



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년06월26일
(11) 등록번호 10-1279267
(24) 등록일자 2013년06월20일

(51) 국제특허분류(Int. C1.)	(73) 특허권자
C08F 279/02 (2006.01) C08F 279/04 (2006.01)	차이나 내셔널 페트롤리움 코포레이션 데이킹 페트로 케미컬컴플렉스
C08F 236/04 (2006.01) C08F 2/26 (2006.01)	중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 봉평 디스트릭트, 월리툰
(21) 출원번호 10-2007-7010008	차이나 내셔널 페트롤리움 코포레이션
(22) 출원일자(국제) 2005년10월09일	중국 베이징 시청 디스트릭트 리우푸강
심사청구일자 2010년07월27일	
(85) 번역문제출일자 2007년05월02일	
(65) 공개번호 10-2007-0090149	(72) 발명자
(43) 공개일자 2007년09월05일	후양, 리벤
(86) 국제출원번호 PCT/CN2005/001657	중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 봉평 디스트릭트, 월리툰
(87) 국제공개번호 WO 2006/039860	완, 짜기앙
국제공개일자 2006년04월20일	중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 봉평 디스트릭트, 월리툰
(30) 우선권주장	(뒷면에 계속)
200410080804.3 2004년10월12일 중국(CN)	
200410080805.8 2004년10월12일 중국(CN)	
(56) 선행기술조사문헌	(74) 대리인
KR1020020003484 A	서경민, 서만규
전체 청구항 수 : 총 6 항	심사관 : 김선아

(54) 발명의 명칭 ABS 제조용 소립자 크기의 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법

(57) 요 약

본 발명은 ABS 제조용 소립자 크기의 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법에 관한 것이 개시되어 있으며, 부타디엔 34.00~45.00 중량%; 2차 모노머 0~6.0 중량%; 탈염수 52.11~63.13 중량%; 메르캅탄 (TDM) 0.12~0.22 중량%; 및 아비에틴산 칼륨염과 올레산 칼륨염의 혼합 유화제 0.80~2.60 중량%를 포함하는 성분들을 동일한 중합 반응기에 첨가한 다음, 상기 성분들의 혼합물을 가열하고 60~75°C 온도에서 교반시키는 단계를 포함한다. 상기 반응을 9~12시간 동안 지속시키면, 상기 전환율은 97% 이상에 이른다. 본 발명에 따른 제조방법은 높은 전환율, 낮은 라텍스 점도, 그리고 반응 시간 단축 등의 이점을 지닌다. 반응 제 1단계 동안, 반응 속도의 증가에 의해 더 많은 열이 방출된다. 상기 전환율이 40~80%에 이르면, 반응 온도의 감소에 따라 중간 단계에서의 열 방출 속도는 저하된다. 상기 전환율이 80% 이상에 도달했을 경우엔, 상기 반응 온도가 최고치에 이르러, 심각한 열 방출을 피하게 된다. 더욱이, 상기 부타디엔 중합은 일정하게 조정될 수 있으며, 상기 반응 시간도 단축된다.

(72) 발명자

리, 이짱

중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 롱평
디스트릭트, 월리툰

쩌우, 지안

중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 롱평
디스트릭트, 월리툰

지양, 쟁카이

중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 롱평
디스트릭트, 월리툰

왕, 슈평

중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 롱평
디스트릭트, 월리툰

리, 쟁바오

중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 롱평
디스트릭트, 월리툰

로우, 유리昂

중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 롱평
디스트릭트, 월리툰

리우, 얀

중국, 데이킹 헤일롱찌앙 163714, 롱평
디스트릭트, 월리툰

특허청구의 범위

청구항 1

ABS 수지 제조용 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법에 있어서,

부타디엔	34.00~45.00%
2차 모노머	0~6.0%
탈염수	52.11~63.13%
tert-도데실티올 (TDM)	0.12~0.22%
유화제	0.80~2.60%
전해질	0.12~0.32%
$K_2S_2O_8$	0.06~0.20%의 중량 단위의 구성 성분들을 준비하는 단계;

