



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.	(45) 공고일자	2007년05월18일
C09B 67/20 (2006.01)	(11) 등록번호	10-0719980
	(24) 등록일자	2007년05월14일

(21) 출원번호	10-2000-0076282	(65) 공개번호	10-2001-0057568
(22) 출원일자	2000년12월14일	(43) 공개일자	2001년07월04일
심사청구일자	2005년11월21일		

(30) 우선권주장 09/461,918 1999년12월15일 미국(US)

(73) 특허권자 선 케미칼 코포레이션
미국 뉴저지주 07054 파시페니 워터뷰 불러바드 35

(72) 발명자 플랫폼,토마스,알.
미국29485사우스캐롤라이나주섬머빌플랜테이션드라이브105

포비온,리차드,켄트
미국29401사우스캐롤라이나주찰스톤아파트먼트에이퀸스트리트134

퍼트넬,마크,에이.
미국29406사우스캐롤라이나주하나한웨어링애비뉴1202

펠트후에스,울리히
미국29466사우스캐롤라이나주마운트플레전트개스톤게이트2791

보겔,리차드,에이.
미국29407사우스캐롤라이나주찰스톤얼코트1916

(74) 대리인 장수길
김영

(56) 선행기술조사문헌	
EP0505538A	EP00123256A
US4217455A	US4286094A

심사관 : 변종진

전체 청구항 수 : 총 22 항

(54) 폐릴렌 용융물의 연속적인 침지 방법

(57) 요약

본 발명은

(a) 나프탈이미드의 알칼리성 용합에 의해 얻어진 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 용융물을 (1) 용융물 1 중량부당 물 2 내지 50 중량부, (2) 류코 형태 1 몰당 산화제 0 내지 X^1 몰, (3) 류코 형태에 기준하여, 가공 첨가제 0 내지 Y^1 중량부, 및 (4) 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 산 0 내지 Z^1 중량부를 포함하는 연속적인 물-함유 스트림과 연속적으로 혼합하여 슬러리를 형성하고; 및

(b) 슬러리를 (1) 슬러리의 중량에 기준하여, 물 0 내지 10 중량부, (2) 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 1 몰당 산화제 0 내지 X^2 몰 (여기서, X^1 및 X^2 의 합은 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 모두를 산화하는데 이론적으로 필요한 산화제의 몰량 이상임), (3) 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 가공 첨가제 0 내지 Y^2 중량부 (여기서, Y^1 및 Y^2 의 합은 0 내지 5 중량부임), 및 (4) 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 산 0 내지 Z^2 중량부를 포함하는 두번째 스트림과 하나 이상의 연속적인 또는 회분식 단계로 임의로 혼합하여 페틸렌 안료를 얻음에 의한 페틸렌 제조를 위한 연속적인 방법에 관한 것이다.

특허청구의 범위

청구항 1.

(a) 나프탈이미드의 알칼리성 용합에 의해 얻어진 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 용융물을,

(1) 용융물 1 중량부당 물 2 내지 50 중량부,

(2) 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 1 몰당 산화제 0 내지 X^1 몰,

(3) 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 가공 첨가제 0 내지 Y^1 중량부, 및

(4) 페틸렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 산 0 내지 Z^1 중량부

를 포함하는 연속적인 물-함유 스트림과 연속적으로 혼합하여 슬러리를 형성하는 단계를 포함하는 페틸렌 제조를 위한 연속적인 방법.

청구항 2.

제1항에 있어서, 연속적인 물-함유 스트림이 용융물 1 중량부당 물 4 내지 20 중량부를 함유하는 연속적인 방법.

청구항 3.

삭제

청구항 4.

삭제

청구항 5.

제1항에 있어서, 단계 (a)가 산화제 없이 수행되는 연속적인 방법.

청구항 6.

삭제

청구항 7.

제1항에 있어서, 산화제가 실질적으로 순수한 O_2 , 공기 또는 산소를 함유하는 기타 기체 혼합물, 또는 오존의 형태인 산소; 과황산염; 니트로벤젠술폰산 염; 질산염; 염소산염; 과산화수소 또는 과산화수소 및 붕산염의 부가물; 또는 차아염소산염 인 연속적인 방법.

청구항 8.

제1항에 있어서, 단계 (a)에서 용융물이 가압되지 않는 연속적인 방법.

청구항 9.

제1항에 있어서, 단계 (a)에서 용융물이 10,000 psi 이하의 양성 압력에서 가압되는 연속적인 방법.

