



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0129191
(43) 공개일자 2024년08월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 29/76 (2006.01) B01J 2/22 (2006.01)
C07C 31/20 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C07C 29/76 (2013.01)
B01J 2/22 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7024948
(22) 출원일자(국제) 2022년12월14일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년07월23일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2022/085738
(87) 국제공개번호 WO 2023/117601
국제공개일자 2023년06월29일
(30) 우선권주장
21217297.7 2021년12월23일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
오규 케미칼스 게엠베하
독일, 몬하임 암 라인, 40789 라인프로메나드 4에이
(72) 발명자
랑게 호르스트
독일 44879 보훔 티프바우백 34
침머러 울리아
독일 50825 쾰른 그뤼너 백 26
(74) 대리인
장훈

전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 **케이킹-저항성 네오펜틸 글리콜 펠릿 및 케이킹-저항성 네오펜틸 글리콜 펠릿의 제조방법**

(57) 요약

본 발명은, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법으로서, 적어도 다음의 단계들: a) 네오펜틸 글리콜(NPG) 플레이크의 충전물을 제공하는 단계; b) 금형에서 상기 충전물을 압축하여 콤팩트를 형성하는 압축 단계로서, 상기 압축이 0.5MPa 이상 7.5MPa 이하의 압력에서 수행되는 상기 압축 단계를 포함하는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법에 관한 것이다. 또한, 본 발명은 네오펜틸 글리콜 콤팩트에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류
C07C 31/20 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

네오펜틸 글리콜 콤팩트(compact)의 제조방법으로서,

적어도 다음의 단계들: a) 네오펜틸 글리콜(NPG) 플레이크(flake)의 충전물(fill)을 제공하는 단계; b) 금형에서 상기 충전물을 압축(compressing)하여 콤팩트를 형성하는 압축 단계로서, 상기 압축이 0.5MPa 이상 7.5MPa 이하의 압력에서 수행되는 상기 압축 단계를 포함하는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 네오펜틸 글리콜(NPG) 플레이크가 $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 이상 $0.6\text{g}/\text{cm}^3$ 이하의 벌크 밀도를 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 네오펜틸 글리콜(NPG) 플레이크가 80중량% 이상 90중량% 이하의, 체질(sieving)에 의해 측정되는, 6mm 이하의 미립자 함량(fines content)을 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 네오펜틸 글리콜(NPG) 플레이크가 0.75mm 이상 5mm 이하의 두께를 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 네오펜틸 글리콜(NPG) 플레이크가, 체질에 의해 측정되는, 2mm 이상 8mm 이하의 D50 분위수(quantile)를 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 네오펜틸 글리콜(NPG) 플레이크가, 체질에 의해 측정되는, 7.5mm 이상 10mm 이하의 D95 분위수를 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 압축이 1.0MPa 이상 4MPa 이하의 압력에서 수행되는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 공정 단계 b)가 5°C 이상 40°C 이하의 온도 범위에서 수행되는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 NPG 플레이크가 0.05중량% 이상 3중량% 이하의 수분 함량을 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법.

청구항 10

$0.9\text{g}/\text{cm}^3$ 이상 $1.02\text{g}/\text{cm}^3$ 이하의 밀도를 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트.

청구항 11

제10항에 있어서, 2.5cm^3 이상 15cm^3 이하의 용적을 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트.

청구항 12

제10항 또는 제11항에 있어서, $0.95\text{g}/\text{cm}^3$ 이상 $1.05\text{g}/\text{cm}^3$ 이하의 밀도를 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트.

청구항 13

제10항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, $0.4\text{m}^2/\text{kg}$ 이상 $0.6\text{m}^2/\text{kg}$ 이하의 표면-대-질량 비(surface-to-mass ratio)를 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트.

청구항 14

제10항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 98중량% 이상의 네오펜틸 글리콜(NPG) 함량을 갖는, NPG 콤팩트.

청구항 15

제10항 내지 제14항 중 어느 한 항에 있어서, 80N 이상 400N 이하의 압축 강도를 갖는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 네오펜틸 글리콜 콤팩트(compact)의 제조방법으로서, 적어도 다음의 단계들: a) 네오펜틸 글리콜(NPG) 플레이크(flake)의 충전물(fill)을 제공하는 단계; b) 금형에서 상기 충전물을 압축(compressing)하여 콤팩트를 형성하는 압축 단계로서, 상기 압축이 0.5MPa 이상 7.5MPa 이하의 압력에서 수행되는 상기 압축 단계를 포함하는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법에 관한 것이다. 또한, 본 발명은 네오펜틸 글리콜 콤팩트에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 네오펜틸 글리콜(NPG, 2,2-디메틸프로판-1,3-디올)은, 예를 들면, 폴리에스테르 및 폴리우레탄의 생산에서, 대량으로 사용되는 중요한 디올이다. NPG의 산업적 생산은 통상적으로 이소부틸알데히드로부터 출발하며, 이것이 포름알데히드와 반응한 후에 반응 생성물이 촉매적으로 수소화된다. NPG는 흡습성, 결정질 화합물이며, 이는 대략 129°C 의 융점을 갖는다. 비용 및 실용성의 이유로, 디올은 더 작은 플레이크의 형태로 제공되며, 이것은 결정화 또는 냉각 벨트의 도움으로 NPG 용융물로부터 고화된 후에 개별적이고 다소 불규칙한 소편장(platelet)으로 분쇄되어 생산된다. 그후 NPG 플레이크는 250kg 이상의 큰 백에 또는 각각 25kg 이상의 백에 담긴 상품으로 편리하게 포장되어 배송된다. NPG의 흡습성 및 복잡한 열역학적 상 성질들에 기반하여, 존재하는 특정 저장 및 운송 조건의 함수로서, 플레이크는 시간이 지남에 따라 더 큰 응집체 형태로 응집될 수 있다. 조절되지 않은 응집은 매우 크고 조밀한 NPG 덩어리(clump)를 형성할 수 있으며, 이것은 생성물이 자유롭게 이동하는 능력을 0에 가깝게 야기할 수 있다. 이러한 영향은 심지어 큰 백의 전체 내용물이 큰 용적들로 케이킹되게 하여 추가 가공을 위해 큰 백을 효율적으로 비우는 것을 불가능하게 만들 수 있다. 표준 생산 공정에서 생성물을 사용하기 위해서는, 추가 가공 전에 다시 자유-유동 생성물로 되게 하는 시간-소모적이고 비용이 많이 드는 수동 분쇄를 수행해야 한다. 이러한 불리한 조건은 생산 공정에 큰 차질을 야기하고 통상적으로 제조업체에 불만을 초래한다.