상기 유화제를 포함하는 상기 구성 성분들을 중합 반응기에 첨가하고, 중합 동안 교반 및 가열하는 단계;

폴리부타디엔 중합 동안 60~75°C의 범위로 온도를 조절하는 단계; 및

9~12시간 동안 반응을 수행하는 단계를 포함하며,

여기서 상기 유화제가 1:0.2~8.0(올레산 칼륨염:아비에틴산 칼륨염)의 혼합비(중량비)로 올레산 칼륨염과 아비에틴산 칼륨염을 혼합시켜 제조되며,

상기 2차 모노머가 스티렌, 아크릴로니트릴 및 메틸 메타크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되며; 및

상기 반응기에 유화제 80~90 중량%와 상기 다른 성분들을 상기 반응기에 혼합하고, 상기 모노머 전환율이 60~80%에 도달했을 때, 나머지 10~20 중량%의 유화제를 첨가하는 것을 특징으로 하는 ABS 수지 제조용 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 2차 모노머가 스티렌인 것을 특징으로 하는 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 2차 모노머 스티렌의 첨가 양이 1.2~3.5%인 것을 특징으로 하는 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 전환율이 40%에 도달하기 전에는 상기 중합 반응 온도를 63~69°C로 조절하며, 상기 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 때는, 상기 중합 반응 온도를 60~66°C로 조절하며, 그리고 상기 전환율이 80% 이상에 도달했을 때는, 상기 중합 반응 온도를 70~75°C로 조절하는 것을 특징으로 하는 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법.

청구항 5

제 2항에 있어서, 상기 전환율이 40%에 도달하기 전에는 상기 중합 반응 온도를 63~69°C로 조절하며, 상기 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 때, 상기 중합 반응 온도를 60~66°C로 조절하며, 그리고 상기 전환율이 80% 이상에 도달했을 때, 상기 중합 반응 온도를 70~75°C로 조절하는 것을 특징으로 하는 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법.

청구항 6

제 3항에 있어서, 상기 전환율이 40%에 도달하기 전에 상기 중합 반응 온도를 63~69°C로 조절하며, 상

기 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 때, 상기 중합 반응 온도를 60~66°C로 조절하며, 그리고 상기 전환율이 80% 이상에 도달했을 때, 상기 중합 반응 온도를 70~75°C로 조절하는 것을 특징으로 하는 폴리부타디엔 라텍스 제조방법.

