

(19) (KR)
(12) (A)

(51) . Int. Cl. ⁷
C08F 14/26 (11) 2001 - 0083176
(43) 2001 08 31

(21) 10 - 2001 - 0007819
(22) 2001 02 16

(30) MI2000A000314 2000 02 22 (IT)

(71) . . .
; , , 3

(72) 15100 8

297/A

(74)

;

(54)

(TFE) / (based) (dispersion) ,
(bimodal) (multimodal) , (fraction)
1.5 - 35 % ; ;
0.02 - 0.6 ; ;

1) () (PFPE)

;

2) ;

3) .

, ,

(high conversion)

100nm - 400nm,	150 - 300nm	, 10	100nm
1.5 - 35	%,	3 - 25	%
		0.025 - 0.6	.

가 (TFE) (dosage)

(J.G.Brodnyan, Trans.Soc.Rheology, 12:3(1968), 357; J.S.Chong, E.B.Christiansen, A.D.Baer, J.Appl.Pol.Sci., v.15(1971), 2007; P. - L.Kuo, C. - J.Chen, J.Polymer Sci. Pol. Chemistry, 31 (1993), 99; C.Chang, R.L.Powell, J.Rheol., 38(1994), 85; Emulsion polymerization and emulsion polymers. Ed. A. Lovell, M.S. El - Aasser, J. Wiley & Sons, Chichester, 1997, p. 450) ,

가 1,000cP 74 %

(F.Chu, J.Guillot, A.Guyot, *Colloid. Polym. Sci.*, 276 (1998), 305; F.Chu, J.Guillot, A.Guyot, *J. Applied Polymer Sci.*, 70 (1998), 2667),

80 %
/ / 가 80/10/10

USP 4,567,966, USP 4,385,157, USP 5,668,207

USP 5,576,381 , 180nm - 400nm , 1 0.3
0.7 2 PTFE

2

가

100nm 100nm
, 10 % .

가

USP 3,009,892 USP 3,391,099

가
(

), PTFE

가

가

WO98/58984

가

USP 4,864,006

()

가,
1 0.05m

(),

PTFE

USP 4,380,618, USP 5,789,508 WO 97/08214

F - (CF₂ - CF₂)_n - CH₂ - CH₂ - SO₃M (M = "H," NH₄, Na, Li, K)
().

USP 4,038,230

PTFE

USP 3,526,614

PTFE

Zn²⁺

가

가가

USP 5,523,346

TFE

가

P

가,

WO 96/22315

가

USP 3,925,292 USP 5,789,083 , PTFE

가

EP 969,027 , 5 - 60nm PTFE

PTFE

PTFE

, 0 10 %, 0 2 %
 (TFE) 가 (multimodal) (dis
 persion) , 10 100 nm 100 - 400 nm, (bim
 odal) , 3 - 25 % (fraction) 150 - 300 nm
 , 0.025 - 0.6 ; 1.5 - 35 %,

- a) () 1 H / Cl (PFPE) ;
 b) ;
 c) ;
 d) () 가, TFE 가 , , , 가 ;
 e) 가 , , , 가 ;
 f) ;
 , b) / c)

, 25 %, 30 % 가

, () a) , (dosage system) ,
 2 PTFE 가

, 0.05 ,
 0.3 - 10g

1 - 45 % a) , a) + c) 1 - 80 %,

c)

(TEM) , (AFM) (granulometric distribution curve) , (SEM)
 , ()

가
, (clouding)

50% a) 가
c) a) c)

가
PTFE
10⁷ PTFE
10³ 10⁷ , TFE

60%, 80%

가

, 180 - 400nm

0,283 a) , USP 4,864,006 USP 4,99
, , H

a) , 0.002 10 ml, 0.01 2.5 m

a) (PFPE) , 350 - 8,000,
500 - 1,000 ,

(CF₃XO), (CF₂CF₂O), (CF₂CF₂CF₂O), (CF₂CF₂CF₂CF₂O), (CR₄R₅CF₂CF₂O), (CF(CF₃)CF₂O), (CF₂CF(CF₃)O),

X = "F," CF₃;

R₄ R₅ , H, Cl 1 4

, PFPE

1) TO - (CF₂O)_{a'} - (CF₂CF₂O)_{b'} - T

a'/b' 0.5 - 2 , a' b' ;

