



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년02월18일

(11) 등록번호 10-1949229

(24) 등록일자 2019년02월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08J 3/12 (2006.01) C08F 2/18 (2006.01)

C08F 2/22 (2006.01) C08J 3/075 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-7024497

(22) 출원일자(국제) 2013년02월08일

심사청구일자 2017년04월14일

(85) 번역문제출일자 2014년09월01일

(65) 공개번호 10-2014-0126361

(43) 공개일자 2014년10월30일

(86) 국제출원번호 PCT/US2013/025448

(87) 국제공개번호 WO 2013/120028

국제공개일자 2013년08월15일

(30) 우선권주장

61/597,118 2012년02월09일 미국(US)

(56) 선행기술조사문현

JP08231606 A*

KR1020050091776 A*

US05908896 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

조지아-페시픽 케미칼즈 엘엘씨

미국 조지아주 30303 애틀란타 노스 이스트 피치
트리 스트리트 133

(72) 발명자

루드빅 조셉

미국 버지니아 23112 미들로디언 릿지 크릭 로드
14119

동 싱

미국 조지아 30033 디케이터 오크 파크 트레일
2656

(74) 대리인

리앤목특허법인

전체 청구항 수 : 총 17 항

심사관 : 김은정

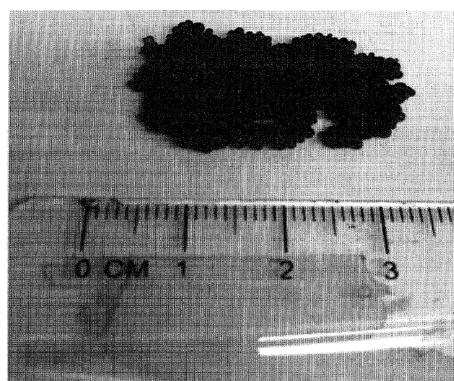
(54) 발명의 명칭 겔 형태의 폴리머 미립자를 제조하는 방법

(57) 요약

에멀젼(emulsion) 및/또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법이 제공된다. 상기 방법은 캐리어 유체, 및 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 선택적으로 하나 이상의 가교결합 화합물, 마이야르 반응물들의 혼합물, 또는 이들의 조합을 함유하는 모노머 성분을 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 모노머 성분은 중합되어 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 형성할 수 있다. 상기 반응물 혼합물은 상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 하나 이상의 내부 표면을 갖는 반응기 내에 위치할 수 있다. 상기 하나 이상의 내부 표면은 상기 반응물 혼합물로의 금속, 금속 이온, 또는 이들의 조합의 방출을 제한하여 상기 겔 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하는 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 생성한다.

대 표 도

실시예 1



명세서

청구범위

청구항 1

에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법으로서, 상기 방법은 캐리어 유체, 및 하나 이상의 폐놀성 화합물을 함유하는 모노머 성분을 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함하고,

상기 모노머 성분은 중합되어 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 형성하고,

상기 반응물 혼합물은 상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 하나 이상의 내부 표면을 갖는 반응기 내에 위치하고,

상기 하나 이상의 내부 표면은 상기 반응물 혼합물로의 금속, 금속이온, 또는 이들의 조합의 방출을 제한하여 상기 겔 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하는 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 생성하고,

상기 반응물 혼합물과 접촉하는 상기 하나 이상의 내부 표면이 금속을 포함하고,

상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 상기 하나 이상의 내부 표면 중 적어도 일부는 부동태화 공정을 거쳐 부동태화된 금속 표면을 생성하고,

상기 부동태화된 금속 표면은 침탄처리 공정, 봉소화처리 공정, 질화처리 공정, 또는 이들의 임의의 조합에 의해 형성되는 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 하나 이상의 촉매를 더 포함하고, 상기 하나 이상의 촉매는 상기 촉매의 총 중량을 기준으로 1 중량% 미만의 금속 또는 금속이온을 포함하는 방법.

청구항 3

삭제

청구항 4

제 1 항에 있어서, 상기 금속이 코발트, 크롬, 텅스텐, 탄소, 규소, 철, 망간, 몰리브데늄, 바나듐, 니켈, 봉소, 인, 황, 티타늄, 알루미늄, 구리, 텅스텐, 이들의 합금, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서, 상기 금속이 하나 이상의 스테인리스 강, 하나 이상의 탄소강, 하나 이상의 공구강(tool steels), 하나 이상의 합금강, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

제 1 항에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자가 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하는 방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 건조하여 건조된 폴리머 입자를 생성하는 단계를 더 포함하고, 상기 건조된 폴리머 입자가 1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하는 방법.

청구항 11

제 1 항에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 건조하여 건조된 폴리머 입자를 생성하는 단계를 더 포함하고, 상기 건조된 폴리머 입자가 0.1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하는 방법.

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

제 1 항에 있어서, 상기 부동태화된 금속 표면은 침탄처리 공정에 의해 형성되는 방법.

청구항 22

제 1 항에 있어서, 상기 부동태화된 금속 표면은 봉소화처리 공정에 의해 형성되는 방법.

청구항 23

제 1 항에 있어서, 상기 부동태화된 금속 표면은 질화처리 공정에 의해 형성되는 방법.

청구항 24

제 1 항에 있어서, 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물은 폐놀, 레조르시놀 또는 이들의 조합을 포함하는 방법.

청구항 25

제 1 항에 있어서, 상기 모노머 성분은 가교결합 화합물을 더 포함하는 방법.

청구항 26

제 1 항에 있어서, 상기 모노머 성분은 포름알데히드, 파라포름알데히드, 아세트알데히드, 프로피온알데히드, 부티르알데히드, 푸르푸르알데히드(furfuraldehyde), 벤즈알데히드, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 가교결합 화합물을 더 포함하고, 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물은 폐놀, 레조르시놀 또는 이들의 조합을 포함하는 방법.

청구항 27

제 1 항에 있어서, 상기 모노머 성분은 마이야르 반응물(Maillard reactants)들의 혼합물을 더 포함하는 방법.

청구항 28

제 1 항에 있어서, 상기 캐리어 유체는 물, 파라핀계 오일, 나프텐계 오일, 방향족 오일, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.

청구항 29

제 1 항에 있어서, 상기 겔 형태의 폴리머 입자는 0.5 mm 내지 10 mm의 평균 단면 길이를 갖는 방법.

청구항 30

제 1 항에 있어서, 상기 겔 형태의 폴리머 입자는 1 mm 내지 7 mm의 평균 단면 길이를 갖는 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 명세서에서 일반적으로 기술된 구현예들은 겔 형태의 수지 또는 폴리머 입자를 제조하는 방법에 관한 것이다. 보다 상세하게는, 이러한 구현예들은 에어로겔, 크세로겔(xerogel) 및/또는 크리오겔(cryogel) 입자로 추가로 가공될 수 있는 겔 형태의 수지 또는 폴리머 입자를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 탄소 에어로겔, 크세로겔 및 크리오겔과 같은 탄소 재료는 이에 한정되는 것은 아니지만, 예를 들어, 슈퍼 커패시터 응용에서 전기 전도성 및 에너지 저장을 포함하는 특성을 향상시키기 위해 다양한 제품에 사용되어왔다. 실험실 규모로 탄소 에어로겔, 크세로겔, 및 크리오겔을 합성하는 방법은 폴리머 겔을 탄소 재료로 전환시키는 것과 같은 기술에 공지되어 있다. 하나의 특정 조성물은, 예를 들어, 거대 모놀리식(monolithic) 폴리머 겔 또는 "졸겔"로 추가로 가공될 수 있는 전구체 용액(예를 들어, 액체 내 입자의 용액 또는 콜로이드 분산물인 "모노머 성분" 또는 "졸")을 제조하기 위해 레조르시놀 및 포름 알데히드를 포함할 수 있다.

[0003] 그러나, 상기 모놀리식 폴리머 겔은, 최종 제품 즉, 에어로겔, 크세로겔 또는 크리오겔로 제조 및 전환되기 어렵고 비싸다. 상기 모놀리스의 큰 사이즈 및 낮은 열 전도성 때문에, 상당한 양의 에너지, 시간 및 특수 장비가 상기 모놀리스 구조를 구성하는 상기 모노머 성분을 중합하기 위해 요구된다. 또한, 열이 모놀리식 폴리머 겔의 외부로부터 내부로 전달될 때 상기 모놀리식 폴리머 겔의 불균일한 가열로 인해, 모놀리식 폴리머에서 이질적인 물리적 차이가 형성되고, 이는 상기 모놀리식 폴리머 겔로부터 제조되는 에어로겔, 크세로겔 또는 크리오겔의 성능에 부정적인 영향을 줄 수 있다. 더욱이, 상기 거대 모놀리식 폴리머 겔은 이후 상기 모놀리식 구조를 또한 노동, 자본 및 시간 집약적인 에어로겔, 크세로겔 또는 크리오겔로 가공될 수 있는 겔 형태의 폴리머 입자로 감소시키기 위해 물리적인 연마를 필요로 한다.

[0004] 따라서, 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하기 위한 개선된 방법에 대한 요구가 있다.

발명의 내용

[0005]

에멀젼(emulsion) 및/또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법이 제공된다. 적어도 하나의 특정 구현예에서, 상기 방법은 캐리어 유체 및 모노머 성분을 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함할 수 있으며, 상기 모노머 성분은 하나 이상의 페놀성 화합물 및 선택적으로 하나 이상의 가교결합 화합물, 마이야르 반응물(Maillard reactants)들의 혼합물, 또는 이들의 조합을 함유한다. 상기 모노머 성분은 중합되어 겔 형태의 폴리머 입자를 형성할 수 있다. 상기 반응물 혼합물은 상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 하나 이상의 내부 표면을 갖는 반응기 내에 위치될 수 있다. 상기 하나 이상의 내부 표면은 상기 반응물 혼합물로의 금속, 금속이온, 또는 이들의 조합의 방출을 제한하여 상기 겔 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하는 겔 형태의 폴리머 입자를 제조한다.

[0006]

적어도 하나의 특정 구현예에서, 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법은, 캐리어 유체 및 모노머 성분을 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함할 수 있으며, 상기 모노머 성분은 하나 이상의 페놀성 화합물 및 선택적으로 하나 이상의 가교결합 화합물, 마이야르 반응물들의 혼합물, 또는 이들의 조합을 함유한다. 상기 반응물 혼합물은 하나 이상의 반응 루프를 포함하는 반응기로 투입될 수 있다. 상기 모노머 성분은 상기 반응기 내에서 중합되어 겔 형태의 폴리머 입자를 형성할 수 있다. 상기 겔 형태의 폴리머 입자는 상기 반응기로부터 회수될 수 있다.

[0007]

적어도 하나의 특정 구현예에서, 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법은 마이야르 반응물들의 혼합물 및 캐리어 유체를 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 마이야르 반응물들의 혼합물은 중합되어 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 형성할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0008]

도 1은 기술된 하나 이상의 구현예에 따라 제조된 겔 형태의 폴리머 입자의 사진이다.

도 2는 기술된 하나 이상의 구현예에 따라 제조된 겔 형태의 폴리머 입자의 다른 사진이다.

도 3은 기술된 하나 이상의 구현예에 따라 제조된 겔 형태의 폴리머 입자의 또 다른 사진이다.

도 4는 기술된 하나 이상의 구현예에 따라 제조된 겔 형태의 폴리머 입자의 또 다른 사진이다.

도 5는 기술된 하나 이상의 구현예에 따라 제조된 겔 형태의 폴리머 입자의 또 다른 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0009]

겔 형태의 폴리머 미립자 또는 입자는 혼탁 및/또는 에멀젼 공정에서 모노머 성분을 중합함으로써 제조될 수 있다. 일 예에서, 상기 모노머 성분은 캐리어 유체 또는 매질과 혼합, 블렌드, 또는 그렇지 않으면 결합되어 혼탁액의 형태일 수 있는 반응물 혼합물을 형성할 수 있다. 다른 예에서, 상기 모노머 성분은 캐리어 유체 또는 매질과 혼합, 블렌드, 또는 그렇지 않으면 결합되어 에멀젼의 형태일 수 있는 반응물 혼합물을 형성할 수 있다. 따라서, 상기 모노머 성분은, 캐리어 유체와 혼합, 블렌드, 또는 그렇지 않으면 결합되어 혼탁액 및/또는 에멀젼 형태일 수 있는 반응물 혼합물을 형성할 수 있다. 상기 모노머 성분 이외에, 상기 반응물 혼합물은 또한 하나 이상의 가교결합 화합물 및/또는 하나 이상의 촉매를 포함할 수 있지만, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0010]

용어 "캐리어 유체(carrier fluid)"는 혼탁액, 용매, 희석제, 분산액, 에멀젼 유체, 및/또는 혼탁액 및/또는 에멀젼의 연속상으로도 지칭될 수 있다. 겔 형태의 폴리머 입자는 추가로 가공되어 에어로겔, 크세로겔 및/또는 크리오겔 입자를 추가로 제조하기 위하여 가공되어 모놀리식 겔 구조를 폴리머 입자로 감소시키는 하나 이상의 기계적인 공정, 예를 들어, 분쇄, 연마, 밀링 등을 필요로 하는 모놀리식 겔 구조의 중간체 제조를 피할 수 있다.

[0011]

본 명세서에서 사용되는 용어 "혼탁 공정", "혼탁 중합 공정", "분산 공정", 및 "분산 중합 공정"은 상호교환적으로 사용되며, 기계적 교반을 이용하여 반응물 혼합물상(reactant mixture phase) 및 캐리어 또는 연속상 유체가 혼화되지 않는 탄화수소 및/또는 물과 같은 상기 캐리어 또는 "연속상" 유체에서 상기 반응물 혼합물을 혼합하는 불균일계 중합 공정을 지칭한다. 상기 반응물 혼합물은 상기 캐리어 유체 또는 연속상에서 액적(droplets)으로서 혼탁되거나 분산될 수 있고, 상기 모노머 성분은 중합을 거쳐 폴리머의 입자를 형성하거나 및/또는 경화를 거쳐 폴리머의 경화된 입자를 형성한다.

[0012]

본 명세서에서 사용된, 용어 "에멀젼 공정" 및 "에멀젼 중합 공정"은 "보통의" 에멀젼과 "역"(inverse) 에멀젼 모두를 지칭한다. 에멀젼은 하나 이상의 층면에서 혼탁액과는 다르다. 한 가지 차이점은 에멀젼은 일반적으로 에멀젼들(매우 작은 크기의 액적들)을 생성 또는 형성하는 계면활성제의 사용을 포함할 것이다. 상기 캐리어 또는 연속상 유체가 물과 같은 친수성 유체이고, 상기 반응물 혼합물상이 소수성 화합물(들)일 경우, 보통의 에멀젼들(예를 들어, 수중유(oil-in-water))이 형성되고, 여기서 모노머들의 액적들은 상기 캐리어 또는 연속상 유체 내에서 계면활성제의 도움으로 에멀젼화된다. 모노머들은 이러한 작은 크기의 액적들 내에서 반응한다. 이러한 액적들은 전형적으로 크기가 작는데, 그 이유는 각 입자가 상기 계면활성제에 의해 둘러싸이고 상기 계면활성제 상의 전하가 다른 입자들을 정전기적으로 밀어내기 때문에 상기 입자들은 일반적으로 서로 응집되는 것이 중단되기 때문이다. 혼탁 중합은 일반적으로 에멀젼 중합에 의해 제조되는 입자들보다 큰 입자들을 생성한다. 상기 캐리어 또는 연속상 유체가 오일과 같은 소수성 액체이고 상기 반응물 혼합물상이 친수성 화합물인 경우, 역 에멀젼들(예를 들어, 유중수(water-in-oil))이 형성된다.