청구항 10.

제1항에 있어서, 단계 (a)에서 연속적인 물-함유 스트림이 10,000 psi 이하의 양성 압력에서 가압되는 연속적인 방법.

청구항 11.

삭제

청구항 12.

삭제

청구항 13.

제1항에 있어서, 산이 알칼리성 용융물의 알칼리 모두 또는 일부를 중화하기에 충분한 양으로 사용되는 연속적인 방법.

청구항 14.

제13항에 있어서, 산이 무기 산인 연속적인 방법.

청구항 15.

제1항에 있어서, 산이 알칼리성 용융물의 알칼리에 비하여 과량으로 사용되는 연속적인 방법.

청구항 16.

제15항에 있어서, 산이 무기 산인 연속적인 방법.

청구항 17.

제1항에 있어서, 단계 (a)에서 온도가 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 내로 일정하게 유지되는 연속적인 방법.

청구항 18.

삭제

청구항 19.

제1항에 있어서, 페릴렌이 입자 크기 15 nm 내지 75 nm인 나형 입자인 연속적인 방법.

청구항 20.

제1항에 있어서,

(b) 슬러리를

(1) 슬러리의 중량에 기준하여, 물 0 내지 10 중량부,

(2) 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 1 몰당 산화제 0 내지 X^2 몰 (여기서, X^1 및 X^2 의 합은 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 모두를 산화하는데 이론적으로 필요한 산화제의 몰량 이상임),

(3) 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 가공 첨가제 0 내지 Y^2 중량부 (여기서, Y^1 및 Y^2 의 합은 0 내지 50 중량부임), 및

(4) 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 산 0 내지 Z^2 중량부

를 포함하는 두번째 스트림과 하나 이상의 연속적인 또는 회분식 단계로 혼합하여 페릴렌 안료를 얻는 단계를 추가로 포함하는 연속적인 방법.

청구항 21.

제20항에 있어서,

(c) 페릴렌 안료를 분리하는 단계를 추가로 포함하는 연속적인 방법.

청구항 22.

제21항에 있어서,

(d) 페릴렌 안료를 상태조정하는 단계를 추가로 포함하는 연속적인 방법.

청구항 23.

제20항에 있어서, X^1 및 X^2 의 합이 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 모두를 산화하는데 이론적으로 필요한 산화제의 몰량의 1 내지 10 배를 나타내는 연속적인 방법.

청구항 24.

제20항에 있어서, X^1 및 X^2 의 합이 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 모두를 산화하는데 이론적으로 필요한 산화제의 몰량의 2 내지 6 배를 나타내는 연속적인 방법.

청구항 25.

제20항에 있어서, 단계 (b)가 산화제 없이 수행되는 연속적인 방법.

청구항 26.

제20항에 있어서, 단계 (b)에서 두번째 스트림이 10,000 psi 이하의 양성 압력에서 가압되는 연속적인 방법.

청구항 27.

제20항에 있어서, Y^1 및 Y^2 의 합이 0인 연속적인 방법.

청구항 28.

제20항에 있어서, 단계 (b)에서 온도가 $\pm 2^\circ\text{C}$ 내로 일정하게 유지되는 연속적인 방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 조절가능한 입자 형태, 크기, 및 크기 분포를 갖는 페릴렌 안료를 제조하는 신규의 연속적인 방법에 관한 것이다. 특히 중요한 것은 입자 크기가 15 nm 내지 75 nm이고 크기 분포가 좁은 더욱 바람직한 난형 입자이다. 페릴렌, 특히 페릴렌-3,4,9,10-테트라카르복실산의 디이미드 및 이무수물은 비치환되거나 또는 이미드 질소 원자에서 화학적으로 합당한 알킬과 같은 기로 치환된 것을 포함하여 (예를 들어, 하나 이상의 알킬, 알콕시, 염소와 같은 할로겐 또는 페릴렌 안료의 전형적인 기타 치환기로) 치환될 수 있다. 조 페릴렌은 당업계에서 공지된 방법에 의해 나프탈이미드의 알칼리성 용융에 의해 제조할 수 있다. 예를 들어, 페릴렌 용융물은 가성 알칼리 (통상적으로 가성 칼리) 및 알칼리 금속 카르복실레이트 (통상적으로 나트륨 아세테이트)의 용융 혼합물중 나프탈이미드를 고온에서 혼합하여 금속 염으로서 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 비-안료성 류코 (leuco) 형태를 형성하여 제조할 수 있다. 이 용융물을 통상적으로 물에 회분식으로 침지시키고 상승된 온도에서 공기로 산화시켜 안료를 얻는다. 예를 들어, 문헌 [W. Herbst and K. Hunger, Industrial Organic Pigments, 2nd ed. (New York: VCH Verlagsgesellschaft, 1991), pages 227-228; and BIOS Final Report, 1484, page 21]. 이러한 일반적인 방법을 사용하여 형성된 입자는 통상적으로 마이크론 이하의 크기 내지 몇 마이크론의 크기까지 매우 넓은 크기 분포를 보인다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