2) TO - (C₃F₆O)_r - (C₂F₄O)_b - (CF₃O)_t - T

r/b = "0.5 - 2.0;" (r+b)/t 10 - 30 ,

b, r t , X ;

3) TO - (C₃F₆O)_{r'} - (CF₃O)_{t'} - T

t' 0 ;

t' > 0 r'/t' = "10 - 100," 10 - 30 ; r' t' ; X ;

:

- (C₃F₆O) - ,

- (CF(CF₃)CF₂O) - / - (CF₂ - CF(CF₃)O) -

T () : - CF₃, - C₂F₅, - C₃F₇, - CF₂C
I, - C₂F₄Cl, C₃F₆Cl; F H .

: USP 3,665,041, 2,242,218, 3,715,378 EP 239,123.

PFPE , (Ausimont) FOBLIN^R

CF₃O(C₃F₆O)_n(CF₂O)_mCF₃

n m ; m/n 0.01 - 0.5

1a

TO(C₃F₆O)_n(CF₂O)_mCF₂COOM (IA)

M = "H," NH₄, Na, Li, K , n 1 6 , T ; m/n 0.05 - 0.1

2a

CF₃(CF₂)_nCOOM(IIA)

n 4 12

3a

F - (CF₂ - CF₂)_n - CH₂ - CH₂ - SO₃M(IIIA)

M="H," NH₄, Na, Li, K , n 2 5

a)

1a

1a

, EP 148482, USP 3,810,873

2a

3a

, FLUORAD^R FC1013, FORAFAC^R 1033D

,

, () ,

; , , , ,

(HFP) C₃ - C₈

;

(VF),

(VDF),

CH₂ = "CH - Rf

C₁ - C₆

, C₂ - C₈

(" Rf

;

(CTFE) C₂ - C₆

/

/

Rf CF₃, C₂F₅, C₃F₇

C₁ - C₆ ()

;

()

CF₂ = "CFOX,"

X C₁ - C₁₂

, C₁ - C₁₂

,

- 2 -

C₁ - C₁₂ ()

;

, TFE

(charaterization)

1 - 13 , (interest) , (charaterization me
thods)

1 (heat of crystallization) , (differential calorimetry method)
, DSC 7 (Perkin Elmer) . 10mg , 10 /mi
n 220 370 15 , 10 /min 220 , (esoth
. 370 15 , 10 /min 220 , cal/g

Physics , (Brookhaven correlator) 2030 AT - (Spectra -
514.5 , , (Photon

Correlation Spectroscopy)
 (scattering measure) 90 ° 0.2 μ m
 (cumulant methods)

가 . . , 20g 가 . . , 150 , 1 150

% = " " / $\times 100$

% = "(1 - " % / %) $\times 100$

1 가 . . , (Kontron) H401
 1 5,000rpm ,
 1 (F.Chu, C.Graillat, J.Guillot, A.Guyot, Colloid.Pol.Sci, 275(19
 97),986) , PCS
 DF , (TEM), (capillary hydrodynamic fractionation,CH
 (field - flow fractionation,FFF)

(amorphous index) , A778 A2365 (Moynihan method) (J.Am.Chem.Soc.,
 1959, 81, 1045) IR -

= A778/A2365

(absolute specific weight) ASTM D4895

1 - 13

¹
 $\text{CF}_3\text{O}(\text{C}_3\text{F}_6\text{O})_n(\text{CF}_2)_m\text{CF}_2\text{COOH(I)}$

n 1 6 , m/n 0.05 - 0.1

²
 $\text{C}_3\text{F}_6\text{Cl}(\text{C}_3\text{F}_6\text{O})_n(\text{CF}_2\text{O})_m\text{CF}_2\text{COOH(II)}$

n 1 5 , m/n 0.05 - 0.1

³
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_n\text{COOH(III)}$

n 4 12

⁴

F - (CF₂ - CF₂)_n - CH₂ - CH₂ - SO₃M(IV)

M = "H," NH₄, Na, Li, K n = 2 5

1 13

5

CF₃O(C₃F₆)_n(CF₂O)_mCF₃(A)

n = 1 6 ; m/n = 0.05 - 0.1

CF₃(CF₂)_nCF₃(B)

n = 1 8

1

530 1 5 700 5(A)
3 8 가 .