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 공학 플라스틱 ABS 수지 제조의 기술 분야에 관한 것으로, 특히 ABS 제조용 소립자 크기의 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] ABS 수지는 부타디엔 (butadiene), 스티렌 (styrene), 아크릴로니트릴 (acrylonitrile)를 공중합하여 얻어진다. ABS 수지는 뛰어난 물리적-기계적 성능을 지니며, 엔지니어링 폴리머 재질 가운데 중요한 수지 중 하나이다. ABS 수지 제조에는, 에멀션 뱃치 중합 (emulsion batch polymerization)이 널리 사용된다. 우선, 부타디엔이 폴리부타디엔 (이하 PB라 한다) 라텍스(latex)로 중합되고, 그런 후, PB 라텍스가 스티렌 및 아크릴로니트릴과 함께 그라프트 중합되어 ABS 그라프트 중합 파우더 (graft polymer powder)를 형성하고, 마지막으로 SAN (스티렌-아크릴로니트릴 공중합체)과 혼합되어, ABS 수지 과립을 제조한다. PB 라텍스의 입자 크기가 ABS 제품 성능에 큰 영향을 끼친다. ABS 수지는 PB 라텍스 입자 크기가 대략 300nm일 때 최고 성능을 보이는 것으로 알려져 있다. 대형 입자 크기를 지닌 PB 라텍스의 제조방법에는 두 가지가 있다. 즉, 부타디엔 직접 중합 방법과 응집 (agglomeration) 방법이다. 하지만 여러 가지 결점을 지닌 부타디엔 직접 중합 방법은 점점 응집 방법으로 대체되고 있다. 현재 널리 사용되고 있는 응집 방법은 우선, 대략 100nm의 소립자 크기를 지닌 PB 라텍스를 중합시키는 단계; 그 후, 시약 (reagent)을 첨가해 소립자 크기의 PB 라텍스를 응집시키는 단계; 응집 후, PB 라텍스의 평균 입자 크기가 300nm 이상이 되는 단계; 상기 응집된 라텍스를 스티렌 및 아크릴로니트릴과 그라프트 중합시켜 ABS 파우더를 형성하는 단계를 포함한다. 한국의 LG, 금호타이어 및 대만의 CMC (Chi Mei Corporation) 사 모두 그들의 중합 기술이 서로 다르지만, 상기 응집 방법을 채택하여 300nm 입자 크기의 PB 라텍스를 제조한다. LG 사는 유화제로서 지방산 (fatty acid) 염 및 아비에틴산 (abietic acid) 염을 사용하여, 소립자 크기의 PB 라텍스를 제조한다. 여기서, 중합이 17시간 지속되며, 모노머 전환율 (monomer conversion)이 최대 90%에 이른다. 반면, 금호타이어 사는 유화제로서 아비에틴산 염을 사용하고, 상기 반응의 마지막 단계에서 올레산 (oleic) 염을 첨가하여 소립자 크기의 PB 라텍스를 제조한다. 여기서는, 상기 반응이 20 시간 지속되며, 상기 모노머 전환율은 97% 이상에 이른다. 한편, 대만 CMC 사의 중국 출원 제 94109547.9호에서는 유화제로서 라우릴황산나트륨 (sodium lauryl sulfate)을 사용하여 소립자 크기의 PB 라텍스를 합성하는 것을 개시하고 있다. 여기서는, 상기 반응이 12시간 지속되며, 상기 모노머 전환율은 최대 94%에 이른다. 미국의 GE 사의 유럽 특허 공개 제 EP0650983호에서는 유화제로서 지방산 염만을 사용하는 것을 개시하고 있다. 여기서는, 63°C에서 9시간, 71°C에서 5시간, 즉 총 14시간 동안 반응이 지속된다. 이때, 상기 모노머 전환율은 100%에 이르며, 연장 실험에서 상기 모노머 전환율은 94% 이상에 이른다.

[0003] 더욱이, 상기 부타디엔 직접 중합 및 화학 응집 방법 두 가지 다 폴리부타디엔 (PB) 중합에 채택되어, 300nm의 입자 크기를 지닌 라텍스를 획득한다. 화학 응집 방법의 목적은 생산성을 증가시키면서 반응 시간을 단축시키는 것이다. PB 중합 반응 시간이 단축되면서, PB 중합의 발열 시간 또한 단축된다. 특히, 중합 시간이 10시간 이내로 단축되면, 발열이 매우 격렬해지므로, 상기 반응 열이 상기 10시간 동안 일정하게 방출되는 것이 바람직하다. PB 중합은 상기 전환율이 40% 미만일 때, 그 반응 열이 일정하게 방출되고; 상기 전환율이 40~80% 범위 내일 때는, 상기 반응 열이 극도로 격렬하게 방출되며, 상기 전환율이 80% 이상에 도달하면, 상기 방출된 반응 열이 모노머 (monomers)가 소비되면서 줄어드는 특성이 있다. 현재 세계에서 일반적인 PB 중합의 온도-조절 곡선은 사다리형 상승 곡선을 나타낸다. 따라서, 온도 조절을 위해 중합 시스템에서 열을 제거할 필요가 있으며, 또한, 온도 안정화를 위해 상기 시스템이 강력한 열 제거 조건을 가질 필요가 있다. 하지만 중합 반응 기에서 열을 제거하는 것이 어려우며, 중합 과정에서 반응 열을 일정하게 방출하는 것이 격렬히 방출되는 열을 안정화시키는 데 있어 관건이다.

