

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁵
C09K 11/06
C09K 11/07

(45) 공고일자 1991년 10월 12일
(11) 공고번호 91-008347

(21) 출원번호	특 1983-0002656	(65) 공개번호	특 1984-0004936
(22) 출원일자	1983년 06월 15일	(43) 공개일자	1984년 10월 31일
(30) 우선권주장	388,854 1982년 06월 16일 미국(US)		
(71) 출원인	아메리칸 사이아나미트 캄파니	존 제이 헤이간	
	미합중국 뉴우저어지주 웨인시		

(72) 발명자
마아틴 레오나아드 코우헨
미합중국 뉴욕주 10603 화이트 프레인즈시 워어드맨 스트리트 21
프랭크 조오지프 아아던 주니어
미합중국 뉴우저어지주 07882 워싱턴시 함 235 아아르디이 3(R.D.3)
쑤-송 쉑
미합중국 뉴우저어지주 08807 브릿지워터어시 윈드밀 코오트 232

(74) 대리인
차윤근, 차순영

심사관 : 김능균 (책자공보 제2517호)

(54) 수성 화학발광 시스템

요약

내용 없음.

명세서

[발명의 명칭]

수성 화학발광 시스템

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 화학발광을 발생하는, 즉 화학반응에 의해 300-1000 나노메타 파장에서 전자가 방사선을 발생하는 신규방법 및 조성물에 관한 것이다. 좀 더 특히 본 발명은 수용액 및 유탁액중에서 화학발광을 내는 신규방법 및 조성물에 관한 것이다.

형광물질 존재하에 수성계중에서 옥살산의 에스테르나 아미드를 과산화수소 공급원과 반응시켜 화학발광을 발생시키는 것은 미합중국 특허 제 4,053,430호 및 제 4,282,357호에 공지되어 있다. 그러나 이들 시스템은 방출강도 및 방출 효율이 낮으며 따라서 좀 더 높은 방출 강도, 광용량 및 방출 효율을 가진 수성화학 발광조성물이 요구되게 되었다.

본 발명에 따라, (a) 수용성 반응체, (b) 약 300-1000 나노메타 범위에서 스펙트럼방출을 나타내는 수용성 유기 형광물질 및 (c) 계면활성제를, 과산화수소와 반응하여 높은 화학발광을 발생할 수 있는 비율로 함유하는 수용액으로 구성된 화학발광방출을 발생하는 조성물이 제공된다.

본 발명에 따라, 또한 (a) 수용성 반응체, (b) 약 300-1000 나노메타 범위에서 스펙트럼방출을 나타내는 수불용성 유기 형광물질과 (c) 계면활성제의 수중유 유제로 구성되며 이들이 과산화수소와 반응하여 높은 화학발광을 발생할 수 있는 비율로 되어 있는, 화학발광을 발생하기 위한 조성물이 제공된다.

본 발명에 따라, 또한 (a) 수용성반응체, (b) 과불산나트륨, 과불산칼륨, 탄산나트륨 퍼옥시수화물 및 히스티딘 과수화물로 구성된 군으로부터 선택된 고형의 과산화수소공급원, (c) 약 300-1000 나노메타에서 스펙트럼방출을 나타내는 고품수용성 형광물질 및 (d) 계면활성제의 무수 혼합물로 구성되며 이들이 물에 첨가될때 높은 화학발광을 발생할 수 있는 비율로 되어 있는, 화학발광을 발생하기 위한 조성물이 제공된다.

상기한 조성물 모두에서 반응체는 옥살산의 수용성 에스테르나 아미드인 것이 바람직하다.

본 발명은 또한 상기 언급한 조성물 유효량을 과산화수소 수용액 또는 과산화수소공급원에 첨가함으로써 화학발광을 발생시키는 방법의 제공에 관한 것이다.

계면활성제를 사용하지 않은 방법이 약 0.7-1.5%의 양자수율을 갖는데 비해, 본 발명의 방법은 약 1-8%의 양자수율을 산출한다.

본 발명은 수성화학발광시스템은 광범위하게 사용되며 특히 집이나 고속도로나 바다에서 비상등을 제공하는데 유용한 향상된 광 방출을 제공한다.

