머 수지는, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 베테인계 염료 조성물이 적용 가능한 것이라면 제한 없이 사용될 수 있고, 예를 들어, 셀룰로오스계 수지, 실리콘 수지, 에폭시 수지, 아크릴 수지, 우레탄 수지, 염화비닐 수지, 나일론 수지, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, ABS수지, PET 수지, 폴리아세탈, 폴리염화비닐, 폴리스틸렌, 폴리에틸렌, 폴리에스테르 수지, 폴리아미드 수지, 폴리이미드 수지, 폴리카보네이트 수지, 테프론 수지, 폴리스틸렌 수지 등일 수 있으나, 이에 제한하는 것은 아니다.
- [0132] 본 발명의 일 예로, 상기 제품은, 운동복, 운동화, 등산복, 등산화, 장갑, 마스크, 모자, 헬멧, 방독면, 방역복, 소방의류 등의 의류, 제약, 코스메틱, 센서, 반도체, 리튬전지, 태양전지, 보일러, 핸드폰, 노트북, PC, 냉장고, 에어컨, 온열기, 전기장판, 전자레인지 등의 전자제품, 가스레인지, 가스오븐, 주전자, 수저, 식기 등의 주방제품, 침대, 옷장 등의 가구, 목걸이 등의 악세서리, 잉크, 페인트, 물감, 염색제, 등에 사용되는 염료, 단열시트, 벽지, 창문 등의 인테리어 또는 건축 자재, 백열 또는 led 전구, 스탠드 등의 조명장치 또는 기구, 온도계, 주사기, 청진기, 진단키트 또는 패치, 환자복 등의 의료용 장비 및 의류 등에 적용될 수 있으나, 이에 제한하는 것은 아니다.
- [0133] 예를 들어, 상기 제형은, 분말, 고형, 현탁액(suspension), 에멀전, 크림, 연고, 젤, 액상의 제형 등이며, 예를

들어, 잉크, 페인트, 지시약, 염색제 등일 수 있으나, 이에 제한하는 것은 아니다.

[0134] 본 발명은, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물 또는 본 발명에 의한 베테인계 조성물을 포함하는 감온 센서에 관한 것이다.

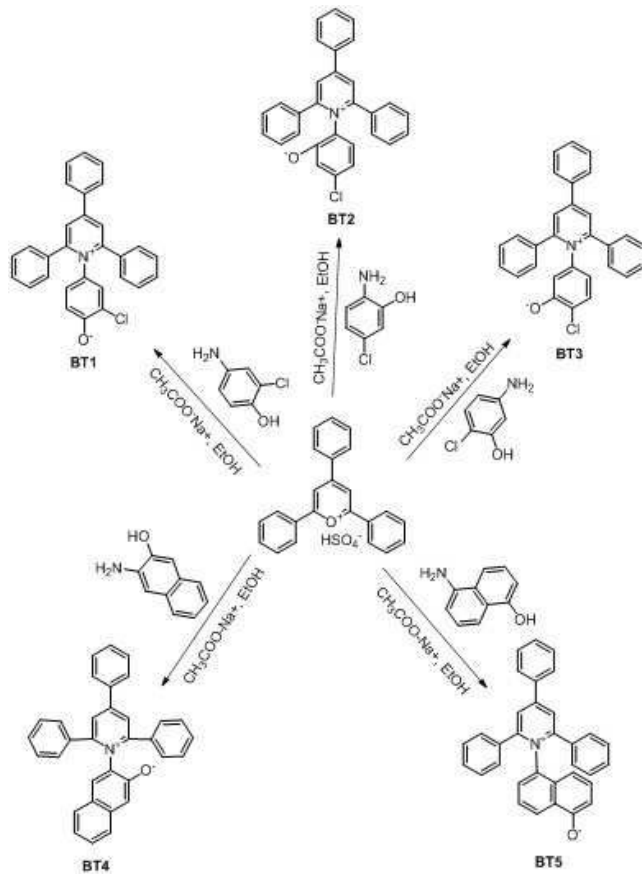
[0135] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 감온 센서는, 온도 변화를 변색 및/또는 변색 강도 등으로 감지할 수 있다.