페릴렌 안료를 제조하는 연속적인 방법은 공지되어 있다. 예를 들어, 미국 특허 제5,247,088호에는 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태를 연속적으로 형성한 후 회분식으로 침지시키고 산화시키는 방법이 개시되어 있다. 그러나, 보고

된 방법은 동시에 입자 크기의 조절을 허용하며 안료성 페릴렌을 형성하는 연속적인 침지 및 산화 단계를 개시하고 있지는 않다. 작은 입자 크기 및 좁은 크기 분포를 갖는 안료의 제조는 통상적인 침지 방법에 의해 달성가능하지 않은데, 일반적으로 더욱 큰 입자 크기 및 매우 넓은 크기 분포를 제공한다. 본 발명은 그러한 불리함을 극복하는 것이다.

발명의 구성

본 발명은

(a) 나프탈이미드의 알칼리성 용합에 의해 얻어진 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 용융물을

(1) 용융물의 중량부당 물 2 내지 50 중량부 (바람직하게는 4 내지 20 중량부),

(2) 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 1 몰당 산화제 0 내지 X^1 몰,

(3) 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 가공 첨가제 0 내지 Y^1 중량부, 및

(4) 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 산 0 내지 Z^1 중량부를 포함하는 연속적인 물-함유 스트림 (stream)과 연속적으로 혼합하여 슬러리를 형성하고;

(b) 슬러리를

(1) 슬러리의 중량에 기준하여, 물 0 내지 10 중량부,

(2) 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 1 몰당 산화제 0 내지 X^2 몰 [여기서, X^1 및 X^2 의 합은 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 모두를 산화하는데 이론적으로 필요한 산화제의 몰량 이상 (바람직하게는 몰량의 1 내지 10 배, 더욱 바람직하게는 몰량의 2 내지 6 배)을 나타냄],

(3) 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 가공 첨가제 0 내지 Y^2 중량부 [여기서, Y^1 및 Y^2 의 합은 0 중량부 (즉, 첨가제가 존재하지 않음) 내지 50 중량부 (바람직하게는 0 내지 5 중량부)임], 및

(4) 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여, 산 0 내지 Z^2 중량부를 포함하는 두번째 스트림과 하나 이상의 연속적인 또는 회분식 단계로 임의로 혼합하여 페릴렌 안료를 얻고;

(c) 임의로, 페릴렌 안료를 분리하고; 및

(d) 임의로, 페릴렌 안료를 상태조정하는 것을 포함하는 페릴렌 제조를 위한 연속적인 방법에 관한 것이다.

본 발명의 방법은 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 용융물을 적어도 첫번째 단계는 연속적인 수성 스트림을 사용하여 수행하고 한 단계 이상은 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태 모두를 산화하는데 이론적으로 충분한 양의 산화제를 포함하는 하나 이상의 단계로 침지 매질과 연속적으로 혼합함으로써 수행된다.

적합한 산화제는 필요로 하는 안료 형태를 형성하기 위해 바람직하게는 유의한 분해를 유발하지 않고 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태를 산화시킬 수 있다. 적합한 산화제의 예는 산소 (실질적으로 순수한 O_2 , 공기 및 산소를 함유하는 기타 기체 혼합물, 또는 오존을 포함함), 과황산염 (예, 과황산칼륨), 니트로벤젠술폰산 염 (예, 나트륨 염), 질산염, 염소산염, 과산화수소 (바람직하게는 0.5 % 내지 10 %의 농도), 과산화수소 및 붕산염의 부가물, 차아염소산염, 및 기타 공지된 산화제를 포함한다.

페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태는 공지된 방법을 사용하여 나프탈이미드의 알칼리성 용합에 의해 용융물로서 얻어진다. 바람직한 방법은 본원에 참조로서 도입된 미국 특허 제5,247,088호에 기재되어 있다.

