



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0112124
(43) 공개일자 2020년10월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09B 1/50 (2006.01) C09B 1/16 (2006.01)
C09B 29/033 (2006.01) D06P 1/24 (2006.01)
D06P 3/26 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C09B 1/50 (2013.01)
C09B 1/16 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0032094
(22) 출원일자 2019년03월21일
심사청구일자 2019년03월21일

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
손영아
대전광역시 유성구 지족로 343 반석마을아파트
211-2201
라주 펜탈라
대전광역시 유성구 대학로 99 바이오응용화학연구
소
(74) 대리인
특허법인 플러스

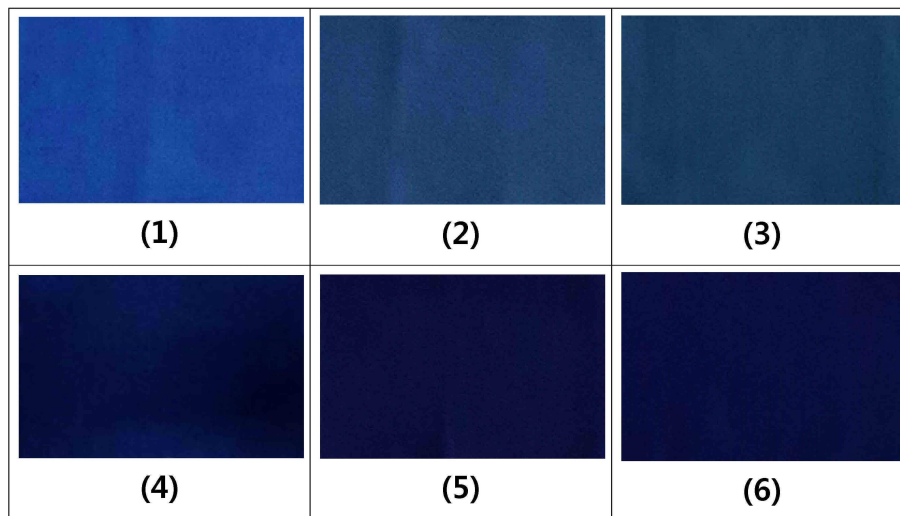
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 초임계 유체 염색용 분산 염료 및 이를 이용한 나일론 섬유의 초임계 유체 염색 방법

(57) 요약

본 발명은 신규한 초임계 유체 염색용 염료 및 이를 이용한 나일론 섬유의 초임계 유체 염색 방법에 관한 것으로, 상기 초임계 유체 염색용 염료는 특정 구조의 안트라퀴논 염료 또는 아자 염료로, 청색 계열의 소수성 분산 염료로 사용가능하며, 초임계 유체에 대하여 우수한 용해도를 가지고 있고 상업적으로 수용가능하고 실제적으로 만족스러운 색상 균일성을 나타내고 있어 초임계 유체 염색의 분산염료로 사용 가능하다.

대표도 - 도3



(52) CPC특허분류

C09B 29/0085 (2013.01)

D06P 1/24 (2013.01)

D06P 3/26 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	10078334
부처명	산업통상자원부
과제관리(전문)기관명	한국산업기술평가관리원
연구사업명	소재부품산업전문기술개발사업
연구과제명	초임계 유체 염색용 염료 및 최적 공정기술 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	엠도흐멘코리아(주)
연구기간	2018.01.01 ~ 2021.12.31

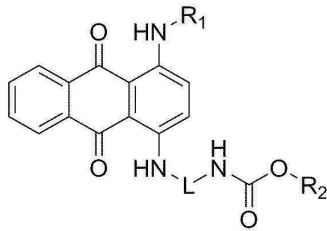
명세서

청구범위

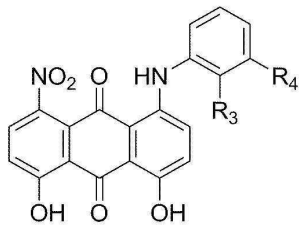
청구항 1

하기 화학식 1 또는 2로 표시되는 초임계 유체 염색용 안트라퀴논 염료:

[화학식 1]



[화학식 2]



(상기 화학식 1 및 2에서,

R₁ 및 R₂는 각각 독립적으로 C1-C10알킬이고;

L은 C1-C10알킬렌이고;

R₃ 및 R₄ 중 하나는 수소이고, 다른 하나는 C1-C10알킬이다.)

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 R₁ 및 R₂는 각각 독립적으로 C1-C7알킬이고;

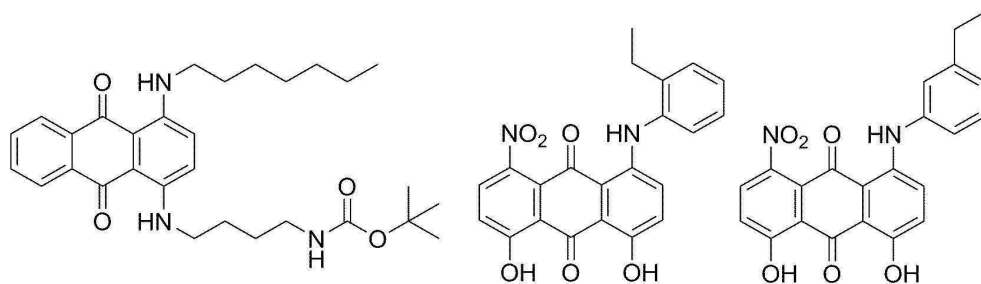
L은 C2-C5알킬렌이고;

R₃ 및 R₄ 중 하나는 수소이고, 다른 하나는 C1-C7알킬인, 초임계 유체 염색용 안트라퀴논 염료.

청구항 3

제 1항에 있어서,

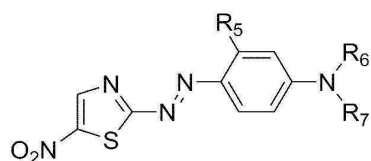
상기 초임계 유체 염색용 안트라퀴논 염료는 하기 구조로부터 선택되는 어느 하나인, 초임계 유체 염색용 안트라퀴논 염료:



청구항 4

하기 화학식 3으로 표시되는 초임계 유체 염색용 아자 염료:

[화학식 3]



(상기 화학식 3에서,

R₅는 수소 또는 C1-C10알킬이고;

R₆ 및 R₇은 각각 독립적으로 C1-C10알킬 또는 하이드록시C1-C10알킬이다.)

청구항 5

제 4항에 있어서,

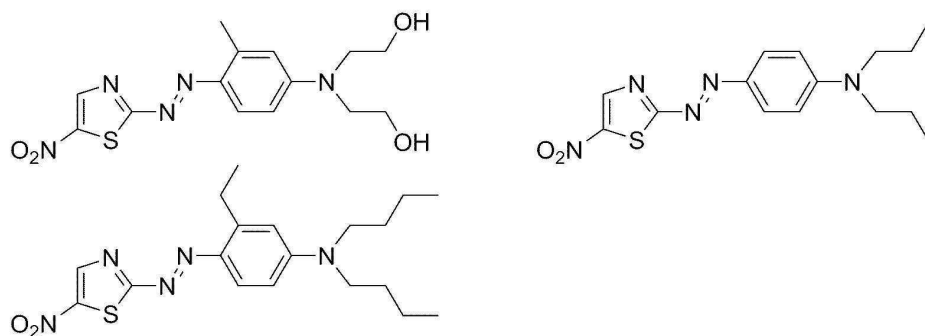
상기 R₅는 수소 또는 C1-C7알킬이고;

R₆ 및 R₇은 각각 독립적으로 C1-C7알킬 또는 하이드록시C1-C7알킬인, 초임계 유체 염색용 아자 염료.

청구항 6

제 4항에 있어서,

상기 초임계 유체 염색용 아자 염료는 하기 구조로부터 선택되는 어느 하나인, 초임계 유체 염색용 아자 염료:



청구항 7

제 1항의 초임계 유체 염색용 안트라퀴논 염료 또는 제 4항의 초임계 유체 염색용 아자 염료를 이용하여 나일론 섬유를 초임계 유체 염색하는 방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 초임계 유체는 초임계 이산화탄소인, 방법.

청구항 9

제 7항에 있어서,

상기 초임계 유체 염색시 염색 온도는 80 내지 150℃이고, 염색 압력은 5 내지 50 MPa인, 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 신규한 초임계 유체 염색용 분산 염료 및 이를 이용한 나일론 섬유의 초임계 유체 염색 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 섬유 산업에서의 염색 공정은 습식 공정의 염색 방법에 의해 주로 이루어지고 있다. 섬유의 염색을 위하여 다량의 물의 사용이 요구되고 있으며, 또한 물에 대한 염료의 용해도를 향상시키기 위하여 분산제, 계면활성제 등과 같은 화학첨가물을 필요로 한다.

[0003] 그러나, 이러한 습식 염색 방법은 엄청난 양의 폐수를 배출하고, 배출된 폐수를 정화하기 위한 별도의 후처리 공정을 필요로 하기 때문에 환경적인 문제와 함께 경제적인 문제점을 가진다.