발명의 상세한 설명

발명의 요약

[0005]

[0006] 본 발명의 목적은 ABS 제조용 소립자 크기의 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법을 제공하는 것으로서, 다음 단계들을 포함한다:

[0007]	부타디엔 (butadien)	34.00~45.00%
[0008]	2차 모노머 (the second monomer)	0~6.00%
[0009]	탈염수 (desalinated water)	52.11~63.13%
[0010]	tert-도데실티올 (Tert-dodecylthiol-TDM)	0.12~0.22%
[0011]	유화제 (emulsifying agent)	0.80~2.60%
[0012]	전해질 (electrolyte)	0.12~0.32%
[0013]	K ₂ S ₂ O ₈	0.06~0.20%를 포함하는 중량 단위의 구성 성분들을 준비하는 단계; 및

[0014] 유화제 및 상기 성분들을 중합 반응기에 첨가한 후 중합 동안 교반 및 가열하는 단계. 상기 중합 온도는 60~75°C로 조절한다. 또한 반응 시간은 9~12시간이다. 상기 유화제는 올레산 칼륨염 (potassium oleate)과 아비에틴산 칼륨염 (potassium abietate)을 1:0.2~8.0의 비율로 혼합시킴으로서 제조되며, 2차 모노머는 스티렌, 아크릴로니트릴, 메틸 메타크릴레이트 (methyl methacrylate)로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0015] 중합 과정에서, 유화제 일부를 선택적으로 교반 및 가열 동안, 상기 다른 성분들과 함께 상기 반응기에 첨가시키고, 나머지 유화제는 중합 과정 동안 상기 반응기에 첨가된다.

[0016] 유화제 80~90%와 상기 다른 성분들을 반응기에 혼합하고, 반응 온도를 65~70°C 범위로 조절한다. 상기 전환율이 60~80%에 이르렀을 때, 나머지 10~20%의 유화제를 첨가하는 게 바람직하다. 그렇게 되면 상기 모노머 전환율이 97% 이상 올라갈 것이다.

[0017] 상기 중합 과정에서, 2차 모노머는 스티렌이 바람직하며, 상기 2차 모노머 스티렌은 1.2~3.5% 정도 첨가된다.

[0018] 즉, 본 발명은 올레산 칼륨염 및 아비에틴산 칼륨염의 혼합 염을 유화제로서, 부타디엔 및 스티렌을 혼합 모노머로 사용하고, 9~12시간의 반응 시간과, 97% 이상의 모노머 전환율 갖는 소립자 크기의 PB 라텍스의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0019] 바람직한 실시예에서, 유화제 80~90%와 상기 성분들이 동시에 반응기에 첨가하며; 반응 온도를 65~70°C로 조절하며; 상기 전환율이 60~80%에 이르렀을 때, 나머지 유화제 10~20%를 첨가하고; 상기 반응 시간은 9~12

시간이다.

[0020] 또 다른 실시예에서, 스티렌이 2차 모노머로서 첨가되며, 그러한 첨가는 최종적인 ABS 제품의 시각적 품질을 변화시킬 것이다.

[0021] 또 다른 바람직한 실시예에서, 스티렌을 상기 중합 동안 2차 모노머로서 1.2~3.5% 첨가하는 것이다.