[0013]

본 명세서에서 사용되는 용어 "모노머 성분"은 하나 이상의 폐놀성 화합물 및/또는 하나 이상의 가교결합 화합물; 및/또는 프리폴리머(prepolymer)를 포함할 수 있지만, 이에 한정되지 않는다. 상기 폐놀성 화합물이 그 자체와 중합하고 가교결합할 수 있는 경우, 가교결합 화합물의 사용은 선택적일 수 있다. 다른 예에서, 상기 폐놀성 화합물 및 가교결합 화합물의 전부 또는 일부가 서로와 중합하여 겔 형태의 폴리머 입자를 형성할 수 있다. 다른 예에서, 상기 폐놀성 화합물 및 가교결합 화합물은 서로와 반응 또는 가교결합하여 겔 형태의 폴리머 입자를 생성할 수 있다. 다른 예에서, 상기 폐놀성 화합물 및 상기 가교결합 화합물은 서로와 중합하고 및/또는 서로와 가교결합하여 겔 형태의 폴리머 입자를 생성할 수 있다.

[0014]

본 명세서에서 사용되는 용어 "프리폴리머"는 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 하나 이상의 가교결합 화합물의 반응된 모노머 화합물; 및/또는 폴리머가 액체 형태로 남아있는 한 하나 이상의 폐놀성 화합물 및/또는 하나 이상의 가교결합 화합물을 중합하여 형성된 폴리머를 지칭한다.

[0015]

본 명세서에서 사용되는 용어 "현탁 및/또는 에멀젼 공정" 및 "현탁 및/또는 에멀젼 중합"은 전통적인 중합에 한정되거나 또는 반드시 이를 지칭하지 않는다. 대신, 용어 "현탁 및/또는 에멀젼 공정" 및 "현탁 및/또는 에멀젼 중합"은, 반드시 그런 것은 아니지만, 경화 공정 또는 전통적인 중합 및 경화 공정의 조합을 지칭할 수 있다. 본 명세서에서 논의되고 기술된 바와 같이, 하나 이상의 구현예에서, 상기 모노머 성분은 하나 이상의 폐놀성 화합물 및/또는 하나 이상의 가교결합 화합물 단독에 부가하거나 또는 이들을 대신하는 프리폴리머 및/또는 폴리머일 수 있거나, 또는 프리폴리머 및/또는 폴리머를 포함할 수 있다. 경화 공정은 모노머 혼합물의 중합과 비교해서 추가의 폴리머의 가교결합 또는 표면경화(hardening)를 지칭한다. 이와 같이, 프리폴리머가 존재하는 경우, 혼탁/에멀젼 공정은 중합에 부가하여 또는 이를 대신하여 또한 경화 공정을 포함할 수 있다. 본 명세서에서 사용되는 용어 "경화"는 폴리머 사슬의 증가된 가교결합도를 통하는 폴리머의 강인화(toughning) 또는 표면경화를 지칭한다. 가교결합은 공유 화학반응, 이온성 상호작용 또는 클러스터링, 상 변환 또는 반전(inversion), 및/또는 수소결합 등에 의해서, 프리폴리머 및/또는 폴리머에서 발생하는 구조적 및/또는 형태학적 변화를 지칭한다.

[0016]

본 명세서에서 사용되는 용어 "겔 형태의 폴리머 미립자" 및 "겔 형태의 폴리머 입자"와 상호교환적으로 사용되며, 그 내부에 하나 이상의 기공 또는 보이드(voids)를 갖는 폴리머 사슬의 네트워크를 지칭하고, 액체가 상기 하나 이상의 기공이나 보이드를 적어도 부분적으로 점유하거나 또는 채운다. 본 명세서에서 사용되는 용어 "건조 폴리머 미립자" 및 "건조 폴리머 입자"는 상호교환적으로 사용되며, 그 내부에 하나 이상의 기공 또는 보이드를 갖는 폴리머 사슬의 네트워크를 지칭하고, 가스가 상기 하나 이상의 기공이나 보이드를 적어도 부분적으로 점유하거나 또는 채운다. 상기 보이드를 적어도 부분적으로 점유하거나 또는 채우는 액체가 물인 경우, 상기 폴리머 입자는 "하이드로겔 폴리머 입자"로 지칭될 수 있다.

[0017]

상기 반응물 혼합물의 성분들, 예를 들어, 모노머 성분, 촉매, 및 캐리어 유체는 임의의 순서로 서로 결합될 수 있다. 예를 들어, 상기 모노머 성분이 상기 캐리어 유체에 첨가될 수 있고, 상기 캐리어 유체가 상기 모노머 성분에 첨가될 수 있거나, 또는 상기 모노머 성분 및 상기 캐리어 유체가 동시에 서로 결합될 수 있다. 이후 상기 촉매가 상기 모노머 성분 및 상기 캐리어 유체의 혼합물에 첨가될 수 있다.

[0018]

상기 반응물 혼합물의 각 성분들, 예를 들어 폐놀성 화합물, 가교결합 화합물 및 촉매는 각각 독립적으로 임의의 순서로 상기 캐리어 유체와 혼합, 블렌드, 접촉, 위치, 투입, 첨가, 배치, 또는 그렇지 않다면 결합되어 혼탁액 및/또는 에멀젼을 생성할 수 있다. 즉, 상기 모노머 성분을 구성하는 성분들 중 하나 내지 전부보다 적은 성분은 상기 캐리어 유체와 결합되어 중간 혼탁액 및/또는 에멀젼을 형성하거나 또는 생성할 수 있다. 예를 들

어, 폐놀성 화합물 및 촉매가 캐리어 유체와 결합되어 중간 혼탁액 및/또는 에멀젼을 형성하거나 또는 생성할 수 있고, 가교 화합물은 상기 중간 혼탁액 및/또는 에멀젼과 결합되어 상기 반응물 혼합물 및 상기 캐리어 유체의 혼탁액 및/또는 에멀젼을 형성하거나 또는 생성할 수 있다. 다른 예에서, 상기 캐리어 유체는 상기 모노머 화합물의 하나 이상의 성분들, 예를 들어 폐놀성 화합물과 결합되어 중간 혼탁액 및/또는 에멀젼을 생성할 수 있고, 하나 이상의 다른 성분들, 예를 들어 가교결합 화합물이 상기 중간 혼탁액 및/또는 에멀젼에 첨가되어 제2 중간 혼탁액 및/또는 에멀젼을 생성할 수 있다. 상기 제2 중간 혼탁액 및/또는 에멀젼에 촉매가 첨가되어 최종 혼탁액 및/또는 에멀젼을 생성할 수 있다. 즉, 상기 폐놀성 화합물, 상기 가교결합 화합물, 상기 촉매, 및/또는 상기 캐리어 유체는 임의의 순서로 서로 결합될 수 있고/또는 임의의 두 개 이상의 성분들이 서로와 동시에 결합되어 혼탁액 및/또는 에멀젼을 생성할 수 있다.

[0019] 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 상기 모노머 성분 및 상기 캐리어 유체의 결합 중량을 기준으로 하여 약 1 중량% 내지 약 90 중량% 범위의 상기 모노머 성분의 농도를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 상기 모노머 성분 및 상기 캐리어 유체의 결합 중량을 기준으로 하여 약 10 중량%, 약 15 중량%, 약 20 중량%, 또는 약 25 중량%의 낮은 범위에서 약 40 중량%, 약 50 중량%, 약 60 중량%, 약 70 중량%, 약 75 중량%, 약 80 중량%, 약 85 중량%, 또는 약 90 중량%의 높은 범위까지의 상기 모노머 성분의 농도를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 내의 모노머 성분은 상기 모노머 성분 및 상기 캐리어 유체의 결합 중량을 기준으로 하여 약 25 중량% 내지 약 35 중량%, 약 20 중량% 내지 약 45 중량%, 약 30 중량% 내지 약 50 중량%, 약 10 중량% 내지 약 25 중량%, 약 15 중량% 내지 약 50 중량%, 약 25 중량% 내지 약 70 중량%, 또는 약 30 중량% 내지 약 60 중량%의 범위일 수 있다.

상기 모노머 성분의 혼탁액 및/또는 에멀젼을 형성 또는 생성하기에 앞서, 상기 모노머 성분 또는 이의 성분들은 서로와 적어도 부분적으로 중합되어 프리폴리머를 생성할 수 있다. 상기 모노머 성분은 약 20°C, 약 25°C, 약 30°C, 약 35°C, 또는 약 40°C의 낮은 온도에서 약 50°C, 약 55°C, 약 60°C, 약 65°C, 약 70°C, 약 75°C, 약 80°C, 약 85°C, 약 90°C, 약 95°C, 또는 약 100°C의 높은 온도까지의 온도에서 예비중합될 수 있다. 예를 들어, 상기 모노머 성분은 혼탁액 또는 에멀젼을 형성하기 전에 약 20°C, 약 30°C, 약 40°C, 약 50°C, 약 60°C, 또는 약 70°C의 온도에서 예비중합될 수 있다. 상기 프리폴리머는 상기 캐리어 유체와 혼합, 블렌드, 교반, 또는 그렇지 않다면 결합하여 혼탁액 및/또는 에멀젼을 형성할 수 있다. 상기 프리폴리머가 상기 캐리어 유체에 첨가될 수 있고, 상기 캐리어 유체가 상기 프리폴리머에 첨가될 수 있거나, 또는 상기 프리폴리머 및 상기 캐리어 유체가 동시에 서로와 결합될 수 있다. 상기 프리폴리머는 서로 부분적으로 반응된, 예를 들어, 중합된, 폐놀성 화합물 및/또는 가교결합 화합물의 혼합물일 수 있거나, 또는 서로와 완전히 반응하여 프리폴리머를 제공할 수 있다. 상기 프리폴리머가 상기 폐놀성 화합물 및/또는 상기 가교결합 화합물 사이의 완전히 반응된 생성물인 경우 상기 혼탁 및/또는 에멀젼 공정은 그 내부의 프리폴리머를 보다 완전히 경화 또는 "숙성(age)"시키거나 또는 그 내부의 프리폴리머를 완전히 경화 또는 "숙성"시키기 위해 사용될 수 있다.

[0020] 상기 프리폴리머가 형성된 경우, 상기 프리폴리머의 중합이 액체 프리폴리머의 굴절율에 기초하여 종료점까지 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 프리폴리머는 상기 프리폴리머가 약 1.1000, 약 1.2000, 약 1,3000, 또는 약 1.3200의 낮은 범위에서 약 1.4500, 약 1.4800, 약 1.5000, 약 1.5500, 약 1.6000, 약 1.6500, 약 1.7000, 약 1.7500, 또는 약 1.8000의 높은 범위까지의 굴절율을 가질 때까지 중합될 수 있다. 다른 예에서, 상기 프리폴리머를 제조하기 위해 상기 모노머 혼합물의 중합은 약 1.3500 내지 약 1.4500, 약 1.3800 내지 약 1.4400, 약 1.3900 내지 약 1.4350, 약 1.3900 내지 약 1.4500, 약 1.1000 내지 약 1.7000, 약 1.3000 내지 약 1.6000, 약 1.4200 내지 약 1.5500, 약 1.4800 내지 약 1.6400, 또는 약 1.3700 내지 약 1.4300의 굴절율까지 수행될 수 있다.

[0021] 하나 이상의 구현예에서, 상기 반응 혼합물은 교반될 수 있다. 예를 들어, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼이 교반되어 상기 캐리어 유체(혼탁액 및 역 에멀젼)의 내부 또는 그 안에서 상기 반응물 혼합물의 균일하거나 또는 실질적으로 균일한 분포를 개선 및/또는 유지시키거나, 또는 상기 반응물 혼합물(혼탁액 및 보통의 에멀젼)의 내부 또는 그 안에서 상기 캐리어 유체의 균일하거나 또는 실질적으로 균일한 분포를 개선 및/또는 유지시킬 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 반응 혼합물은 교반되지 않는다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 성분들은 하나 이상의 믹서 내에서 결합될 수 있다. 상기 믹서는 두 개 이상의 성분들, 예를 들어 상기 폐놀성 화합물 및 가교결합 화합물 또는 상기 모노머 성분 및 상기 캐리어 유체를 포함하는 혼탁액 및/또는 에멀젼을 배치, 단속식 및/또는 연속식 혼합, 블렌딩, 접촉 또는 그렇지 않다면 결합할 수 있는 임의의 장치, 시스템 또는 장치(들) 및/또는 시스템(들)의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예시적인 믹서는 기계적 믹서 교반, 이젝터(ejectors), 스태틱 믹서(static mixers), 기계적/파워 믹서, 전단 믹서(shear mixer), 초음파 믹서, 진동

혼합, 예를 들어 박서 그 자체의 움직임, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 상기 박서는 하나 이상의 가열 재킷, 가열 코일, 내부 가열 소자, 냉각 재킷, 냉각 코일, 내부 냉각 요소 등을 포함하여 그 내부의 온도를 조절할 수 있다. 상기 박서는 개방된 용기 또는 밀폐 용기일 수 있다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 성분들은 상기 박서 내에서 진공 하, 대기압 또는 대기압보다 높은 압력에서 결합될 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 성분들은 상기 박서 내에서 약 0°C, 약 10°C, 약 20°C, 약 30°C, 약 40°C, 약 50°C, 약 60°C, 또는 약 70°C의 낮은 범위에서 약 90°C, 약 100°C, 약 110°C, 약 130°C, 약 150°C, 약 175°C, 약 200°C, 약 225°C, 또는 약 250°C의 높은 범위까지의 온도에서 결합될 수 있다. 상기 박서는 균질한 혼탁액 및/또는 에멀젼을 생성할 수 있다. 즉, 상기 박서는 상기 모노머 성분의 분포가 상기 캐리어 유체 전체에 걸쳐 실질적으로 동일한 혼탁액 및/또는 에멀젼을 생성할 수 있다. 에멀젼은 이를 형성 및/또는 유지하기 위해 반드시 교반을 필요로 하지 않으나, 이러한 교반이 상기 에멀젼 내부의 성분들의 균일한 분포를 가속/또는 향상시키기 위해 사용될 수 있다는 점은 주목되어야 한다. 이와 같이, 에멀젼이 단독으로 형성되는 경우 상기 에멀젼은 이를 형성 및/또는 유지하기 위해 기계적 및/또는 음향 에너지와 같은 외부 에너지를 반드시 필요로 하지는 않는다.

[0022] 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼을 교반하기 위해 사용되는 특별한 방법 또는 방법들의 조합은 겔 형태의 폴리머 입자의 크기 및/또는 형태에 영향을 미치기 위해 제어 또는 조절될 수 있는 하나의 변수로서, 적어도 부분적으로 사용될 수 있다. 예를 들어, 교반 패들 또는 블레이드가 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼을 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 내에서 회전에 의해 교반하는 경우, 상기 교반 패들 또는 블레이드가 회전하는 속도는 겔 형태의 폴리머 입자의 크기에 영향을 미칠 수 있다. 또한, 상기 교반 패들 또는 블레이드의 특별한 형상 또는 구성은 겔 형태의 폴리머 입자의 크기에 영향을 미칠 수 있다.

[0023] 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼이 형성되자마자 상기 모노머 성분이 중합되어 겔 형태의 폴리머 입자를 생성할 수 있다. 위에서 논의되고 기술된 바와 같이, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 공정은 또한 전통적인 중합에 부가하여 또는 이를 대신하여 경화시키는 단계를 포함할 수 있다. 상기 모노머 성분은 혼탁액 및/또는 에멀젼 내에 작은 액체들 또는 마이셀들을 형성할 수 있다. 상기 액체 또는 마이셀 내에 포함된 상기 모노머 성분, 예를 들어, 폐놀성 화합물, 가교결합 화합물, 프리폴리머 및/또는 폴리머는 중합 및/또는 경화를 거쳐 겔 형태의 폴리머 입자를 생성할 수 있다. 상기 폴리머 겔 입자 내의 임의의 기공 또는 보이드를 적어도 부분적으로 채울 수 있는 액체는 반응 혼합물에 존재하거나 및/또는 상기 모노머 성분의 중합 동안에 형성될 수 있다.