[0004] 이에, 환경오염에 대한 인식의 향상과 규제의 강화로 인해 염색 폐수 처리에 대한 기업의 부담이 가중되고 있어 염색 폐수 자체를 근본적으로 감소시킬 수 있는 새로운 청정염색공정 기술의 개발이 요구되고 있다.

[0005] 습식 공정의 문제점을 해결하고자 하는 많은 노력들이 다양한 접근방법으로 연구되고 있으며, 그 중 초임계 유체를 이용한 건식염색공정이 하나의 대안으로 연구되고 있다.

[0006] 최근 나이키, 아디다스와 같은 글로벌 브랜드들이 초임계 유체 염색을 이용한 의류 제품을 출시하면서 전 세계적으로 초임계 유체 염색에 대한 관심이 고조되고 있는 추세이다.

[0007] 1991년 Schollmeyer 등은 초임계 이산화탄소에 염료를 용해한 후 섬유를 염색하는 기술을 발표하였고, 2011년부터 초임계 유체 염색기 상용화에 성공한 네덜란드의 DyeCoo사와 염료 메이커인 독일의 Huntsman은 업무 제휴를 통해 초임계 유체를 이용한 섬유 염색용 염료 개발을 추진하여 100% PET 및 Spandex 혼방 섬유소재 염색이 가능한 상업용 분산염료를 개발하였으며, 이는 현재 물에서 염색하는 분산염료와는 다르게 계면활성제가 전혀 포함되지 않은 순수한 염료만으로 되어 있다.

[0008] 한편, 초임계 유체 염색용 염료는 Huntsman과 인도의 Colourtex사에서 일부 개발이 되어 제한적으로 공급되고 있으나, 국내에서는 초임계 유체 염색용 염료에 대한 개발이 거의 이루어지고 있지 않은 상황이다.

[0009] 따라서, 초임계 유체 염색 공정에 사용될 수 있는 다양한 염료의 개발이 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 미국특허 8,409,300

(특허문헌 0002) 미국특허 9,376,570

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명은 초임계 유체 염색에 염료로 사용 가능한 안트라퀴논 화합물을 제공한다.

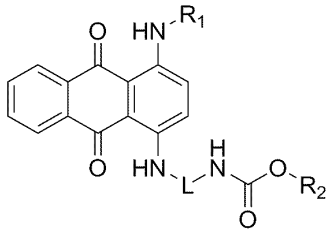
[0012] 본 발명은 초임계 유체 염색에 염료로 사용 가능한 아자 화합물을 제공한다.

[0013] 또한, 본 발명은 상기 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물을 염료로 이용하여 나일론 섬유를 초임계 유체 염색하는 방법을 제공한다.

과제의 해결 수단

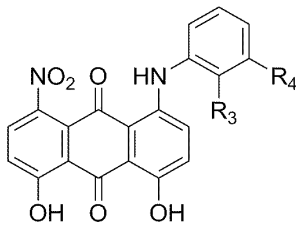
[0014] 본 발명은 초임계 유체 염색에 염료로 사용 가능한 안트라퀴논 화합물을 제공하는 것으로, 상기 안트라퀴논 화합물은 하기 화학식 1 또는 화학식 2로 표시될 수 있다:

[0015] [화학식 1]



[0016]

[0017] [화학식 2]



[0018]

[0019] (상기 화학식 1 및 2에서,

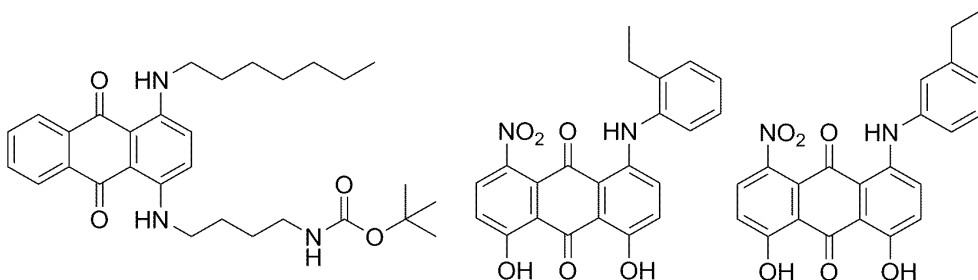
[0020] R₁ 및 R₂는 각각 독립적으로 C1-C10알킬이고;

[0021] L은 C1-C10알킬렌이고;

[0022] R₃ 및 R₄ 중 하나는 수소이고, 다른 하나는 C1-C10알킬이다.)

[0023] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 화학식 1 또는 2의 안트라퀴논 화합물은, 상기 R₁ 및 R₂는 각각 독립적으로 C1-C7알킬이고, L은 C2-C5알킬렌이고, R₃ 및 R₄ 중 하나는 수소이고, 다른 하나는 C1-C7알킬인 것일 수 있다.

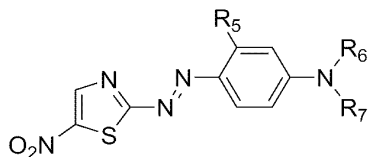
[0024] 본 발명의 일 실시예에 따른 안트라퀴논 화합물은, 하기 구조에서 선택되는 어느 하나일 수 있다.



[0025]

[0026] 또한, 본 발명은 초임계 유체 염색에 염료로 사용 가능한 아자 화합물을 제공하는 것으로, 상기 아자 화합물은 하기 화학식 3으로 표시될 수 있다:

[0027] [화학식 3]



[0028]

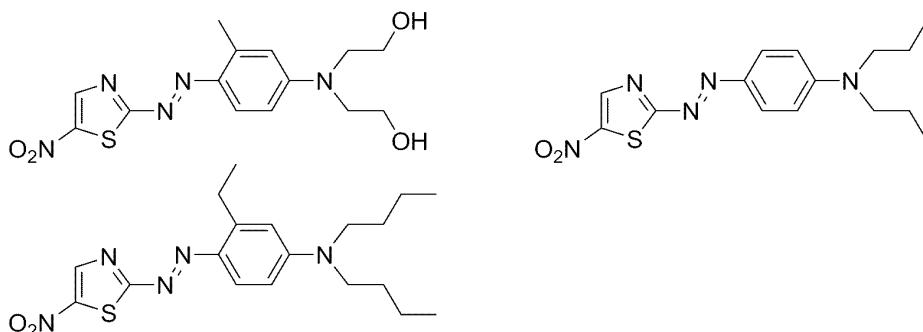
[0029] (상기 화학식 3에서,

[0030] R₅는 수소 또는 C1-C10알킬이고;

[0031] R₆ 및 R₇은 각각 독립적으로 C1-C10알킬 또는 하이드록시C1-C10알킬이다.)

[0032] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 화학식 3의 아자 화합물은, 상기 R₅는 수소 또는 C1-C7알킬이고, R₆ 및 R₇은 각각 독립적으로 C1-C7알킬 또는 하이드록시C1-C7알킬인 것일 수 있다.

[0033] 본 발명의 일 실시예에 따른 아자 화합물은, 하기 구조에서 선택되는 어느 하나일 수 있다.



[0034]

[0035] 또한, 본 발명은 상기 화학식 1 또는 2의 안트라퀴논 화합물 또는 화학식 3의 아자 화합물을 염료로 이용하여 나일론 섬유를 초임계 유체 염색하는 방법을 제공한다.

[0036] 본 발명의 일 실시예에 따른 나일론 섬유의 초임계 유체 염색 방법에 있어서, 상기 초임계 유체는 초임계 이산화탄소일 수 있다.

[0037] 본 발명의 일 실시예에 따른 나일론 섬유의 초임계 유체 염색 방법에 있어서, 상기 초임계 유체 염색시 염색 온도는 80 내지 150 °C이고, 염색 압력은 5 내지 50 MPa일 수 있다.

발명의 효과

[0038] 본 발명에 따른 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물은 청색 계열의 소수성 분산 염료로, 초임계 유체에 대하여 우수한 용해도를 가지고 있고 상업적으로 수용가능하고 실제로 만족스러운 색상 균일성을 나타내고 있어 초임계 유체 염색 공정의 소수성 분산 염료로 사용 가능하다.

[0039] 본 발명에 따른 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물의 용해도 특성과 더불어 빠른 확산 속도로 인하여, 분산 염료로서 상기 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물은 별도의 분산제 없이 초임계 유체에 직접 용해되며 나일론 섬유 상에 빠르게 침투 및 흡착되어 우수한 염색성과 견뢰도 특성을 가지는 초임계 유체 염색된 나일론 섬유를 얻을 수 있다.

[0040] 또한, 본 발명에 따른 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물을 분산 염료로 이용하여 나일론 섬유를 초임계 유체 염색하는 경우 염색 용매로 초임계 유체, 특히 초임계 이산화탄소를 사용하고 있어 종래 습식 염색 공정과는 달리 물과 분산제를 전혀 사용하지 않는다. 따라서, 기존의 습식 염색공정에서 필수적인 폐수 처리 과정 및 건조 과정을 생략할 수 있는 장점이 있다.