50 0.49ml/ 150 , 가
(softening point) 140 , 32 , 가
APS 500cc가
TFE 가 . SdM 380mg (NH₄)₂Fe(SO₄)₂6H₂O(SdM) 500cc가
, 55 (NH₄)₂S₂O₈ (20bar)

0.5 , 가 20 TFE
100 / 가, 0.7 /min 100 가
00 , 56 . 80 , TFE , TFE 13,1
(LLS) 1 157nm

1 , 5,000rpm , 67 % , LL
S 78nm
DSC , 8.8cal/g, - 9.39cal/g - 6.07cal/g

FT - IR , 0.12 (Moynihan, 773/2365cm - 1)
0.07 .

2

545 2 3 800 5(A)
2 5 가, . 15 55

4
 50 0.05ml/ 3 15 , 가
 S.A. 50 4 가 32 가 . , (Elf Atochem)
 20bar 200g , 70
 TFE 가 . APS 150mg DSAP 3,000mg (NH₄)₂S₂O₈ (APS)
 (DSAP) 500cc가

0.5 , , 가 20
 , , 가, 0.33 /min 85 , 가 . , TFE 1033D 100 /
 50.5 , , 120 , TFE , TFE 15,800
 , , 가
 (LLS) 1 165nm
 1 , 5,000rpm , 97 % , LL
 S 55nm

5

0.08ml/ 3 25 , 가
 50 , 가 32 , 가 ,
 40 52 - 54 200g ,
 , 70 20bar TFE 150mg APS 150mg DSAP 3,000mg
 (NH₄)₂S₂O₈ (APS) (DSAP) 500cc 가

0.5 , , 가 20
 , , 가, 0.33 /min 85 , 가 . TFE 13,000g ,
 0.49ml/ 3 150g ,
 가 92 . TFE 13,500g , (PPVE) 28g
 100 , TFE , TFE 15,800 ,

(LLS) 1 198nm
 1 , 5,000rpm , 95.1 % , L
 LS 58nm

6()

24 , , 가
 가 32 , 가 , 52 - 54
 . APS 220mg (NH₄)₂S₂O₈ (APS) 500cc 가
 , 55 20bar TFE 140g ,
 (NH₄)₂Fe(SO₄)₂6H₂O (SdM) 500cc 가 , SdM 380mg

0.5 , , 가 20
 , , 가, 0.7 /min 100 , 가 . , TFE , TFE 17,40
 100 / 60g , ,
 0

(LLS) 1 200nm
 1 , 5,000rpm , 99.8 % , L
 LS 115nm

7()

2 24 가 50
가 가 32 가 . , 52 - 54
140 . APS 220mg $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (APS) 500cc 가 . , S
. , 55 20bar TFE 가 . , S
dM 380mg $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (SdM) 500cc 가 .

0.5 , 가 20 TFE
 00 / , 가, 0.7 /min 100 가 . ,
 60 . 80 , TFE , TFE 8,700
 , 가 .

(LLS) 1 176nm

1 , 5,000rpm , 99.5 % , L
LS 177nm .

8()

545 2 4 . 438 C₈F₁₈ 2 4 가.

01.16ml/ 325 , 가
 50 가 가 32 , 가 , 52 - 54
 140 , . APS 220mg (NH₄)₂S₂O₈ (APS) 500cc 가
 . , 55 20bar TFE 가
 . , SdM 380mg (NH₄)₂Fe(SO₄)₂ 6H₂O (SdM) 500cc 가

0.5, , 가 20 TFE
11,500, , 가, 0.7 /min 100 가 . 42, TFE , TFE

(LLS) 1 186nm

1 , 5,000rpm , 99.8 % , L
LS 105nm .

9()

50 0.27ml/ 8 75 , 가
가 가 32 가 . , 52 - 54
140 , . APS 220mg (NH₄)₂S₂O₈ (APS) 500cc 가
. , 55 20bar TFE 가
. , SdM 380mg (NH₄)₂Fe(SO₄)₂6H₂O(SdM) 500cc 가

0.5, 가 20 TFE
13,900, 가, 0.7 /min 100 가 . 76, TFE, TFE
13,900, 가

(LLS) 1 261nm .