화학발광성 반응혼합물은 형광화합물 및 계면활성제 존재하에 과산화수소 또는 과산화수소 공급원과 반응하여 광을 발생하는 수용성 반응체를 함유한다. 바람직한 반응체는 옥살산의 수용성 에스테르 또는 아미드이다.

본 발명에 사용될 수 있는 적합한 옥살산의 수용성 에스테르는 미합중국 특허 제 4,053,430호 (Mohan)에 기술되어 있다.

옥살산의 적합한 수용성 에스테르에는 예컨대 하기 화합물들의 디하이드로 클로라이드, 디하이드로 브로마이드, 디하이드로플로라이드, 디(트리플로로메탄)설포네이트, 디메탄설포네이트, 디-p-톨루엔 설포네이트, 디메토설페이트 및 디 4급 암모늄염이 포함된다; 비스{2,6-디클로로-4-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트, 비스{2,4-디클로로-6-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트, 비스{2-클로로-4-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트, 비스{2-브로모-4-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트, 비스{2,6-디브로모-4-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트, 비스{3-플로로-4-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트, 비스{2,4-디브로모-6-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트, 비스{2-플로로-4-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트.

옥살산의 바람직한 수용성 에스테르는

비스{2,4-디클로로-6-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트의 디하이드로클로라이드이다.

본 발명의 방법 및 조성물에 사용될 수 있는 적합한 옥살산의 수용성 아미드는 미합중국 특허 제 4,282,357호(Tseng and Rauhat에 의해)에 기술되어 있다.

적합한 옥살산의 수용성 아미드에는 예컨대 하기 화합물들의 디하이드로클로라이드, 디하이드로브로마이드, 디하이드로플로라이드, 디(트리플로로메탄)설포네이트, 디메탄설포네이트, 디메토설페이트 및 디테트라플로로보레이트가 포함된다 ; N,N'-비스(2-몰폴리노에틸)-N,N'-비스-(트리플로로메틸설포닐)옥사미드, N,N'-비스(3-몰폴리노프로필)-N,N'-비스-(트리플로로메틸설포닐)옥사미드, N,N'-비스[2-(2-피리딜)에틸]-N,N'-비스-(트리플로로메틸설포닐)옥사미드, N,N'-비스[3-(2-피리딜)프로필]-N,N'-비스-(트리플로로메틸설포닐)옥사미드, N,N'-비스(6-몰폴리노헥실)-N,N'-비스-(트리플로로메틸설포닐)옥사미드, N,N'-비스[2-(4-피리딜)에틸]-N,N'-비스(트리플로로메틸설포닐)옥사미드, N,N'-비스[5-(3-피리딜)펜틸]-N,N'-비스-(트리플로로메틸설포닐)옥사미드.

바람직한 수용성 옥사미드는 4,4'-[옥살릴비스[(트리플로로메틸)설포닐]이미노]에틸렌비스(4-메틸몰폴리놀 트리플로로메탄설포네이트)이다.

본 발명의 화학발광조성물에 유용한 수용성 형광화합물은 300-1000 나노메타에서 발광스펙트럼 최대치를 가지며 과산화수소화합물이나 옥살산의 아미드 또는 에스테르와 접촉시 반응하지 않는 화합물로서 넓게 정의내릴 수 있다. 수용성 형광물질은 음이온성, 양이온성이거나 또는 비이온성일 수 있다.

적합한 형광물질에는 예컨대 하기와 같은 것이 포함된다. ; 설포화 5,6,11,12-테트라페닐 나프타센 나트륨염, 4-메틸-4-[2-[1-옥소-4-(1-피리닐-부톡시)에틸]-몰폴리놀 메틸 설페이트, 4,4'-[9,10-안트라센디일비스(1,2-에탄디일)]-비스벤젠설포산 이나트륨염, 4,4'-[9,10-안트라센디일비스(1,2-에탄디일)]-비스벤젠메탄올비스(모노나트륨 설페이트), 4,4'-[9,10-안트라센디일비스(1,2-에탄디일)]-비스벤젠카복실산 이리튬염, 4,4'-[6,12-디페닐-5,11-테트라센디일비스(4,1-페닐렌메틸렌)]비스(4-메틸몰폴리놀 메틸설페이트), 4,4'-[6,12-디페닐-5,11-테트라센디일비스(4,1-페닐렌메틸렌)]비스(4-트리플로로메틸몰폴리놀 트리플로로메틸설페이트), 2,8-비스[(3,6,9-트리옥사데실)옥시]-5,11-비스[(3,6,9-트리옥사데실)옥시]페닐-6,12-디페닐나프타센.