[0003] 특허 문헌도 NPG 케이킹 또는 포장 문제를 개선하기 위한 다양한 접근법을 포함하고 있다.

[0004] 예를 들면, 미국 제4,435,603A호는 폴리오올 플레이크, 특히 네오펜틸 글리콜 플레이크의 생산에서 케이킹 방지제(anti-caking agent)로서 0.25 내지 0.5wt.% 농도의 3급 아민을 첨가하는 것을 교시한다. 그러나, 경험에서는 이러한 케이킹 방지제를 첨가하더라도, 특히 펠릿화된 백 또는 큰 백의 저장 동안, 재료 케이킹, 거친 덩어리 및 무더기, 또는 대응적 생성물 케이킹의 형성을 신뢰할 수 있게 방지하지 못하는 것으로 나타났다.

[0005] 예를 들면, 독일 제3 522 359 A1호는 정상 조건하에서 결정질인 유기 재료를 만드는 공정을 기재하고 있으며, 여기서 분말화된 및/또는 용융된 상태의 재료가, 스크류 샤프트가 동일한 방향으로 회전하는 자체-세척 트윈-스크류 기계에서 제조되어, 적어도 하나의 수축된 통로를 통해 저압 영역으로 배출되고, 냉각되고 입자로 분쇄되

며, 상기 재료가 수축된 통로를 통해 배출되는 동안 가열되어 용융 필름을 형성하는 것을 특징으로 한다.

[0006] 또한, 유럽 제0 829 298 A2호는 하이드록시피발산 네오펜틸 글리콜 에스테르 용융물을 상기 용융물이 고화되는 냉각 표면에 도포하여 하이드록시피발산 네오펜틸 글리콜 에스테르 과립을 제조하는 방법을 개시하며, 상기 용융물이, 하이드록시피발산 네오펜틸 글리콜 에스테르의 총량을 기준으로 하여, 적어도 3중량%의 하이드록시피발산 네오펜틸 글리콜 에스테르 결정을 함유하는 것을 특징으로 한다.

[0007] 유럽 제1 268 378 B1호는 또한, 네오펜틸 글리콜 용융물을 냉각, 결정화 및 분쇄한 후에 얻은 네오펜틸 글리콜 입자를 저장 또는 운송 용기에 포장하여 네오펜틸 글리콜을 제조하는 공정을 기재한다. 이 공정에서, 냉각 개시시에, 냉각수를 사용하지 않거나, 50 내지 120°C 범위의 온도를 갖는 냉각수를 사용하여 적어도 1/10분 동안 용융물을 냉각시킨 후에 30°C 이하의 온도에서 포장한다.

[0008] 선행 기술로부터 공지된 이러한 해결책들은 개선을 위한 추가적인 가능성을 제공할 수 있다. 이것은 특히, 가장 높은 가능한 순도의 NPG 콤팩트의 제공과 관련이 있으며, 이는 불리한 저장 조건하에서도 케이킹에 대한 단지 낮은 경향을 보인다.

발명의 내용

[0009] 본 발명의 목적은, 압축 콤팩트(compressed compact)의 형태로 더 케이킹-저항성인 NPG 압축체를 얻기 위한 개선된 방법 및 저장 동안 덩어리지는 경향이 감소된 NPG의 개선된 투입 형태(dosage form)를 제공하는 것이다.

[0010] 상기 과제는, 본 발명에 따른 상기 방법 및 본 발명에 따른 상기 콤팩트에 대한 독립청구항들의 특징적 구성들에 의해 해결된다. 본 발명의 바람직한 양태들은 종속청구항들, 발명의 설명 또는 도면에 나타나어져 있으며, 이에 의해 종속청구항들, 발명의 설명 또는 도면에 기재되거나 도시된 추가의 특징적 구성들은 문맥이 그 반대를 명확하게 나타내지 않는 한, 개별적으로 또는 임의의 조합으로 본 발명의 목적을 구성할 수 있다.