1 , 5,000rpm , 99.9 % , L
LS 183nm

10()

30 , 가 , 52 - 54 50
가 가 31 (PPVE) 100g , . APS 1000mg 140g
APS) 500cc 가 . , SdM 1,450mg , (NH₄)₂Fe(SO₄)₂6H₂O(SdM) , 55 (NH₄)₂S₂O₈ (20bar
TFE 가 . , TFE 500cc 가

0.5 , 가 20 TFE
가, 0.7 /min 75 가 . 27 , TFE , TFE
3,500 , ,

(LLS) 1 115nm .

1 , 5,000rpm , 92 % , LL
S 85nm

11()

0.52ml/ 3 160 , 가
50 가 가 32 (NH₄)₂S₂O₈ (APS) 500cc 가
(PMVE) 100g , . APS 1,600mg , 30 20bar TFE 가
. SdM 480mg (NH₄)₂Fe(SO₄)₂6H₂O(SdM) 500cc 가

0.5 , 가 20 TFE
가, 0.7 /min 60 가 . 36 , TFE , TFE
7,900 , ,

(LLS) 1 83nm .

1 , 5,000rpm , 28.3 % , L
LS 79nm

12()

0.44ml/ 3 140 , 가
50 가 가 30 , 52 - 54 , 80
140 , TFE 가 . , APS 2,500mg (NH₄)₂S₂O₈ (APS) 500cc 가
20bar ,

0.5 , 가 20 TFE
가, 1.0 /min 100 가 . 25 , TFE , TFE
13,500 , ,

(LLS)

1

90nm

1 , 5,000rpm
S 69nm

LL

13()

545 2
2 5 가,

3 , 800 5(A)

50 1.55ml/
140 , 가 가 30 433 , 가 . , 52 - 54
. APS 220mg (NH₄)₂S₂O₈ (APS) 500cc 가
. SdM 380mg (NH₄)₂Fe(SO₄)₂6H₂O (SdM) 500cc 가E 14,700 0.5 , 가 20
, 0.75 /min 100 가 . 45 , TFE , TF

(LLS)

1

115nm

1 , 5,000rpm
LS 88nm

L

[1]

마이크로에멀젼				다른계면활성제		개시제		공단량체			
실시예	계면활성제		오일	타입	초기공급 g/1 H ₂ O	반응중 공급 g/1 H ₂ O	APS mg	DSAP mg	SDM mg	타입	양 g
	타입	양 g/1 H ₂ O		타입	양 mL/1 H ₂ O						
1	I	1.43	A	A	0.49	III	0	1.75	220	-	380
2	II	0.75	A	A	0.35	III	0	1.87	220	-	380
3	II	0.08	A	A	0.03	III	0.344	1.57	100	2000	90
4	II	0.14	A	A	0.05	IV	0.375	1.57	150	3000	-
5	II	0.14	A	A	0.05	III	1.375	-	150	3000	-
6 comp.	-	-	-	-	-	III	0.75	1.87	220	-	380
7 comp.	-	-	-	-	-	II	0.75	1.87	220	-	380
8 comp.	II	4.06	B	B	1.16	-	-	-	220	-	380
9 comp.	II	4.06	B	B	0.27	III	0	1.87	220	-	380
10 comp.	-	-	-	-	-	III	0.968	-	1000	-	1450
11 comp.	II	1.5	A	A	0.52	-	-	-	1600	-	480
12 comp.	II	1.42	A	A	0.44	-	-	-	2500	-	-
13 comp.	II	4.33	A	A	1.55	-	-	-	220	-	380

실시예	라텍스 농도 (증량%)	C ₂ P ₄ 전환 (kg)	평균직경 (nm)	5000 RPM		
				상첨액 (g)	D _p 상첨액 (nm)	D _p 상첨액 / 평균 D _p
1	28.4	13.1	157	33	78	0.49
2	31.0	14.8	155	25.4	82	0.53
3	32.4	15.8	170	4.5	65	0.38
4	32.4	15.8	165	3.1	55	0.33
5	32.4	15.8	198	4.9	58	0.29
6 comp.	34.5	17.4	210	0.2	115	0.55
7 comp.	20.9	8.7	176	0.5	177	1.01
8 comp.	25.8	11.5	186	0.2	105	0.56
9 comp.	29.6	13.9	261	0.1	183	0.70
10 comp.	9.9	3.5	115	8	85	0.74
11 comp.	19.3	7.9	83	71.7	79	0.95
12 comp.	30.3	13.5	90	69	69	0.77
13 comp.	32.2	14.7	115	55.5	88	0.77

, , () 2 a) ,
PTFE (dosage system)

, , 180 - 400nm /

(57)

1.