본 명세서에서 설포화루 브렌으로 지칭되는 바람직한 수용성 형광물질은 설포화 5,6,11,12-테트라페닐나프타센의 나트륨염들의 혼합물이다.

수용성이 아닌 적절한 형광물질에는 예컨대 하기와 같은 화합물들이 포함된다; 5,6,11,12-테트라페닐나프타센, 9,10-비스(페닐에티닐)안트라센, 5,12-비스(페닐에티닐)테트라센, 9,10-디페닐안트라센, 페닐렌, 피렌, 1-클로로-9,10-비스(페닐에티닐)-안트라센, 5,12-비스(페닐에티닐)테트라센, 9,10-디페닐안트라센, 페닐렌, 리렌, 1-클로로-9,10-비스(페닐에티닐)-안트라센, 2-클로로-9,10-비스(페닐에티닐)-안트라센, 1,5-디클로로-9,10-비스(페닐에티닐)-안트라센, 1,8-디클로로-9,10-비스(페닐에티닐)-안트라센, 1-브로모-9,10-비스(페닐에티닐)-안트라센, 1-플로로-9,10-비스(페닐에티닐)-안트라센, 2-메틸-9,10-비스(페닐에티닐)-안트라센, 플로레세인, 로다민, 2,3-벤즈안트라센, 5,11-비스[4-(n-헥?0페닐)-6,12-디페닐-나프타센, 5,11-비스[4-(n-도데실_페닐)-6,12-디페닐-나프타센, 5,11-비스[4-(2,5,8,11,14,17-헥사옥타데스-1-일)페닐]-6,12-디페닐-나프타센,

화학발광반응 혼합물은 본 명세서에서 계면활성제로 지칭되는 양이온성, 음이온성 및 비이온성 계면활성제를 약 0.1-5중량% 함유하는데, 이들은 과산화수소에 의해 신속히 산화되지 않는다. 여기서 사용된 "계면활성제"란 용어는 액체의 표면장력이나 두액체간의 계면 장력을 저하시키는 물질로 정의된다.

적합한 계면활성제에는 예컨대 하기의 것들이 포함된다 ; 노니펜옥시 테트라 에톡시에탄올, 노닐펜옥시헥사 에톡시에탄올, 노닐펜옥시 헵타 에톡시에탄올, 노닐펜옥시 노나에톡시에탄올, 노닐펜옥시 데카에톡시에탄올, 옥틸펜옥시 노나에톡시에탄올, 이소옥틸펜옥시 데카에톡시에탄올, 트리메티로닐 폴리에틸렌글라콜에테르, 나트륨 도데실설페이트, 나트륨 디아일 설포석시네이트, 나트륨 디헥실 설포석시네이트, 나트륨 비스(2-에틸헥실) 설포석시네이트, 나트륨 비스(트리데실)설포석시네이트, 이 나트륨 N-옥타데실설포석시네이트, 나트륨 2-에틸헥실설페이트, 나트륨 헵타데실설페이트, n-도데

릴트리메틸암모늄 클로라이드.

반은혼합물은 분자당 약 4-15개의 옥시에틸렌기를 함유하는 노닐펜옥시폴리에톡시에탈올인 비이온성 계면활성제를 0.75-3.5중량% 함유하는 것이 바람직하다.

옥살산에스테르 또는 아마이드의 초기 물농도(용액 1당 몰수)는 상당히 다양하다. 화학발광을 얻기에 충분한 농도로 존재하는 것이 필요하다. 초기 물농도는 10⁻⁵, 바람직하게는 약 10⁻¹ 범위이다.

사용된 형광화합물의 물농도는 약 10⁻¹이며, 약 10⁻¹⁰ 인 것이 바람직하다.

사용된 과산화수소 화합물의 초기 물농도는 약 10⁻¹⁰ 범위이며, 10⁻⁴인 것이 바람직하다. 옥살산아미드나 에스테르에 k 과산화수소의 몰비는 약 0.5-100, 바람직하게는 약 20-60이다.