[0011] 본 발명에 따르면, 상기 과제는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법으로서, 적어도 다음의 단계들: a) 네오펜틸 글리콜(NPG) 플레이크의 충전물을 제공하는 단계; b) 금형에서 상기 충전물을 압축하여 콤팩트를 형성하는 압축 단계로서, 상기 압축이 0.5MPa 이상 7.5MPa 이하의 압력에서 수행되는 상기 압축 단계를 포함하는, 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조방법에 의해 해결된다. 놀랍게도, 본 발명의 방법을 통해, 각종의 상이하고 기계적으로 안정한 NPG 콤팩트들을 얻을 수 있는 것으로 밝혀졌으며, 상기 NPG 콤팩트는 저장 또는 운송 작업 동안 더 큰 응집체를 형성하는 경향이 NPG 플레이크에 비해 현저히 감소함을 보여준다. 상이한 주위 조건하에서의 케이킹에 대한 보다 낮은 경향에 추가하여, 상기 본 발명의 방법에 의해 생산될 수 있는 콤팩트는 또한 승화에 대한 보다 낮은 경향을 보이며, 특히 놀랍게도, 대규모 가공을 위한 상이한 용매들에서 단지 근소하게 제한된 용해도를 보인다. 이론에 결부됨이 없이, 높은 기계적 강도, 낮은 승화 경향, 보다 낮은 케이킹 경향과 상대적으로 양호한 용해 능력과의 상승작용적 이점은, 상대적으로 낮은 압력에서 기계적 프레싱 공정 내에서 NPG 플레이크를 사용하는 것으로부터 야기되며, 이에 의해 기계적으로 매우 안정한 압축 물품이 얻어지며, 이러한 압축 물품은 그럼에도 불구하고 용매에 의해 이의 성분들로 쉽게 용해될 수 있다. 플레이크들의 크기 분포 및 이들의 불규칙한 형상으로 인해, 플레이크를 사용하면 특정된 압력 범위에서의 프레싱 공정 동안 상기 콤팩트에 적절한 양의 공극들이 갇히게 되는 것으로 보이며, 이는 콤팩트의 기계적 강도에는 단지 약간의 영향을 미치지만 용해 속도에는 매우 긍정적인 영향을 미친다. 프레싱 동안 보다 높은 압력 범위는 기계적 강도는 미미하게만 증가하는 경향이 있지만 용매에서의 용해 속도는 크게 감소시킨다. 이러한 용매에서의 용해 속도의 큰 감소는 아마도 콤팩트 밀도의 과도한 증가로 인한 것일 것이며, 이러한 과도한 콤팩트 밀도 증가는 용매가 상기 콤팩트에 침투하는 것을 더 어렵게 만든다. 더 낮은 프레싱 압력은 오히려, 일반적인 저장 및 운송 조건들에 대한 상기 콤팩트의 불충분한 기계적 강도를 초래할 수 있다. 또한, 더욱 놀라운 것은, 본 발명에 따라 제안된 상기 압착 공정이, 목적하는 NPG 결정 구조를 변경하거나 제한하지도 않아서, 프레싱 공정 및 후속 저장 공정에서 열 토닝이 발생하지 않거나 단지 매우 작게 발생하게 하여 상기 콤팩트의 기본 성질들을 변경하지 않고 유지시킨다는 것이다. 이는 선행 기술에 달리 제안된 해결책들에 비해 명백한 이점을 초래하며, 이는 프레싱 공정에서의 온도 제어기가 더 간단하게 유지될 수 있기 때문이다. 마지막으로 그리고 최종적으로, 이러한 성질 개선들이 상기 NPG 콤팩트에 추가 물질들을 첨가하지 않고도 실현될 수 있다는 것이 특히 유리하다. 이러한 추가 물질들을 첨가하는 해결책은 특히 불리하며, 이는 이러한 추가 물질들이 공정의 추가 과정에서 큰 비용을 들여 제거되어야 하거나, 추가의 다운스트림 생성물의 제형화에서 이들의 성질들이 고려되어야 하거나, 이들이 이들로부터 생성된 다운스트림 생성물의 품질에 부정적인 영향을 미칠 수 있기 때문이다.

[0012] 본 발명에 따른 방법은 네오펜틸 글리콜 콤팩트의 제조를 위한 방법이다. 상기 콤팩트는 압축 금형에서 재료를

압축함으로써 얻는 성형체이다. 프레싱된 물품은 규칙적인 형상을 특징으로 하며, 이는 사용된 프레스 금형의 기하 형상(geometry)으로부터 야기된다. 예를 들면, 프레싱 다이의 선택에 의해, 상이한 형태(shape) 및 크기의 구체, 직육면체 또는 브리켓(briquette)이 생산될 수 있다. 상기 콤팩트들은 실질적으로 동일하게 조형되므로(shaped), 예를 들면, 상이한 콤팩트들은 중량이 25중량% 미만, 바람직하게는 15중량% 미만, 더욱 바람직하게는 10중량% 미만 상이하다. 상기 콤팩트는, 상기 콤팩트의 90중량% 이상, 추가로 95중량% 이상, 더욱 바람직하게는 97중량% 이상이 NPG로 구성되는 경우에 네오펜틸 글리콜 콤팩트이다. 상기 공정은 압출기 프레스, 롤러 프레스 형태의 종래의 프레스에 의해 또는 프레스 챔버 방법에 의해 수행될 수 있다.

[0013] 상기 본 발명의 방법은 공정 단계 a)를 포함하며, 여기서 NPG 플레이크의 충전물의 제공이 일어난다. NPG 콤팩트는 NPG 플레이크의 충전물로부터 생산된다. 이러한 충전물은 통계적 분포를 가지는 불규칙하게 파괴된 NPG 입자들이다. NPG 플레이크들은 제조 공정의 함수인 두께 및 크기 분포를 갖는다. 거시적 플레이크 외에도, NPG 입자들이 작은 결정립(grain) 또는 NPG 더스트(dust)의 형태로 벌크에 존재할 수도 있다. NPG 벌크 중의 더스트의 양은 또한 제조 공정의 함수이다. 양(quantity)의 측면에서, 벌크는 주로 불규칙하게 파괴된 가장자리를 갖는 편평한 소편장 형태의 플레이크를 함유한다. NPG 플레이크의 크기 분포는 냉각 벨트에서 고화된 NPG에 대한 기계적 작용에 의해 결정될 수 있다. NPG 플레이크의 조성은 특정 비율로 자유롭게 선택될 수 있다. 바람직하게는, NPG 플레이크는 순수한 NPG로 구성될 수 있다. 그러나, 플레이크가 추가 성분으로서 다른 물질을 갖는 것도 가능하다. 바람직하게는, 플레이크 중의 NPG의 중량 비율은 80% 이상, 더욱 바람직하게는 90% 이상, 더욱 바람직하게는 95% 이상이다.