[0024] 상기 모노머 성분은 상기 박서 내에서 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합을 거칠 수 있다. 상기 모노머 성분은 상기 박서로부터 제거되어 다른 용기 또는 컨테이너 "반응기"로 도입되고, 거기서 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합을 거칠 수 있다. 예시적인 박서/반응기는 배치식, 단속식(intermittent) 및/또는 연속식 박서 또는 반응기를 포함할 수 있다. 연속식 박서 또는 반응기는, 예를 들어, "루프" 반응기일 수 있다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 위에서 논의되고 기술된 하나 이상의 박서 외에 다른 시스템, 장치 및/또는 이들의 조합 내에서 형성될 수 있다. 예를 들어, 적절한 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합 공정이 또한 기상 조건 하에서 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 모노머 성분, 상기 캐리어 유체, 및/또는 상기 선택적 촉매는 기상일 수 있다. 다른 예에서, 상기 모노머 성분 및 상기 캐리어 유체는 기상일 수 있고, 상기 촉매는 고상 및/또는 액상일 수 있다. 따라서, 하나 이상의 구현예에서, 상기 반응물 혼합물 또는 상기 반응물 혼합물의 적어도 하나 이상의 성분들이 상기 반응기에 기상으로 도입될 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 반응물 혼합물 또는 그 성분들 중 적어도 하나 이상은 액상일 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 반응물 혼합물 또는 그 성분들 중 적어도 하나 이상은 고상일 수 있다.

[0025] 다른 적절한 혼탁액 및/또는 에멀젼 공정이 연속식 공정 및/또는 배치식 공정(batch process)으로 수행될 수 있다. 예시적인 공정은 연속 교반 탱크 반응기(CSTR), 루프 반응기, 및/또는 플러그 흐름 반응기 (plug flow reactors)를 포함할 수 있으나 이에 한정되는 것은 아니다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 공정은 하나의 반응기 또는 두 개 이상의 반응기에서 수행될 수 있다. 두 개 이상의 반응기가 사용되는 경우에 상기 두 개 이상의 반응기는 같거나 다를 수 있다. 두 개 이상의 반응기가 사용되는 경우에 상기 두 개 이상의 반응기 직렬 및/또는 병렬로 작동될 수 있다. 이러한 반응기들은 내부 냉각 또는 가열을 갖거나 또는 갖지 않을 수 있다.

[0026] 상기 루프 반응기를 더욱 상세하게 참조하면, 상기 루프 반응기는 상기 캐리어 유체 내에서 폴리머 입자를 성장시키는 순환 슬러리 또는 혼합물을 포함할 수 있다. 상기 루프 반응기는 약 50 kPa, 약 101 kPa, 약 120 kPa, 약 200 kPa, 약 400 kPa, 약 800 kPa, 약 1,200 kPa, 약 1,700 kPa, 또는 약 2,100 kPa의 낮은 범위에서 약 3,200 kPa, 약 3,600 kPa, 약 4,100 kPa, 약 4,700 kPa, 약 5,100 kPa, 또는 약 5,500 kPa의 높은 범위의 압력으로 유지될 수 있다. 상기 캐리어 유체 내에서 폴리머 입자를 성장시키는 상기 순환 슬러리 또는 혼합물은 예

를 들어, 약 30 °C, 약 45 °C, 약 60 °C, 약 70 °C, 약 80 °C 또는 약 90 °C의 낮은 범위에서 약 95 °C, 약 99 °C, 약 110 °C, 약 120 °C, 약 130 °C, 약 140 °C, 약 150 °C, 약 175 °C, 약 200 °C, 또는 약 225 °C의 높은 범위의 온도로 존재할 수 있다. 반응열은 루프 벽을 통해 제거 및/또는 투입될 수 있다. 상기 루프 벽은 이중 자켓형 파이프(double-jacketed pipe)의 형태일 수 있다. 상기 슬러리 또는 혼합물은 상기 캐리어 유체로부터 폴리머 입자를 분리할 수 있는 하나 이상의 시스템들, 장치, 및/또는 시스템들 및/또는 장치들의 조합으로 일정한 간격으로 또는 연속적으로 상기 반응기로부터 배출되도록 허용될 수 있다. 상기 캐리어 유체의 적어도 일부는 상기 루프 반응기로 재순환될 수 있다. 또한, 임의의 비중합된 모노머 성분도 상기 루프 반응기로 재순환될 수 있다. 상기 루프 반응기는 단일 루프 반응기, 또는 병렬 및/또는 직렬 구성의 두 개 이상의 루프 반응기로서 상기 혼탁 및/또는 에멀젼 공정을 수행하기 위해 사용될 수 있다. 예를 들어, 상기 루프 반응기는 직렬 및/또는 병렬로 작동되는 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20, 또는 그 이상의 루프를 포함할 수 있다. 상기 반응물 혼합물은 임의의 주어진 루프 반응기의 하나 이상의 위치에 도입될 수 있다. 상기 모노머 성분 또는 상기 모노머 성분의 분리된 화합물들은 임의의 주어진 루프 반응기 서로에 대하여 동일한 위치 또는 상이한 위치에서 도입될 수 있다. 예를 들어, 상기 폐놀성 화합물 및 상기 촉매는 주어진 루프 반응기에 제 1 위치에서 도입될 수 있고, 상기 가교결합 화합물은 상기 루프 반응기에 제2 위치에서 도입될 수 있으며, 상기 제 1 위치 및 제 2 위치는 상기 반응기상의 동일한 위치에 있거나 또는 상기 제1 위치 및 제2 위치는 상기 반응기상의 다른 위치에 있다.

[0027] 하나 이상의 구현예에서, 젤 형태의 상기 폴리머 입자가 루프 반응기 내(또는 다른 반응기)에서 생성되는 경우 폴리머 입자는 생성된 이후 그러나 이의 완전히 경화 전의 비교적 짧은 시간 동안, 그러한 시간으로서, 및/또는 그러한 시간 내에 제거될 수 있다. 예를 들어, 상기 폴리머 입자들은 수 분 내 및/또는 수 분 또는 수 시간 후에, 형성될 수 있으며, 여기서 상기 폴리머 입자들은 충분한 무결성(integrity)을 가져서 서로 "달라붙거나(stick)" 또는 "끈끈하게 붙지(glue)" 않거나, 또는 실질적으로 "달라붙거나" 또는 "끈끈하게 붙지"않지만, 완전히 경화되지는 않는다. 상기 분리된 폴리머 입자는 제2 용기, 컨테이너, 또는 다른 시스템, 장치, 및/또는 이들의 조합에 도입될 수 있으며, 여기서 상기 폴리머 입자는 추가로 경화될 수 있다. 상기 루프 반응기 내에서 상기 폴리머 입자의 형성은 제1 캐리어 유체 내에서 수행될 수 있으며, 상기 폴리머 입자가 상기 루프 반응기로부터 제거될 경우 이들은 상기 제1 캐리어 유체 내에 유지되거나 및/또는 상기 제1 캐리어 유체로부터 분리될 수 있고 상기 제2 캐리어 유체와 결합될 수 있다. 예를 들어, 상기 루프 반응기 내의 상기 캐리어 유체(제1 캐리어 유체)는 하나 이상의 탄화수소이거나 또는 하나 이상의 탄화수소를 포함할 수 있고 상기 제2 컨테이너 내의 상기 캐리어 유체(제2 캐리어 유체)는 물일 수 있다. 상기 분리된 제 1 캐리어 유체 및/또는 임의의 비중합된 모노머의 적어도 일부는 반응기로 재순환될 수 있다. 따라서, 젤 형태의 폴리머 입자의 형성은 단일 용기 또는 반응기, 또는 복수의 반응기 또는 용기에서 수행될 수 있다. 또한, 젤 형태의 상기 폴리머 입자의 형성은 상이한 공정 조건, 예를 들어 온도 및/또는 압력, 상기 캐리어 유체(상기 제2 용기와 비교하여 루프 반응기) 내의 폴리머 입자 농도의 사용 또는 조합을 포함할 수 있다.

[0028] 일반적으로 액체 성분들을 이용할 경우 상기 혼탁/에멀젼 공정은 약 50 kPa, 약 101 kPa, 약 120 kPa, 약 200 kPa, 약 400 kPa, 약 800 kPa, 약 1,200 kPa, 약 1,700 kPa, 또는 약 2,100 kPa의 낮은 범위에서 약 3,200 kPa, 약 3,600 kPa, 약 4,100 kPa, 약 4,700 kPa, 약 5,100 kPa, 또는 약 5,500 kPa 또는 훨씬 높은 범위의 압력에서 수행될 수 있다. 상기 혼탁/에멀젼 공정은 또한 약 0 °C, 약 20 °C, 약 40 °C, 또는 약 50 °C의 낮은 범위에서 약 70 °C, 약 80 °C, 약 90 °C, 약 100 °C, 약 120 °C, 약 150 °C, 약 175 °C, 약 200 °C, 약 225 °C, 또는 약 250 °C의 높은 범위의 온도에서 수행될 수 있다. 온도의 증가는 상기 모노머 성분을 원하는 양으로 중합 및/또는 경화시키는데 요구되는 시간을 감소시킬 수 있다. 상기 혼탁/에멀젼 공정에서 미립자 폴리머가 상기 캐리어 유체 내에서 형성될 수 있다.

[0029] 적어도 부분적으로 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합이 수행되는 온도에 따라, 상기 모노머 성분은 약 30 초에서 수 시간에 이르는 시간 내에 중합 및/또는 경화될 수 있다. 예를 들어, 상기 모노머 혼합물은 약 1 분, 약 2 분, 약 3 분, 약 4 분, 약 5 분, 약 10분, 약 15 분, 또는 약 20 분의 낮은 범위에서 약 40 분, 약 1 시간, 약 1.5 시간, 약 2 시간, 약 3 시간, 약 4 시간, 약 5 시간, 약 10 시간, 약 15 시간, 약 20 시간, 또는 약 24 시간의 높은 범위까지의 시간 내에 중합 및/또는 경화될 수 있다.

[0030] 상기 혼탁/에멀젼 공정은 넓은 범위의 pH 값 하에서 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 혼탁/에멀젼 공정은 약 1, 약 2, 약 3의 낮은 범위에서 약 7, 약 8, 약 9, 약 10, 약 11, 또는 약 12의 높은 범위까지의 pH에서 수행될 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 혼탁/에멀젼 공정은 산성 조건 하에서 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 반응물 혼합물 또는 적어도 상기 모노머 성분의 pH는 7 미만, 6.5 미만, 6 미만, 5.5 미만, 5 미만, 4.5 미만, 또는 4 미만일 수 있다. 다른 예에서, 상기 반응물 혼합물 또는 적어도 모노머 성분의 pH는 약 1 내지 약

6.5, 약 1.5 내지 약 5.5, 약 2 내지 약 5, 약 1.5 내지 약 4.5, 약 1 내지 약 4, 약 2 내지 약 4, 약 1 내지 약 3.5, 또는 약 2 내지 약 4.5의 범위일 수 있다.

[0031] 상기 캐리어 유체의 특별한 조성 및/또는 분자량은, 적어도 부분적으로, 겔 형태의 폴리머 입자의 크기 및/또는 형태를 제어, 조정, 변경하거나, 또는 그렇지 않다면 이에 영향을 미치는 하나의 변수로서, 사용될 수 있다. 상기 캐리어 유체는 약 1.0 cP, 약 3 cP, 약 5 cP, 약 7 cP, 약 10 cP, 약 15 cP, 약 25 cP, 약 40 cP, 또는 약 60 cP의 낮은 범위에서 약 100 cP, 약 125 cP, 약 150 cP, 약 175 cP, 약 200 cP, 약 225 cP, 약 250 cP, 약 275 cP, 약 300 cP, 약 400 cP, 또는 약 500 cP의 높은 범위까지의 25 °C의 온도에서의 점도를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 캐리어 유체는 약 2.5 cP 내지 약 200 cP, 약 5 cP 내지 약 100 cP, 약 10 cP 내지 약 90 cP, 약 20 cP 내지 약 80 cP, 약 30 cP 내지 약 110 cP, 약 40 cP 내지 약 140 cP, 또는 약 2 cP 내지 약 60 cP의 25 °C에서의 점도를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 캐리어 유체의 80 °C에서 점도는 1 cP 미만 내지 약 100 cP일 수 있다. 예를 들어, 80 °C에서 상기 캐리어 유체는 약 1 cP, 약 2.5 cP, 약 5 cP, 약 10 cP, 약 20 cP, 또는 약 30 cP의 낮은 범위에서 약 40 cP, 약 50 cP, 약 60 cP, 약 70 cP, 약 80 cP, 약 90 cP, 또는 약 100 cP의 높은 범위까지의 점도를 가질 수 있다. 다른 구현예에서, 상기 연속상은 약 1 cP 내지 약 75 cP 또는 약 2.5 cP 내지 약 50 cP의 80 °C에서의 점도를 가질 수 있다. 다른 예에서, 80 °C에서 상기 연속상 점도는 약 5 cP, 약 10 cP, 약 20 cP, 또는 약 30 cP일 수 있다. 다른 예에서, 상기 캐리어 유체의 점도는 상기 모노머의 혼합물을 중합하는 동안 조정, 변경, 수정 또는 그렇지 않다면 변화될 수 있다. 예를 들어, 고점도, 예를 들어 25 °C에서 약 100 cP 내지 약 250 cP를 갖는 캐리어 유체가, 겔 형태의 폴리머 입자의 형성 중에 사용될 수 있고 저점도, 예를 들어, 약 1 cP 내지 약 100 cP를 갖는 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체로부터 폴리머 입자를 분리하는 동안에 사용될 수 있다. 다른 예에서, 저점도가 겔 형태의 폴리머 입자의 형성 중에 사용될 수 있으며, 고점도가 상기 캐리어 유체로부터 겔 형태의 폴리머 입자의 분리 중에 사용될 수 있다. 또 다른 예에서, 상기 캐리어 유체의 점도는 겔 형태의 폴리머 입자의 형성 중 및 상기 캐리어 유체로부터 겔 형태의 상기 폴리머 입자의 분리 동안에, 일정하게 또는 실질적으로 일정하게, 예를 들어, 초기 점도의 10 % 이내로 유지될 수 있다.