[0041] 또한, 염색 후 염착되지 않고 초임계 유체에 용해되어 있는 안트라퀴논 염료 또는 아자 염료의 회수와 재활용이 가능하고, 사용된 이산화탄소도 재순환공정 설계에 의해 재활용이 가능하므로 환경친화적이다.

[0042] 따라서 본 발명에 따른 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물을 분산 염료로 이용한 나일론 섬유의 초임계 유체

염색 방법은 환경친화적 일뿐만 아니라, 생산가격을 절감할 수 있어 경제적이다.

도면의 간단한 설명

[0043] 도 1은 안트라퀴논 화합물 1 내지 3의 흡수 스펙트럼이다.

도 2는 아자 화합물 4 내지 6의 흡수 스펙트럼이다.

도 3은 초임계 염색된 나일론 직물의 사진(초임계 염색 조건 : 염료 농도 2%, 염색 압력 25 MPa, 염색 온도 120 ℃, 염색 시간 1시간)이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

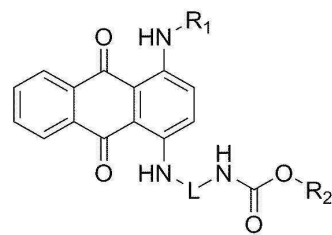
[0044] 이하, 본 발명에 대하여 보다 구체적으로 설명한다. 이 때 사용되는 기술 용어 및 과학 용어에 있어서 다른 정의가 없다면, 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 가지며, 하기의 설명에서 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있는 공지 기능 및 구성에 대한 설명은 생략한다.

[0045] 본 명세서에서의 용어, “알킬”은 탄소 및 수소 원자만으로 구성된 1가의 직쇄 또는 분쇄 포화 탄화수소 기를 의미하며, “알킬렌”은 직쇄 또는 분쇄 포화 탄화수소로부터 두 개의 수소 원자가 제거된 2가 기를 의미한다.

[0046] 본 발명의 일 양태는 초임계 유체 염색 공정의 소수성 분산 염료로 사용 가능한 특정 구조의 안트라퀴논 화합물을 제공한다. 본 발명에 따른 특정 구조의 안트라퀴논 화합물은 특정 위치에 특정 치환체가 도입된 구조로, 초임계 유체에 대하여 극대화된 용해도를 가질 뿐만 아니라 상업적으로 수용가능하고 실제로 만족스러운 색상 균일성과 견뢰도 특성을 나타낼 수 있어 나일론 섬유를 초임계 유체 염색하기 위한 분산 염료로서 사용 가능하다.

[0047] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 안트라퀴논 화합물은 하기 화학식 1로 표시될 수 있다:

[0048] [화학식 1]



[0049]

(상기 화학식 1에서,

[0050]

R₁ 및 R₂는 각각 독립적으로 C1-C10알킬이고;

[0051]

L은 C1-C10알킬렌이다.)

[0052]

초임계 유체에 대한 우수한 용해도를 가지기 위한 측면에서, 상기 화학식 1의 안트라퀴논 화합물은, 상기 R₁ 및 R₂는 각각 독립적으로 C1-C7알킬이고, L은 C2-C5알킬렌인 것일 수 있다.

[0053]

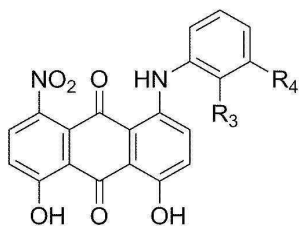
나일론 섬유의 초임계 유체 염색시 우수한 염색성 및 견뢰도 특성을 가지기 위한 측면에서, 상기 화학식 1의 안트라퀴논 화합물은, 바람직하게 상기 R₁은 C1-C7알킬이고, L은 C2-C4알킬렌이고, R₂는 C1-C4알킬인 것일 수 있다.

[0054]

본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 안트라퀴논 화합물은 하기 화학식 2로 표시될 수 있다:

[0055]

[0056] [화학식 2]



[0057]

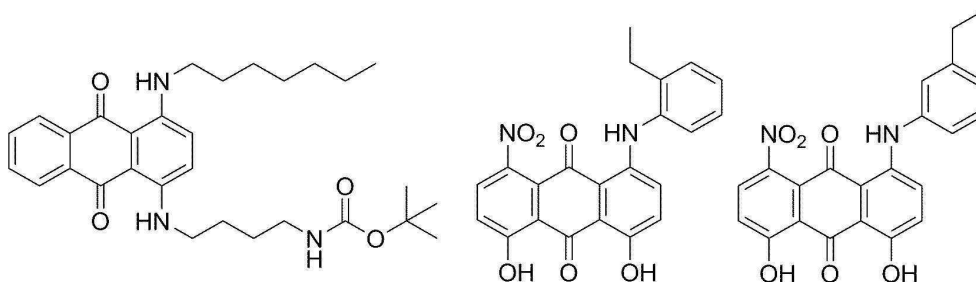
[0058] (상기 화학식 2에서,

[0059] R_3 및 R_4 중 하나는 수소이고, 다른 하나는 C1-C10알킬이다.)

[0060] 초임계 유체에 대한 우수한 용해도를 가지기 위한 측면에서, 상기 화학식 2의 안트라퀴논 화합물은, 상기 R_3 및 R_4 중 하나는 수소이고, 다른 하나는 C1-C7알킬인 것일 수 있다.

[0061] 나일론 섬유의 초임계 유체 염색시 우수한 염색성 및 견뢰도 특성을 가지기 위한 측면에서, 상기 화학식 2의 안트라퀴논 화합물은, 바람직하게 상기 R_3 는 C1-C4알킬이고, R_4 는 수소이거나, R_3 는 수소이고, R_4 는 C1-C4알킬인 것일 수 있다.

[0062] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 안트라퀴논 화합물은 보다 구체적으로 하기 구조에서 선택되는 어느 하나 일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.



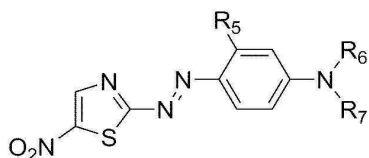
[0063]

[0064] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 안트라퀴논 화합물은 청색의 소수성 분산 염료로, 초임계 유체에 대한 용해도가 매우 우수하다.

[0065] 본 발명의 다른 양태는 초임계 유체 염색 공정의 소수성 분산 염료로 사용 가능한 특정 구조의 아자 화합물을 제공한다. 본 발명에 따른 특정 구조의 아자 화합물은 특정 위치에 특정 치환체가 도입된 구조로, 초임계 유체에 대하여 극대화된 용해도를 가질 뿐만 아니라 상업적으로 수용가능하고 실제로 만족스러운 색상 균일성과 견뢰도 특성을 나타낼 수 있어 나일론 섬유를 초임계 유체 염색하기 위한 분산 염료로서 사용 가능하다.

[0066] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 아자 화합물은 하기 화학식 3으로 표시될 수 있다:

[0067] [화학식 3]



[0068]

[0069] (상기 화학식 3에서,

[0070] R_5 는 수소 또는 C1-C10알킬이고;

[0071] R_6 및 R_7 는 각각 독립적으로 C1-C10알킬 또는 하이드록시C1-C10알킬이다.)

[0072] 초임계 유체에 대한 우수한 용해도를 가지기 위한 측면에서, 상기 화학식 3의 아자 화합물은, 상기 R_5 는 수소 또

는 C1-C7알킬이고, R₆ 및 R₇은 각각 독립적으로 C1-C7알킬 또는 하이드록시C1-C7알킬인 것일 수 있다.

[0073]

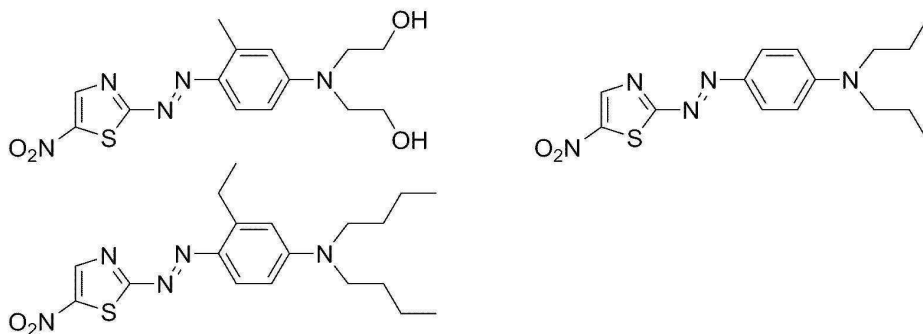
나일론 섬유의 초임계 유체 염색시 우수한 염색성을 가지기 위한 측면에서, 상기 화학식 3의 아자 화합물은, 바람직하게 상기 R₅는 수소 또는 C1-C4알킬이고, R₆ 및 R₇은 각각 독립적으로 C1-C4알킬인 것일 수 있다.

[0074]

또한, 상기 화학식 3의 아자 화합물은, 상기 R₅는 C1-C4알킬이고, R₆ 및 R₇은 각각 독립적으로 하이드록시C1-C4알킬인 것일 수 있다.