[0014] 상기 본 발명의 방법은 공정 단계 b)를 포함하며, 여기서 콤팩트를 형성하기 위한 금형에서의 충전물의 압축이 수행된다. 본 발명에 따르면, 압축은 0.5MPa 이상 7.5MPa 이하의 압력에서 발생한다. 하나 이상의 압축 금형에 충전된 NPG 플레이크의 충전물은 압축 금형의 두 개의 반금형과 접촉하여 상기 압력 범위에 적용된다. 이러한 공정은, 예를 들면, 수동 프레스에 의해 또는 연속적으로 프레스 도구를 회전시킴으로써 수행될 수 있다. 프레싱 공정은 컨디셔닝된 환경 내에서 임의로 이루어질 수 있다. 그러나, 주위 공기 또는 온도를 적절하게 사전-컨디셔닝하는 것이 필수적인 것은 아니다. 보다 편리하게, 프레싱 공정은 실온에서 이루어질 수 있다. 그러나, 예를 들면, 프레싱 도구가, 특정 온도 범위, 예를 들면, 10°C 이상 40°C 이하로 사전-컨디셔닝되는 것도 가능하다. 단일 금형을 프레싱하기 위한 시간 기간은 다양할 수 있다. 예를 들면, NPG 플레이크의 벌크는 1초 이상, 더욱 바람직하게는 2초 이상, 더욱 바람직하게는 5초 이상 동안 압축 금형 내에 체류할 수 있다. 따라서, 보다 긴 기간 동안 프레싱 압력을 인가하는 것이 불필요하다. 프레싱 과정에서, 개별 콤팩트 외에도, 콤팩트들 사이에서 피스(piece)들의 연결이 형성될 수도 있으며, 이는 벌크로부터의 재료가 개별 프레스 다이들 사이에 침착되기도 했다는 사실로부터 초래된다. 이러한 추가 재료는 본 발명의 의미에서의 콤팩트를 형성하지 않으며, 콤팩트의 추가 가공 전에, 예를 들면, 약간의 기계적 압력을 인가함으로써 잘려지거나 격리될 수 있다.

[0015] 상기 본 발명의 공정의 바람직한 양태에서, NPG 플레이크는 0.5g/cm³ 이상 0.6g/cm³ 이하의 벌크 밀도를 가질 수 있다. 특히 기계적으로 안정하고 특히 잘 용해되는 콤팩트의 형성을 위해, NPG 플레이크의 벌크 밀도가 상기 나타난 범위 내에 있는 것이 특히 유리한 것으로 밝혀졌다. 이론에 결부됨이 없이, 특히 상기 벌크 밀도가 콤팩트의 바람직한 다공성에 결정적인 것으로 보인다. 보다 작은 벌크 밀도는 불리할 수 있으며, 이는 이러한 경우에 콤팩트의 기계적 강도가 불충분할 수 있기 때문이다. 반면에, 보다 큰 벌크 밀도는 불리할 수 있으며, 이는 이러한 경우에 콤팩트의 용해 속도가 너무 많이 감소하기 때문이다. 벌크 밀도는, 예를 들면, DIN ISO 697 또는 DIN ISO 60에 따라 측정될 수 있다.

[0016] 상기 공정의 추가의 바람직한 양태 내에서, NPG 플레이크는 80중량% 이상 90중량% 이하의, 체질(sieving)에 의해 측정되는, 6mm 이하의 미립자 함량(fines content)을 가질 수 있다. 또한, NPG 충전물에 사용되는 NPG 플레이크가 일정 크기 분포를 충족하는 것이 콤팩트의 기계적 성질에 유리한 것으로 밝혀졌다. 특히, 본원에서 크기가 6mm보다 작은 미립자 비율(fine fraction)로서 특정된, 작은 플레이크의 비율이 높을 수록, 콤팩트의 기계적 강도 개선 및 용해 능력 개선 둘 다 이루어질 수 있다.

[0017] 상기 공정의 추가의 바람직한 측면 내에서, NPG 플레이크는 0.75mm 이상 5mm 이하의 두께를 가질 수 있다. NPG 플레이크들의 측면 범위(lateral extent) 이외에, NPG 플레이크들의 두께도 NPG 콤팩트의 달성 가능한 강도 및 달성 가능한 용해 속도에 영향을 미친다. 플레이크의 두께는 생산에 사용되는 냉각 벨트 상의 NPG 용융물의 높이에 의해 편리하게 결정될 수 있다. NPG 플레이크의 보다 작은 두께는 불리할 수 있으며, 이는 이러한 경우에 얻을 수 있는 콤팩트의 기계적 강도가 감소할 수 있기 때문이다. 보다 높은 두께는 불리할 수 있으며, 이는 이러한 경우에도 콤팩트의 불리한 기계적 성질들이 얻어질 수 있기 때문이다. 이론에 결부됨이 없이, 상기 관계

는 아마도 개별 플레이크들이 프레스에서의 변형에 더 큰 정도로 저항할 수 있다는 사실에 기인할 수 있으며, 이러한 관점에서, 개별 플레이크들 사이의 감소된 상호작용이 프레스 공정에 의해 유도된다. NPG 플레이크의 두께는, 예를 들면, 캘리퍼 게이지를 사용하여 결정될 수 있다. 예를 들면, 충전물에 대해 통계적으로 검증된 값을 얻기 위해, 50개의 선택된 플레이크들을 측정할 수 있다. 더욱 유리하게는, 플레이크들의 두께는 1mm 이상 4mm 이하, 더욱 바람직하게는 1.5mm 이상 3mm 이하일 수 있다.