[0032] 탄화수소(예를 들어, 파라핀 오일)가 존재하는 경우, 상기 캐리어 유체의 탄화수소의 사슬 길이는 다양하게 변할 수 있다. 상기 탄화수소의 사슬 길이는 겔 형태의 폴리머 입자 및/또는 그로부터 제조된 탄소 재료의 하나 이상의 특성, 예를 들어 입자 사이즈에 영향을 미칠 수 있다. 상기 캐리어 유체의 탄화수소의 사슬 길이는 약 10 개의 탄소, 약 15 개의 탄소, 약 20 개의 탄소, 약 25 개의 탄소, 또는 약 30 개의 탄소의 낮은 범위에서 약 50 개의 탄소, 약 60 개의 탄소, 약 70 개의 탄소, 약 80 개의 탄소, 약 90 개의 탄소, 또는 약 100 개의 탄소의 높은 범위까지일 수 있다. 예를 들어, 상기 캐리어 유체의 탄화수소의 사슬 길이는 약 15 개의 탄소 내지 약 40 개의 탄소, 약 10 개의 탄소 내지 약 20 개의 탄소, 약 10 개의 탄소 내지 약 35 개의 탄소, 약 15 개의 탄소 내지 약 50 개의 탄소, 약 20 개의 탄소 내지 약 40 개의 탄소, 약 20 개의 탄소 내지 약 60 개의 탄소, 약 25 개의 탄소 내지 약 35 개의 탄소, 약 25 개의 탄소 내지 약 40 개의 탄소, 약 25 개의 탄소 내지 약 45 개의 탄소, 약 30 개의 탄소 내지 약 40 개의 탄소, 약 30 개의 탄소 내지 약 45 개의 탄소, 또는 약 30 개의 탄소 내지 약 50 개의 탄소일 수 있다. 특정 구현예에서, 상기 탄화수소의 사슬 길이는 약 20 개의 탄소, 약 25 개의 탄소, 약 30 개의 탄소, 약 35 개의 탄소, 또는 약 40 개의 탄소일 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체의 약 50 % 이상은 약 10 개의 탄소, 약 15 개의 탄소, 약 20 개의 탄소, 약 25 개의 탄소, 또는 약 30 개의 탄소의 낮은 범위에서 약 50 개의 탄소, 약 60 개의 탄소, 약 70 개의 탄소, 약 80 개의 탄소, 약 90 개의 탄소, 또는 약 100 개의 탄소의 높은 범위까지의 탄화수소의 사슬 길이를 가질 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체의 약 60 % 이상은 약 10 개의 탄소, 약 15 개의 탄소, 약 20 개의 탄소, 약 25 개의 탄소, 또는 약 30 개의 탄소의 낮은 범위에서 약 50 개의 탄소, 약 60 개의 탄소, 약 70 개의 탄소, 약 80 개의 탄소, 약 90 개의 탄소, 또는 약 100 개의 탄소의 높은 범위까지의 탄화수소의 사슬 길이를 가질 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체의 약 70 % 이상은 약 10 개의 탄소, 약 15 개의 탄소, 약 20 개의 탄소, 약 25 개의 탄소, 또는 약 30 개의 탄소의 낮은 범위에서 약 50 개의 탄소, 약 60 개의 탄소, 약 70 개의 탄소, 약 80 개의 탄소, 약 90 개의 탄소, 또는 약 100 개의 탄소의 높은 범위까지의 탄화수소의 사슬 길이를 가질 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체의 약 80 % 이상은 약 10 개의 탄소, 약 15 개의 탄소, 약 20 개의 탄소, 약 25 개의 탄소, 또는 약 30 개의 탄소의 낮은 범위에서 약 50 개의 탄소, 약 60 개의 탄소, 약 70 개의 탄소, 약 80 개의 탄소, 약 90 개의 탄소, 또는 약 100 개의 탄소의 높은 범위까지의 탄화수소의 사슬 길이를 가질 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체의 약 90 % 이상은 약 10 개의 탄소, 약 15 개의 탄소, 약 20 개의 탄소, 약 25 개의 탄소, 또는 약 30 개의 탄소의 낮은 범위에서 약 50 개의 탄소, 약 60 개의 탄소, 약 70 개의 탄소, 약 80 개의 탄소, 약 90 개의 탄소, 또는 약 100 개의 탄소의 높은 범위까지의 탄화수소의 사슬 길이를 가질 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체의 약 100 %는 약 10 개의 탄소, 약

15 개의 탄소, 약 20 개의 탄소, 약 25 개의 탄소, 또는 약 30 개의 탄소의 낮은 범위에서 약 50 개의 탄소, 약 60 개의 탄소, 약 70 개의 탄소, 약 80 개의 탄소, 약 90 개의 탄소, 또는 약 100 개의 탄소의 높은 범위까지의 탄화수소의 사슬 길이를 가질 수 있다.

[0033] 특정 믹서 및/또는 반응기의 디자인 또는 구성은 또한 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 크기 및/또는 형태에 영향을 미치기 위하여 제어 또는 조절될 수 있는 하나의 변수로서, 적어도 부분적으로 사용될 수 있다. 예를 들어, 혼탁 및/또는 에멀젼 중합에서 수행될 수 있는 반응기는 배관 또는 도관의 단면을 통해 이를 가로질러 흐르는 혼탁액 및/또는 에멀젼의 속도를 증가, 감소, 및/또는 유지시키도록 개조되거나 또는 구성될 수 있는 "라이플형 (rifled) 배관 또는 도관일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다. 상기 믹서 및/또는 반응기는 상기 배관 또는 도관의 단면을 가로질러 및/또는 이를 통하여 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 속도를 증가, 감소, 및/또는 유지시키기 위하여 개조되거나 또는 구성된 지그재그형 배관 또는 도관을 포함할 수 있다.

[0034] 상기 혼탁 및/또는 에멀젼 중합 중에 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 온도는 임의의 하나 이상의 공정을 이용하여 제어, 조정, 그렇지 않다면 유지될 수 있다. 예를 들어, 가열 및/또는 냉각 코일, 교환기, 요소 등이 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 온도를 제어하기 위해 사용될 수 있다. 다른 예에서, 증기, 예를 들어, 과열 증기 또는 다른 가열된 유체가 혼탁액 및/또는 에멀젼에 주입, 투입 또는 그렇지 않다면 이들을 가열하기 위해 사용될 수 있다. 다른 예에서, 초음파 공정열이 혼탁액 및/또는 에멀젼에 투입되어 그 안의 상기 모노머 성분을 중합할 수 있다. 또 다른 예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 용융 방사 공정을 거쳐 젤 형태의 폴리머 입자를 생성할 수 있다. 또 다른 예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 압출 공정, 예를 들어 섬유 제조와 유사한 압출 공정을 거쳐 젤 형태의 폴리머 입자를 생성할 수 있다. 또 다른 예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 패스틸화 (Pastillation) 공정을 거쳐 젤 형태의 폴리머 입자를 생성할 수 있다. 또 다른 예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 드럼 대신에 사출 금형을 갖는 드럼, 오븐, 연마 "DOG" 공정을 거쳐 열전달 속도를 증가시킬 수 있다. 다른 예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합은 복수의 작은 컨테이너 또는 용기들이 중합 중 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼을 함유하기 위해 사용될 수 있는 얼음 큐브 같은(ice-cube like) 제조공정에서 수행될 수 있다. 다른 예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합은 마시멜로 같은(marshmallow-like) 제조공정에서 수행될 수 있다.

[0035] 하나 이상의 유체, 예를 들어, 액체 및/또는 기체가 상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼에 주입될 수 있다. 예를 들어, 이산화탄소가 중합 중에 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼으로 주입 또는 그렇지 않다면 도입되어 젤 형태의 폴리머 입자의 구조 개발을 인도, 제어 또는 그렇지 않다면 조절할 수 있다. 하나 이상의 액체가 또한 프리폴리머의 형성 중 및/또는 그 후에, 상기 프리폴리머에 주입 또는 그렇지 않다면 도입될 수 있다.

[0036] 하나 이상의 구현예에서, 젤 형태의 폴리머 입자는 금속 이온, 예를 들어, 나트륨, 철, 리튬, 인, 알루미늄, 비소, 붕소, 칼륨, 또는 이들의 임의의 조합을 거의 포함하지 않거나 또는 전혀 포함하지 않을 수 있다. 금속원자 및/또는 금속이온과 같은 불순물이 하나 이상의 몇가지 가능한 공급원들 중의 하나 이상을 통해 젤 형태의 폴리머 입자에 도입될 수 있으며, 상기 공급원들은 이에 한정되는 것은 아니지만, 젤 형태의 상기 폴리머 입자가 제조되는 동안 및/또는 그 후에 상기 믹서 및/또는 반응기로부터 상기 모노머 성분으로 침출되는 특정한 타입의 촉매를 포함할 수 있다. 따라서, 믹서를 제조하고, 상기 믹서 및/또는 그 부품들, 예를 들어 교반기, 반응기의 내부 표면 또는 벽을 싸는데 사용되는 재료들은 오염의 가능성 또는 화물을 감소시키도록 선택될 수 있다. 예를 들어, 특정 금속에 따라, 상기 금속은 상기 혼탁 및/또는 에멀젼 중합 중에 젤 형태의 폴리머 입자에 도입될 수 있는 금속이온을 침출시키거나 또는 그렇지 않다면 잃을 수 있다.

[0037] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 젤 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만, 0.9 중량% 미만, 0.8 중량% 미만, 0.7 중량% 미만, 0.6 중량% 미만, 0.5 중량% 미만, 0.4 중량% 미만, 0.3 중량% 미만, 0.2 중량% 미만, 0.15 중량% 미만, 0.1 중량% 미만, 0.07 중량% 미만, 0.05 중량% 미만, 0.03 중량% 미만, 0.01 중량% 미만, 0.009 중량% 미만, 0.007 중량% 미만, 0.005 중량% 미만, 0.003 중량% 미만, 0.001 중량% 미만, 0.0007 중량% 미만, 0.0005 중량% 미만의 하나 이상의 금속원자, 하나 이상의 금속이온, 또는 하나 이상의 금속원자 및 하나 이상의 금속이온의 조합의 농도를 가질 수 있다. 마찬가지로, 에어로겔, 크세로겔 및/또는 크리오겔 입자는 에어로겔, 크세로겔 또는 크리오겔 입자의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만, 0.9 중량% 미만, 0.8 중량% 미만, 0.7 중량% 미만, 0.6 중량% 미만, 0.5 중량% 미만, 0.4 중량% 미만, 0.3 중량% 미만, 0.2 중량% 미만, 0.15 중량% 미만, 0.1 중량% 미만, 0.07 중량% 미만, 0.05 중량% 미만, 0.03 중량% 미만, 0.01 중량% 미만, 0.009 중량% 미만, 0.007 중량% 미만,

0.005 중량% 미만, 0.003 중량% 미만, 0.001 중량% 미만, 0.0007 중량% 미만, 또는 0.0005 중량% 미만의 하나 이상의 금속원자, 하나 이상의 금속이온 농도, 또는 하나 이상의 금속원자 및 하나 이상의 금속이온의 조합의 농도를 가질 수 있다. 상기 젤 형태의 입자, 에어로겔 입자, 크세로겔 입자, 및/또는 크리오겔 입자에 존재하는 임의의 금속원자 및/또는 금속이온의 농도는 양성자 유도 X 선 방사(proton induced x-ray emission) 또는 "PIXE" 의해 측정 또는 결정될 수 있다. 금속원자(들) 및/또는 금속이온(들)은 원자번호 11 내지 92를 갖는 원소들일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 상기 금속원자(들) 및/또는 금속이온(들)은 원자번호 3-5 및 11 내지 92를 갖는 원소들일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다.

[0038] 개개의 PIXE 불순물은 상기 개시된 탄소 재료의 전반적인 전기 화학적 성능에 다양한 방식으로 기여할 수 있다. 따라서, 일부 구현예에서, 상기 탄소 재료에 존재하는 나트륨 수준은 1000 ppm 미만, 500 ppm 미만, 100 ppm 미만, 50 ppm 미만, 10 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만일 수 있다. 전술한 바와 같이, 일부 구현예에서 수소, 산소 및/또는 질소와 같은 다른 불순물은 10 % 미만에서 0.01 % 미만까지의 범위의 수준으로 존재할 수 있다.

[0039] 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 원자 번호 3 내지 5 및/또는 11 내지 92의 임의의 하나 이상의 금속원자들(또는 금속이온들)을 포함할 수 있다. 예를 들어, 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 나트륨을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 마그네슘을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 규소를 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 황을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 칼슘을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 철을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 니켈을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 구리를 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 크롬을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1,000 ppm 미만, 700 ppm 미만, 500 ppm 미만, 300 ppm 미만, 100 ppm 미만, 75 ppm 미만, 50 ppm 미만, 25 ppm 미만, 10 ppm 미만, 5 ppm 미만, 또는 1 ppm 미만의 아연을 포함할 수 있다. 일부 구현예에서, 수소, 산소 및/또는 질소와 같은 다른 불순물이 10 % 미만, 9 % 미만, 8 % 미만, 7 % 미만, 6 % 미만, 5 % 미만, 4 % 미만, 3 % 미만, 2 % 미만, 1 % 미만, 0.5 % 미만, 0.1 % 미만, 0.05 % 미만, 또는 0.01 % 미만의 범위의 수준으로 존재할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 100 ppm 미만의 나트륨, 300ppm 미만의 규소, 50 ppm 미만의 황, 100 ppm 미만의 칼슘, 20 ppm 미만의 철, 10 ppm 미만의 니켈, 40 ppm 미만의 구리, 5 ppm 미만의 크롬, 및 5 ppm 미만의 아연을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 50 ppm 미만의 나트륨, 100 ppm 미만의 규소, 30 ppm 미만의 황, 50 ppm 미만의 칼슘, 10 ppm 미만의 철, 5 ppm 미만의 니켈, 20 ppm 미만의 구리, 2 ppm 미만의 크롬 및 2 ppm 미만의 아연을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 50 ppm 미만의 나트륨, 50 ppm 미만의 규소, 30 ppm 미만의 황, 10 ppm 미만의 칼슘, 2 ppm 미만의 철, 1 ppm 미만의 니켈, 1 ppm 미만의 구리, 1 ppm 미만의 크롬 및 1 ppm 미만의 아연을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 100 ppm 미만의 나트륨, 50 ppm 미만의 마그네슘, 50 ppm 미만의 알루미늄, 10 ppm 미만의 황, 10 ppm 미만의 염소, 10 ppm 미만의 칼륨, 1 ppm 미만의 크롬 및 1 ppm 미만의 망간을 포함할 수 있다.

[0040]

삭제

[0041]

하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 입자는 양성자 유도 X 선 방사에 의해 측정된 경우, 50 ppm 미만의 나트륨, 15 ppm 미만의 마그네슘, 10 ppm 미만의 알루미늄, 8 ppm 미만의 규소, 4 ppm 미만의 인, 3 ppm 미만의 황, 3 ppm 미만의 염소, 2 ppm 미만의 칼륨, 3 ppm 미만의 칼슘, 2 ppm 미만의 스칸듐, 1 ppm 미만의 티타늄, 1 ppm 미만의 바나듐, 0.5 ppm 미만의 크롬, 0.5 ppm 미만의 망간, 0.5 ppm 미만의 철, 0.25 ppm 미만의 코발트, 0.25 ppm 미만의 니켈, 0.25 ppm 미만의 구리, 0.5 ppm 미만의 아연, 0.5 ppm 미만의 갈륨, 0.5 ppm 미만의 게르마늄, 0.5 ppm 미만의 비소, 0.5 ppm 미만의 셀레늄, 1 ppm 미만의 브롬, 1 ppm 미만의 루비듐, 1.5 ppm 미만의 스트론튬, 2 ppm 미만의 이트륨, 3 ppm 미만의 지르코늄, 2 ppm 미만의 니오븀, 4 ppm 미만의 몰리브데넘, 4 ppm 미만의 테크네튬(technetium), 7 ppm 미만의 루비듐, 6 ppm 미만의 로듐, 6 ppm 미만의 팔라듐, 9 ppm 미만의 은, 6 ppm 미만의 카드뮴, 6 ppm 미만의 인듐, 5 ppm 미만의 주석, 6 ppm 미만의 안티몬, 6 ppm 미만의 텔루륨(tellurium), 5 ppm 미만의 요오드, 4 ppm 미만의 세슘, 4 ppm 미만의 바륨, 3 ppm 미만의 란타늄, 3 ppm 미만의 세륨, 2 ppm 미만의 프라세오디뮴(praseodymium), 2 ppm 미만의 네오디뮴(neodymium), 1.5 ppm 미만의 프로메튬(promethium), 1 ppm 미만의 사마륨(samarium), 1 ppm 미만의 유로퓸(europium), 1 ppm 미만의 가돌리늄(gadolinium), 1 ppm 미만의 테르븀(terbium), 1 ppm 미만의 디스프로슘(dysprosium), 1 ppm 미만의 홀뮴(holmium), 1 ppm 미만의 에르븀(erbium), 1 ppm 미만의 툴륨(thulium), 1 ppm 미만의 이테르븀(ytterbium), 1 ppm 미만의 루테튬(lutetium), 1 ppm 미만의 하프늄, 1 ppm 미만의 탄탈륨, 1 ppm 미만의 텅스텐, 1.5 ppm 미만의 레늄(rhenium), 1 ppm 미만의 오스뮴, 1 ppm 미만의 아리듐, 1 ppm 미만의 백금, 1 ppm 미만의 은, 1 ppm 미만의 수은, 1 ppm 미만의 탈륨, 1 ppm 미만의 납, 1.5 ppm 미만의 비스무트, 2 ppm 미만의 토륨(thorium), 및/또는 4 ppm 미만의 우라늄을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 양성자 유도 X 선 방사에 의해 측정된 경우, 300 ppm 미만의 규소, 50 ppm 미만의 황, 100 ppm 미만의 칼슘, 20 ppm 미만의 철, 10 ppm 미만의 니켈, 140 ppm 미만의 구리, 5 ppm 미만의 크롬 및 5 ppm 미만의 아연을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 50 ppm 미만의 나트륨, 30 ppm 미만의 황, 100 ppm 미만의 규소, 50 ppm 미만의 칼슘, 10 ppm 미만의 철, 5 ppm 미만의 니켈, 20 ppm 미만의 구리, 2 ppm 미만의 크롬 및 2 ppm 미만의 아연을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 50 ppm 미만의 나트륨, 50 ppm 미만의 규소, 30 ppm 미만의 황, 10 ppm 미만의 칼슘, 2 ppm 미만의 철, 1 ppm 미만의 니켈, 1 ppm 미만의 구리, 1 ppm 미만의 크롬 및 1 ppm 미만의 아연을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는, 100 ppm 미만의 나트륨, 50 ppm 미만의 마그네슘, 50 ppm 미만의 알루미늄, 10 ppm 미만의 황, 10 ppm 미만의 염소, 10 ppm 미만의 칼륨, 1 ppm 미만의 크롬 및 1 ppm 미만의 망간을 포함할 수 있다. 금속원자 및/또는 금속이온 불순물의 상황 속에서, 상기 젤 형태 폴리머 입자로부터 제조될 수 있는 에어로겔, 크세로겔 및/또는 크리오겔 입자는 또한 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 금속원자 및/또는 금속이온농도에 상응하는 금속원자 및/또는 금속이온농도를 가질 수 있다.