[0136] 본 발명의 일 예로, 상기 베테인계 염료 화합물 또는 상기 베테인계 염료 조성물은, 파우더, 겔, 에멀전, 또는 액상, 또는 성형품으로 적용되거나, 또는 분석 칩, 전기회로, 섬유, 필름, 고분자 필름, 유리기판, 등과 같은 지지체 상에 코팅 또는 함침되어 상기 감온 센서에 적용할 수 있다. 상기 감온 센서는 상기 베테인계 염료 화합물 또는 상기 베테인계 염료 조성물의 색변화를 전기적 또는 광학적으로 감지 및 측정하여 정성 및/또는 정량 분석할 수 있다. 상기 감온 센서는 본 발명의 범위를 벗어나지 않는다면, 통상적으로 사용되는 분석장비가 더 장착될 수 있고, 본 출원서에서는 구체적으로 언급하지 않는다.

[0137] 본 발명의 바람직한 실시예를 참조하여 설명하지만, 본 발명은 이에 한정되는 것이 아니고, 하기의 특허 청구의 범위, 발명의 상세한 설명 및 첨부된 도면에 기재된 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있다.

[0138] 실시예

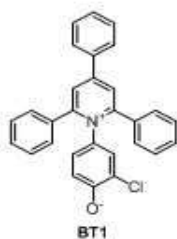
[0139] [스킴 1]



[0140]

[0141] 제조예 1

[0143] 2-chloro-4-(2,4,6-triphenylpyridin-1-ium-1-yl)phenolate (BT1)



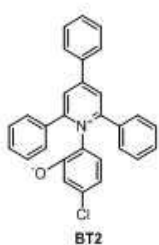
[0143]

[0144] 스킴 1에 따라, 2,4,6-트리페닐피릴리움 하이드로젠 설페이트(2,4,6-Triphenylpyrylium hydrogen sulfate, "Chadwick TC.Gravimetric determination of gold and platinum using 2,4,6-triphenylpyrylium chloride. Anal Chem 1974;46:1326-8"을 참조하여 합성함, 2 mmol), 아미노페놀 유도체 (aminophenol 2 mmol), 무수 소듐 아세테이트(anhydrous sodium acetate, 6 mmol) 및 에탄올 (5 mL)을 혼합한 이후에 3 시간 동안 환류하여 냉각하였다. 냉각된 반응물에 5 % 소듐 하이드록사이드 수용액을 첨가하고 5 분 동안 교반한 이후에 100 ml의 물을 가하였다. 다음으로, DCM (2 x 50 ml)으로 추출하였다. 수득한 유기물층은 Na₂SO₄로 수분을 제거한 이후에 감압에서 용매를 제거하였다. 수득한 붉은 색 결정은 에탄올 수용액에서 재결정한 이후에 24 시간 동안 진공에서 P₂O₅로 건조하여 mp 205-207 °C이고, 90 % (0.779 g)의 수율로 염료 화합물을 수득하였다.

[0145] ¹H NMR (600 MHz, DMSO-d₆): d 8.48 (s, 2H), 8.24-8.32 (m, 2H), 7.60-7.69 (m, 3H), 7.37-7.49(m,10H), 6.90(d, J₄2.6Hz,1H), 6.54-6.60(m,1H), 5.84 (d, J₄ 8.8,1H) ppm; ¹³C NMR (150 MHz, DMSO-d₆): d 157.1, 153.9, 134.0, 133.6, 129.6, 129.5, 129.4, 128.5, 128.0, 127.5, 125.1, 121.4, 117.7. IR v max in cm⁻¹:3020,1619,1575,1492,1214,745,668;ESI-MS(Massspectrometry:433[M]⁺.

[0146] 제조예 2

[0147] 5-chloro-2-(2,4,6-triphenylpyridin-1-ium-1-yl)phenolate(BT2)

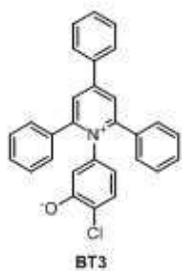


[0148]

[0149] 스킴 1에 나타낸 아미노페놀 유도체를 이용하고 제조예 1과 동일한 방법으로 mp 201-203 °C이고 87.5% (0.757 g) 수율의 염료 화합물을 수득하였다.

[0150] ¹H NMR (600 MHz, DMSO-d₆): d 8.42 (s, 2H), 8.23-8.27 (m, 2H), 7.56-7.67 (m, 7H), 7.33-7.42 (m,6H), 6.68 (d, J₄8.2 Hz,1H), 5.86-5.89(m,1H), 5.52(d, J₄8.2,1H) ppm; ¹³C NMR (150 MHz, DMSO-d₆): d 158.1, 154.7, 135.0, 134.3, 134.2, 132.4, 130.2, 130.0, 129.8, 129.4, 129.1, 128.4, 128.1, 125.6, 120.0 ppm; IR v max in cm⁻¹:3020,1619,1587,1555,1483,1214,745,668;ESI-MS:433[M]⁺.

