

(19)
(12)

(KR)
(B1)

(51) 。 Int. Cl. ⁶
C08J 3/12

(45)
(11)
(24)

2002 06 20
10 - 0325507
2002 02 07

(21) 10 - 1994 - 0019158
(22) 1994 08 03

(65) 1995 - 0005885
(43) 1995 03 20

(30) 93 - 211059 1993 08 04 (JP)

(73) 가 가 가 가
가 가
5 6 1

(72) 가 1 - 1 가가 가 가
가 1 - 1 가가 가 가
가 1 - 1 가가 가 가
가 1 - 1 가가 가 가

(74)
:

(54)

1.

2.

,

3.

4.

1

1 (granulating apparatus).

2 2 (granulating vessel).

3

4 (poor solvent)

5 2

6

7 1 (1000)

8 (70)

9 1 (1000)

10 (70)

11 1

*

11, 21, 31, 41, 51A, 51B, 61

12, 22, 32, 42, 52, 62

53A, 53B, 63

54

15, 25, 35, 45, 65

17, 27, 37, 47, 57A, 57B, 67 ,

48 (poor solvent)

1E, 6E ,

가 ,

가 가 .

가 ,

474), (53 - 15899), 가 (64 - 74231) 42 - 14
(

가 .

4 - 226541) , 250 가 가 (4 - 189835,

가 .

가 (5 - 17586)

1 ,

2

가 , ,

(1)

(2)

(3)

0.8 - 1.0 (1) (2)

(shape factor)가 (Wadell)

(4)

0.5 , 0.3 (II)

(g/cc) 7.0 Ef(n)가 3×10^{-4}

(X)mm 가 (1)

$$D(X) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^X \exp\left(-\frac{(X-X_{\dots})^2}{2\sigma^2}\right) dX \quad (I)$$

$$Ef = \frac{\sum (D(X)_{\dots} - D(X))^2}{n} \quad (II)$$

(5)

0.001 - 0.2mm (1) (2)

(6)

1 - 100m²/g (1) (2)

(7)

0.5 - 5mm (1) (4)

(8)

가 0.3 - 0.7g/cc (1) (4)

(9)

가 (1) (2)

(10)

가 (9)

(11)

가 가
(agitation - granulating)

(12)

가 가

(13) () x 100/ { x (1 - (%)/100} = 5 - 80

(11) (12)

(14) 가 n - (11) (12)

(15) 가 10 - 80m/m.sec

(11) (12)

(16)

(11) (12)

(17)

(11) (12)

2

가

2가

2가 , , 4,4' - , (4 -) (, A),
(4 -) , (4 -) , (4 -) , (4 -)
, (4 -)

가 A 3 ()

2가

2가 가
() ,

200

가

가

가

가 .

가

(,)

가

가

가

가

0.8 - 1.0

가

가

가

Ef(n) 3×10^{-4} (x)mm (I) 가 0.5 (II) 0.3 (g/cc) 0.7

가

가

0.001 - 0.2mm

0.5 - 5mm가

가

1 - 100m²/g

0.3 - 0.78/cc

)

가

()

(

가 .

가 . 가

(good solvent) (poor solvent) n -

2 - 25 % 3 - 20 %

가 .

2 % 가 25 % ,

1 - 50 % 2 - 40

1 % , 50

가

가

가 1

30 % 0.1 - 30 %가 . 0.1 % 가 .

가 20 - 200 가

, 20 200 .

가 .

0.1 - 60 % .

N₂, Ar, CO₂ 가 , .

50 - 220 가 60 - 180 가 80 - 180 가가 .

50 220 .

() 가가 .
V(m/m.s), dc(m) F
10 - 80(m/m.s), 20 - 80(m/m.s)가

(1) 1 - 100m²/g . 5 - 50m²/g .

(2) 0.3 - 0.7g/cc . 0.4 - 0.6g/cc .

1

() (22 % 가가 , A2200) (

n - 25 % ()

8 , 2 (25) (21)(2) .

0rpm 가 () 80 가 12
(22) 800g/ .

sec) . 36(m/m.

, 가 가 1.3mm() 가 50

(2E) 6 , 20

120 36 % 가 .