[0075]

본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 아자 화합물은 보다 구체적으로 하기 구조에서 선택되는 어느 하나일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.



[0076]

[0077]

본 발명의 일 실시예에 따른 상기 아자 화합물은 네이비(Navy) 색의 소수성 분산 염료로, 초임계 유체에 대한 용해도가 매우 우수하다.

[0078]

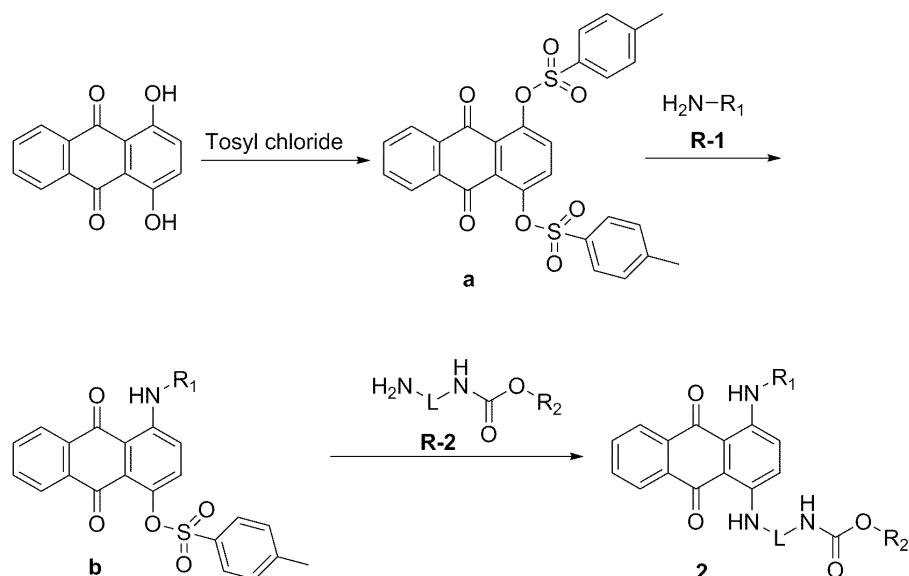
본 발명의 또 다른 양태는 상기 안트라퀴논 화합물 및 아자 화합물을 제조하는 방법을 제공한다.

[0079]

본 발명의 일 실시예에 따른 상기 안트라퀴논 화합물은 하기 반응식 1 및 2에 나타난 바와 같이 제조될 수 있다. 더 자세한 내용은 하기 실시예 1 내지 3에서 설명된다. 그러나, 본 발명의 안트라퀴논 화합물은 하기 반응식 1 또는 2로 제조방법이 한정되는 것은 아니며, 공지된 유기 반응을 이용하여 당업자에게 인식될 수 있는 다양한 방법으로 합성될 수 있음은 물론이다.

[0080]

[반응식 1]

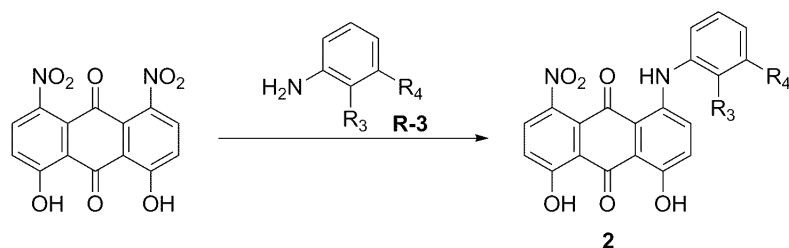


[0081]

[0082]

(상기 반응식 1에서, R₁, R₁ 및 L은 상기 화학식 1에서의 정의와 동일하다.)

[0083] [반응식 2]



[0084]

[0085] (상기 반응식 2에서, R₃ 및 R₄는 상기 화학식 2에서의 정의와 동일하다.)

[0086]

일 실시예에 있어서, 상기 화학식 1의 안트라퀴논 화합물은 1,4-다이하이드록시안트라센-9,10-다이온을 토실 클로라이드와 반응시켜 화합물 a를 제조한 후 아민 화합물(R-1)와 축합 반응시켜 화합물 b를 제조하고, 화합물 b를 카바메이트 화합물(R-2)과 축합 반응시켜 제조될 수 있다.

[0087]

일 구체예로, 아민 화합물(R-1)은 화합물 a 1몰에 대하여 1 내지 1.5몰, 종계는 1.1 내지 1.3몰로 사용될 수 있고, 카바메이트 화합물(R-2)은 화합물 b 1몰에 대하여 1 내지 1.5몰로 사용될 수 있다.

[0088]

일 구체예로, 상기 화학식 1의 안트라퀴논 화합물은 1,4-다이하이드록시안트라센-9,10-다이온을 트리에틸아민(Et₃N)의 존재 하에 토실 클로라이드와 환류반응시켜 화합물 a를 제조한 후 아민 화합물(R-1)와 축합 반응시켜 화합물 b를 제조하고, 화합물 b를 피리딘의 존재 하 환류 온도에서 카바메이트 화합물(R-2)과 축합 반응시켜 제조될 수 있다.

[0089]

일 실시예에 있어서, 상기 화학식 2의 안트라퀴논 화합물은 1,8-다이하이드록시-4,5-다이나이트로안트라센-9,10-다이온을 출발물질로 하여 아닐린 화합물(R-3)과 축합(condensation) 반응시켜 제조될 수 있다.

[0090]

일 구체예로, 상기 아닐린 화합물(R-3)은 출발물질 1몰에 대하여 1 내지 3몰, 종계는 1.5 내지 2.5몰, 더욱 종계는 2몰로 사용될 수 있다.

[0091]

일 구체예로, 상기 화학식 2의 안트라퀴논 화합물은 환류 온도 하에서 2-메톡시에탄올의 존재 하에서 1,8-다이하이드록시-4,5-다이나이트로안트라센-9,10-다이온을 출발물질로 하여 아닐린 화합물(R-3)과 축합(condensation) 반응시켜 제조될 수 있다.

[0092]

일 실시예에 있어서, 상기 반응물의 니트로(-NO₂) 기 또는 토실옥시(-OTs) 기와 아미노(-NH₂) 기 사이의 축합 반응은 당업자에게 인식될 수 있는 다양한 조건 하에서 수행될 수 있음은 물론이다.

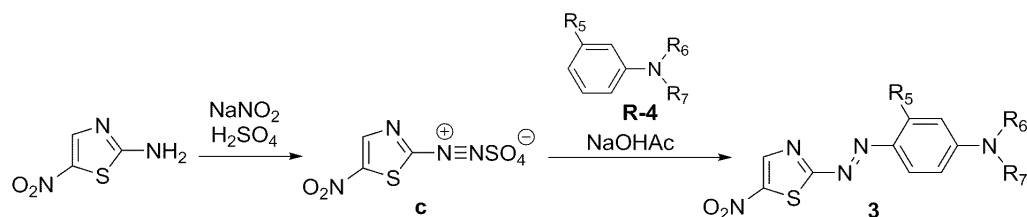
[0093]

일 실시예에 따른 상기 축합 반응의 온도는 100 내지 140℃, 반응의 효율 측면에서 종계는 120 내지 130℃일 수 있으며, 반응혼합물의 pH는 5 내지 9, 반응의 효율 측면에서 종계는 7 내지 8일 수 있다.

[0094]

본 발명의 일 실시예에 따른 상기 아자 화합물은 하기 반응식 3에 나타난 바와 같이 제조될 수 있다. 더 자세한 내용은 하기 실시예 4 내지 6에서 설명된다. 그러나, 본 발명의 아자 화합물은 하기 반응식 3으로 제조방법이 한정되는 것은 아니며, 공지의 유기 반응을 이용하여 당업자에게 인식될 수 있는 다양한 방법으로 합성될 수 있음은 물론이다.

[0095] [반응식 3]



[0096]

[0097] (상기 반응식 3에서, R₅ 내지 R₇은 상기 화학식 3에서의 정의와 동일하다.)

[0098]

본 발명의 또 다른 양태는 상기 화학식 1 또는 2의 안트라퀴논 화합물 또는 화학식 3의 아자 화합물을 소수성 분산 염료로 사용하여 나일론(nylon) 섬유를 초임계 유체 염색하는 방법을 제공한다.

[0099] 상기 화학식 1 또는 2의 안트라퀴논 화합물 또는 화학식 3의 아자 화합물은 소수성을 띠고 있기 때문에, 비극성의 초임계 유체에 대한 용해도가 매우 우수하며, 초임계 유체에 대한 우수한 용해도 특성으로 인하여, 초임계 유체 염색시 분산제가 불필요하다.

[0100] 또한, 상기 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물은 우수한 용해도 특성과 더불어 빠른 확산 속도를 가지고 있어, 분산 염료로서 상기 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물은 초임계 유체에 직접 용해되어 나일론 섬유 상에 빠르게 침투 및 흡착될 수 있다. 따라서, 상기 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물을 이용하여 우수한 염색성, 균염성 및 견뢰도 특성을 가지는 초임계 유체 염색된 나일론 섬유를 얻을 수 있다.