본 발명의 방법의 첫번째 단계에서, 류코-형태 용융물은 용융물 1 중량부당 물 2 내지 50 중량부를 함유하는 액체 ("침지 매질")의 스트림과 연속적으로 혼합되어 슬러리를 형성한다. 첫번째 단계에서 사용된 침지 매질은 류코 형태를 착색된 형태로 산화시키는데 이론적으로 필요한 산화제 모두 또는 일부를 총이론량이 전체적인 방법중 어느 단계에서 가해지는 한, 임의로 함유할 수 있다.

첫번째 단계에서 사용된 침지 액체는 또한 입자 크기를 유지하고 응집을 방지하는 것은 물론, 산화 과정의 유효성 증강을 돕는 다양한 가공 첨가제를 포함할 수 있다. 첨가제의 총량이 페릴렌 테트라카르복실 디이미드의 류코 형태에 기준하여 50 중량부를 초과하지 않는 한 (바람직하게는 0 내지 5 중량부) 나중의 단계에서 가공 첨가제를 가하는 것도 또한 가능하다. 적합한 가공 보조제는 분산제, 계면활성제, 금속 염 및 다양한 안료 유도체를 포함한다. 적합한 분산제의 예는 지방산 (예를 들어, 스테아르산 또는 올레산), 지방산 염 (즉, 지방산의 알칼리 금속 염과 같은 비누), 지방산 타우리드 또는 N-메틸타우리드, 알킬벤젠설포네이트, 알킬나프탈렌설포네이트, 알킬페놀 폴리글리콜 에테르 설페이트, 나프텐산 또는 수지 산 (예, 아비에트산)과 같은 음이온성 화합물; 4차 암모늄 염, 지방족 아민, 지방족 아민 에틸레이트, 및 지방족 아민 폴리글리콜 에테르와 같은 양이온성 화합물; 및 지방족 알콜 폴리글리콜 에테르, 지방족 알콜 폴리글리콜 에스테르, 및 알킬페놀 폴리글리콜 에테르와 같은 비이온성 화합물을 포함한다. 적합한 금속 염의 예는 예를 들어, 할로겐화물 (특히 염화물), 황산염, 질산염, 인산염, 다인산염, 술포산염 (예, 메탄설포네이트 또는 p-톨루엔설포네이트, 또는 공지된 퀴나크리돈 술포네이트 유도체), 및 카르복실산염 염은 물론 산화물 및 수산화물을 포함하는, 알칼리 금속 (예, 리튬, 나트륨, 및 칼륨), 알칼리 토금속 (예, 마그네슘, 칼슘, 및 바륨), 알루미늄, 전이금속 및 기타 중금속 (예, 철, 니켈, 코발트, 망간, 구리, 및 주석)의 다양한 염을 포함한다. 적합한 안료 첨가제의 예는 하나 이상의 술포산 기, 술포아미드 기, 카르복실산, 카르복사미드, 및/또는 (헥세로)아릴-함유 (시클로)지방족 기를 갖는 유기 안료를 포함한다.

첫번째 단계에서 사용된 침지 액체는 알칼리성 용융물의 알칼리 모두 또는 일부를 중화하기 위한 산을 또한 포함할 수 있고 또는 혼합물을 산성화하기 위해 과량으로 사용될 수도 있다. 산은 입자 크기를 유지하고 응집을 방지하는 것은 물론, 산화 과정의 유효성 증강을 도울 수 있다. 산의 전부 또는 일부를 나중의 단계에 가하는 것도 또한 가능하다. 그러나, 혼합물이 산성으로 되지 않으려면, 산의 총량은 알칼리를 중화하는데 필요한 양을 초과해서는 안된다. 적합한 산의 예는 황산, 염산 및 인산과 같은 무기 산을 포함한다.