- [0018] 상기 공정의 바람직한 특징에 따라, NPG 플레이크는, 체질에 의해 측정되는 D50 분위수(quantile)가 2mm 이상 8mm 이하일 수 있다. 상기 분위기를 갖는 NPG 플레이크는 특히 기계적으로 안정하고 빠르게 용해되는 콤팩트의 생산에 특히 적합한 것으로 판명되었다. 상대적으로 낮은 프레스 압력 및 상대적으로 짧은 프레스 시간과 함께, 다소 작은 입자들의 비율이 높은 NPG 플레이크의 이러한 크기 범위는 프레스할 개별 입자들 사이의 특히 적절한 상호작용을 일으킬 수 있다. 매우 균질한 콤팩트가 형성되며, 이는 용매와 접촉시 비교적 짧은 시간에 잘 용해된다.
- [0019] 상기 공정의 추가의 바람직한 양태에서, NPG 플레이크는, 체질에 의해 측정되는 D95 분위수가 7.5mm 이상 10mm 이하일 수 있다. 10mm 초과인 플레이크의 비율이 상대적으로 낮은 NPG 플레이크의 사용은 또한, 특히 균질한 콤팩트를 얻을 수 있게 하며, 이것은 보다 큰 기계적 응력하에서도 단지 낮은 비율의 단편들에 의해 특징지어진다.
- [0020] 상기 공정의 추가의 바람직한 양태에서, 압축은 1.0MPa 이상 4MPa 이하의 압력에서 수행될 수 있다. 상기 언급된 압축 압력은 가능한 한 균일하고 기계적으로 안정한 콤팩트를 얻는 데 특히 적합한 것으로 판명되었다. 특히, 상대적으로 낮은 압축 압력 범위에서, 콤팩트의 충분한 안정성 및 매우 빠른 붕해(disintegration)가 달성될 수 있다.
- [0021] 상기 공정의 추가 양태에서, 공정 단계 b)는 5°C 이상 40°C 이하의 온도 범위에서 수행될 수 있다. 특히 균일한 콤팩트를 얻고 다이에서의 케이킹을 방지하기 위해서는, 상기 온도 범위가 특히 적합한 것으로 판명되었다. 더 높은 온도는, 이러한 온도 범위에서 NPG의 원치 않는 열역학적 상 변화가 유도될 수 있기 때문에 불리할 수 있다. 또한, 상기 공정의 더 높은 온도는 연속 생산 과정에서 프레스의 벽들 상에의 생산 재료의 의도하지 않은 축적을 야기할 수 있으며, 이것은 프레스 공정 동안 금형으로부터 독립적으로 제거되지 않는다. 프레스 동안의 더 낮은 온도는 불리할 수 있으며, 이는 이러한 경우에 더 낮은 프레스 압력이 개별 입자들의 서로에 대한 불충분한 프레스를 초래하기 때문이다.
- [0022] 상기 공정의 추가의 바람직한 양태 내에서, NPG 플레이크는 0.05중량% 이상 3중량% 이하의 수분 함량을 가질 수 있다. 특히 균일한 콤팩트의 생산을 위해, NPG 플레이크가 정의된 수분 함량을 갖는 것이 특히 유리한 것으로 밝혀졌다. 기계적 성질들에 대한 영향 외에도, 벌크의 수분 함량은 또한, 콤팩트의 생산 가능성에 대한 영향을 발휘할 수 있다. 특히, 수분 함량이 너무 높으면, 기계식 프레스 폼(mechanical press form)을 더 자주 세정해야 할 수 있다. NPG 플레이크의 수분 함량은 칼-피셔(Karl-Fischer)와 같은 알려진 방법으로 측정할 수 있다.
- [0023] 또한, 본 발명에 따른 NPG 콤팩트는, 콤팩트가 0.9g/cm³ 이상 1.02g/cm³ 이하의 밀도를 갖는 콤팩트이다. 본 발명에 따른 공정에 의해, 사용된 NPG로부터 출발하고 NPG 플레이크로서의 사용으로부터 출발하여, 매우 작은 범위의 비밀도(specific density)를 갖는 프레스된 물품이 수득될 수 있다. 이러한 매우 좁은 NPG 밀도 범위 내에서는, 불리한 저장 조건하에서도 케이킹에 대한 단지 아주 경미한 경향을 보여주는 기계적으로 매우 안정한 콤팩트가 수득된다. 이와 같은 콤팩트의 개선된 기계적 성질 및 낮은 승화 경향 외에도, 콤팩트는 그럼에도 불구하고 물과 같은 NPG의 통상의 용매에서 양호한 용해도를 나타낸다. 이러한 그럼에도 불구하고 NPG 플레이크와 비교하여 양호한 용해도는, 프레스된 콤팩트가 NPG 플레이크에 비해 유의하게 더 작은 표면적을 갖기 때문에 놀랍다. 이와 관련하여, 표면적의 차이로 인해, 당업자는 NPG 콤팩트의 용해 속도가 더 유의하게 감소할 것으로 예상할 것이다. 콤팩트의 밀도는, 당업자에게 알려진 방법에 의해, 예를 들면, 콤팩트를 계량하고 칭량함으로써 결정될 수 있다.
- [0024] NPG 콤팩트의 바람직한 특성에 따르면, 콤팩트는 2.5cm³ 이상 15cm³ 이하의 용적을 가질 수 있다. 개별 입자의 용해 속도와 콤팩트의 기계적 안정성 사이의 최상의 가능한 균형을 달성하기 위해서는, 상기 언급된 용적이 개별 콤팩트에 특히 적합한 것으로 판명되었다. 더 작은 콤팩트는 너무 큰 표면적을 포함할 수 있으며, 이는 개별 콤팩트의 표면으로부터의 증가된 승화로 인해 저장 동안 과도하게 높은 미립자 함량을 야기할 수 있다. 반면에 더 큰 콤팩트 용적은, 이러한 경우에, 예를 들면 물에서의, 콤팩트의 용해 속도가 너무 많이 감소하기 때