[0022] 상기 중합 과정을 통해 다음과 같은 결과를 얻는다:

[0023] 전환율: $\geq 97\%$;

[0024] 반응 시간: 7~10시간;

[0025] 라텍스 입자 크기: 100~120nm; 및

[0026] 점도: $\leq 150\text{cps}$ (centipoise 센티포아즈)

[0027] 보조 라텍스를 사용함으로서의 응집 효과는 다음에서 보여질 수 있다:

[0028] 침전 (precipitate): $\leq 0.1\%$

[0029] 응집 시간: 단지 0.5시간; 및

[0030] 응집 후 라텍스 입자 크기: $\geq 300\text{nm}$

[0031] 상기 결과로부터, 본 발명의 소립자 크기의 PB 라텍스의 제조방법은 단축된 중합 시간, 커다란 라텍스 입자 크기, 높은 모노머 전환율 및 낮은 라텍스 점도가 특징인 것을 알 수 있다. 또한 본 발명의 PB 라텍스는 뛰어난 응집 효과를 보여준다. 따라서, 본 발명에 따른 라텍스의 제조방법은 뛰어난 효과, 높은 전환율, 단축된 반응 시간 및 낮은 점도라는 이점을 지니고 있다.

[0032] 본 발명의 또 다른 목적은, 초기 단계에서 반응 온도를 증가시키며; 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 때, 반응 온도를 낮추어 열 방출 속도를 낮추며; 상기 전환율이 80% 이상에 도달했을 때, 상기 반응 온도를 최고 지점까지 상승시키는 것을 특징으로 하는 ABS 제조용 소립자 크기의 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0033] 더욱이, 본 발명은 ABS 제조용 소립자 크기의 폴리부타디엔 라텍스의 제조방법을 제공하는 것이다. 즉, 전환율이 40%에 도달하기 전에, 반응 온도를 63~69°C로 조절하며; 상기 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 때, 상기 반응 온도를 60~66°C로 조절하며; 상기 전환율이 80% 이상에 도달했을 때, 상기 반응 온도를 70~75°C로 조절한다.

[0034] 본 발명에서는, 더 많은 열을 방출하도록 중합 반응 속도를 초기 단계에서 증가시키며; 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 때, 중간 단계에서 온도를 감소시켜 열-방출 속도를 줄이고; 상기 전환율이 80% 이상에 도달했을 때, 상기 반응 온도를 최고 지점까지 상승시켜 상기 반응을 가속화하며; 따라서, PB 중합에 있어 안정적인 열-방출 조절을 이루면서도 상기 반응 시간을 단축시킨다.

[0035] 또한, 본 발명에서는, 상기 전환율에 따라 상기 반응 온도를 조절하거나 결정하여, 그로 인해 다음과 같은 뛰어난 효과를 얻는다:

[0036] 1) 전환율이 40~80% 범위일 때, 반응 온도를 감소시키지 않으면, 반응기와 자켓 (jacket) 사이의 온도 차이가 30°C이고, 상기 반응 온도를 감소시키면, 상기 반응기와 자켓 사이의 상기 온도 차이가 20°C이다.

[0037] 2) 상기 전환율이 40~80% 범위일 때, 상기 반응 온도를 감소시킨 후에는 라텍스의 성능이 사다리형 온도 상승 방법에서 얻어진 것보다 매우 뛰어나다.

[0038] 1) 감소된 점도: 본 방법을 사용하지 않았을 경우엔 점도가 187cps이지만, 본 방법을 사용했을 경우엔 상기 점도가 92cps이다;

[0039] 2) 감소된 젤 (gel): 본 방법을 사용하지 않았을 경우엔 젤이 88%이지만, 본 방법을 사용했을 경우엔 상기 젤이 85%이다.

[0040] 다른 성질들은 상기 온도를 감소시키지 않은 방법들의 성질들과 같다. 따라서, PB 라텍스 성능에는 역 효과를 끼치지 않는다.

[0041] 3. 상대적으로 온화한 조건에서 PB 중합을 수행할 수 있다: 즉, 상기 전환율이 40%에 도달하기 전에는

상기 반응기와 자켓 사이의 온도 차이를 5~15°C로 조절하며; 상기 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 때, 상기 반응기와 자켓 사이의 온도 차이를 18~25°C로 조절한다.