본 발명의 첫번째 단계는 강한 혼합을 제공하는 장비, 특히 하나 이상의 노즐 (nozzle)이 장치된 시스템을 사용하여 바람직하게 수행된다. 노즐은 용융물 및 침지 스트림의 초기 접촉점에서 양호한 혼합을 보이는 형태의 것일 수 있다. 스트림의 도입점은 파이프의 직경 및 도입되는 생성물의 흐름에 좌우되는 적절한 길이의 파이프 (piping)에 의해 분리된다. 적합한 노즐의 예는 측면 스트림이 상승된 압력으로 도입되는 단순한 티 (tee) 형태 또는 고리 형태 노즐이다. 두 스트림이 회전자 고정자 시스템에서 또는 그의 입구에서 접촉되는 한 내선 회전자 고정자 혼합기를 노즐과 대체할 수 있다. 용융물은 첫번째 노즐에 작은 측면 스트림으로서 또는 주된 스트림으로서 도입될 수 있고, 수성 침지 매질 (첫번째 단계에서 사용된 형태의 산화제, 가공 첨가제 또는 그의 조합물을 포함할 수 있음)은 나머지 노즐 입구로 도입된다.

용융물, 침지 매질 또는 두 스트림 다를 가압하는 것이 일반적으로 바람직하다. 가압하는 경우, 용융물은 10,000 psi 이하 (더욱 바람직하게는 50 내지 2500 psi, 특히 100 내지 1000 psi)의 양성 압력에서 가압할 수 있다. 연속적인 물-함유 스트림은, 가압하는 경우, 10,000 psi 이하 (더욱 바람직하게는 10 내지 500 psi, 특히 60 내지 250 psi)의 양성 압력에서 유사하게 가압할 수 있다.

단계 (a)가 수행되는 온도는 불필요한 부반응이 발생할 (또는 가압되지 않은 시스템에서 용매가 증발할) 정도로 높지 않은 한 일반적으로 임계점이 아니다. 사용되는 압력에 좌우되어, 어는점 및 끓는점 사이의 온도에서 침지 매질을 사용하는 것이 일반적으로 가능하다. 선택된 온도는 필요로 하는 안료의 특성에 또한 좌우된다. 약 $\pm 2^\circ\text{C}$ 내의 좁은 범위에서 변화하는 비교적 일정한 온도를 유지하는 것이 특히 바람직하다.

산화 매질 모두가 첫번째 노즐로 도입되는 경우, 두번째 단계는 스트림의 추가적 회석 또는 가공 첨가제의 도입을 위해 임의로 사용될 수 있다. 산화제가 첫번째 단계에서 가해지지 않거나 또는 단지 부분적으로 가해질 경우, 필요로 하는 양은 두번째 노즐을 통해 가해지거나 (두번째 단계를 연속적으로 수행할 때) 또는 수집물 탱크로도 가해질 수 있다 (두번째 단계를 회분식으로 수행할 때).

두번째 스트림이 사용될 때, 두번째 스트림을 가압하는 것이 일반적으로 바람직하다. 두번째 스트림은, 가압하는 경우, 10,000 psi 이하 (더욱 바람직하게는 10 내지 500 psi, 특히 60 내지 250 psi)의 양성 압력에서 가압할 수 있다. 특정 변형

용도와 상관 없이, 측면 스트림은 보다 고압에서 주된 스트림으로 전형적으로 도입된다. 약 ± 2 °C 내의 좁은 범위에서 변화하는 비교적 일정한 온도를 유지하는 것이 또한 일반적으로 바람직하다. 그러나, 실제 온도는 혼합되는 두 스트림의 비율 및 온도에 좌우될 것이다.

사용된 단계의 수에 상관 없이, 침지된 안료는 당업계에 공지된 방법을 사용하여 분리될 수 있는 슬러리로서 얻어지고 필요한 경우 건조된다. 당업계에 공지된 수집 방법은 여과, 원심분리, 미세여과, 또는 단순한 기울여 따르기를 포함한다. 바람직한 수집 방법은 예를 들어, 벨트 여과, 회전 드럼 여과, 한외여과 등의 연속 여과법을 포함한다.

페틸렌 안료의 최종 입자 크기는 하나 이상의 임의의 상태조정 단계에 의해 더욱 조절될 수 있다. 그러나, 본 발명의 침지법 및 산화법을 조합 사용해 얻어진 작은 입자들은 건식 또는 습식 제분과 같은 통상적인 크기 감소 단계를 사용하여 얻어진 입자들보다 통상적으로 이미 더 작다. 본 발명에 의해 얻어진 더 작은 입자들은 종종 더 이상의 상태조정 단계를 필요로 하지 않으며, 따라서 더욱 경제적 이점을 제공한다. 본 발명의 연속적 방법의 추가적인 이점은 더 큰 바늘 모양의 입자가 필요할 때에도 균일하고 단일한 생성물을 얻게 하는 조절가능하고 반복가능한 조건이다.