본 발명의 화학발광조성물의 성분들은 화학발광을 소망할때까지 분리해서 두어야 하며, 이들은 일단 계로 또는 일련의 낙계로 혼합될 수 있다. 성분들의 혼합순서는 보통 결정적인 사항은 아니다. 과산화수소 화합물, 계면활성제 및 형광물질을 물에 용해시킨 후 여기에 고체상태의 또는 적합한 불활성 희석제중의 옥살산에스테르 또는 아마이드를 첨가하여 화학발광을 개시한다. 또한 옥살산에스테르나 아마이드, 계면활성제 및 형광화합물을 물에 녹인 후 과산화수소 화합물을 여기에 첨가하여 화학발광을 개시할 수 있다. 임의로 과산화수소 화합물의 수용액을 옥살산에스테르나 아마이드, 계면활성제, 형광화합물의 고형혼합물에 첨가하여 화학발광을 개시할 수도 있다.

적합한 혼합물은 예컨대 하기와 같은 것을 함유한다 ; 13.23중량%의 4,4-[옥살릴비스(트리플로로메틸설포닐)이미노 에틸렌]비스[4-메틸-폴폴리놀 트리플로로메탄설포네이트], 2.12중량%의 설포화루브렌, 2.65중량%의 테르기톨(Tergitol) 비이온성 계면활성제 NP-13 및 82.00중량%의 과염산나트륨.

만일형광화합물이 루브렌과 같이 수불용성인 경우, 이것을 사이클로헥산과 같은 적합한 불활성 수-혼화성 유기용매에 용해시킨 후 이용액을 과산화수소 공급원, 유효량의 계면활성제 및 수용성반응체의 수성혼합물에 첨가하여 화학발광을 방출시킬 수 있다.

본 발명 조성물 및 방법에 사용된 과산화수소 공급원은 그자체가 과산화수소 수용액이거나 또는 과산화나트륨, 과산화칼륨, 탄산나트륨 퍼옥시수화물, 히스티딘과수화물과 같은 과산화수소 산출화합물일 수 있다.

약 3.0 내지 약 8.4의 반응매체의 pH 변화로써 양자수율이 pH에 따라 달라짐을 알 수 있다. 최대 양자수율은 pH 3에서 얻어진다.

화학발광의 우수한 강도는 발광을 내는 최종혼합물이 -10°C 내지 50°C, 바람직하게는 약 15°C-40°C의 온도로 유지될 때 얻어진다.

본 발명은 하기 실시예에 의해 좀 더 상세히 설명되며, 여기서 1당 물농도는 분자 M으로 표시했다. 모든 부와 퍼센트는 특별한 언급이 없는 한 중량기준이다. 모든 실시예에서 사용된 과산화수소 수용액은 1.75몰/의 과산화수소 및 반응을 촉매화하는 0.0012몰/의 살리실산나트륨을 함유한다.

[실시예 1]

[설포화루브렌의 제조]

루브렌(10.0g, 0.0188몰)의 염화메틸렌(250ml)중 슬러리를 교반하고, 빈수욕중에서 0-5°C로 냉각했다. 교반된 슬러리에 삼산화유황(4.1g, 0.0513몰)의 염화메틸렌(50ml)중 용액을 90분에 걸쳐 첨가했다. 첨가가 끝난후 결과 생성된 반응 혼합물을 0-5°C에서 1시간 동안 교반하고 물(250ml)중의 탄산나트륨(11.7g; 0.11몰) 용액에 첨가했다.

결과 생성된 혼합물을 교반하고 아르곤 기류하에서 80°C로 가열하여 염화메틸렌을 제거하고 여과지로 여과했다. 결과물은 여액을 아르곤 기류하 증기욕상에서 증발시키고 결과의 고체를 건조한 후 속 실효 추출기내에서 메탄올(300ml)로 18시간 동안 추출했다. 추출용매를 진공하에 증발시켜 고형 생성물 11.3g을 얻었다.