[0101] 또한, 상기 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물을 염료로 이용한 초임계 유체 염색 공정은 염료를 용해시키기 위한 용매로서 초임계 유체를 사용하고 있어, 염색 공정 전과 후에 물을 전혀 사용하지 않아 폐수 처리 공정이 없을 뿐만 아니라, 염색 후 염착되지 않고 초임계 유체에 용해되어 있는 염료의 회수와 재활용이 가능하므로 환경친화적이다.

[0102] 일 실시예에 따른 초임계 유체 염색 방법에 있어서, 상기 초임계 유체는 강한 소수성의 특성을 가지는 초임계 이산화탄소(Supercritical Carbon Dioxide)일 수 있다. 상기 초임계 이산화탄소는 임계온도(31 ℃) 및 임계압력(7.5 MPa)을 초과한 상태의 이산화탄소로서, 기체와 액체의 성질을 동시에 가진 유체를 의미한다.

[0103] 상기 초임계 이산화탄소 내에서 나일론 섬유가 쉽게 팽윤되므로, 초임계 이산화탄소 내에 용해된 상기 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물 염료는 팽윤된 나일론 섬유의 표면 및 내부로 더욱 빠르게 흡착 및 침투되어 염착될 수 있다.

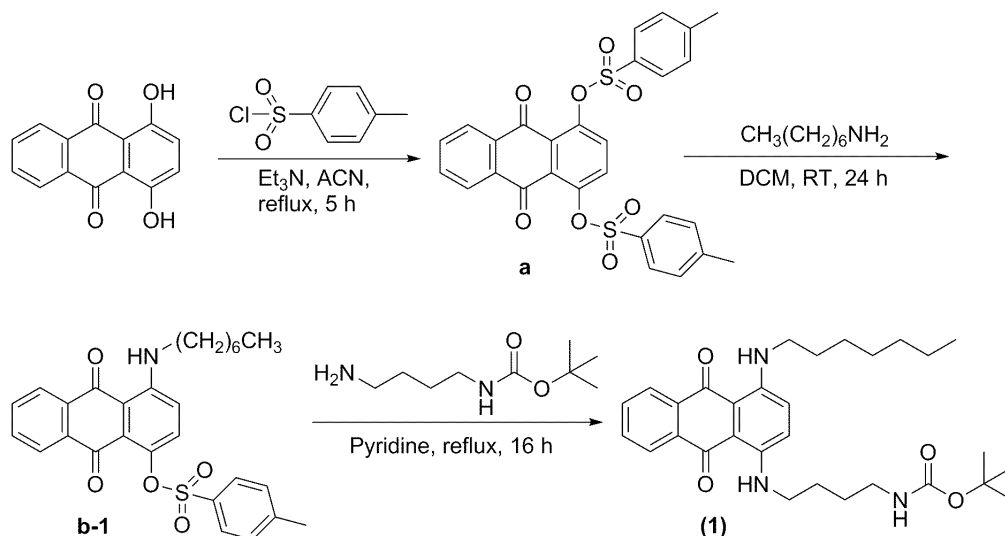
[0104] 일 실시예에 따른 초임계 유체 염색 방법에 있어서, 염색 온도는 80 내지 150℃, 우수한 염색성을 가지기 위한 측면에서 바람직하게는 80 내지 120℃의 범위이고, 염색 압력은 5 내지 50 MPa, 우수한 염색성을 가지기 위한 측면에서 바람직하게는 5 내지 30 MPa, 더욱 바람직하게는 15 내지 25 MPa의 범위일 수 있다.

[0105] 이하에서, 본 발명의 상세한 이해를 위하여 본 발명의 대표 화합물을 실시예를 들어 상세하게 설명하겠는바, 본 발명에 따른 실시예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 상술하는 실시예들에 한정되는 것으로 해석되어서는 안된다. 본 발명의 실시예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위해서 제공되어지는 것이다.

[0106] 모든 시약 및 용매는 분석용 등급으로, 추가의 정제 없이 사용하였으며, 합성된 안트라퀴논 화합물의 구조는 ¹H NMR 및 ¹³C NMR (AVANCE III 분광기, ¹H NMR 600 MHz, ¹³C NMR 150 MHz), UV-Vis 스펙트라 (Agilent 8453 분광광도계) 및 HRMS (High resolution mass spectra, Bruker micrOTOF-Q 분광기)에 의해 확인되었다. 반사 스펙트라(reflectance spectra)은 Shimadzu UV 26000 분광 광도계를 사용하여 기록하였다.

[0107] 염료 화합물의 제조

[실시예 1] 안트라퀴논 화합물 (1)의 제조



[0109]

[0110] 화합물 a의 제조

[0111] 1,4-다이하이드록시안트라센-9,10-다이온 (1,4-dihydroxyanthracene-9,10-dione, 10 g, 41.66 mmol)을 아세토나이트릴 (acetonitrile, 300 mL)에 용해시킨 다음, Et₃N (30 mL, 214 mmol) 및 *p*-톨루엔설폰닐 클로라이드 (*p*-toluene sulfonyl chloride, 19.2 g, 100 mmol)을 가하고, 5시간동안 환류교반시켰다. 반응 완료 후, 아세토나이트릴을 회전증발기로 제거시키고, 생성된 조생성물을 DCM (Dichloromethane, 500 mL)에 용해시킨 다음, 물 (2 × 300 mL)로 세척하였다. 수득된 유기층을 무수 Na₂SO₄로 건조시킨 다음, 여과시켜 얻어진 여액을 농축시켜 황갈색 고체를 얻었다. 얻어진 고체를 디에틸에테르 및 *n*-헥산으로 분쇄(trituration)시켜 밝은 황색 고체로서 9,10-dioxo-9,10-dihydroanthracene-1,4-diyl bis(4-methylbenzenesulfonate) (화합물 a)를 수득하였다.

[0112] Yield: 86% (19.6 g); ¹H NMR (CDCl₃, 600 MHz) δ 8.05 (dd, *J* = 5.6, 4.3 Hz, 2H), 7.89-7.84 (m, 4H), 7.75 (dd, *J* = 5.6, 3.3 Hz, 2H), 7.52 (s, 2H), 7.37-7.31 (m, 4H); ESI-MS: 549 [M+H]⁺.

[0113] 화합물 b-1의 제조

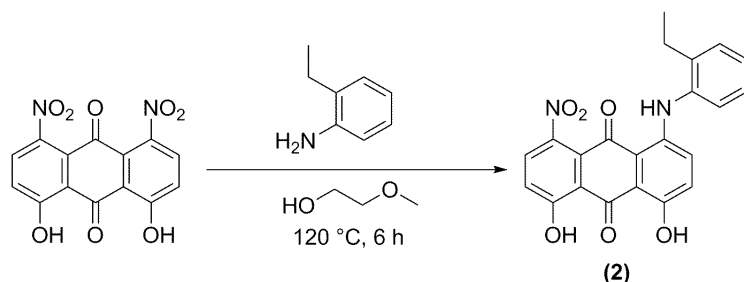
[0114] 실온에서 화합물 a (2 g, 3.646 mmol)를 DCM (100 mL)에 용해시킨 후 헵틸아민 (Heptylamine, 4.375 mmol)을 가하고 24시간동안 교반시켰다. 반응 완료 후 감압 하에 농축시켜 적색 고형물로 조(crude) 화합물 b-1을 얻었으며, 이를 추가 정제 없이 다음 단계에 사용하였다.

[0115] 안트라퀴논 화합물 (1)의 제조

[0116] 실온에서 조(crude) 화합물 b-1 (1.0 mmol)을 피리딘 (20 mL)에 용해시키고 *t*-부틸 N-(4-아미노부틸)카바메이트 (tert-Butyl N-(4-aminobutyl)carbamate, 1.0 mmol)을 가한 후 16시간동안 환류교반시켰다. 반응 완료 후 조 반응 혼합물을 실리카겔(230-400 메쉬)에 직접 흡수시킨 다음, 컬럼 크로마토그래피(용리액, 12% EtOAc : Hexane)로 정제하여 안트라퀴논 화합물 (1)을 청색 고체로서 수득하였다.

[0117] Yield: 53 %; m.p. 121-123 °C; ¹H NMR (CDCl₃, 600 MHz) δ 10.76-10.74 (brs, 2H), 8.29-8.24 (m, 2H), 7.63-7.59 (m, 2H), 7.18-7.16 (m, 2H), 4.56-4.47 (brs, 1H), 3.40-3.30 (m, 4H), 3.18-3.10 (m, 2H), 1.76-1.67 (m, 4H), 1.65-1.58 (m, 2H), 1.44-1.35 (m, 11H), 1.33-1.22 (m, 4H), 0.83 (t, *J* = 7.1 Hz, 3H); ¹³C NMR (CDCl₃, 600 MHz) δ 182.3, 182.1, 155.9, 146.2, 146.0, 134.5, 134.4, 131.9, 131.8, 125.9, 123.6, 123.4, 109.7, 109.6, 42.9, 42.4, 40.1, 31.7, 29.6, 29.0, 28.3, 27.7, 27.1, 26.8, 22.6, 14.0; HRMS: 507.3085 [M]⁺ Calculated for C₃₀H₄₁N₃O₄: 507.3097.