광 안정성 및 이동 성질 때문에, 본 발명에 따라 제조된 페틸렌 안료는 많은 상이한 안료 응용분야에 적합하다. 예를 들어, 본 발명에 따라 제조된 안료는 매우 내광성인 착색된 시스템을 위한 착색제로서 (또는 2 이상의 착색제 중 하나로서) 사용될 수 있다. 예는 기타 물질로 착색된 혼합물, 안료 제제, 페인트, 인쇄 잉크, 착색지, 또는 착색된 거대분자 물질을 포함한다. 용어 "기타 물질로 착색된 혼합물"은 예를 들어, 이산화티타늄 (금홍석) 또는 시멘트와 같은 무기 흰 색 안료, 또는 기타 무기 안료와의 혼합물을 포함하는 것으로 이해될 것이다. 안료 제제의 예는 유기 액체로 씻어내린 페이스트 또는 물, 분산제 및 적절한 경우, 보존제와의 페이스트 및 분산액을 포함한다. 본 발명의 안료가 사용될 수 있는 페인트의 예는 예를 들어, 물리적 또는 산화적 건조 래커, 내화 에나멜, 반응성 페인트, 2-성분 페인트, 용매- 또는 물-기재 페인트, 내후성 코팅용 에멀션 페인트, 및 수성 도료를 포함한다. 인쇄 잉크는 종이, 직물, 및 양철 인쇄 용도로 공지된 것들을 포함한다. 적합한 거대분자 물질은 고무와 같은 천연 유래의 것; 아세틸 셀룰로오스, 셀룰로오스 부티레이트, 또는 비스코스와 같은 화학적 변형에 의해 얻어진 것; 또는 중합체, 다첨가 생성물, 및 축중합물과 같이 합성적으로 생성된 것을 포함한다. 합성적으로 생성된 거대분자 물질의 예는 염화폴리비닐, 폴리비닐 아세테이트, 및 폴리비닐 프로피오네이트와 같은 플라스틱 물질; 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌과 같은 폴리올레핀; 고분자량 폴리아미드; 아크릴레이트, 메트아크릴레이트, 아크릴로니트릴, 아크릴아미드, 부타디엔, 또는 스티렌의 중합체 및 공중합체; 폴리우레탄; 및 폴리카보네이트를 포함한다. 본 발명에 따라 제조된 페틸렌 안료로 착색된 물질은 임의의 필요로 하는 모양 또는 형태를 가질 수 있다. 본 발명에 따라 제조된 안료는 자동차, 산업, 및 건축의 코팅에 사용하는데 특히 적합하다.

본 발명에 따라 제조된 페틸렌 안료는 매우 내수성, 내유성, 내산성, 내식회성, 내알칼리성, 내용매성, 내상도성, 내상스프레이성, 내승화성, 내열성, 및 내경화성이면서도 매우 양호한 착색 수득물을 얻게 하고 용이하게 분산가능하다 (예를 들어, 플라스틱 물질에서).

하기 실시예는 본 발명의 방법을 보다 상세하게 설명한다. 상기 본원에 설명된 본 발명은 이들 실시예에 의해 발명의 취지 또는 범위에 있어서 제한되어서는 안 될 것이다. 당업계의 숙련자는 하기 방법들의 조건의 공지된 변형법이 사용될 수 있다는 것을 용이하게 이해할 것이다. 달리 특기되지 않는 한, 모든 온도는 섭씨 온도이고 모든 백분율은 중량 백분율이다.

<실시예>

<실시예 1>

미국 특허 제5,247,088호 실시예 1에 기재된 바와 유사한 방법으로 제조된 페틸렌 융합 용융물을 하기와 같이 연속적으로 침지시켰다. 나프탈이미드 1 중량부, 수산화칼륨 박편 3 중량부, 및 나트륨 아세테이트 0.5 중량부를 함유하는 용융물을 가열된 스크류 형태의 반응기에서 280 °C에서 혼합한 후 고리-형태 노즐의 중심 구멍으로 0.7 kg/분의 비율로 도입했다. 산화제로서 3 % 과황산칼륨을 함유하는 물의 10 kg/분 스트림을 100 내지 125 psi의 압력에서 측면 스트림으로서 노즐로 동시에 도입하였다. 압착식 여과기를 사용하여 페틸렌테트라카르복실 디이미드 안료를 수집했다. 안료의 입자는 난형이었고 입자 크기가 15 내지 75 nm이었다.