[실시예 2-3]

0.3540g의 비이온성 폴리에테르알콜(DECRESOL 계면활성제 NI Cinc. ; 아메리칸 시안 아마이드 템패니)을 함유하는 과산화수소(10ml)수용액을 제조하고, 그 일부(2.6ml)를 실시예 1의 생성물 0.0165g과 이후 METQ로 언급되는 혼합물을 함유하는 쿠베트에 첨가했다. 물질들을 주위온도에서 완전히 혼합하여 0.01M 농도의 실시예 1의 생성물과 초기농도 0.0404M의 METQ로 된 반응혼합물을 얻었다. 발광강도는 드라이아이스 냉각하에 1300V에서 작동되는 비화칼럼 광전음극을 가진, RCA C 31034 광배율기와 자엘-애쉬 모델 82-410 최절격자단색발광기로 냉각된 로버트와 허트[Appl. Spectrosc., 21, 250, (1967)]에 의해 기술된 것과 유사한 분광광량계-형광계를 사용하여 최대방출파장에서 측정했다. 원데이타는 휴렛-팩카드 5150A 열프린터아래에 수치로 기록된다. 표준 텡스텐 램프에 대한 눈금 더욱정으로 스펙트럼응답을 보정했다. 절대광강도는 멜취쉬[N.Z.S.차, Tech. B, 37, 142(1955)]에 의해 보고된 바와같이 0.1NB SO 중 황산퀴닌에 대한 허용형광 양자수율(0.55)를 근거로 하여 눈금 검정 상수를 유도하고, 여과와의 웨리 옥살레이트 화학광량법(Hatchard et al., Prdc.R.Soc. London, Ser. A, 235, 518(1956))에 의해 산출해냈다.

광용량(광력 루멘시간/방사용액)은 미합중국 특허 제 3,816,326호에 기술된 바와 같이 화학발광 밝기 및 수명에 대한 것이다.

화학발광페센트 양자수율(반응체E/M×100)은 최대 방출에서의 강도읍괴를 모니터하고 매시간 간격에서의 강도(E/sec)를 화학발광 스펙트럼으로부터 산출하여 계산했다. 이어 화학발광 스펙트럼을 강도 붕괴에 대해 보정한다. 읍괴곡선하의 총면적은 심프슨의 적분법과 로버트와 허트에 의해 기술된 무한대까지의 지수외삽법을 함께 이용하여 계산한다. 데이터는 Digital Epyipment Corp의 P에-11/40

컴퓨터에 의해 처리된다.

계면활성제를 사용하지 않는 비교시험 역시 위와 같은 열만으로 수행했다. 얻어진결과를 각기 실시예 2와 3으로 나타냈다.

실시예	2	3
최대(nm)	585	580
광용량	32	6.2
퍼센트 양자수율	3.79	0.75

상기 결과로 부터 계면활성제를 함유하는 조성물이 광용량과 양자수율면에서 우수한 것으로 나타났다.

[실시예 4]

데세레솔, NI Conc. 대신 음이온성 계면활성제(에어로솔, OT-75% : 아메리칸시아나미드 컴패니) 0.2253g을 사용하는 것외엔 기타 상세한 모든 것은 실시예 2의 과정을 따랐다. 산출된 결과는 다음과 같다. :

최대(nm)	570
광용량	32
퍼센트 양자수율	3.52

[실시예 5]

데세레솔 NI Conc. 대신 양이온성 계면활성제인 n-도데실트리메틸암모늄 클로라이드 0.1g을 사용하고, METQ의 초기농도를 0.0394M로 하기 위해 METQ 0.0906g을 사용한 것을 제외하고는 실시예 2의 과정을 따라 실시했다. 결과는 다음과 같다.

최대(nm)	585
광용량	9.4
퍼센트 양자수율	1.12

[실시예 6-7]

계면활성제 0.2615gdmf 사용하고, 용액을 트리나트륨 8-하이드록시-1,3,6-피렌트리설포네이트 (0.0093g)과 METQ(0.0906g)을 함유하는 쿠베트에 첨가하여 0.0068M 농도의 트리나트륨 8-하이드록시-1,3,6피렌 트리설포네이트 0.0394M의 초기 농도 METQ를 제공하는 것을 제외하고는 실시예 2의 방법에 따라 본 시험을 실행했다. 계면활성제 없이 또한 비교 시험을 했다. 산출된 결과를 각기 실시예 6과 7로 나타냈다.

실시예	6	7
최대(nm)	520	520
광용량	0.24	0.12
퍼센트 양자수율	0.024	0.0097

상기 결과로부터 계면활성제 없는 유사조성물과 비교시 계면활성제를 함유하는 조성물용 2배 이상의 양자 수율고 광용량을 갖는 것으로 나타났다.