[0118] [실시예 2] 안트라퀴논 화합물 (2)의 제조



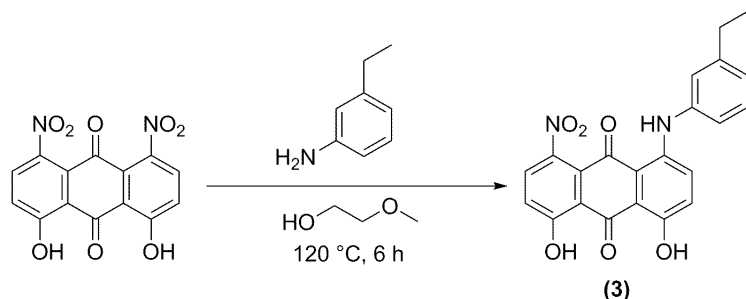
[0119]

[0120] 실온에서 1,8-다이하이드록시-4,5-다이나이트로안트라센-9,10-다이온 (1,8-dihydroxy-4,5-dinitroanthracene-9,10-dione, 0.5 g, 1.514 mmol)을 2-메톡시에탄올 (2-methoxyethanol, 10 mL)에 용해시킨 다음, 2-에틸아닐린 (2-Ethylaniline, 3.028 mmol)을 첨가하고, 125 °C에서 6시간동안 교반시켰다. 그런 다음, 얻어진 조생성물을 실리카겔(230-400 메쉬) 컬럼 크로마토그래피(용리액, 11% EtOAc : Hexane)로 정제하여 안트라퀴논 화합물 (2)을 청색 고체로서 수득하였다.

[0121] Yield: 88 %; m.p. 204-206 °C; ¹H NMR (CDCl₃, 600 MHz) δ 12.80 (s, 1H), 12.76 (s, 1H), 11.57 (brs, 1H), 7.56 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.28 (dd, *J* = 7.5, 2.4 Hz, 1H), 7.23-7.17 (m, 4H), 7.11 (dd, *J* = 6.7, 2.0 Hz,

1H), 7.09 (d, $J = 9.5$ Hz, 1H), 2.55 (q, $J = 7.5$ Hz, 2H), 1.10 (t, $J = 7.5$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ 189.4, 177.8, 163.4, 158.7, 147.0, 142.1, 140.3, 135.8, 130.5, 129.7, 129.2, 128.0, 127.4, 126.9, 126.7, 122.3, 115.7, 112.1, 108.2, 24.6, 14.4; HRMS: 405.1034 $[\text{M}+\text{H}]^+$ Calculated for $\text{C}_{27}\text{H}_{17}\text{N}_2\text{O}_6$: 405.1087.

[0122] [실시예 3] 안트라퀴논 화합물 (3)의 제조

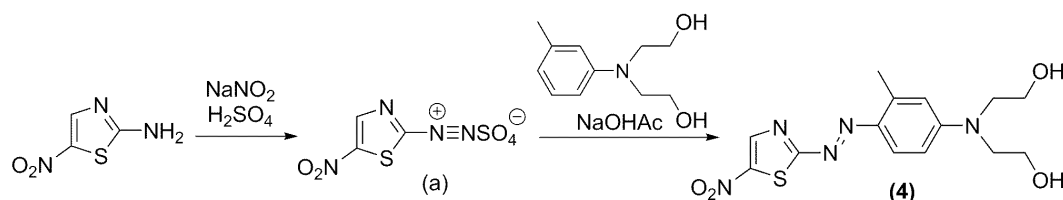


[0123]

[0124] 실온에서 1,8-다이하이드록시-4,5-다이나이트로안트라센-9,10-다이온 (1,8-dihydroxy-4,5-dinitroanthracene-9,10-dione, 0.5 g, 1.514 mmol)을 2-메톡시에탄올 (2-methoxyethanol, 10 mL)에 용해시킨 다음, 3-에틸아닐린 (3-Ethylaniline, 3.028 mmol)을 첨가하고, 125 °C에서 6시간동안 교반시켰다. 그런 다음, 얻어진 조생성물을 실리카겔(230-400 메쉬) 컬럼 크로마토그래피(용리액, 11% EtOAc : Hexane)로 정제하여 안트라퀴논 화합물 (3)을 청색 고체로서 수득하였다.

[0125] Yield: 87 %; m.p. 219-221 °C; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ 12.83 (s, 1H), 12.74 (s, 1H), 11.68 (brs, 1H), 7.56-7.52 (m, 2H), 7.25 (t, $J = 8.0$ Hz, 1H), 7.21 (d, $J = 8.8$ Hz, 1H), 7.12 (d, $J = 9.5$ Hz, 1H), 7.04-7.01 (m, 1H), 7.00-6.97 (m, 2H), 2.60 (q, $J = 7.5$ Hz, 2H), 1.18 (t, $J = 7.5$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ 189.4, 177.7, 163.3, 159.0, 146.2, 142.1, 130.5, 129.5, 129.1, 128.2, 126.7, 125.8, 124.3, 122.4, 121.9, 115.6, 112.2, 108.6, 28.7, 15.4; HRMS: 405.1032 $[\text{M}+\text{H}]^+$ Calculated for $\text{C}_{27}\text{H}_{17}\text{N}_2\text{O}_6$: 405.1087.

[0126] [실시예 4] 아자 화합물 (4)의 제조



[0127]

[0128] 0°C에서 dry NaNO_2 (0.95 g, 13.783 mmol)에 H_2SO_4 (5 mL)를 첨가한 후 천천히 60°C~65°C로 온도를 올린 후 1시간동안 교반시키고 5°C로 냉각시켜 nitrosylsulfuric acid를 생성시켰다.

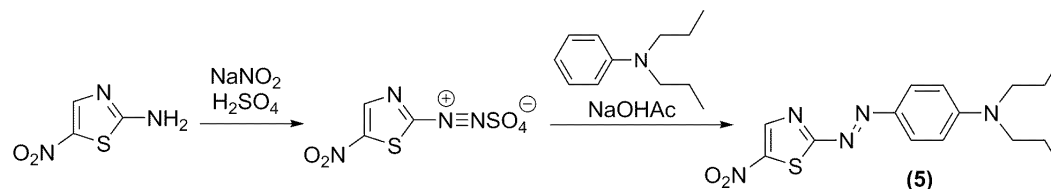
[0129] 그리고 다른 라운드플라스크에 아세트산과 Propionic acid의 혼합물(1:1 비율, 20 mL)를 넣고 0°C~5°C로 냉각시켰다. 상기 아세트산과 Propionic acid의 혼합물에 5-nitrothiazol-2-amine (2 g, 13.783 mmol)을 첨가하고 15분 교반시켰다. 0°C~5°C 하에서 상기 반응혼합물에 생성된 nitrosylsulfuric acid를 천천히 첨가하여 디아조화(diazotization)반응시켜 diazonium salt (a)가 생성되었다. 생성된 diazonium salt (a)는 그 다음 coupling 반응에 사용되었다.

[0130] 또 다른 라운드 플라스크 (100 mL)에 coupling component인 2,2'-(m-tolylazanediyl)bis(ethan-1-ol) (13.783 mmol)를 아세트산과 물이 2:1로 혼합되어 있는 용액 (15 mL)에 용해시킨 후 NaOAc (5 g)를 첨가하고 5°C로 유지하였다. 그리고 이 혼합물에 상기 생성된 diazonium salt (a) 용액을 5°C에서 30분간 천천히 첨가하였다. 이 반응 용액에 지속적으로 10%의 NaOAc 수용액을 첨가하여 pH 4-5로 맞춘 다음, 1시간동안 5°C에서 교반시키고, 실온에서 1시간동안 더 교반시켰다. 반응 완료 후 반응혼합물은 필터를 통해 정제하고 산을 제거하기 위해 찬물과 뜨거운 물로 세척을 진행하였다. 그 후 컬럼 크로마토그래피 (17% EtOAc : Hexane)로 정제하여 아자 화합물

(4)을 어두운 청색 고체로서 수득하였다.

[0131] Yield: 68 %; m.p. 165-167 °C; ^1H NMR (DMSO- d_6 , 600 MHz) δ 8.75 (s, 1H), 7.83 (d, J = 9.5 Hz, 1H), 6.96 (d, J = 9.7 Hz, 1H), 6.93-6.89 (m, 1H), 4.95 (t, J = 5.4 Hz, 2H), 3.73 (t, J = 5.4 Hz, 4H), 3.67 (t, J = 5.4 Hz, 4H), 2.53 (s, 3H); ^{13}C NMR (DMSO- d_6 , 150 MHz) δ 182.2, 156.1, 146.3, 145.4, 144.4, 140.9, 113.5, 113.3, 58.4, 53.7, 17.6; HRMS: 351.3853 $[\text{M}]^+$ Calculated for $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_4\text{S}$: 351.3887.