[0042]

상기 젤 형태의 폴리머 입자 및/또는 상기 에어로겔, 크세로겔 또는 크리오겔 입자 내의 금속 또는 금속이온의 오염을 감소 및/또는 제거하기 위한 한 가지 방법은 비반응성 재료 또는 매우 낮은 반응성 재료, 즉 상기 반응물 혼합물로 금속원자를 침출시키는 것으로 알려진 재료에 의해 상기 반응물 혼합물로 금속원자 또는 이온을 침출시키거나 또는 포기하는 경향이 감소되거나 또는 더 적은 재료로 막서 및/또는 반응기를 구성하는 것일 수 있다. 상기 막서 및/또는 반응기로부터 상기 젤 형태의 폴리머 입자로 침출시키거나 그렇지 않다면 전달하는 금속이온의 오염을 감소시키는데 또한 도움을 줄 수 있는 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 제조하기 위해 사용되는 상기 막서 및/또는 반응기를 제조하기에 적합할 수 있는 일부 가능성성이 있는 재료는 금속, 유리, 예를 들어, 유리내장 용기(glass lined vessel), 섬유 강화 용기, 예를 들어, FRP (FRB, FRVE, FRSVE.) 및 PP/FRP, PVC/FRP, CPVC/FRP, PVDF/FRP, ECTFE/FRP, ETFE/FRP, FEP/FRP 및 PFA/FRP, 폴리머 반응기, 예를 들어, 테프론, 폴리에틸렌(PE), 폴리프로필렌(PP), 염소화 폴리(비닐 클로라이드)(CPVC)와 같은 이중 적층체를 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 예시적인 금속은 코발트, 크롬, 텅스텐, 탄소, 규소, 철, 망간, 몰리브데넘, 바나듐, 니켈, 봉소, 인, 황, 티타늄, 알루미늄, 구리, 텅스텐, 이들의 합금, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 예를 들어, 상기 반응기의 하나 이상의 내부 표면은 스테인리스강, 탄소강, 공구강, 합금강, 또는 이들의 임의의 조합과 같은 강철로 만들어질 수 있다. 예시적인 강철은 A387등급 11 저크롬 강철, 304 스테인리스강, 316 스테인리스강, 및 347 스테인리스강을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0043]

삭제

[0044]

하나 이상의 구현예에서, 상기 막서 및/또는 반응기 및/또는 그 부품의 표면은 상기 표면으로부터 상기 겔 형태의 폴리머 입자로 금속이온(또는 다른 불순물)이 침출 또는 전달될 가능성을 감소시키기 위해 처리될 수 있다. 상기 내부 금속 표면은 겔 형태의 폴리머 입자가 금속이온으로 오염될 가능성을 줄이기 위해 부동태화(passivation) 공정을 거칠 수 있다. 예를 들어, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼과 접촉하는 상기 막서 및/또는 반응기의 금속 표면은 침탄(carburization), 봉소화(boronization), 및/또는 질화처리(nitridization)와 같은 하나 이상의 처리 공정을 거칠 수 있다. 다른 예에서, 상기 막서 및/또는 반응기의 내부 표면은 산세척 공정(pickling)을 거칠 수 있다. 산세척 공정은 하나 이상의 불순물, 예를 들어 하나 이상의 상태, 무기 오염물, 철, 구리 및/또는 알루미늄 금속 또는 합금으로부터의 녹이나 스케일을 제거하기 위해 금속 또는 다른 표면을 처리하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 표면은, 예를 들어, 하나 이상의 산을 포함하는 용액 또는 "묽은 산 수용액(pickle liquor)"으로 처리될 수 있다. 상기 하나 이상의 산은 염산, 황산, 질산, 또는 이들의 임의의 조합 또는 혼합물일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0045]

하나 이상의 구현예에서, 상기 막서 및/또는 반응기 또는 그 내부 표면은 탄소 공급원의 존재 하에 상기 내부 표면의 용융점 아래이지만, 상기 내부 표면의 외부층 또는 표면, 즉, 상기 반응물 혼합물에 노출된 층 또는 표면에 탄소가 증착되도록 하기에 충분히 높은 온도까지 가열될 수 있다. 적합한 탄소의 형태는, 예를 들어 탄소 함유 가스, 액체, 고체 및 플라즈마가 탄소 공급원으로서 사용될 수 있다. 예시적인 가스는 이산화탄소, 메탄, 에탄, 프로판 등을 포함할 수 있지만, 이에 한정되지 않는다. 다른 예에서, 상기 막서 및/또는 반응기 및/또는 그 내부 표면은 봉소 공급원의 존재 하에 충분한 온도, 그러나 상기 내부 표면의 용융점 아래의 온도, 그러나 봉소가 상기 표면 내로 확산되어 상기 재료와 봉화물을 형성하도록 하기에 충분히 높은 온도까지 가열될 수 있다. 또 다른 예에서, 상기 막서 및/또는 반응기 및/또는 그 내부 표면은 질소 공급원의 존재 하에 충분한 온도, 그러나 상기 내부 표면의 용융점 아래의 온도로서, 질소가 상기 표면 내로 확산되어 상기 재료와 질화물을 형성하도록 하기에 충분한 온도까지 가열될 수 있다. 상기 막서 및/또는 반응기 및/또는 이들의 다른 부품들의 내부 표면을 질화시키기 위해 임의의 적당한 공정이 사용될 수 있다. 예를 들어, 가스 질화처리, 액체 또는 염배쓰 질화처리(salt bath nitriding), 및 이온 또는 플라즈마 질화처리 ("침탄 질화처리") 모두를 거칠 수 있으며, 여기서 탄소 및 질소 모두가 그 내부 표면으로 확산된다. 상기 막서 및/또는 반응기 및/또는 이들의 다른 부품 및/또는 내부 표면이 침탄, 봉소화, 및/또는 질화처리를 거친으로써 상기 막서 및/또는 반응기 및/또는 이들의 다른 부품들로부터의 금속이온 또는 다른 오염물이 상기 모노머 성분, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼, 및/또는 상기 겔 형태의 폴리머 입자로 침출 또는 그렇지 않다면 전달될 수 있는 가능성을 감소 또는 제거할 수 있다.

[0046]

상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 둘 이상의 성분, 즉, 캐리어 유체, 모노머 성분, 및/또는 프리폴리머는 스트립 또는 부음 첨가(pour addition)를 통해 막서로 투입 또는 그렇지 않다면 도입될 수 있다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 둘 이상의 성분은 분무 또는 미스트를 통해 서로와 결합될 수 있다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 둘 이상의 성분은 연동 펌프(peristaltic pump)를 통해 서로와 결합될 수 있다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 둘 이상의 성분은 하부표면(subsurface) 첨가를 통해 서로와 결합될 수 있다. 예를 들어, 상기 캐리어 유체가 상기 막서로 첨가될 수 있으며, 상기 모노머 성분은 상기 캐리어 유체 표면 아래에 배치되거나, 상기 캐리어 유체 표면 위에 배치되거나, 또는 그 조합에 의해 배치된 하나 이상의 포트, 노즐, 분배격자 등을 통해 상기 혼합물 중의 상기 캐리어 유체에 투입, 첨가, 결합, 또는 그렇지 않다면 도입될 수 있다.

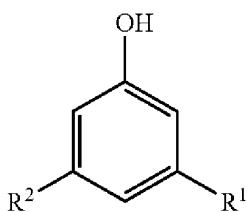
[0047]

상기 촉매의 존재는 상기 모노머 성분 및/또는 프리폴리머의 중합을 촉진시킬 수 있다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 또한 상기 모노머 성분 및/또는 프리폴리머의 중합을 촉진시키기 위해 가열될 수 있다. 예를 들어, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 약 20 °C, 약 30 °C, 약 40 °C, 또는 약 50 °C의 낮은 범위에서 약 70 °C, 약 80 °C, 약 90 °C, 약 100 °C, 약 110 °C, 약 120 °C, 약 130 °C, 약 140 °C, 약 150 °C, 약 175 °C, 약 200 °C, 약 225 °C, 약 250 °C 또는 그 이상의 높은 범위의 고온까지 가열될 수 있다. 예를 들어, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 온도는 상기 혼탁 및/또는 에멀젼 중합, 즉, 상기 폐놀성 화합물과 상기 가교결합 화합물 사이의 중합이 원하는 중합도 또는 중합수준에 도달할 때까지, 예를 들어, 약 80 °C 내지 약 99 °C로 유지될 수 있다. 다른 예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼의 온도는 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합이 원하는 중합 및/또는 경화도 또는 수준에 도달할 때까지 약 80 °C 이상, 약 83 °C 이상, 약 85 °C 이상, 약 87 °C 이상, 약 90 °C 이상, 약 93 °C 이상, 약 95 °C 이상, 약 97 °C 이상, 약 98 °C 이상, 약 99 °C 이상, 약 100 °C 이상, 약 103 °C 이상, 약 105 °C 이상, 약 107 °C 이상, 약 110 °C 이상, 약 112 °C 이상, 또는 약 115 °C 이상의 온도로 유지될 수

있다. 전술한 바와 같이, 상기 혼탁 및 에멀젼 공정은 산성 및/또는 염기성 조건 하에 수행될 수 있다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합은 상기 폴리머 입자들이 충분한 통합성(integrity)을 유지하여 서로 함께 "달라붙거나(stick)" 또는 "끈끈하게 붙지(glue)" 않거나 또는 실질적으로 "달라붙거나" 또는 "끈끈하게 붙지" 않을 때까지 수행될 수 있다. 상기 중합은 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 및/또는 겔 형태의 폴리머 입자의 온도를 감소시킴으로써 감소되거나 중지될 수 있다. 상기 냉각된 혼탁액 및/또는 에멀젼 및/또는 겔 형태의 폴리머 입자는 추가 가공을 위해 저장될 수 있다.

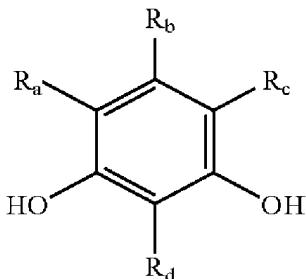
[0048] 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물은 치환된 폐놀성 화합물, 비치환된 폐놀성 화합물, 또는 치환된 및/또는 비치환된 폐놀성 화합물의 임의의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 폐놀성 화합물은, 폐놀, 레조르시놀, 즉 1,3-디히드록시벤젠, 또는 이들의 조합일 수 있거나 이들을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 예에서, 상기 폐놀성 화합물은 또한 레조르시놀 또는 임의의 레조르시놀 유도체가 유도될 수 있는 임의의 화합물 또는 이들 화합물의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 다른 예에서, 상기 폐놀성 화합물은, 만약 존재한다면, 폴리히드록시벤젠, 디히드록시벤젠, 트리히드록시벤젠, 또는 이들의 임의의 조합일 수 있다. 다른 예에서, 상기 폐놀성 화합물은 폐놀일 수 있다.

[0049] 하나 이상의 구현예에서, 상기 적당한 폐놀성 화합물은 화학식 I로 표시될 수 있다:



(화학식 I)

[0050] [0051] 상기 식에서, R^1 및 R^2 는 서로 독립적으로 수소(H), 히드록시, C1-C5 알킬, 또는 OR^3 로부터 선택되고, 여기에서 R^3 은 C1-C5 알킬 또는 C1-C5 아릴이고, R^1 및 R^2 중 적어도 하나는 히드록시기이다. 다른 적절한 폐놀성 화합물은 화학식 II로 표시될 수 있다:



(화학식 II)

[0052] [0053] 상기 식에서, R_a , R_b , R_c , 및 R_d 각각은 서로 독립적으로 수소(H); 히드록시; 할라이드, 예를 들어, 불소, 염소, 브롬 또는 요오드; 니트로; 벤조; 카르복시; 포르밀, 알킬-카르보닐, 예를 들어 아세틸, 및 아릴카르보닐, 예를 들어 벤조일과 같은 아실; 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헵틸, 옥틸, 노닐, 데실 등과 같은 알킬; 비치환된 또는 치환된 비닐 및 알릴과 같은 알케닐; 비치환된 또는 치환된 메타크릴레이트, 비치환된 또는 치환된 아크릴레이트; 실릴 에테르기, 실록산일(siloxanyl); 폐닐 및 나프틸과 같은 아릴; 벤질과 같은 아라킬; 또는 알킬페닐류와 같은 알카릴이고, 여기에서 R_a , R_c , 및 R_d 중 적어도 두 개는 수소이다.