[0042] 4. 냉동제 필요성이 감소되며, 통상의 순환수 (circulating water)가 상기 반응 열을 제거하기 위해 사용될 수 있다.

[0043]

도면의 간단한 설명

[0044] 도 1은 실시예 9에 따른 종합 반응의 온도-조절 곡선이다.

발명의 상세한 설명

실시예 1

[0047] 다음 성분들을 중량부로서 다음 제조 조건에 따라 중합시킨다

1) 성분 및 중량부 (예를 들어, 킬로그램):

[0049] 부타디엔: 142.5

[0050] 스티렌: 7.5

[0051] 유화제: 42.75

[0052] tert-도데실티올: 0.675

[0053] 전해질 (K_2CO_3): 0.69

[0054] $K_2S_2O_8$ (3%) 15

[0055] 물 217.5

[0056] 2) 제조 조건 및 제조 단계:

[0057] 올레산 칼륨염 (10%)과 아비에틴산 칼륨염 (12%)을 24:18.75의 비율로 혼합하여 유화제를 만들었다. 상기 유화제를 제외한 상기 성분들 모두 상기 반응기에 첨가하였다. 상기 유화제 88%를 동시에 첨가하였다. 상기 반응 온도를 67°C로 조절하였다. 상기 전환율이 30%에 이르렀을 때, 나머지 유화제 12%를 첨가하였다. 상기 중합을 10시간 내에 완료시켰다.

[0058] 3) 결과:

[0059] 반응 시간: 10시간;

[0060] 라텍스 입자 크기: 103nm;

[0061] 라텍스 점도: 72cps; 및

[0062] 모노머 전환율: 99.5%

실시예 2

[0064] 스티렌을 제거하거나 스티렌을 제외한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 동량의 성분들을 첨가하였다.

[0065] 결과:

[0066] 반응 시간: 7시간;

[0067] 라텍스 입자 크기: 120nm;

[0068] 라텍스 점도: 172cps; 및

[0069] 모노머 전환율: 99.5%

실시예 3

- [0071] 사용된 성분 및 중량부 (예를 들어, 킬로그램)
- [0072] 부타디엔: 142.5
- [0073] 스티렌: 7.5
- [0074] 유화제: 41.25
- [0075] tert-도데실티올: 0.675
- [0076] 전해질 (K_2CO_3): 0.69
- [0077] $K_2S_2O_8$ (3%): 15
- [0078] 물: 217.5
- [0079] 올레산 칼륨염 (10%)와 아비에틴산 칼륨염 (12%)의 비율이 15:26.25인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하였다.
- [0080] 결과:
- [0081] 반응 시간: 9시간;
- [0082] 라텍스 입자 크기: 85nm;
- [0083] 라텍스 점도: >250cps; 및
- [0084] 모노머 전환율: 100%
- [0085] 비교 실시예 1
- [0086] 올레산 칼륨염 대신에 동량의 지방산 칼륨을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였다.
- [0087] 결과:
- [0088] 반응 시간: 11시간;
- [0089] 라텍스 입자 크기: 101.3nm;
- [0090] 라텍스 점도: 346cps; 및
- [0091] 모노머 전환율: 97%
- [0092] 실시예 4
- [0093] 전해질의 양을 0.75로 증가시킨 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였다.
- [0094] 결과:
- [0095] 반응 시간: 11시간;
- [0096] 라텍스 입자 크기: 115nm
- [0097] 라텍스 점도: 72cps; 및
- [0098] 모노머 전환율: 99.5%
- [0099] 실시예 5
- [0100] 상기 반응 온도를 64°C로 조절한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였다.
- [0101] 결과:
- [0102] 반응 시간: 18시간;