문에, 분리할 수 있다.

- [0025] NPG 콤팩트의 추가의 바람직한 양태에서, 콤팩트는 $0.95\text{g}/\text{cm}^3$ 이상 $1.05\text{g}/\text{cm}^3$ 이하의 밀도를 가질 수 있다. NPG 플레이크의 벌크 밀도 및 생산시 인가된 프레스 압력에 따라, 생성되는 NPG 콤팩트의 밀도가 결정될 수 있다. 이러한 매개변수들은 상기 언급된 범위의 밀도를 가진 프레스된 물품을 얻을 수 있게 한다. NPG 콤팩트에 대한 이러한 매우 좁은 범위의 재료 밀도는 특히, 기계적으로 매우 안정한 콤팩트를 얻을 수 있도록 할 수 있으며, 이것은 이 목적에 적합한 용매에서의 특히 급속한 용해를 나타낸다. 또한, 이 밀도 범위는, 비교적 짧은 시간 후에 콤팩트의 최종 기계적 강도가 얻어질 수 있게 할 수 있다.
- [0026] NPG 콤팩트의 바람직한 측면 내에서, 콤팩트는 $0.4\text{m}^2/\text{kg}$ 이상 $0.6\text{m}^2/\text{kg}$ 이하의 표면-대-질량 비(surface-to-mass ratio)를 가질 수 있다. 특히 NPG 콤팩트의 경우, 상기한 표면-대-질량 비를 갖는 기본적 기하 형상을 갖는 다이를 사용하는 것이 적합한 것으로 밝혀졌다. 이러한 기하 형상은 저장 동안 단지 낮은 정도의 질량 손실(승화)을 보이며, 기계적 응력이 심한 경우에도 개별 콤팩트에 단지 경미한 마모만 야기하며, 이러한 콤팩트는 또한 산업 환경에서 표준 장비로 가공할 수 있다. 표면-대-질량 비는, 예를 들면, 캘리퍼 게이지를 사용하여 프레스된 부품의 크기를 칭량하여 측정함으로써 결정될 수 있다.
- [0027] NPG 콤팩트의 추가의 바람직한 양태에서, 콤팩트는 98중량% 이상의 NPG 함량을 가질 수 있다. 놀랍게도, 예를 들면, 봉해제 형태 또는 케이킹 방지제 형태의, 추가 물질을 첨가하지 않고도 저장 또는 운송 동안 단지 매우 약간의 케이킹 경향을 보이는 기계적으로 안정한 성형물을 얻을 수 있는 것으로 나타났다. 이와 관련하여, NPG의 추가 가공이, 추가 물질의 존재와 관련 없이 수행될 수 있음이 강조되어야 한다. 특히, 본 발명에 따른 콤팩트는 대체로 추가 물질이 없다. 따라서, 콤팩트 중의 NPG 함량은 98.5중량% 이상, 더욱 바람직하게는 99.5중량% 이상, 더욱 바람직하게는 99.9중량% 이상일 수 있다. 특히 바람직하게는, 콤팩트는 또한 100% NPG로 구성될 수 있다. 콤팩트 내의 NPG의 중량을 기준으로 한 비율은, 예를 들면, 수분 함량을 무시하고, HPLC 분석에 의해 정량적으로 결정될 수 있다.
- [0028] NPG 콤팩트의 추가 양태에서, 콤팩트는 80N 이상 400N 이하의 압축 강도를 가질 수 있다. 본 발명에 따른 콤팩트는 상대적으로 높은 파괴 강도를 특징으로 하며, 이는 놀랍게도 제조 공정의 일부로서 상대적으로 낮은 압축 압력만을 통해 얻을 수 있다. 일관된 값을 얻기 위해, 개별 콤팩트의 파괴 강도는 제조 및 실온에서 저장한 지 24시간 후에 결정된다. 이 기간 내에, 이와 같이 프레스된 부품은 여전히 사후-경화되어 더 높은 파괴 강도로 발전할 수 있다. 압축 강도는 에릭슨(Erichson)으로부터의 압축 강도 시험기(모델 469 E4)를 사용하여 측정된다. 상부 플레이트 및 하부 플레이트는 각각 80mm의 직경을 갖는다. 측정 본체의 직경은 10mm(수평)이고 측정 본체의 속도는 8mm/min이다.
- [0029] NPG 콤팩트의 추가의 바람직한 양태 내에서, 콤팩트는 직육면체 기하 형상을 가질 수 있다. 산업 포장 및 운송 공정에서의 취급을 위해, 콤팩트가 직육면체 기하 형상을 갖는 것이 특히 적합한 것으로 밝혀졌다. 이러한 기하 형상은 운송 동안 심한 기계적 응력 하에서도 특히 낮은 케이킹 경향 및 특히 낮은 수준의 마모에 기여할 수 있다. 콤팩트는 정확한 직육면체 기하 형상 또는 직육면체를 기반으로 하는 기하 형상을 가질 수 있다. 따라서, 이 정의를 통해, брикет은 통상의 의미로 이해될 뿐만 아니라 둥근 모서리가 있는 기본 직육면체 기하 형상을 갖는 소괴탄(egg coal) 또는 에그 брикет(egg briquette)으로 이해된다. 직육면체 기하 형상은 또한 정육면체일 수 있다. 기본 기하 형상에 더하여, 프레스된 брикет은, 표면 상에, 예를 들면, 원주형 피쳐(feature), 프레스된 심(seam) 피쳐, 및 로고 등과 같은 다른 피쳐들을 가질 수 있다.
- [0030] NPG 콤팩트의 추가로 바람직한 측면 내에서, (길이 + 너비)/2를 높이로 나눈 값에 의해 결정되는, 직육면체 콤팩트의 높이에 대한 평균 길이 및 너비의 비율은 1.25 이상 3.5 이하일 수 있다. 산업 생산에서 콤팩트가 가지런하게 적층되지 않고 백 또는 빅-백에 불규칙한 벌크로 제공된다는 사실에 기인하여, 직육면체 콤팩트의 높이와 너비의 상기 비율이 특히 적합한 것으로 밝혀졌다. 콤팩트의 이러한 종횡비는 불리한 저장 조건 및 높은 기계적 응력하에서도 콤팩트 벌크에서 소량의 파손만 발생하도록 할 수 있다. 또한, 직육면체 콤팩트의 특정된 비대칭성으로 인해, 통상의 용매에서 콤팩트의 적절한 용해 속도가 또한 달성될 수 있다.
- [0031] 또한, 본 발명에 따르면, 케이킹-저항성 네오펜틸 글리콜 콤팩트로 제조된 벌크 재료가 사용되며, 이에 따라 벌크 재료에서 < 1mm 미세 입자의 비율이 10% 미만이다. 이러한 벌크 재료는 불리한 저장 및 운송 조건하에서도 특히 낮은 비율의 케이킹에 의해 특징지어질 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0032] 실시예