[0054] 다른 적절한 폐놀성 화합물은 폐놀 자체이거나(즉, 모노히드록시 벤젠)일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다. 치환된 폐놀의 다른 적절한 예는 크레졸 및 크실레놀과 같은 알킬 치환된 폐놀류; 시클로헥실 폐놀과 같은 시클로알킬 치환된 폐놀류; 알케닐 치환된 폐놀류; p-페닐 폐놀과 같은 아릴 치환된 폐놀류; 3,5-디메톡시페놀과 같은 알콕시 치환된 폐놀류; p-페녹시 폐놀과 같은 아릴옥시 폐놀류; 및 p-클로로페놀과 같은 할로겐 치환된 폐놀류를 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 카테콜, 레조르시놀, 히드로퀴논, 비스페놀 A 및 비스페놀 F와 같은 이가 폐놀류가 또한 사용될 수 있다. 특히, 상기 폐놀성분은 폐놀; 크레졸 및 크실레놀과 같은 알킬 치환된 폐놀류; 시클로헥실 폐놀과 같은 시클로알킬 치환된 폐놀류; 알케닐 치환된 폐놀류; p-페닐 폐놀과 같은 아릴 치환된 폐놀류; 3,5-디메톡시페놀과 같은 알콕시 치환된 폐놀류; p-페녹시 폐놀과 같은 아릴옥시 폐놀류; 및 p-클로로페놀과 같은 할로겐 치환된 폐놀류; 카테콜, 히드로퀴논, 비스페놀 A 및 비스페놀 F로 이루어진 군

으로부터 선택될 수 있다. 또 다른 적절한 폐놀성 화합물은 레조르시놀, 폐놀, 카테콜, 히드로퀴논, 피로갈룰, 5-메틸레조르시놀, 5-에틸레조르시놀, 5-프로필레조르시놀, 4-메틸레조르시놀, 4-에틸레조르시놀, 4-프로필레조르시놀, 레조르시놀 모노벤조에이트, 레조르시놀 모노시네이트(monosinate), 레조르시놀 디페닐 에테르, 레조르시놀 모노메틸 에테르, 레조르시놀 모노아세테이트, 레조르시놀 디메틸 에테르, 플로로글루시놀(phloroglucinol), 벤조일레조르시놀, 레조르시놀 로지네이트(rosinate), 알킬 치환된 레조르시놀, 아랄킬 치환된 레조르시놀, 2-메틸레조르시놀, 플로로글루시놀, 1,2,4-벤젠틱리올, 3,5-디히드록시벤즈알데히드, 2,4-디히드록시벤즈알데히드, 4-에틸레조르시놀, 2,5-디메틸레조르시놀, 5-메틸벤젠-1,2,3-트리올, 3,5-디히드록시벤질알코올, 2,4,6-트리히드록시톨루엔, 4-클로로레조르시놀, 2',6'-디히드록시아세토페논, 2',4'-디히드록시아세토페논, 3',5'-디히드록시아세토페논, 2,4,5-트리히드록시벤즈알데히드, 2,3,4-트리히드록시벤즈알데히드, 2,4,6-트리히드록시벤즈알데히드, 3,5-디히드록시벤조산, 2,4-디히드록시벤조산, 2,6-디히드록시벤조산, 1,3-디히드록시나프탈렌, 2',4'-디히드록시프로피오페논, 2',4'-디히드록시-6'-메틸아세토페논, 1-(2,6-디히드록시-3-메틸페닐)에타논, 3-메틸 3,5-디히드록시벤조에이트, 메틸 2,4-디히드록시벤조에이트, 갈라세토페논(gallacetophenone), 2,4-디히드록시-3-메틸벤조산, 2,6-디히드록시-4-메틸벤조산, 메틸 2,6-디히드록시벤조에이트, 2-메틸-4-니트로레조르시놀, 2,4,5-트리히드록시벤조산, 3,4,5-트리히드록시벤조산, 2,3,4-트리히드록시벤조산, 2,4,6-트리히드록시벤조산, 2-니트로플로로글루시놀 또는 이들의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 또 다른 적합한 폐놀성 화합물은 플로로글루시놀일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다.

[0055]

적어도 하나의 예에서, 상기 폐놀성 화합물은 폐놀, 레조르시놀, 즉, 1,3-디히드록시벤젠, 또는 이들의 조합일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 예에서, 상기 폐놀성 화합물은 레조르시놀 또는 임의의 레조르시놀 유도체가 유도될 수 있는 임의의 화합물 또는 화합물들의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 예에서, 상기 폐놀성 화합물은 폴리히드록시벤젠, 디히드록시벤젠, 트리히드록시벤젠, 또는 이들 임의의 조합일 수 있다. 상기 폐놀성 화합물은, 서로 결합되거나 및/또는 서로 독립적으로 상기 반응물 혼합물에 첨가된 두 개 이상의 폐놀성 화합물의 임의의 조합을 포함할 수 있다.

[0056]

레조르시놀은 백색/회백색(off-white) 고체 또는 플레이크 및/또는 액체로서 제공될 수 있거나 및/또는 상기 레조르시놀 성분은 가열되어 액체로서 공급될 수 있다. 액체 레조르시놀 - 포름알데히드 코폴리머 중의 고체 성분은 약 5 중량% 내지 약 95 중량%의 범위일 수 있다. 예를 들어, 액체 레조르시놀 - 포름알데히드 코폴리머 중의 고체 성분은 약 5 중량%, 약 10 중량%, 약 15 중량%, 약 20 중량%, 약 25 중량%, 또는 약 30 중량%의 낮은 범위 내지 약 50 중량%, 약 55 중량%, 약 60 중량%, 약 65 중량%, 약 70 중량%, 또는 약 75 중량%의 높은 범위일 수 있다. 다른 예에서, 액체 레조르시놀 - 포름알데히드 코폴리머 중의 고체 성분은 약 10 중량% 내지 약 75 중량%, 약 10 중량% 내지 약 40 중량%, 약 30 중량% 내지 약 80 중량%, 약 45 중량% 내지 약 75 중량%, 또는 약 15 중량% 내지 약 70 중량%의 범위일 수 있다. 액체 레조르시놀 - 포름알데히드 코폴리머는 폭넓게 변하는 25 °C에서의 브룩필드 점도(Brookfield viscosity)를 가질 수 있다. 예를 들어, 액체 레조르시놀 - 포름알데히드 코폴리머는 약 5 cP, 약 50 cP, 약 100 cP, 약 200 cP, 약 400 cP, 또는 약 600 cP의 낮은 범위에서 약 1,000 cP, 약 2,500 cP, 약 5,000 cP, 약 10,000 cP, 약 15,000 cP, 또는 약 20,000 cP의 높은 범위까지의 25 °C에서의 브룩필드 점도를 가질 수 있다. 액체 레조르시놀 코폴리머는 전형적으로 어두운 호박색을 갖는다.

[0057]

하나 이상의 구현예에서, 상기 폐놀성 화합물은 또한 하나 이상의 탄닌일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다. 본 명세서에서 사용되는 용어 "탄닌"은 가수분해성 탄닌 및 축합형 탄닌 모두를 지칭한다. 이와 같이, 상기 폐놀성 화합물은 가수분해성 탄닌, 축합형 탄닌, 또는 가수분해성 탄닌 및 축합형 탄닌의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 적절한 탄닌이 얻어질 수 있는 예시적인 관목 및/또는 나무의 속(genera)은 아카시아, 카스타네아(Castanea), 바첼리아(Vachellia), 세네갈리아(Senegalalia), 터미날리아(Terminalia), 필란투스(Phyllanthus), 소목(Caesalpinia), 참나무(Quercus), 스키놉시스(Schinopsis), 솔송나무(Tsuga), 옻나무(Rhus), 호도나무(Juglans), 카리아(Carya) 및 소나무(Pinus) 또는 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 예에서, 적절한 탄닌이 얻어질 수 있는 속은 스키놉시스(Schinopsis), 아카시아, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 예에서, 적절한 탄닌이 얻을 수 있는 속은 소나무(Pinus), 카리아(Carya), 또는 이들의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0058]

가수분해성 탄닌은 피로갈룰 및 엘라그산(ellagic acid)과 같은 간단한 폐놀류의 혼합물, 및 갈산 및 디갈산파설탕, 예를 들어 글루코오스의 에스테르류의 혼합물이다. 예시적인 가수분해성 탄닌은 카스타네아 사티바(Castanea sativa)(예를 들면, 밤), 터미날리아(Terminalia) 및 필란투스(Phyllanthus)(예를 들어, 미라발란(myrabalan) 수종), 소목 코리아리아(Caesalpinia coriaria)(예를 들어, 디비 - 디비(divi-divi)), 소목 스피노사(Caesalpinia spinosa) (예를 들어, 타라(tara)), 알가로빌라(algarobilla), 발로네아(valonea), 및 참나

무(*Quercus*) (예를 들어, 오크(oak))로부터 회수된 추출물을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 축합형 탄닌은 플라반의 축합에 의해 형성된 폴리미이다. 축합형 탄닌은 선형 또는 분지형 분자일 수 있다. 예시적인 축합형 탄닌은 아카시아 면시(*Acacia mearnsii*) (예를 들어, 와틀(wattle) 또는 미모사 껍질(mimosa bark) 추출물), 스키놉시스(*Schinopsis*) (예를 들어, 케브라초(quebracho) 나무 추출물), 솔송나무(*Tsuga*) (예를 들어, 햄록 껍질(hemlock bark) 추출물), 옻나무(*Rhus*) (예를 들어, 수마크(sumach) 추출물), 호도나무(*Juglans*) (예를 들면, 호두), 카리아 일리노이넨시스(*Carya illinoiensis*) (예를 들어, 피칸), 및 소나무(*Pinus*) (예를 들어, 라디아에타(Radiata) 소나무, 해양(Maritime) 소나무, 껍질 추출물 종)을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0059]

상기 축합형 탄닌은 약 70 중량% 내지 약 80 중량%의 활성 폐놀성분("탄닌 분획")을 포함하고, 나머지 성분("비 탄닌 분획")은 탄수화물, 친수콜로이드 껌(hydrocolloid gums), 및 아미노산 및/또는 이미노산 분획을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 상기 축합형 탄닌은 유기물로부터 회수 또는 추출된 것으로 사용될 수 있거나, 또는 상기 축합형 탄닌은 예를 들어, 약 95 중량% 이상의 활성 폐놀성 성분으로 정제될 수 있다. 가수분해성 탄닌 및 축합형 탄닌은 잘 구축된 공정을 이용하여 출발 재료, 예를 들어, 나무 및/또는 관목으로부터 추출될 수 있다. 탄닌에 대한 보다 자세한 논의는 접착 기술의 핸드북 제 2 판, CRC 프레스, 2003, 제27장, "천연 폐놀성 접착제 I : 탄닌" 및 재생 자원으로부터의 모노머, 폴리머 및 복합체, Elsevier, 2008, 제8장, "탄닌 : 주요 공급원, 특성 및 응용"에서 논의되고 기술된다.

[0060]

상기 축합형 탄닌은 두 개의 주요 카테고리, 즉, 레조르시놀 단위를 포함하는 카테로리 및 플로로글루시놀 단위를 포함하는 카테고리로 분류될 수 있다. 레조르시놀 단위를 포함하는 예시적인 탄닌은 검은 와틀 탄닌 및 케브라초(quebracho) 탄닌을 포함하나, 이에 한정되지 않는다. 플로로글루시놀 단위를 포함하는 예시적인 탄닌은 피칸 탄닌 및 소나무 탄닌을 포함하나, 이에 한정되지 않는다.

[0061]

상기 가교결합 화합물은 비치환된 알데히드 화합물 및/또는 치환된 알데히드 화합물일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 상기 가교결합 화합물로서 사용하기에 적절한 알데히드 화합물은 화학식 RCHO에 의해 표시될 수 있고, 식 중에서 R은 수소 또는 탄화수소 라디칼이다. 예시적인 탄화수소 라디칼은 1 내지 약 8 개의 탄소 원자를 포함할 수 있다. 다른 예에서, 적절한 알데히드 화합물은 또한 예컨대, 아세탈 또는 헤미아세탈과 같은 소위 마스크 알데히드(masked aldehyde) 또는 알데히드 등가물을 포함할 수 있다. 예시적인 알데히드 화합물은 포름알데히드, 파라포름알데히드, 아세트알데히드, 프로피온알데히드, 부티르알데히드, 푸르푸르알데히드(furfuraldehyde), 벤즈알데히드, 또는 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 글리옥살과 같은 하나 이상의 다른 알데히드는 포름알데히드 및/또는 다른 알데히드를 대신하여 또는 이들과 함께 사용될 수 있다. 적어도 하나의 예에서, 상기 알데히드 화합물은 포름알데히드, UFC, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.

[0062]

상기 알데히드 화합물은 고체, 액체, 및/또는 기체로서 사용될 수 있다. 특히 포름알데히드를 고려하면, 파라 형태(고체, 중합된 포름알데히드), 포르말린 용액(때로는 37 퍼센트, 44 퍼센트, 또는 50 퍼센트 포름알데히드 농도를 갖는 때로는 메탄올과 포름알데히드의 수용액), 우레아 - 포름알데히드 농축물("UFC"), 및/또는 포름알데히드 가스일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있는 포름알데히드가 다른 형태의 포름알데히드를 대신하여 또는 이에 부가하여 사용될 수 있다. 다른 예에서, 상기 알데히드는 약 1:2 내지 약 1:3의 우레아 대 포름알데히드의 중량비를 갖는 예비 반응된(pre-reacted) 우레아 - 포름알데히드 혼합물일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다.

[0063]

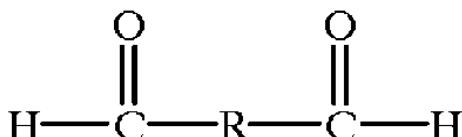
상기 가교결합 화합물은 하나 이상의 다관능성 알데히드 화합물일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 본 명세서에서 사용되는 용어 "다관능성 알데히드 화합물" 및 "다관능성 알데히드"는 상호 교환적으로 사용되며, 적어도 하나의 관능기가 알데히드기인 적어도 두 개의 관능기를 갖는 화합물을 지칭한다. 예를 들어, 상기 다관능성 알데히드는 두 개 이상의 알데히드 관능기를 포함할 수 있다. 다른 예에서, 상기 다관능성 알데히드는 적어도 하나의 알데히드 관능기 및 알데히드 관능기가 아닌 적어도 하나의 관능기를 포함할 수 있다. 본 명세서에서 사용되는 용어 "관능기"는 다관능성 알데히드 화합물의 반응성을 지칭하고 알데히드기, 카르복실산기, 에스테르기, 아미드기, 이민기, 에폭시드기, 아지리딘기, 아제티디늄기(azetidinium), 및 히드록실기를 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0064]

상기 다관능성 알데히드 화합물은 두 개 이상의 탄소원자를 포함할 수 있으며, 두 개 이상의 알데히드 관능기를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 다관능성 알데히드 화합물은 두 개, 세 개, 네 개, 다섯 개, 여섯 개, 또는 그 이상의 탄소원자를 포함할 수 있으며, 두 개 이상의 알데히드 관능기를 가질 수 있다. 상기 다관능성 알데히드

화합물은 두 개 이상의 탄소원자를 포함할 수 있으며, 적어도 하나의 알데히드 관능기 및 알데히드기가 아닌 적어도 하나의 관능기, 예를 들어 카르복실산기, 에스테르기, 아미드기, 이민기, 에폭시드기, 아지디린기, 아지리딘기, 아제티디늄기(azetidinium), 및/또는 히드록시기를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 다관능성 알데히드 화합물은 두 개, 세 개, 네 개, 다섯 개, 여섯 개, 또는 그 이상의 탄소원자를 포함할 수 있으며, 적어도 하나의 알데히드 관능기 및 알데히드기가 아닌 적어도 하나의 관능기, 예를 들어 카르복실산기, 에스테르기, 아미드기, 이민기, 에폭시드기, 아지리딘기, 아제티디늄기(azetidinium), 및/또는 히드록시기를 가질 수 있다.

[0065] 세 개 이상의 탄소원자를 포함하고 두 개의 알데히드 관능기(-CHO)를 갖는 적절한 이관능성(bifunctional 또는 difunctional) 알데히드는 하기 화학식으로 표시될 수 있다:



[0066]

[0067] 상기 식에서, R은 1 내지 12 개의 탄소원자를 갖는 이가의 지방족, 지환족(cycloaliphatic), 방향족, 또는 헤테로고리기이다. 예시적인 다관능성 알데히드기는 말론알데히드, 숙신알데히드, 글루타르알데히드, 2-히드록시글루타르알데히드, β -메틸글루타르알데히드, 아디프알데히드, 피멜알데히드(pimelaldehyde), 수버알데히드(suberaldehyde), 말레알데히드(maleadehyde), 푸마르알데히드(fumaraldehyde), 세박알데히드(sebacaldehyde), 프탈알데히드, 이소프탈알데히드, 테레프탈알데히드, 고리 치환된 방향족 알데히드류, 또는 이를 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 두 개의 탄소원자를 포함하고 두 개의 알데히드 관능기를 갖는 적절한 이관능성 알데히드는 글리옥살이다.