[실시예 8-15]

과산화수소 수용액(2.8ml)를 실시예 1의 생성물 0.0178g, METQ 0.10g, 계면활성제 0.022g을 함유하는 쿠베트에 첨가하여 실시예 1의 생성물 0.01M 농도와 METQ 초기농도 0.0404M을 얻었다. 얻어진 결과를 표 1에 나타냈다.

[표 1]

실시예	계면활성제	유형	최대(nm)	광용량	퍼센트 양자수율
8	데세레솔® NI.Conc.	비이온성	585	43	4.76
9	테르기톨 NP-4	"	575	38	4.40
10	" NP-6	"	575	36	4.05
11	" NP-10	"	575	36	4.05
12	" NP-7	"	575	32	3.70
13	알리팔 EP 120	음이온성	570	30	3.17
14	도우팍스 2AI	"	585	27	2.99
15	나트륨도데실설페이트	"	575	14	1.59

상기 결과로부터 비이온성 계면활성제의 성능이 우수한 것을 알 수 있다.

[실시예 16-17]

과산화수소 수용액(2.8ml)를 실시예 1의 생성물 0.0178g, 데세레솔 계면활성제 NI Comc 0.022g, 2,2-[옥살릴비스[(((트리플로로메틸설포닐)이미노}에틸렌]비스[1-메틸-피리디늄 트리플로로메탄설포네이트] 0.0982g를 함유하는 쿠베트 첨가하여 농도 0.01M의 실시예 1의 생성물과 초기농도 0.0394M의 반응체를 얻었다. 계면활성제 없이 비교실험을 하였다. 얻어진 결과를 하기에 표시했다.

실시예	16	17
최대(nm)	575	575
광용량	63	11
퍼센트 양자수율	6.96	1.41

[실시예 18]

과산화수소 수용액(2.3ml)를 실시예 1의 생성물 0.0178g, METQ 0.1g, 사이클로헥산 0.5ml, 데세레솔 계면활성제 NI Conc 0.0221gdmf 함유하는 쿠베트에 첨가하였다. 물질을 주위온도에서 완전히 혼합하여 초기농도 0.0404M의 KETQ와 농도 0.01MDML 실시예 1의 생성물을 얻었다. 얻어진 결과는 다음과 같다 ;

최대(nm)	585
광용량	39
퍼센트 양자수율	4.32

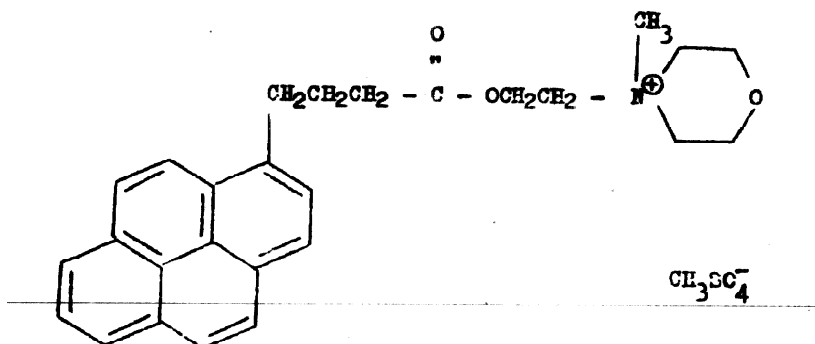
[실시예 19]

실시예 1의 생성물을 류브렌 0.0149g으로 대체하는 것을 제외하고는 실시예 18의 과정을 따랐다. 얻어진 결과는 하기와 같다 :

최대(nm)	590
광용량	59
퍼센트 양자수율	6.25

[실시예 20]

4-메틸-4-[2-[1-옥소-4-(1-피레닐)-부톡시]에틸]몰폴리늄 메틸설페이트의 제조



디메틸설페이트(6ml : 0.063M)을 0 CDPTJ 4-[2-[1-옥소-4-(1-피레닐)-부톡시]에틸]몰폴린(2.64g : 0.006M)의 무수 아세톤(50ml)중 용액에 적가어떨고 결과생성된 반응혼합물을 50 C에서 1.5시간동안 가열했다. 반응 혼합물을 주위온도로 냉각하고 여과하여 바라는 화합물의 침전물 2.28g을 회수한후 진공 오븐에서 건조하였다. (융점 115-117 C)