[0033] NPG 콤팩트의 생산을 위해, NPG 플레이크들의 벌크(bulk)를 롤러 프레스에서 NPG 브리켓 형태의 다양한 크기의 콤팩트로 되도록 압축한다. NPG 플레이크는 100% NPG(수분 함량은 무시함)로 구성된다. NPG 플레이크 또는 NPG 그대로에 추가의 케이킹 방지제, 결합제 또는 봉해제가 첨가되지 않는다. 플레이크는 다음 크기 등급(mm 단위의 데이터)으로 체 분석에 의해 분석하였다: > 20; 20-10; 10-8; 8-6.3; 6.3-5; 5-4; 4-3.15; 3.15-2; 2-1; 1-0.5; 0.5-0.25; 0.25-0.125; 및 0.125-0mm. 이것은 3.45mm의 D50 분위수 및 8.7mm의 D95 분위수를 야기한다. NPG 충전물의 밀도는 0.525g/cm³이다.

[0034] 소피탄 브리켓 기본 형태에 상응하는 프레스 형태의 기본 대칭을 갖는, 두 개의 상이한 크기의 브리켓들이 생산된다. 상기 브리켓들의 치수는 다음과 같다:

공칭 용적 [cm ³]	길이 [mm]	너비 [mm]	높이 [mm]
5	30	24	17
10	33	30	20

[0035]

[0036] 두 크기 모두에 대해, 프레스를 1MPa의 압력으로 수행한다. 그 후 브리켓을 체질하여 미립자(6.3mm보다 작은 입자)를 분리한다. 미립자가 없으면, 상기 프레스 공정의 수율은 90% 이상이다. 상기 브리켓을 실온 및 상대 습도 85%에서 24시간 동안 저장한다. 이러한 저장 조건하에서, 흡습성 거동으로 인한 브리켓 질량의 변화는 관찰되지 않았다. 프레스된 콤팩트의 압축 강도는 24시간 저장에 의해 유의하게 개선된다. 프레스 직후, 압축 강도 측정(Type 469 ERICHSEN 기계로 측정된 "브리켓의 압축 강도")에 의해 결정된 압축 강도는 >100N이다. 상기 조건하에서 24시간 동안 저장 후, 압축 강도는 더욱 증가될 수 있다. 저장 후 전형적인 압축 강도 값은, 보다 작은 브리켓의 경우 109N이고, 보다 큰 브리켓의 경우 155N이다. 브리켓은 또한 2m 높이로부터의 낙하 시험을 통과한다. 저장되지 않은 브리켓에 대해 2회 실행 후, 두 브리켓 크기 모두에 대해 대략 90%의 온전한 브리켓이 여전히 발견되었다. 이러한 낙하 시험의 결과는 또한, 갓 생산된 브리켓의 24시간 저장 후에 개선되었다.

[0037] 저장 동안 승화로 인한 콤팩트의 질량 손실을 측정하기 위해, 브리켓을 흡 후드에 배치하고 49일에 걸쳐 질량 손실을 추적한다. 브리켓은 선형 승화 거동을 보이며, 49일 후의 질량 손실은, 10cm³ 콤팩트의 경우 약 10%이고, 5cm³ 콤팩트의 경우 11%이다. 대조적으로, 이러한 조건하에서 NPG 플레이크의 질량 손실은 약 18%이다.