- [0103] 라텍스 입자 크기: 110nm;
- [0104] 라텍스 점도: 260cps; 및
- [0105] 모노머 전환율: 93%
- [0106] 실시예 6
- [0107] 상기 반응 온도를 69°C로 조절한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였다.
- [0108] 결과:
- [0109] 반응 시간: 15시간;
- [0110] 라텍스 입자 크기: 103nm;
- [0111] 라텍스 점도: 182cps; 및
- [0112] 모노머 전환율: 93%
- [0113] 실시예 7
- [0114] 상기 반응 온도를 $67 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 로 조절한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였다.
- [0115] 결과:
- [0116] 반응 시간: 10시간 30분;
- [0117] 라텍스 입자 크기: 109nm;
- [0118] 라텍스 점도: 93.6cps; 및
- [0119] 모노머 전환율: 99.5%
- [0120] 비교 실시예 2
- [0121] 올레산 칼륨염 대신에 나트륨 도데실 벤젠 설포네이트 (sodium dodecyl benzene sulfonate) 1.5 중량부를 사용하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였다. 불균형적인 아비에틴 산 칼륨염의 양은 48 중량부이었으며, 상기 반응 온도는 62°C였다.
- [0122] 결과:
- [0123] 반응 시간: 14시간;
- [0124] 라텍스 입자 크기: 83nm;
- [0125] 라텍스 점도: 350cps; 및
- [0126] 모노머 전환율: 94%
- [0127] 실시예 8
- [0128] 첨가된 tert-도데실티올 (TDM) 양을 0.45 중량부로 감소시킨 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였다. 상기 반응 온도는 $67 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 로 조절하였다.
- [0129] 결과:
- [0130] 반응 시간: 16시간;
- [0131] 라텍스 입자 크기: 110nm;
- [0132] 라텍스 점도: 70cps; 및
- [0133] 모노머 전환율: 95%
- [0134] 실시예 9

[0135] 도 1에서 도시된 상기 온도-조절 곡선이 상기 전체 과정 동안 반응 온도를 조절하기 위해 사용된 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였다. 소립자 크기의 PB 라텍스의 전환율이 40%에 이르렀을 때, 상기 중합 반응 온도를 67°C로 조절하였다.

[0136] 상기 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 때, 상기 반응 온도를 64°C로 조절하였으며; 상기 전환율이 80% 이상에 도달했을 때, 상기 반응 온도를 73°C로 조절하였으며; 결과적으로, 상기 반응기와 자켓 사이의 최대 온도 차이는 27°C였으며; 상기 라텍스 겔은 85%였으며; 상기 라텍스 점도는 72cps였다.

[0137]

[0138] 비교 실시예 3

[0139] 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였으며, 상기 전체 과정 동안 반응 온도를 67°C에서 안정적으로 조절하였다. 상기 중합 반응의 결과에 따르면, 상기 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 동안, 상기 반응기와 자켓 사이의 온도 차이는 57°C였으며; 라텍스 겔은 89.4%였으며; 상기 라텍스 점도는 184cps였다.

[0140]

실시예 10

[0141] 실시예 9 방법의 온도-조절 곡선에 따라 중합이 이뤄졌으며, 상기 전환율이 40%에 도달하기 전에, 상기 반응 온도를 66°C로 조절하였으며; 상기 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 때, 상기 반응 온도를 64°C로 조절하였으며; 상기 전환율이 80% 이상에 도달했을 때, 상기 반응 온도를 73°C로 조절하였다. 그 결과, 상기 반응 기와 자켓 사이의 온도 차이가 25°C였으며; 상기 라텍스 겔이 84%였으며; 상기 라텍스 점도가 116cps였다.

[0142]

비교 실시예 4

[0143]

[0144] 실시예 1과 동일한 방법 및 동일한 성분들을 사용하였으며, 전체 상기 과정 동안 반응 온도를 66°C로 안정적으로 조절하였다. 그 결과, 상기 전환율이 40~80% 범위 내에 이르렀을 동안, 상기 반응기와 자켓 사이의 온도 차이는 41°C였으며, 상기 라텍스 겔은 87%였으며; 상기 라텍스 점도는 120cps였다.

도면

도면1