[0151] 제조예 3



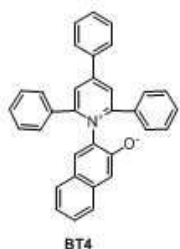
[0152]
[0153] 2-chloro-5-(2,4,6-triphenylpyridin-1-ium-1-yl)phenolate(BT3)

[0154] 스킴 1에 나타낸 아미노페놀 유도체를 이용하고, 제조예 1과 동일한 방법으로, mp 199-201 °C이고 91.5% (0.792 g) 수율의 염료 화합물을 수득하였다.

[0155] ¹H NMR (600 MHz, DMSO-d₆): d 8.48 (s, 2H), 8.26-8.32 (m, 2H), 7.52-7.70 (m, 7H), 7.37-7.46 (m, 6H), 6.65 (d, J_¼8.1 Hz, 1H), 6.02-6.10 (m, 1H), 5.84 (d, J_¼8.1, 1H) ppm; ¹³C NMR (150 MHz, DMSO-d₆): d 156.4, 155.0, 138.6, 134.0, 132.6, 130.2, 130.0, 129.9, 129.2, 128.3, 127.8, 125.7, 119.2 ppm; IR v max in cm⁻¹ (KBr): 3020, 1618, 1598, 1578, 1480, 1412, 1214, 749, 667; ESI-MS: 433[M+H]⁺.

[0156] 제조예 4

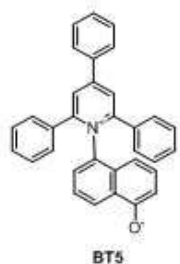
[0157] 3-(2,4,6-triphenylpyridin-1-ium-1-yl)naphthalen-2-olate (BT4)



[0158]
[0159] 스킴 1에 나타낸 아미노나프톨 유도체(Aminonaphthol, 2 mmol)를 이용하고, 제조예 1과 동일한 방법으로 mp 191-194 °C이고 86.5% (0.776 g) 수율의 염료 화합물을 수득하였다.

[0160] ¹H NMR (600 MHz, DMSO-d₆): d 8.45 (s, 2H), 8.33 (s, 2H), 8.26-8.31 (m, 2H), 7.62-7.73 (m, 6H), 7.24-7.31 (m, 6H), 7.10 (d, J_¼7.9 Hz, 1H), 7.02 (d, J_¼8.2 Hz, 1H), 6.92 (t, J_¼7.4 Hz, 1H), 6.59 (t, J_¼7.4 Hz, 1H), 6.18 (s, 1H) ppm; ¹³C NMR (150 MHz, DMSO-d₆): d 157.2, 154.5, 134.3, 134.1, 132.4, 130.2, 130.0, 129.6, 129.1, 128.1, 125.5, 124.1, 110.5 ppm; IR v max in cm⁻¹: 3020, 1619, 1554, 1469, 1214, 745, 668; ESI-MS: 449[M]⁺.

[0161] 제조예 5 5-(2,4,6-triphenylpyridin-1-ium-1-yl)naphthalen-1-olate (BT5)



[0162]
[0163] 스킴 1에 나타낸 아미노나프톨 유도체(Aminonaphthol, 2 mmol)를 이용하고, 제조예 1과 동일한 방법으로 mp 196-198 °C이고 82.5% (0.74 g) 수율의 염료 화합물을 수득하였다.

[0164] ^1H NMR (600 MHz, DMSO- d_6): δ 8.67(s, 2H), 8.36-8.41(m, 2H), 8.03(d, $J_{\text{H}}=8.2\text{ Hz}$, 1H), 7.65-7.73 (m, 3H), 7.61 (d, $J_{\text{H}}=7.1\text{ Hz}$, 1H), 7.36-7.42 (m, 4H), 7.16-7.28 (m, 7H), 7.08 (t, $J_{\text{H}}=8.2\text{ Hz}$, 1H), 6.24 (d, $J_{\text{H}}=6.5\text{ Hz}$, 1H), 6.00(d, $J_{\text{H}}=6.5\text{ Hz}$, 1H)ppm; ^{13}C NMR(150MHz, DMSO- d_6): δ 156.9, 155.7, 133.7, 133.5, 132.7, 132.5, 130.6, 130.4, 129.9, 129.6, 129.0, 127.5, 126.8, 125.6, 119.0, 109.6 ppm; IR ν_{max} in cm^{-1} : 3021, 1618, 1544, 1214, 745, 668; ESI-MS: 449[M+H].