[0068]

알데히드기 및 알데히드기가 아닌 관능기를 포함하는 예시적인 다관능성 알데히드 화합물은 글리옥실산, 글리옥실산 에스테르류, 글리옥실산 아미드류, 5-(히드록시메틸)푸르푸랄, 또는 이를 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 상기 다관능성 알데히드 화합물에서 상기 알데히드기는 다른 형태, 예를 들어 수화물로서, 존재할 수 있다. 이와 같이, 특정 다관능성 알데히드 화합물의 임의의 형태 또는 유도체는 본 명세서에서 논의되고 기술된 바인더 조성물을 제조하기 위해 사용될 수 있다. 예를 들어, 글리옥실산의 상황 속에서 글리옥실산, 글리옥실산 일수화물, 및/또는 글리옥실레이트는 탄닌 및 루이스산과 결합하여 바인더 조성물을 생성할 수 있다. 상기 가교결합 화합물은 서로와 결합되거나 및/또는 서로 독립적으로 상기 반응물 혼합물에 첨가된 두 개 이상의 가교결합 화합물의 임의의 조합을 포함할 수 있다.

[0069]

하나 이상의 구현예에서, 상기 폐놀성 화합물 및 상기 가교결합 화합물의 상기 모노머 성분은 마이야르 반응물들의 혼합물로 부분적으로 또는 완전히 대체될 수 있다. 이와 유사하게, 상기 프리폴리머는 마이야르 반응물들의 부분적으로 또는 예비로 반응된 혼합물일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다. 즉, 상기 반응물 혼합물의 모든 또는 일부 모노머 성분은 마이야르 반응물들의 혼합물, 마이야르 반응물들의 예비 반응된 혼합물 또는 이들의 조합일 수 있다. 상기 마이야르 반응물들의 혼합물은 탄수화물(탄수화물 반응물) 및 상기 탄수화물의 반응물과 함께 마이야르 반응에 참여할 수 있는 아민 반응물의 공급원을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0070]

상기 탄수화물의 공급원은 하나 이상의 환원당, 열경화 조건 하에서 하나 이상의 환원당을 생성하는 하나 이상의 반응물 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 환원당은 알데히드기를 포함하거나, 또는 이성화, 즉 호변이성화(tautomerize)되어 알데히드기를 포함할 수 있는 설탕일 수 있다. 이러한 알데히드기는 마이야르 반응 조건 하에서 아미노기(아민 반응물)와 반응할 수 있다. 일반적으로 그러한 알데히드기는 또한 예를 들어, Cu^{2+} 로 산화되어 카르복실산을 제공할 수 있다. 다른 방법으로는, 상기 환원당은 Cu^{2+} 와 반응할 수 있어서 카르복실산 모이어티를 생성하는 하나 이상의 알데히드 모이어티를 포함할 수 있다. 상기 탄수화물 반응물은 선택적으로 히드록시, 할로, 알킬, 알콕시 등과 같은 다른 관능기로 치환될 수 있다. 상기 탄수화물 공급원은 또한 하나 이상의 키랄 중심을 가질 수 있다. 상기 탄수화물 공급원은 또한 각 키랄 중심에 각각의 가능한 광학 이성질체를 포함할 수 있다. 임의의 그러한 탄수화물 공급원의 다양한 기하 이성질체뿐만 아니라 이의 라세미 혼합물, 또는 다른 부분 입체 이성질적 혼합물을 포함하는 다양한 혼합물이 사용될 수 있다.

[0071]

상기 탄수화물 공급원은 비휘발성일 수 있다. 비휘발성 탄수화물 공급원은 마이야르 반응 조건 하에서 아민 반응물과의 반응을 위해 사용가능한 상태로 남아있도록 하는 상기 탄수화물 공급원의 능력을 증가 또는 최대화시킬 수 있다. 상기 탄수화물의 공급원 및 아민 반응물의 혼합물을 예비 반응시킴으로써 적절한 탄수화물 공급원

의 목록을 확장시킬 수 있다. 상기 탄수화물 공급원은 트리오스, 테트로오스, 펜토오스, 헥소오스 또는 헵토오스를 포함하는 알도오스 또는 케토오스 형태의 단당류(monosaccharide); 또는 다당류, 또는 이들의 임의의 조합일 수 있다.

[0072] 트리오스가 상기 탄수화물 공급원으로서 기능하거나 또는 다른 환원당 및/또는 다당류와 함께 사용되는 경우, 각각 글리세르알데히드 및 디히드록시아세톤과 같은 알도트리오스당 또는 케토트리오스당이 이용될 수 있다. 테트로오스가 상기 탄수화물 공급원으로서 기능하거나 또는 다른 환원당 및/또는 다당류와 함께 사용되는 경우, 에리트로스(erythrose) 및 트레오스(threose)와 같은 알도테트로오스당; 및 에리쓰룰로오스(erythrulose)와 같은 케토테트로오스당이 이용될 수 있다. 펜토오스가 상기 탄수화물 공급원으로서 기능하거나 또는 다른 환원당 및/또는 다당류와 함께 사용되는 경우, 리보오스, 아라비노오스, 크실로오스 및 럭소오스와 같은 알도펜토오스당; 및 리불로오스(ribulose), 아라불로오스(arabulose), 크실루로오스(xylulose), 및 럭술로오스(lyxulose)와 같은 케토펜토오스가 이용될 수 있다. 헥소오스가 상기 탄수화물 공급원으로서 기능하거나 또는 다른 환원당 및/또는 다당류와 함께 사용되는 경우, 글루코오스(즉, 벡스트로오스), 마노오스(mannose), 갈락토오스, 알로오스(allose), 알트로오스(altrrose), 탈로오스(talose), 굴로오스(gullose), 및 이도오스(idose)와 같은 알도헥소오스당; 및 과당(fructose), 사이코오스(psicose), 소르보오스(sorbose) 및 타가토오스(tagatose)와 같은 케토헥소오스당이 이용될 수 있다. 헵토오스가 상기 탄수화물 공급원으로서 기능하거나 또는 다른 환원당 및/또는 다당류와 함께 사용되는 경우, 세도헵툴로오스(sedoheptulose)와 같은 케토헵토오스가 이용될 수 있다. 자연적으로 발생하는 것으로 알려져 있지 않은 그러한 탄수화물 공급원의 다른 입체 이성질체이 또한 바인더 조성물을 제조하는데 유용한 것으로 고려된다. 다당류가 상기 탄수화물 공급원으로서 기능하거나, 또는 단당류와 함께 사용되는 경우, 수크로오스, 락토오스, 말토오스, 전분, 및 셀룰로오스가 이용될 수 있다.

[0073] 상기 탄수화물 반응물은 또한 비탄수화물 폴리히드록시 반응물과 함께 사용될 수 있다. 비탄수화물 폴리히드록시 반응물의 예는 트리메틸올프로판, 글리세롤, 펜타에리쓰리톨, 폴리비닐알코올, 부분적으로 가수분해된 폴리비닐 아세테이트, 완전히 가수분해된 폴리비닐 아세테이트 및 이들의 혼합물을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 상기 비탄수화물 폴리히드록시 반응물은 경화 중에 다른 바인더 성분들과의 반응에 이용가능한 상태로 남아 있도록 하는 능력을 최대화하기 위해 충분히 비휘발성이 있다. 상기 탄수화물(탄수화물 반응물)의 공급원 및 상기 아민 반응물의 혼합물을 부분적으로 예비 반응시킴으로써 적절한 비탄수화물 폴리히드록시 반응물의 목록을 확장시킬 수 있다. 상기 비탄수화물 폴리히드록시 반응물의 소수성은 상기 바인더 조성물의 물성을 결정하는 하나의 인자일 수 있다.

[0074] 상기 탄수화물의 공급원과 함께 마이야르 반응에 참여할 수 있는 상기 아민 반응물은 적어도 하나의 아미노기를 갖는 화합물일 수 있다. 상기 화합물은 아미노산의 형태로 존재할 수 있다. 상기 자유 아미노기는 또한 단백질로부터 유래될 수 있으며, 여기서 상기 자유 아미노기는 예를 들어, 리신 잔기의 ϵ -아미노기, 및/또는 말단 아미노산의 α -아미노기의 형태로 이용될 수 있다. 상기 아민 반응물은 또한 폴리카르복실산 암모늄염 반응물을 사용하여 별도로 또는 인-시투로 형성될 수 있다. 폴리카르복실산의 암모늄염은 폴리카르복실산의 산기를 아민염기로 중화시켜 생성될 수 있고, 이에 의해 폴리카르복실산 암모늄염기를 생성할 수 있다. 완전한 중화, 즉, 당량 기준으로 계산된 약 100 %는, 상기 폴리카르복실산(들)의 산기를 적정 또는 부분적으로 중화할 필요성을 제거할 수 있다. 그러나, 완전보다 적은 중화는 또한 마이야르 반응물들의 만족할 만한 혼합물을 생성할 것으로 기대된다.

[0075] 적절한 폴리카르복실산류는 디카르복실산류, 트리카르복실산류, 테트라카르복실산류, 펜타카르복실산류 등, 모노머성 폴리카르복실산류, 무수물류 및 이들의 임의의 조합뿐만 아니라 폴리머성 폴리카르복실산류, 무수물류, 및 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 상기 폴리카르복실산 암모늄염 반응물은 마이야르 반응의 상기 탄수화물 반응물과의 반응을 위해 이용가능한 상태로 남아 있도록 하는 능력을 최대화하기 위해 충분히 비휘발성이다. 또한, 상기 탄수화물의 공급원 및 상기 아민 반응물의 혼합물을 부분적으로 예비 반응시킴으로써 폴리카르복실산 암모늄염 반응물을 포함하는, 적절한 아민 반응물의 목록을 확장시킬 수 있다. 다른 예에서, 폴리카르복실산 암모늄염 반응물은 다른 화학적 관능기로 치환될 수 있다.

[0076] 예시적인 모노머성 폴리카르복실산류는 불포화 지방족 디카르복실산류, 포화 지방족 디카르복실산류, 방향족 디카르복실산류, 불포화 고리형 디카르복실산류, 포화 고리형 디카르복실산류, 이들의 히드록시 치환된 유도체 등을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 적절한 폴리카르복실산류는 불포화 지방족 트리카르복실산류, 시트르산과 같은 포화 지방족 트리카르복실산류, 방향족 트리카르복실산류, 불포화 고리형 트리카르복실산류, 포화 고리형 트리카르복실산류, 이들의 히드록시 치환된 유도체 등을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 그러한 폴리카르복실산류는 선택적으로 히드록시, 할로, 알킬, 및 알콕시 등으로 치환될

수 있다는 것이 이해된다. 다른 적절한 폴리카르복실산류는 아코니트산(aconitic acid), 아디프산(adipic acid), 아젤라산(azelaic acid), 부탄 테트라카르복실산 이무수물, 부탄 트리카르복실산, 클로렌드산(chlorendic acid), 시트라콘산(citraconic acid), 디시클로펜타디엔-말레산 부가물, 디에틸렌트리아민 펜타아세트산, 디펜텐 및 말레산의 부가물, 에틸렌디아민 테트라아세트산(EDTA), 완전 말레화된 로진(rosin), 말레화된 틀유(tall-oil) 지방산, 푸마르산, 글루타르산, 이소프탈산, 이타콘산, 칼륨 퍼옥시드로 알코올 및 이후 카르복실산으로 산화된 말레화된 로진, 말레산, 말산(malic acid), 메사콘산(mesaconic acid), 3, 4-카르복실기를 도입하는 이산화탄소와의 콜베-쉬미트(KOLBE-Schmidt) 반응을 통해 반응된 비스페놀 A 또는 비스페놀 F, 옥살산, 프탈산, 세바신산(sebacic acid), 숙신산, 타르타르산, 테레프탈산, 테트라브로모프탈산, 테트라클로로프탈산, 테트라하이드로프탈산, 트리멜리트산(trimellitic acid), 트리메스산 등, 및 무수물류, 및 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0077] 적절한 폴리머성 폴리카르복실산류는 하나 초과의 웬던트 카르복시기를 포함하는 유기 폴리머류 또는 올리고머류를 포함할 수 있다. 상기 폴리머성 폴리카르복실산류는 아크릴산, 메타크릴산, 크로톤산, 이소크로톤산, 말레산, 신남산, 2-메틸말레산, 이타콘산, 2-메틸이타콘산, α , β -메틸렌글루타르산 등을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는 불포화 카르복실산류로부터 제조된 호모폴리머 또는 코폴리머일 수 있다. 상기 폴리머성 폴리카르복실산은 또한 불포화 무수물류로부터 제조될 수 있다. 불포화 무수물류는 말레산 무수물, 이타콘산 무수물, 아크릴산 무수물, 메타 크릴산 무수물 등뿐만 아니라 이들의 혼합물을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0078] 바람직한 폴리머성 폴리카르복실산류는 폴리아크릴산, 폴리메타크릴산, 폴리 말레산 등을 포함할 수 있다. 상업적으로 입수 가능한 폴리아크릴산류의 예로는 AQUASET-529(Rohm & Haas, Philadelphia, Pa, USA), CRITERION 2000(Kemira, Helsinki, Finland, Europe), NF1(H.B. Fuller, St. Paul, Minn., USA) 및 SOKALAN(BASF, Ludwigshafen, Germany, Europe)을 포함한다. SOKALAN과 관련하여, 이는 약 4,000의 분자량을 갖는, 아크릴산 및 말레산의 수용성 폴리아크릴 코폴리머인 것으로 믿어진다. AQUASET-529는 또한 촉매로서 차아인산 나트륨을 포함하는, 글리세롤과 가교결합된 폴리아크릴산을 포함하는 조성물인 것으로 이해된다. CRITERION 2000은 약 2,000의 분자량을 갖는, 폴리아크릴산 부분염의 산성 용액인 것으로 생각된다. NF1은 카르복실산 관능성 및 히드록시 관능성 뿐만 아니라, 어떠한 관능성도 가지지 않는 단위를 함유하는 코폴리머로 여겨지고; NF1은 또한 차아인산 나트륨 또는 유기인산화합물 촉매와 같은 사슬 이동제(chain transfer agent)를 포함하는 것으로 생각된다.

[0079] 상기 폴리카르복실산과의 반응을 위한 상기 아민 반응물은 암모니아, 일차 아민, 즉, NH_2R^1 , 및 이차 아민, 즉, NHR^1R^2 (여기서 R^1 및 R^2 는 각각 독립적으로 알킬, 시클로알킬, 알케닐, 시클로알케닐, 헤테로시클릴, 아릴 및 헤테로아릴기로 이루어진 군으로부터 선택됨)을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 상기 아민 염기는 상기 바인더 조성물의 임의의 부분적인 예비 반응 중에 또는 열 경화 중에 마이야르 반응물들의 혼합물 중의 반응을 촉진시키기에 충분한 조건하에 휘발성 또는 실질적으로 비휘발성일 수 있다. 적절한 아민 염기는 실질적으로 휘발성 염기, 실질적으로 비휘발성 염기, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 예시적인 실질적으로 휘발성인 염기는 암모니아, 에틸아민, 디에틸아민, 디메틸아민, 에틸프로필아민, 또는 이들 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 예시적인 실질적으로 비휘발성인 염기는 아닐린, 1 - 나프틸 아민, 2 - 나프틸아민, 파라 - 아미노페놀, 또는 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0080] 마이야르 반응물들의 혼합물의 일 예는 암모니아수, 시트르산, 및 텍스트로오스(글루코오스)의 혼합물을 포함한다. 이러한 혼합물에서, (암모니아에 의한 시트르산의 -COOH기의 중화에 의해 제조된) 폴리카르복실, 시트르산 반응물에 존재하는 산성염기(acid salt group)의 몰 당량의 수 대 상기 탄수화물 반응물(들)에 존재하는 히드록시기의 몰 당량의 수의 비율은 약 0.04:1, 약 0.05:1, 약 0.06:1, 약 0.07:1, 약 0.08:1, 약 0.09:1, 또는 약 0.1:1의 낮은 범위에서 약 0.11:1, 약 0.12:1, 약 0.13:1, 약 0.14:1, 약 0.15:1, 약 0.16:1, 약 0.17:1, 약 0.18:1, 약 0.19:1, 또는 약 0.2:1의 높은 범위일 수 있다. 따라서, 일 구현예에서, 텍스트로오스, 탄수화물 반응물에 존재하는 히드록시기의 몰 당량의 수는 폴리카르복실시트르산 반응물에 존재하는 산성염기의 몰 당량의 수보다 약 25 배 클 수 있다. 다른 구현예에서, 텍스트로오스 탄수화물 반응물에 존재하는 히드록시기의 몰 당량의 수보다 약 10배 크다. 또 다른 구현예에서, 상기 텍스트로오스 탄수화물 반응물에 존재하는 히드록시기의 몰 당량의 수는 상기 폴리카르복실 시트르산 반응물에 존재하는 산성염기의 몰 당량의 수보다 약 6배 크다.