[0038] 또한, 데시케이터에서 정의된 습도하에서 콤팩트 흡습성에 대한 시험을 수행한다. 이러한 목적을 위해, 브리켓들을 다양한 포화 염 용액들을 함유하는 데시케이터의 오픈 트레이에 배치한다. 포화 NaCl 용액은 74%의 상대 습도를 제공하는 반면, 포화 LiCl 용액을 사용함으로써 11%의 더 낮은 습도가 얻어진다. 프레스된 콤팩트의 중량 및 수분 함량은 2주 후에 기록된다. 11%의 상대 습도에서 저장함에 의해서는, 콤팩트의 수분 함량 또는 질량 손실에 있어서의 유의한 증가를 관찰할 수 없다. 74% 습도하에서 저장했을 때, 2주 후 1.3%의 수분 함량(10cm³ 브리켓) 및 1.6%의 수분 함량(5cm³ 콤팩트)이 측정되었다. 따라서, 프레스된 콤팩트는 NPG 플레이크에 비해 유의하게 더 낮은 흡습성을 보인다.

[0039] 압력하에서 콤팩트에 대한 저장 시험을 수행하였다. 이러한 목적을 위해, 중량(14.3kg)으로 오토클레이브 인서트에 있는 유리 실린더(직경 14.3cm)가 각각의 경우에 사용되며 그 사이에 적절한 테프론 디스크가 있다. 이 셋업은 78g/cm²의 총 저장 압력을 제공하며, 백들의 스택의 가장 낮은 백에서 또는 빅-백의 저부 영역에서 우세한 압력에 대략적으로 상응한다. 시험은 각 경우에 실온에서 10cm의 벌크 높이로 수행된다. NPG 플레이크와 비교하여 프레스된 콤팩트의 저장 거동에서 분명한 차이를 관찰할 수 있다. 일주일의 저장 후, 프레스된 콤팩트의 경우 재료의 최소 부분만 표면에 케이킹된다. NPG 플레이크는 이러한 조건하에서 유의하게 더 높은 케이킹 및 응집 비율을 보인다. 부착된 브리켓들조차도 낮은 힘을 적용함으로써 매우 쉽게 다시 분리할 수 있다. 4주 저장 후, NPG 플레이크와 비교하여 프레스된 브리켓에 대해 유사한 그림이 나타난다. 부착 정도는 NPG 플레이크 및 프레스된 콤팩트 둘 다에 대해 증가하지만, 플레이크에 대해서는 케이킹된 재료의 비율이 명확하다. 또한, 부착된 콤팩트들은 작은 힘을 적용함으로써 서로 쉽게 분리할 수 있다. 부착된 NPG 플레이크들은 더 높은 힘을 적용하더라도 서로 완전히 분리할 수 없다.

[0040] NPG 플레이크와 콤팩트 간의 용해 거동을 비교하기 위해, 25중량% NPG 용액을 각각의 경우에 교반하면서 물에서 제조한다. 놀랍게도, 브리켓의 용해 거동은 사용된 프레스된 콤팩트 크기와 실질적으로 무관하다. 콤팩트의 용해 속도는, 5cm³ 콤팩트의 경우에는 약 12:20분이고, 10cm³ 콤팩트의 경우에는 12:40분이다. NPG 플레이크는

동일한 실험 조건하에서 약 2:53분 안에 용해된다. 플레이크 및 콤팩트의 용해에 이용 가능한 표면적의 차이를 고려하면, 플레이크의 표면적은 콤팩트에 비해 적어도 10배 더 높은 것으로 추정할 수 있다. 플레이크 표면적은, 플레이크 높이를 높이로 갖고 플레이크의 D50 분위수에 상응하는 직경을 갖는 원통형 입자를 가정하여 근사화할 수 있다. 이 접근법은 그럼에도 불구하고 플레이크 중의 매우 작은 단편의 상당한 부분을 고려하지 않으며 플레이크 표면적을 매우 신중하게 추정한다. 플레이크에 비해, 콤팩트는 4 내지 5배 더 열등하게 용해되는 한편, 이용 가능한 표면적에 대한 계수(factor)의 차이는 어쨌든 10보다 높다. 이러한 점에서, 프레스된 콤팩트는 예상될 수 있었던 것보다 훨씬 더 잘 용해된다. 이론에 결부됨이 없이, 이것은 콤팩트의 비밀도에 기인하며, 이는 NPG 콤팩트가 콤팩트하지 않음을 나타낸다. NPG 플레이크의 사용 및 단지 낮은 프레스 압력의 인가로 인해, 콤팩트는 또한, 콤팩트에 상당한 양의 기공 또는 공기를 함유하며, 이것은 용매의 확산 및 이에 따른 용해를 용이하게 하는 것이 분명하다.

[0041] 본 발명에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 본 발명에 따른 콤팩트의 몇 가지 전형적인 매개변수는 다음과 같다:

	5cm ³	10cm ³
치수 L x W x H	30 x 24 x 10 mm	33 x 30 x 20 mm
중량	10 g	13-15 g
표면	0.0049 m ²	0.0068 m ²
표면/질량	0.49 m ² /kg	0.49 m ² /kg
벌크 밀도	0.535 g/cm ³	0.531 g/cm ³
밀도	0.97-0.99 g/cm ³	0.97-0.99 g/cm ³
미립자 분율 (< 6mm)	< 10%	< 10%
질량 손실	0.22 wt%/24 시간 1.6 wt%/주	0.2 wt%/24 시간 1.4 wt%/주

[0042]