0 10 %, 0 2 %
(TFE) (dispersion),
(multimodal) , ,
100 - 400 nm, 150 - 300 nm , 10 100 nm
(fraction) 1.5 - 35 %, 3 - 25 % ;
0.025 - 0.6 ;

- a) () 1 H / Cl (PFPE) ;
- b) ;
- c) ;
- d) () 가, TFE 가 , , , 가 ;
- e) 가 , , , 가 ;
- f) ;
- , b) / c) 가 (TFE) ;

2.

1 , 0.3 - 10g , 0.05
(TFE)

3.

1 2 , a) , a) + c)
 1 - 80 %, 1 - 45 % (TFE)

4.

1 3 , , , c)
 a) , 50% a) a)
 c) ↗ , a) ↗ ↗
 (TFE) . .

5.

1 4 , a) , 0.0
 02 10ml, 0.01 2.5ml (TFE)

6.

1 5 , a) (PFPE) ,
 350 - 8,000, 500 - 1,000 ,
 : ,
 (TFE)

(CF₂XO), (CF₂CF₂O), (CF₂CF₂CF₂O), (CF₂CF₂CF₂CF₂O), (CR₄R₅CF₂CF₂O), (CF(CF₃)CF₂O), (CF₂CF(CF₃)O),

X = "F," CF₃;

R₄ R₅ , H, Cl 1 4

7.

6 , PFPE (TFE)

:

1) TO - (CF₂O)_{a'} - (CF₂CF₂O)_{b'} - T

a'/b' 0.5 - 2 , a' b' ;

2) TO - (C₃F₆O)_r - (C₂F₄O)_b - (CF₂XO)_t - T

r/b = "0.5 - 2.0;" (r+b)/t 10 - 30 ,

b, r t , X ;

3) TO - (C₃F₆O)_{r'} - (CF₂XO)_{t'} - T

t' 0 ;

t' > 0 r'/t' = "10 - 100," 10 - 30 ; r' t'
; X ;

- C₂F₄Cl, C₃F₆Cl; T () : - CF₃, - C₂F₅, - C₃F₇, - CF₂Cl,
F 가 H

8.

7 , PFPE (TFE)
:

CF₃O(C₃F₆O)_n(CF₂O)_mCF₃

n m ; m/n 0.01 - 0.5

9.

1 8 , (TFE)
E) :

(1a)

TO(C₃F₆O)_n(CF₂O)_mCF₂COOM (IA)

M = "H," NH₄, Na, Li, K n 1 6 , T ; m/n 0.05 - 0.
1

(2a)

CF₃(CF₂)_nCOOM(IIA)

n 4 12

(3a)

F - (CF₂ - CF₂)_n - CH₂ - CH₂ - SO₃M(IIIA)

M = "H," NH₄, Na, Li, K n 2 5

10.

9 , a) 1a (TFE)

11.

1 10 , (TFE)

12.

11 , (TFE) ;
 :
 - (HFP) C₃ - C₈ ;
 - (VF), (VDF), C₁ - C₆ , C₂ - C₈ CH₂ = "CH - Rf ;
 (" Rf)
 - (CTFE) C₂ - C₆ - / - / - ;
 - () (PAVE) CF₂ = "CFORf," Rf CF₃, C₂F₅, C₃F₇ C₁ - C₆ () ;
 ;
 - () - CF₂ = "CFOX," X C₁ - C₁₂ , C₁ - C₁₂ , C₁ - C₁₂ () ;
 - 2 -
 ,

13.

12 , (TFE) ;
 :
 - (HEP);
 - (CTFE);
 - () (PAVE) CF₂ = "CFORf," Rf C₁ - C₃ () ;
 -