, 19 %, n - 17 % . 35 %

200 , 19 ppm n - 30 PPM 135 2

가 가 가 가 (, ,)

in Rammler) (K=0.103791, n=6.48578), (Xbar=1.31948, =0.26957), (Ros XBar=1.14205, =1.35115)

(cumulative undersize) 가 (III)

$$1 - R(X) = 1 - \exp(-KX^n) \quad (III)$$

X :

R(X) : (cumulative oversize distribution)

K, n :

가 (IV) (V)

$$D(X) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^t \exp\left(-\frac{t^2}{2}\right) dt \quad (IV)$$

$$t = \frac{\ln X - \ln X_{0.5}}{\ln \sigma} \quad (V)$$

XBar

, 가 가

$$Ef(n) = 1.23 \times 10^{-4} (-)$$

, 0.006mm 가 () 22m²/g 7 8 ()

1

2

(35) 1 (31) (3) 6

() 120
400g/

90rpm
F = 16(m/m.sec)

가 83

가

가 가

3.2 %

3:1 , 가 80g 30 62 n -

% n - , 14 % 25 % 11

80ppm 1 , 21ppm(),

18m/g, 1.6mm , 0.006mm 가

1

3 - 8

, n - , 1 1

1

2 , 90 50rpm
1

17 % 1.3mm 33 % 16 %, n -

, 135 2 860ppm() , n - 2300ppm

9 10 1

1.1m²/g

1

2 3

n - 1 . 1

2 n - , 가

10 .

3 가 .

3 가 1 E(f) 4.5 x 10⁻³(-) .

4 5

1 . 1 .

가 4 . 5 가

9

1 190rpm 가 64 7 .

10

120 (4H) 8 2 (45) (41)

- 1 (42) n - (48) (4)

, - 가 45 %

, (47) 54 1.4mm .

32 % 15 %, n - 17 % .

, 1 가 , 20ppm() n - 30ppm

25m²/g 0.49s/cc . 1 .

11

n - 1 . 1

12

n - 1 . 1 .

제 1 표 (I)

공 급 원 료				
	폴리머액 농도(wt%)	폴리머액 공급량(g/hr)	빈용매	빈용매 혼합비(wt%)
실시에 1	22	800	n-헵탄	25
실시에 2	22	400	n-헵탄	25
실시에 3	22	800	n-헵탄	10
실시에 4	22	800	n-헵탄	70
실시에 5	22	800	n-헵탄	25
실시에 6	22	800	n-헵탄	25
실시에 7	15	600	n-헵탄	25
실시에 8	15	600	n-헵탄	25

제 1 표 (II)

공 급 원 료				
	폴리머액 농도(wt%)	폴리머액 공급량(g/hr)	빈용매	빈용매 혼합비(wt%)
비교예 1	22	800	n-헵탄	25
비교예 2	22	800	-	0
비교예 3	22	800	n-헵탄	100
비교예 4	22	800	n-헵탄	25
비교예 5	22	800	n-헵탄	25
실시에 9	22	500	n-헵탄	25
실시에 10	45	1200	n-헵탄	30
	가열농축후			
실시에 11	22	800	아세톤	35
실시에 12	22	800	n-헵탄	55

제 1 표 (III)

파림제조조건						
	분체온도 (°C)	교반조종류 용적(liter)	교반날 종류	블세 (mm)	회전수 (rpm)	전단속도 (m/m. sec)
실시에 1	56	중형조 (8)	2중 나선형	10	120	36
실시에 2	62	중형조 (8)	단일 나선형	8	90	16
실시에 3	58	중형조 (8)	2중 나선형	10	120	36
실시에 4	65	중형조 (8)	2중 나선형	10	120	36
실시에 5	52	중형조 (8)	2중 나선형	10	50	15
실시에 6	55	중형조 (8)	2중 나선형	10	150	45
실시에 7	61	중형조 (8)	패들날	5	80	27
실시에 8	54	중형조 (8)	패들날	5	140	47

제 1 표 (IV)