[0132] [실시예 5] 아자 화합물 (5)의 제조

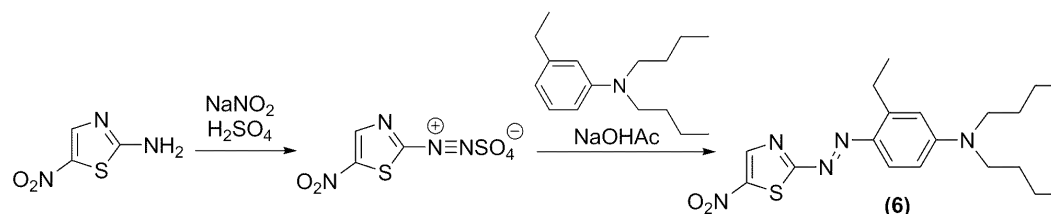


[0133]

[0134] coupling component인 2,2'-(m-tolylazanediyl)bis(ethan-1-ol) (13.783 mmol) 대신에 N,N-dipropylaniline (13.783 mmol)을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 4와 동일한 방법으로 반응시켜 아자 화합물 (5)을 어두운 청색 고체로서 수득하였다.

[0135] Yield: 73 %; m.p. 148-150 °C; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ 8.51 (s, 1H), 7.90-7.80 (m, 2H), 6.66 (d, J = 9.5 Hz, 1H), 3.36 (t, J = 7.8 Hz, 4H), 1.69-1.61 (m, 4H), 0.93 (t, J = 7.5 Hz, 6H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ 180.7, 153.2, 145.5, 142.8, 141.6, 111.2, 52.3, 19.7, 10.3; HRMS: 334.1354 $[\text{M}+\text{H}]^+$ Calculated for $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{N}_5\text{O}_2\text{S}$: 334.1338.

[0136] [실시예 6] 아자 화합물 (6)의 제조



[0137]

[0138] coupling component인 2,2'-(m-tolylazanediyl)bis(ethan-1-ol) (13.783 mmol) 대신에 N,N-dibutyl-3-ethylaniline (13.783 mmol)을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 4와 동일한 방법으로 반응시켜 아자 화합물 (6)을 녹색 고체로서 수득하였다.

[0139] Yield: 71 %; m.p. 217-219 °C; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ 8.57 (s, 1H), 8.03 (d, J = 9.4 Hz, 1H), 6.59 (dd, J = 9.5, 2.8 Hz, 1H), 6.54 (d, J = 2.8 Hz, 1H), 3.45 (t, J = 7.7 Hz, 4H), 3.04 (q, J = 7.5 Hz, 2H), 1.70-1.64 (m, 4H), 1.46-1.39 (m, 4H), 1.32 (t, J = 7.7 Hz, 3H), 1.00 (t, J = 7.7 Hz, 6H); HRMS: 390.1983 $[\text{M}+\text{H}]^+$ Calculated for $\text{C}_{19}\text{H}_{28}\text{N}_5\text{O}_2\text{S}$: 390.1964.

[0140] <본 발명 화합물의 가시광선/근적외선 영역의 흡수능 조사>

[0141] 본 발명의 안트라퀴논 및 아자 화합물은 시클로헥산, 헥산, 톨루엔, 디클로로메탄, 아세톤 및 테트라하이드로퓨란과 같은 다양한 일반적인 유기 용매에 우수한 용해도를 가지고 있으며, 유기 용매에 용해되어 진한 청색, 즉 Blue 색 또는 Navy 색의 용액을 형성하였다.

[0142] 상기 실시예 1 내지 6의 화합물을 아세톤에 1×10^{-4} M 로 용해시킨 후 가시광선/근적외선 영역의 흡수능을 조사하였다. 가시광선/근적외선 영역의 흡수능은 UV-Vis 분광광도계 장비 (UNICAM, UK)를 이용하여 측정하였다. 그 결과를 도 1, 도 2 및 하기 표 1에 나타내었다.

[0143] 안트라퀴논 화합물 (2) 내지 (3) 및 아자 화합물 (4) 내지 (6)은 단봉(unimodal)의 최대 흡광 파장($\lambda_{\max}$)을 나타내었고, 안트라퀴논 화합물 (1)은 쌍봉(bimodal)의 최대 흡광 파장($\lambda_{\max}$)을 나타냈다.

표 1

화합물	$\lambda_{\max}$ (nm)	몰 흡광계수 ($\epsilon_{\max}$) (L/cm · mol)	화합물	$\lambda_{\max}$ (nm)	몰 흡광계수 ($\epsilon_{\max}$) (L/cm · mol)
(1)	594, 642	0.9301, 1.0912	(4)	592	3.9115
(2)	610	1.2435	(5)	583	4.4121
(3)	609	1.1871	(6)	601	4.5217

[0145] 본 발명의 화합물은 모두 590 내지 610 nm의 적외선 영역에서 높은 흡수율을 가짐을 확인할 수 있었다. 특히, 아자 화합물 (4) 내지 (6)의 경우 안트라퀴논 화합물 (1) 내지 (3)에 비해 높은 흡광도를 가지고 있어, 동일한 양으로 초임계 유체 염색 시 염색 시료의 색상 강도가 현저히 증가됨을 확인할 수 있었다.

[0146] 이하 본 발명의 안트라퀴논 화합물 및 아자 화합물의 초임계 유체 염색시 분산염료로서의 특성은 하기 실험에 1 내지 4로 확인하였다.

[0147] [실험예 1] 본 발명의 화합물을 염료로 이용한 나일론 섬유의 초임계 염색(Supercritical dyeing)

[0148] 나일론 직물(10 g)을 스테인레스 스틸 실린더 상에 현탁시킨 후, 오토클레이브 반응기 내에 두었다. 실시예 1 내지 6에서 합성된 화합물을 염료로 사용하였으며, 상기 나일론 직물 무게 대비 % (o.w.f., On the Weight Of Fabric)에 해당하는 염료량으로 계량하여 오토클레이브 반응기의 바닥 표면에 로딩시켰다. 상기 나일론 직물에 200 mg의 염료 화합물(2 % (o.w.f.))을 사용하였다. 오토클레이브 반응기를 밀폐시키고, 오토클레이브 반응기를 0℃이하의 Freezer에 장입시켜 15분간 냉각시킨 후, 밸브를 이용하여 CO2 line에서 설정압력 25 MPa까지 CO2 (95g)을 오토클레이브 반응기 내로 주입시켰다. 이때 초기압력은 5 MPa이었으며, 10분 후 압력은 25 MPa에 도달하였다. 그 후 Heating Bath를 설치하여 30분 동안 120 ℃ 온도로 서서히 가열을 진행하였다. 1시간동안 120 ℃에서 초임계 유체 염색을 실시한 후, 가열을 멈추고 서서히 냉각시켜 50 ℃에 도달하면 Heating Bath를 제거하였다. 대기압에 도달하면 니들 밸브(needle valve)를 열어 CO2를 방출시키고 나일론 섬유를 시료 용기에서 꺼내어 50℃에서 15분간 비누로 세척한 다음, 다시 물로 세척하였다.

[0149] 상기 초임계 이산화탄소 내에서 화합물 1 내지 6을 염료로 사용하여 초임계 염색된 나일론 직물은 균일한 염색성을 나타내었다(도 3). 이로부터 본 발명의 화합물 1 내지 6은 비극성의 초임계 이산화탄소에 대하여 우수한 용해도를 나타냄과 동시에 빠른 확산 속도를 가져 초임계 이산화탄소에 녹아 있는 염료가 초임계 이산화탄소에 의해 팽윤된 나일론 섬유의 표면 및 내부까지 쉽고 빠르게 전달 및 흡착되어 우수한 색상 강도(color strength)로 균일하게 나일론 섬유를 염색하였음을 알 수 있었다.

[0150] 특히, 아자 화합물 4 내지 6의 경우 몰흡광계수가 높아 동일 함량으로 초임계 염색시 안트라퀴논 화합물 1 내지 3에 비해 Navy 색으로 염색됨을 확인할 수 있었다.

[0151] 즉, 본 발명의 안트라퀴논 화합물 및 아자 화합물은 초임계 염색시 분산염료로서 매우 적합함을 알 수 있었다.

[0152] 상기 초임계 염색된 나일론 직물의 색상 평가는 CIELAB 시스템을 사용하여 L*, a* 및 b* 값을 측정하여 평가하여 그 결과를 하기 표 2에 기재하였다. L* 은 명도 (Lightness)를 나타내고, a* 및 b*는 색감각지수로, (-)의 a* 값은 녹색으로의 색상 변화를 나타내고, (+)의 a* 값은 적색으로의 색상 변화를 나타내고, (-)의 b* 값은 청색으로의 색상 변화를 나타내고, (+)의 b* 값은 황색으로의 색상 변화를 나타낸다.