<실시예 2>

융합 용융물에서 수산화칼륨 박편 2 중량부 및 측면 스트림으로서 4 % 과산화수소 5 kg/분 스트림을 사용하는 것을 제외하고는 실시예 1을 반복했다. 얻어진 안료의 입자는 난형이었고 입자 크기가 15 내지 75 nm이었다.

<실시예 3>

실시예 1 (또한 미국 특허 제5,247,088호 실시예 1 참조)과 같은 방법으로 제조된 페틸렌 융합 용융물을 온도 30 °C인 물의 스트림에 0.7 kg/분의 비율로 도입함으로써 연속적으로 침지시켰다. 얻어진 슬러리를 용기에 수집하고 3 % 수성 과황산칼륨을 가했다. 압착식 여과기를 통하여 산화된 안료 슬러리를 통과시킴으로써 얻어진 페틸렌 안료를 수집했다.

용매-기재 페인트 시험

실시예 1 내지 3에 따라 제조된 페틸렌테트라카르복실 디이미드의 샘플을 염 분쇄로 상태조정한 후 용매-기재 페인트 시스템을 사용하여 시험했다. 통상적인 회분식 방법에 의해 만들어진 페틸렌테트라카르복실 디이미드를 대조물로서 사용했다.

아로플라즈 (AROPLAZ^(R)) 1453-X-50 알키드 (Alkyd) 수지 (라이히홀드 화학 (Reichhold Chemicals, Inc.)) 33 %, 크실렌 63 %, 및 안료 4 %인 혼합물을 사용하여 안료 분산액을 제조했는데 이것은 안료-대-결합제 비율이 4:33이 되게 하고 총 고체 함량이 37 %가 되게 했다. 안료-대-결합제 비율은 아로플라즈 1453-X-50 알키드 수지 2.3 % 및 레지멘 (RESIMENE^(R)) 717 펠라민 수지 (몬산토 사 (Monsanto Company)) 6.5 %를 가함으로써 1:10으로 감소했고 총 고체 함량이 40 %가 되게 했다. 152 µm 및 38 µm 습식 필름 두께에서 적용된 필름을 사용하여 각각 상색 및 투명도를 측정하고, 실온에서 30 분 동안 및 121 °C에서 30 분 동안 플래쉬 (flash)했다.

상기 기재된 안료-대-결합제 비율이 4:33인 분산액에 분산액 (아로플라즈 1453-X-50 알키드 수지 30 %, 크실렌 20 %, 뉴오스퍼스 (NUOSPERSE^(R)) 657 (휠스 아메리카 (Huels America)) 5 %, 및 TI-퓨어 (PURE^(R)) R-960 TiO₂ 안료 (듀폰 (DuPont)) 50 %로부터 제조됨) 31 %; 아로플라즈 1453-X-50 알키드 수지 21 %; 및 레지멘 717 펠라민 수지 7 %를 가함으로써 저색 색상 페인트를 제조했는데 이것은 안료-대-결합제 비율이 1:2가 되게 하고, 총 고체 함량이 50 %가 되게 하고, TiO₂-대-안료 비율이 90:10이 되게 했다. 76 µm 습식 필름 두께에서 적용된 필름을 사용하여 색을 측정하고 실온에서 30 분 동안 및 121 °C에서 30 분 동안 플래쉬했다.

상기 기재된 안료-대-결합제 비율이 4:33인 분산액에 알루미늄 페이스트 (실벨린 매뉴팩처링 사 (Silberline Manufacturing Co., Inc.)에서 5251 AR로서 입수 가능), 아로플라즈 1453-X-50 알키드 수지, 및 레지멘 717 펠라민 수지를 안료-대-결합제 비율 1:9, 알루미늄-대-안료 비율 20:80, 및 총 고체 함량 41 %를 제공하는 양으로 사용하여 금속성 페인트를 제조했다. 76 µm 습식 필름 두께에서 적용된 필름을 사용하여 색을 측정하고 실온에서 30 분 동안 및 121 °C에서 30 분 동안 플래쉬했다.

발명의 효과

실시예 1 내지 3의 안료를 사용하여 상기 기재된 것과 같이 제조된 용매-기재 페인트는 대조 안료를 사용하여 제조된 페인트보다 더 깊고 더 투명한 상색 및 더 푸르고 더 밝은 색상 및 금속성을 보였다.