과립제조조건						
	분체온도 (° C)	교반조종류 용적(liter)	교반날 종류	틀새 (mm)	회전수 (rpm)	전단속도 (m/m.sec)
비교예 1	60	중형조 (8)	단일 나선형	15	50	5.6
비교예 2	61	중형조 (8)	2중 나선형	10	120	36
비교예 3	72	중형조 (8)	2중 나선형	10	120	36
비교예 4	58	중형조 (8)	2중 나선형	10	30	9
비교예 5	59	중형조 (8)	패들날	5	25	8.3
실시에 9	62	중형조 (8)	패들날	5	190	63
실시에 10	54	중형조 (8)	2중 나선형	10	120	36
실시에 11	58	중형조 (8)	2중 나선형	10	120	36
실시에 12	52	중형조 (8)	2중 나선형	10	120	36

제 1 표 (V)

플 리 머 입 상 체 성 상				
	평균입경 (mm)	함용매량 (wt%)	MC/빈용매 함량(wt%)	MC/빈용매 잔류량(wtppm)
실시에 1	1.3	36	19/17	10/30
실시에 2	1.6	25	11/14	21/80
실시에 3	1.5	35	24/11	50/220
실시에 4	2.2	26	11/15	10/40
실시에 5	1.8	37	20/17	20/80
실시에 6	0.9	41	20/21	10/20
실시에 7	0.8	31	16/15	10/50
실시에 8	0.8	38	19/19	10/20

제 1 표 (VI)

플 리 머 입 상 체 성 상				
	평균입경 (mm)	함용매량 (wt%)	MC/빈용매 함량(wt%)	MC/빈용매 잔류량(wtppm)
비교예 1	1.3	33	16/17	860/2300
비교예 2	4.1	31	31/-	2.5%/-
비교예 3	0.8	47	12/35	10/50
비교예 4	3.4	36	18/18	3400/2100
비교예 5	> 5/12%, <1/32%	41	19/22	1200/2400
실시에 9	0.9	22	10/12	30/80
실시에 10	1.4	32	15/17	20/30
실시에 11	1.2	38	21/17	70/240
실시에 12	1.3	29	13/16	90/320

제 1 표 (VII)

폴 리 머 입 상 체 성 상				
	비표면적 (m^2/g)	부피밀도 (g/cc)	표준편차 $\sigma(mm)$	와델형상인자
실시에 1	22	0.50	0.27	0.86
실시에 2	18	0.55	0.42	0.88
실시에 3	12	0.61	0.33	0.85
실시에 4	24	0.45	0.45	0.86
실시에 5	8.2	0.51	0.31	0.86
실시에 6	19	0.52	0.19	0.82
실시에 7	12	0.51	0.21	0.84
실시에 8	21	0.53	0.23	0.83

제 1 표 (VIII)

폴 리 머 입 상 체 성 상				
	비표면적 (m^2/g)	부피밀도 (g/cc)	표준편차 $\sigma(mm)$	와델형상인자
비교예 1	1.1	0.56	0.21	0.87
비교예 2	0.5	0.68	0.19	0.91
비교예 3	31	0.26	0.65	0.67
비교예 4	0.8	0.59	1.1	0.73
비교예 5	0.5	0.54	-	(0.51)*1
실시에 9	18	0.49	0.28	0.87
실시에 10	25	0.49	0.42	0.82
실시에 11	12	0.55	0.33	0.88
실시에 12	9	0.54	0.34	0.85

* 1 1 - 5mm의 입상체(n=50)의 평균

13

5

, 1 2 1 (A) 2 (B) 가 (53A) (53B)
 , 1 1 (R)
 1 1 (52) 500g/
 , 1 120 (S) (57A) 가 95 가
 1 0.015mm 가
 2

2 (B) 25 65 %) (W) , n - 250g/ (54)(n -

53

2

1.4mm

(57B)가

1 2
1.1 %

18 %, n -

23 %

0.5 %, n -

2
pm(), n -

120ppm

1

12m²/g

15p

14

8
10mm)

6
(64) 120

(S) (65)
(62) 400g/

90rpm

(61)(
1

F = 16(m/m.sec)

(67)가

(6E)

%

92

1.1 %

0.4 % n -

0.7

가

가

가

가

(57)

1.

가 (poor solvent) 가
10 - 80m/m.sec

(granulating)
0.5 - 5mm

가 0.3 - 0.7g/cc

2.

10 - 80m/m.sec

가

가

0.5 - 5mm

가 0.3 - 0.7g/cc

3.

1 2 ,

(shape factor)가 (Wadell's)

0.8 - 1.0

4.