표 2

염료	L*	a*	b*
안트라퀴논 화합물 (1)	45.86	6.10	-44.47
안트라퀴논 화합물 (2)	42.35	-2.15	-28.60
안트라퀴논 화합물 (3)	41.25	-5.11	-25.31
아자 화합물 (4)	43.06	4.28	-29.42
아자 화합물 (5)	21.58	11.97	-25.94
아자 화합물 (6)	23.57	13.34	-29.75

[0154] 본 발명의 안트라퀴논 및 아자 염료는 초임계 유체 염색시 초임계 이산화탄소에 대한 우수한 용해도를 나타낼 뿐만 아니라 나일론 직물에 우수한 친화력을 가지고 있어 초임계 유체 염색 후 향상된 염색성을 나타냄을 알 수 있었다.

[0155] [실험예 2] 본 발명의 화합물을 이용하여 초임계 염색된 나일론 섬유의 건뢰도 측정

[0156] 상기 실험예 1과 동일하게 초임계 염색을 수행한 후 초임계 염색된 나일론 섬유에 대하여 염색건뢰도 중 세탁, 땀 및 일광건뢰도를 조사하였다. 세탁건뢰도는 KS K ISO 105-C06:2014법, 땀(산성 및 알칼리성)건뢰도는 KS K ISO 105-E04:2015법K, 일광건뢰도는 KS K ISO 105-B02:2015 (Xenon Arc)법으로, 각종 건뢰도를 측정하였다. 그 결과를 하기 표 3에 기재하였으며, 여기서, 1급은 가장 낮은 것(불량)이고, 5급은 가장 높은 것(양호)이다.

표 3

염료	건뢰도			
	세탁	땀		일광
		산성	알칼리성	
안트라퀴논 화합물 (1)	4-5	4-5	4-5	4-5
안트라퀴논 화합물 (2)	4-5	4-5	4-5	3-4
안트라퀴논 화합물 (3)	4-5	4-5	4-5	3-4
아자 화합물 (5)	3-4	3-4	3-4	2
아자 화합물 (6)	3-4	4-5	4-5	2

[0158] 상기 표 3에 나타난 바와 같이, 본 발명의 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물을 분산염료로 사용하여 초임계 유체 염색시 세탁 및 땀에 대한 건뢰도가 우수함을 알 수 있었다. 특히, 안트라퀴논 화합물을 염료로 사용한 경우 모든 건뢰도에 있어 우수한 수준을 나타내었다.

[0159] 그러나, 본 발명의 안트라퀴논 화합물 또는 아자 화합물과 달리 다른 치환체가 도입되거나 치환체의 도입 위치가 상이한 경우에는 균염성이 매우 떨어졌으며, 매우 저하된 건뢰도 특성을 보였다.

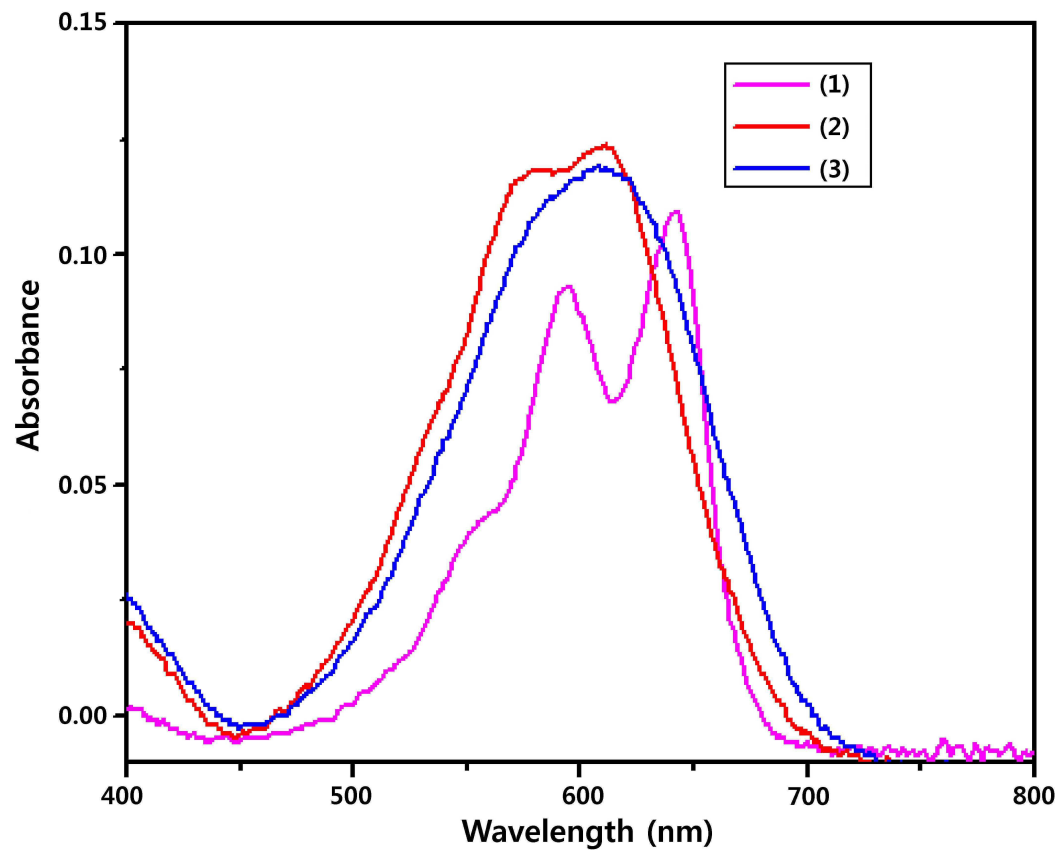
[0160] 이상 살핀 바와 같이, 본 발명에 따른 특정 구조의 안트라퀴논 화합물 및 아자 화합물은 특정 위치에 특정 치환체가 도입된 구조로, 초임계 유체에 대하여 극대화된 용해도를 가질 뿐만 아니라 상업적으로 수용가능하고 실제적으로 만족스러운 색상 균일성과 건뢰도 특성을 나타낼 수 있어 나일론 섬유를 초임계 유체 염색하기 위한 분산 염료로서 사용 가능함을 알 수 있었다.

[0161] 이상과 같이 본 발명에서는 특정된 사항들과 한정된 실시예에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

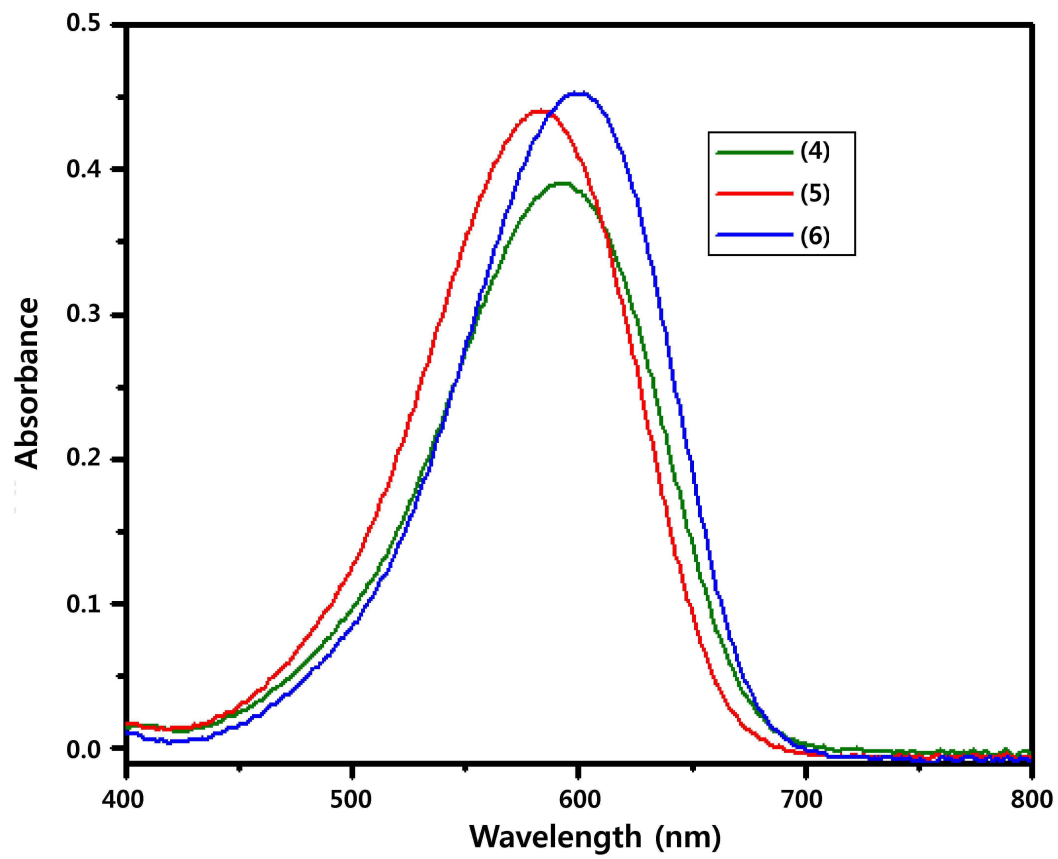
[0162] 따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2



도면3