[0165] 실험예 1

[0166] 제조예 1 내지 5에서 제조된 염료 화합물은, 각각, ACN, DMF, 자일렌 (Xylene), 벤젠 (Benzene), 에탄올 (EtOH), 클로로폼 (CHCl_3), 톨루엔 (Toluene) 및 THF 용매에 첨가하여 $1 \times 10^{-4}\text{ M}$ 및 $1 \times 10^{-3}\text{ M}$ 농도의 염료 용액을 제조하였다. 상기 염료 용액은, 각각 $-20\text{ }^\circ\text{C}$, $20\text{ }^\circ\text{C}$ 및 $60\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 용매별 감온 변색 특성을 관찰하여 도 1 내지 도 2에 나타내었다.

[0167] 도 1 및 도 2를 살펴보면, 농도가 높을 수록 변색 강도가 증가되는 것을 확인할 수 있고, 매우 다양한 용매에서 감온 변색 특성을 나타낼 뿐만 아니라, 용매에 따라 다양한 색으로 변색되는 것을 확인할 수 있다. 즉, 본 발명에 의한 베테인계 염료 화합물은, 용매 변색 효과와 감온 변색 효과가 동시에 나타낼 수 있다. 또한, 용매 및 온도를 다르게 적용함에 따라 거의 모든 색상 범위를 나타낼 수 있다. 또한, BT1은 톨루엔 (Toluene), 자일렌 (Xylene)에 녹지 않고, BT3는 THF, 벤젠 (Benzene), 자일렌 (Xylene)에 녹지 않고, BT5는 톨루엔 (Toluene), 벤젠 (Benzene), 자일렌 (Xylene)에 녹지 않아 감온 변색 특성이 확인되지 않았다.

[0168] 실험예 2

[0169] BT2, BT3 및 BT4 클로로폼 용액 ($1 \times 10^{-3}\text{ M}$)에 대한 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 내지 $50\text{ }^\circ\text{C}$ 온도에서 감온 변색 특성을 UV-Vis 흡수 스펙트럼(UV-Vis absorption spectrometry)을 측정하여 분석하였고, 그 결과는 도 3 내지 5에 나타내었다.

[0170] 도 3은, BT2 클로로폼 용액 ($1 \times 10^{-3}\text{ M}$)의 감온 변색 및 UV-Vis 흡수 스펙트럼을 나타낸 것이다. 도 3에서 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 다홍색이고, 상온으로 온도가 증가할수록 보라색으로 변색되는 것을 확인할 수 있다.

[0171] 도 4는, BT3 클로로폼 용액 ($1 \times 10^{-3}\text{ M}$)의 감온 변색 및 UV-Vis 흡수 스펙트럼을 나타낸 것이다. 도 4에서 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 에서는 다홍색이고, 상온에서는 군청색이고, $50\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 초록색으로 변색되는 것을 확인할 수 있다.

[0172] 도 5는, BT4 클로로폼 용액($1 \times 10^{-3}\text{ M}$)의 감온 변색 및 UV-Vis 흡수 스펙트럼을 나타낸 것이다. 도 5에서 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 에서는 회색이고, 상온에서는 초록색으로 변색되는 것을 확인할 수 있다.

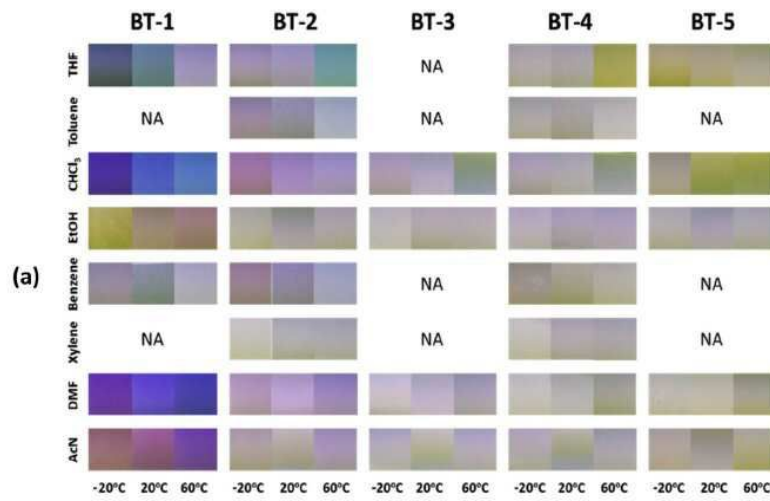
[0173] 본 발명은, 치환기의 위치 및 치환기의 종류가 서로 다른 아미노페놀 또는 아미노나프톨을 도입하여 감온변색 등과 같은 서로 다른 변색 특성을 갖는 신규한 베테인계 염료 화합물을 제조하였고, 상기 베테인계 염료 화합물은, 용매 변색성 및 감온 변색성을 동시에 나타내므로, 이의 활용 범위를 확대할 수 있다.