1 2 ,

(II)
(g/cc) 0.7

Ef (=n) 3 x 10⁻⁴ (X mm) 가 (I) 0.5, 0.3

$$D(X) = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^X \exp\left(-\frac{(X-x)^2}{2\sigma^2}\right) dx \quad (I)$$

$$Ef = \frac{\sum (D(X) \dots - D(X))^2}{n} \quad (II)$$

5.

1 2 ,

0.001 - 0.2mm

6.

1 2 ,

1 - 100m²/g

7.

10 - 80m/m.sec

가

가

x 100/{

x (1 -

(%)/100} = 5 - 80

8.

10 - 80m/m.sec 가 가
 $x 100 / \{ \cdot \} x (1 - (\%)/100) = 5 - 80 \cdot$

9.

1 2 ,

가 n - .

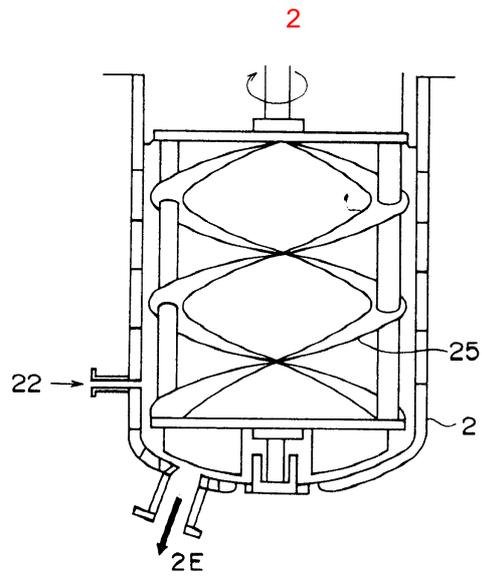
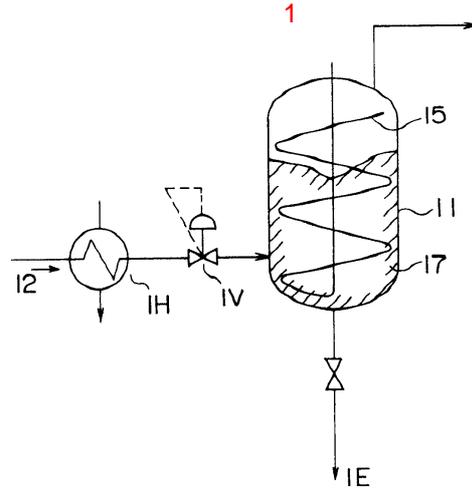
10.

7 8 ,

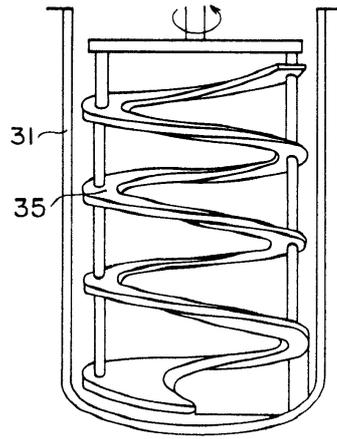
11.