C H N O S의 분석

이론치 : C ; 63.74%, H ; 6.30%, N ; 2.65%

실측치 : C ; 63.27%, H ; 6.26%, N ; 2.38%

[실시예 21-22]

실시예 1의 생성물을 4-메틸-4-[2-[1-옥소-4-(1-피레닐)부톡시]에틸]몰폴리늄 메틸설페이트 0.0148g로 치환하는 것을 제외하고는 실시예 8의 과정을 따랐다. 계면활성제없이 비교실험을 수행했다. 얻어진 결과는 하기와 같다 :

실시예	21	22
최대(nm)	500	505
광용량	5.6	0.37
퍼센트 양자수율	0.77	0.04

[실시예 23-24]

과산화수소용액(2.8ml)를 실시예 1의 생성물 0.0178g, 비스{2,4-디클로로-6-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트 디하이드로틀로라이드 0.0859g, 데세레솔 계면활성제 NI C 0.221g을 함유하는 쿠베트에 첨가했다. 물질들을 주위온도에서 완전히 혼합하여 초기농도 0.04M의 비스{2,6-디클로로-6-[(2-디메틸아미노에틸)메틸설파모일]페닐}옥살레이트 디하이드로틀로라이드와 농도 0.01M의 실시예 1의 생성물을 얻었다. 계면활성제없이 비교시험을 수행했다. 그결과는 하기와 같다.

실시예	23	24
최대(nm)	595	605
광용량	33	4.4
퍼센트 양자수율	4.40	0.62

[실시예 25]

화학발광에 대한 계면 활성제 효과의 정성시험은, 과산화수소 수용액 2.6ml을 실시예 1의 생성물 0.0165g 및 비스(2,3,6-트리클로로-4-설포페닐)옥살레이트의 비스(테트라메틸암모늄)염 0.1963gdmf 혼합하여 화학발광을 개시함으로써 수행된다. 혼합물에 데세레솔 NI Conc 0.1031g을 첨가하면 발광 강도가 크게 향상된다.

[실시예 26]

실시예 1의 생성물 0.04g, METQ 0.25, 데세레솔 계면활성제 NI Conc 0.05g 및 과붕산나트륨 1.55g을 50ml 비이커 중에서 혼합하여 고형혼합물을 제조한다. 비이커에 물(10ml)을 첨가하면 즉시 강한 황색-오렌지색광을 방출한다.

[실시예 27]

데세레솔, 계면활성제 NI Conc 대신에 0.05g의 테르기톨, 비어온성 계면활성제 NP-13(유니온 카바이트 코프레이션)을 사용하는 것을 제외하고는 기타 상세한 것은 실시예 26의 과정에 따랐다. 유사한 결과가 얻어졌다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

a)과산화수소와 반응하여 광을 발생하는 수용성 반응체, b) 300-1000 나노메타에서 스펙트럼발광을 나타내는 수용성 또는 수분산성 유기형광물질 및, c)계면활성제를 과산화수소와 반응하여 높은 화학발광을 낼 수 있는 비율로 함유하는 수용액으로 구성되는, 화학발광 발생을 위한 조성물.

청구항 2

a) 과산화수소와 반응하여 광을 발생하는 수용성 반응체, b) 300-1000 나노메타에서 스펙트럼발광을 나타내는 수용성 또는 수분산성 유기형광물질, c) 계면활성제 및 d) 과붕산나트륨, 과분산칼륨, 탄산나트륨퍼옥시수화물, 및 히스티딘과수화물로 구성된 군으로부터 선택된 고형과산화수소 공급원을, 이들이 과산화수소와 반응하여 높은 화학발광을 발생할 수 있는 비율로 함유하는 무수 혼합물을 물에 첨가함으로써 화학발광반응을 일으키는 성분들의 무수혼합물.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기한 형광물질이 설펜하루브렌인 조성물.

청구항 4

제 1항에 있어서, 계면활성제가 비이온성 계면활성제인 조성물.

청구항 5

제 2항의 무수혼합물을 물에 분산시키는 것으로 구성되는 화학발광 발생 방법.

청구항 6

제 1항의 조성물을 수용액 상태의 과산화수소 또는 과산화수소 공급원과 혼합하는 것으로 구성되는 화학발광 발생 방법.