[0174]

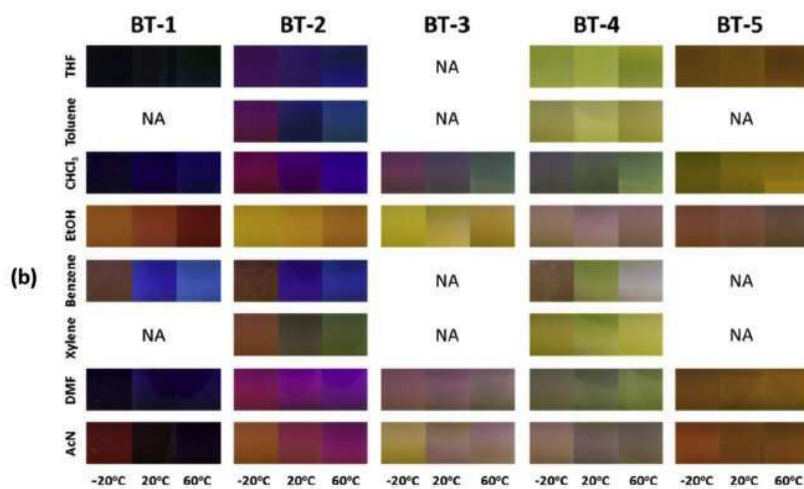
[0176]

도면

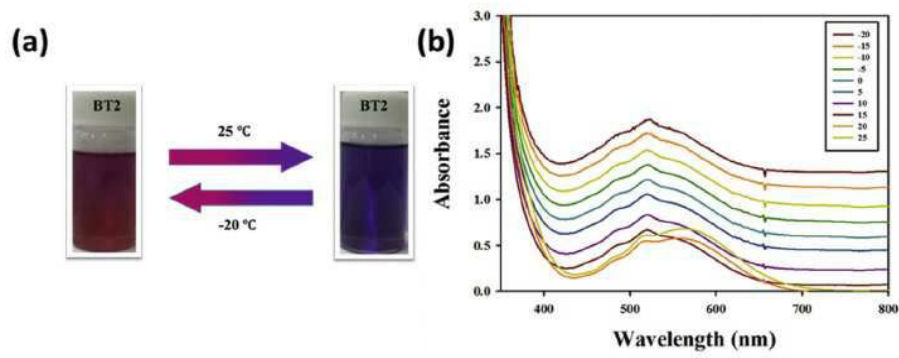
도면1



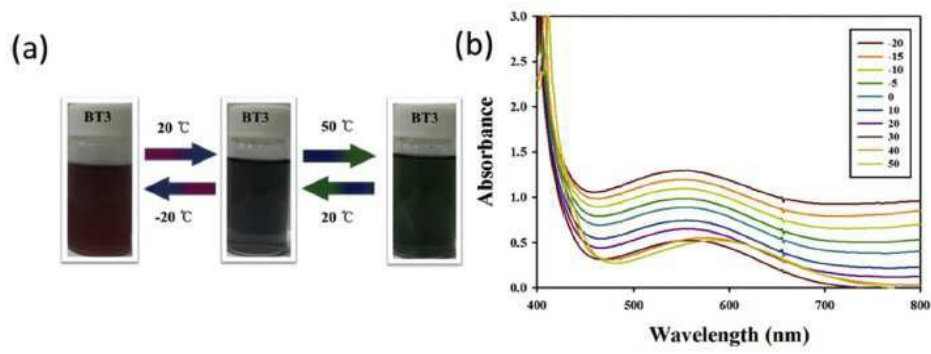
도면2



도면3



도면4



도면5