7 8 ,

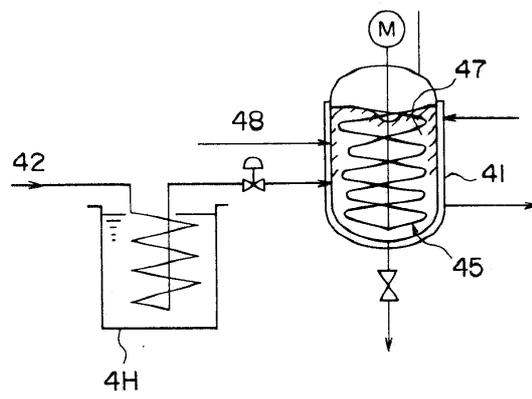
2



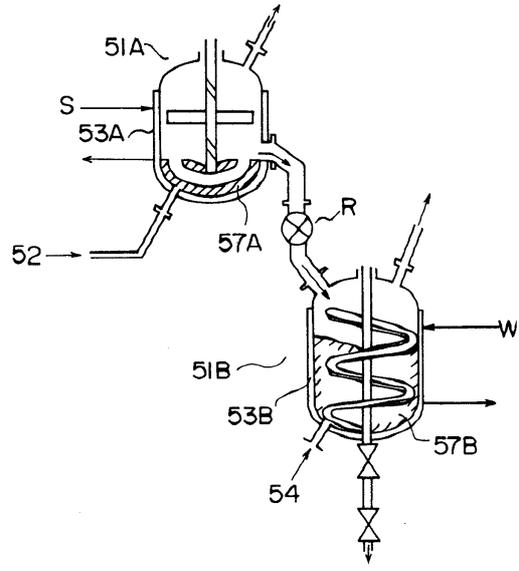
3



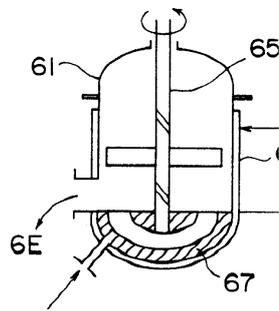
4



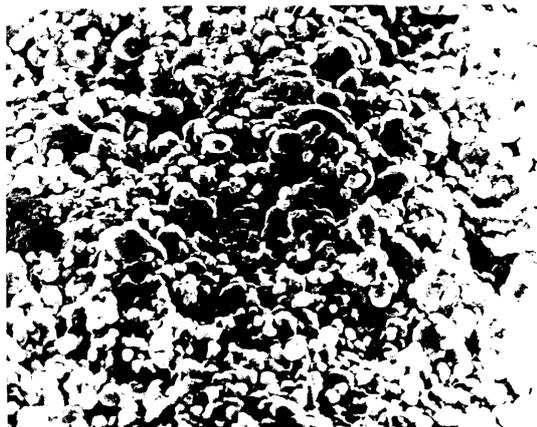
5



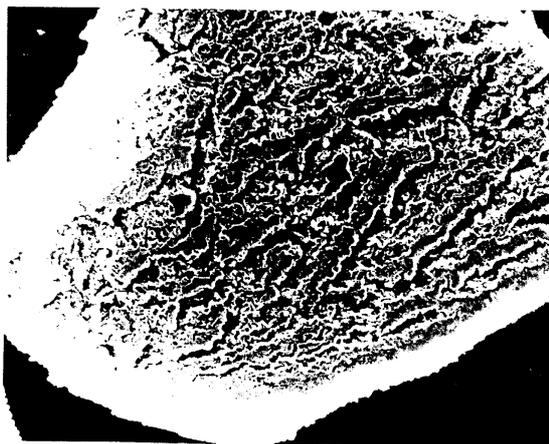
6



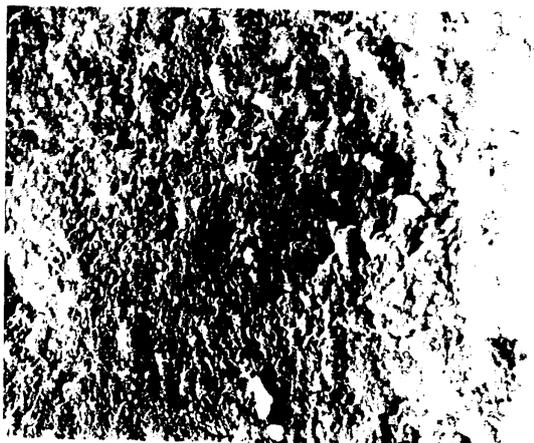
7



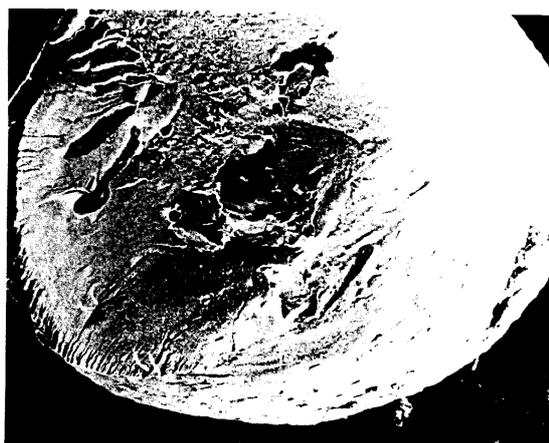
8



9



10



11

(-) 표준 곡선