- [0081] 상기 마이야르 반응물들의 혼합물은 약 0.1:1, 약 0.5:1, 약 1:1, 약 1.5:1, 또는 약 2:1의 낮은 범위에서 약 2.5:1, 약 3:1, 약 3.5:1, 약 4:1, 약 4.5:1, 또는 약 5:1의 높은 범위의 상기 탄수화물(탄수화물 반응물)의 공급원의 몰 수 대 상기 탄수화물 반응물과 함께 마이야르 반응에 참여할 수 있는 상기 아민 반응물의 아민 관능기의 몰 수의 몰비를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 탄수화물 반응물의 몰 수 대 상기 아민 반응물의 아민 관능기의 몰 수의 비는 약 1:1 내지 약 3:1, 약 0.8:1 내지 약 2.3:1, 약 1.7:1 내지 약 3.3:1, 약 2.1:1 내지 약 3.5:1, 약 0.6:1 내지 약 1.6:1, 약 2.4:1 내지 약 3.4:1, 약 1.3:1 내지 약 2.7:1, 또는 약 1.6:1 내지 약 2.3:1일 수 있다.
- [0082] 전술한 바와 같이, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물은 탄수화물의 공급원 및 이와 함께 마이야르 반응에 참여할 수 있는 아민 반응물을 포함할 수 있다. 또한, 전술한 바와 같이, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물은 탄수화물의 공급원 및 아민 반응물의 부분적으로 반응된 혼합물을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 탄수화물의 공급원은 상기 탄수화물의 공급원과 함께 마이야르 반응에 참여할 수 있는 아민 화합물과 혼합될 수 있으며, 상기 혼합물은 마이야르 반응(들)을 개시하기에 충분하지만, 최종 겔 형태의 입자를 형성하기 전에 상기 반응(들)이 종결되도록 하지 않는 시간 동안 약 90 °C까지 가열될 수 있다. 적절한 마이야르 반응물 및 마이야르 반응 생성물은 미국특허출원공개 제2009/0301972호에서 논의 및 기술된 바와 같을 수 있다.
- [0083] 하나 이상의 구현예에서, 상기 폐놀성 화합물 및 상기 가교결합 화합물의 모노머 성분은 하나 이상의 탄화수소 수지로 부분적으로 또는 완전히 대체될 수 있다. 예시적인 탄화수소 수지는 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 에틸렌 비닐 아세테이트, 에틸렌 에틸 아크릴레이트, 폴리우레탄, 천연 폴리머류, 스티렌-이소프렌-스티렌, 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌, 스티렌-부타디엔-스티렌, 폴리스티렌, 폴리우레탄, 아크릴성 폴리머, 폴리비닐클로라이드, 불소수지, 송진(예를 들어, 톨유 로진, 우드 로진, 겸 로진), 변성 로진(예를 들어, 불균형화된 로진, 수소화된 로진, 중합된 또는 올리고머화된 로진, 딜스-알더 로진 부가물), 로진 에스테르(예를 들어, 수소화된 로진 에스테르, 중합된 로진 에스테르, 폐놀성 변성 로진 에스테르, 이염기산 변성 로진 에스테르; 상기 로진 에스테르는 톤유 로진, 우드 로진, 및/또는 겸 로진으로부터 유도될 수 있음), 폴리설파이드, 스티렌-아크릴로니트릴, 나일론, 폐놀-포름알데히드 노불락 수지, 또는 이들 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 예시적인 탄화수소 수지는 C₅ 탄화수소의 올리고머류(예를 들어, 시클로펜타디엔의 올리고머류), C₉ 탄화수소의 올리고머류(예를 들어, 알파-메틸스티렌 및 비닐톨루엔의 올리고머류, 흔히 방향족 탄화수소 접착제로 지칭됨), 테르펜 수지(예를 들어, 알파-피넨, 베타-피넨 및 리모넨과 같은 테르펜류의 올리고머류), 테르펜류 및 폐놀류의 올리고머성 반응 생성물, 쿠마론-인덴 수지류, 테르펜류 및 스티렌류의 올리고머성 반응 생성물, 지환족 수지류(예를 들어, 디시클로펜타디엔계 수지류), 조질(crude) 톤유, 증류 톤유, 또는 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 상기 탄화수소 수지는, 존재한다면, 중합 전에, 중합 중에, 및/또는 중합이 완료된 후에, 첨가될 수 있다.
- [0084] 다른 예에서, 상기 모노머 성분에서 가교결합 화합물은 하나 이상의 탄수화물로 적어도 부분적으로 대체될 수 있다. 상기 하나 이상의 탄수화물은 하나 이상의 단당류, 이당류, 올리고당류, 다당류, 또는 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 하나 이상의 탄수화물은 하나 이상의 알도오스당을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 단당류는 D-글루코오스(덱스트로오스 일수화물), L-글루코오스, 또는 이들의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 다른 탄수화물 알도오스당은 글리세르알데히드, 에리쓰로오스, 쓰레오스(threose), 리보오스, 데옥시리보오스, 아라비노오스, 크실로오스, 럭소오스, 알로오스, 알트로오스, 굴로오스, 만노오스, 이도오스, 갈락토오스, 탈로오스 및 이들 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 상기 탄수화물은 또한 덱스트린, 말토덱스트린, 및 산화된 말토덱스트린류와 같은 하나 이상의 환원 전분 또는 변성 전분일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다.
- [0085] 하나 이상의 구현예에서, 상기 모노머 성분 중의 고체 함량은 약 10%, 약 15%, 약 20%, 약 25%, 약 35%, 약 40%, 또는 약 45%의 낮은 범위에서 약 55%, 약 60%, 약 65%, 약 70%, 약 75%, 약 80%, 약 85%, 또는 약 90%의 높은 범위까지 달라질 수 있다. 다른 구현예에서, 상기 모노머 성분 중의 고체 함량은 약 35% 내지 약 70%, 약 40% 내지 약 60%, 또는 약 45% 내지 약 55%일 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 모노머 성분 중의 고체 함량은 약 20% 초과, 약 25% 초과, 약 30% 초과, 약 35% 초과, 약 40% 초과, 또는 약 45% 초과, 약 50% 초과, 약 55% 초과, 약 60% 초과, 약 65% 초과, 약 70% 초과, 약 75% 초과, 약 80% 초과, 약 85% 초과, 또는 약 90% 초과일 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 모노머 성분 중의 고체 함량은 90% 미만, 85% 미만, 80% 미만, 75% 미만, 70% 미만, 65% 미만, 60% 미만, 55% 미만, 50% 미만, 45% 미만, 40% 미만, 35% 미만, 30% 미만, 25% 미만, 20% 미만 또는 15% 미만일 수 있다.

- [0086] 통상의 기술자에 의해 이해되는 바와 같이, 조성물 중의 고형분 함량은 작은 시료, 예를 들어 상기 조성물의 1~5그램을 적절한 온도, 예를 들어 125 °C로, 상기 액체를 제거하기에 충분한 시간 동안 가열할 때의 중량 손실을 결정함으로써 측정될 수 있다. 가열 전후에 상기 시료의 중량을 측정함으로써, 상기 조성물의 고형분 백분율이 직접 계산될 수 있거나 또는 그렇지 않다면 추정될 수 있다.
- [0087] 상기 촉매는 하나 이상의 산, 하나 이상의 염기, 또는 이들 임의의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예시적인 염기성 촉매는 수산화나트륨, 탄산나트륨, 중탄산나트륨, 수산화칼륨, 탄산칼륨, 탄산수소칼륨, 탄산암모늄, 헥사메틸렌테트라민, 또는 이들 임의의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 예시적인 산성 촉매는 아세트산, 염산, 황산, 인산, 아인산, 세론산(모노세론산, 디세론산, 트리세론산, 톨루엔 세론산, 및 알칸 세론산을 포함하지만, 이에 한정되지 않음), 갈산, 옥살산, 피크르산, 또는 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 적어도 하나의 구현예에서, 상기 촉매는 아세트산 및 아세트산 암모늄 및/또는 탄산 암모늄의 혼합물을 포함할 수 있다. 적어도 하나의 구현예에서, 상기 촉매는 임의의 금속 또는 금속이온을 결여하거나 또는 실질적으로 결여할 수 있다. 즉, 상기 촉매는 비금속 또는 비금속이온 함유 촉매일 수 있다. 임의의 금속 또는 금속이온을 실질적으로 결여하는 촉매는 상기 촉매의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만, 0.5 중량% 미만, 0.3 중량% 미만, 0.2 중량% 미만, 0.1 중량% 미만, 0.07 중량% 미만, 0.05 중량% 미만, 0.03 중량% 미만, 0.01 중량% 미만, 0.007 중량% 미만, 0.005 중량% 미만, 0.003 중량% 미만, 0.001 중량% 미만, 0.0007 중량% 미만, 또는 0.0005 중량% 미만을 포함할 수 있다.
- [0088] 상기 촉매는 양의 혼탁액 및/또는 에멀젼에 광범위하게 다양한 양으로 존재할 수 있다. 예를 들어, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼에서 상기 촉매의 농도는 상기 폐놀성 화합물의 중량을 기준으로 하여 약 1 중량% 내지 약 30 중량%의 범위일 수 있다. 다른 예에서, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼, 상기 프리폴리머, 또는 이들의 임의의 조합에서 상기 촉매의 농도는 상기 폐놀성 화합물, 상기 가교결합 화합물, 촉매 및 액체 매질의 총 중량을 기준으로 하여 약 0.1 중량% 내지 약 10 중량%의 범위일 수 있다.
- [0089] 상기 촉매(들)에 대한 상기 폐놀성 화합물(들)의 몰비는 약 1의 낮은 범위 내지 약 2000의 높은 범위일 수 있다. 예를 들어, 상기 촉매(들)에 대한 상기 폐놀성 화합물(들)의 몰비는 약 1, 약 5, 약 10, 또는 약 15의 낮은 범위에서 약 45, 약 50, 약 60, 약 80, 약 100, 약 125, 약 150, 약 175, 약 200, 약 225, 약 250, 약 275, 약 300, 약 325, 또는 약 350의 높은 범위일 수 있다. 다른 예에서, 상기 촉매(들)에 대한 상기 폐놀성 화합물(들)의 몰비는 약 1 내지 약 1,000, 약 100 내지 약 600, 약 10 내지 약 400, 약 5 내지 약 75, 약 200 내지 약 1,800, 약 500 내지 약 1,500, 또는 약 1 내지 약 50의 범위일 수 있다. 다른 예에서, 상기 촉매(들)에 대한 상기 폐놀성 화합물(들)의 몰비는 약 1, 약 3, 약 5, 약 8, 약 10, 약 12, 또는 약 15의 낮은 범위에서 약 20, 약 25, 약 30, 약 37, 약 40, 약 43, 약 45, 또는 약 49의 높은 범위일 수 있다. 다른 예에서, 상기 촉매(들)에 대한 상기 폐놀성 화합물(들)의 몰비는 200 미만, 150 미만, 125 미만, 100 미만, 75 미만, 60 미만, 50 미만, 49 미만, 47 미만, 45 미만, 43 미만, 40 미만, 37 미만, 또는 35 미만일 수 있다.
- [0090] 하나 이상의 구현예에서, 상기 모노머 성분, 즉, 상기 폐놀성 화합물 및/또는 상기 가교결합 화합물 및/또는 상기 촉매는 용액, 슬러리, 혼탁액, 에멀젼, 또는 다른 혼합물 형태의 액체 혼합물을 수 있다. 예를 들어, 상기 폐놀성 화합물 및/또는 상기 가교결합 화합물은 수용액, 슬러리, 혼탁액, 에멀젼, 또는 다른 혼합물의 형태일 수 있다. 다른 적절한 액체 매질은 하나 이상의 알코올 또는 물/알코올 혼합물을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 예시적인 알코올은 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올 등, 및 이들의 혼합물을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 적절한 유체 매질은 아세톤, 테트라히드로푸란, 벤젠, 톨루엔, 크릴렌, 에틸벤젠, 쿠멘, 메시틸렌, 또는 이들의 혼합물을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.
- [0091] 상기 모노머 성분에서 액체 매질의 농도는 상기 액체 매질, 상기 폐놀성 화합물, 상기 가교결합 화합물, 및 상기 촉매의 총 중량을 기준으로 하여 약 5 중량%, 약 10 중량%, 약 15 중량%, 약 20 중량%, 약 25 중량%, 약 30 중량%, 약 35 중량%, 약 40 중량%, 또는 약 45 중량%의 낮은 범위에서 약 60 중량%, 약 65 중량%, 약 70 중량%, 약 75 중량%, 약 80 중량%, 약 85 중량%, 약 90 중량%, 또는 약 95 중량%의 높은 범위일 수 있다. 상기 폐놀성 화합물의 농도는 상기 액체 매질, 상기 폐놀성 화합물, 상기 가교결합 화합물, 및 상기 촉매의 총 중량을 기준으로 하여 약 5 중량%, 약 10 중량%, 약 15 중량%, 또는 약 20 중량%의 낮은 범위에서 약 30 중량%, 약 35 중량%, 약 40 중량%, 약 45 중량%, 또는 약 50 중량%의 높은 범위일 수 있다. 상기 모노머 성분에서 상기 가교결합 화합물의 농도는 상기 액체 매질, 상기 폐놀성 화합물, 상기 가교결합 화합물, 및 상기 촉매의 총 중량을 기준으로 하여 약 3 중량%, 약 5 중량%, 약 7 중량%, 약 10 중량%, 약 15 중량%, 또는 약 20 중량%의 낮은 범위에서 약 30 중량%, 약 45 중량%, 약 50 중량%, 약 55 중량%, 약 60 중량%, 또는 약 70 중량%의 높은 범위일 수 있다. 상기 모노머 성분에서 상기 촉매의 농도는 상기 액체 매질, 상기 폐놀성 화합물, 상기 가교결합 화합물,

상기 폴리폴리머, 및 상기 촉매의 총 중량을 기준으로 하여 약 0.1 중량%, 약 0.5 중량%, 약 1 중량%, 또는 약 2 중량%의 낮은 범위에서 약 10 중량%, 약 20 중량%, 약 30 중량%, 또는 약 40 중량%의 높은 범위일 수 있다.

[0092] 하나 이상의 구현예에서, 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물 대 상기 하나 이상의 가교결합 화합물의 몰비는 약 0.1:1의 낮은 범위에서 1:1의 높은 범위일 수 있다. 예를 들어, 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물 대 상기 하나 이상의 가교결합 화합물의 몰비는 0.2:1 내지 약 0.9:1, 약 0.3:1 내지 약 0.8:1, 약 0.4:1 내지 약 0.8:1, 약 0.4:1 내지 약 0.7:1, 또는 약 0.4:1 내지 약 0.6:1의 범위일 수 있다. 적어도 하나의 구현예에서, 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물 대 상기 하나 이상의 가교결합 화합물의 몰비는 약 0.5:1 일 수 있다. 적어도 하나의 다른 구현예에서, 상기 반응물 혼합물을 임의의 가교결합 화합물을 결여하거나 또는 실질적으로 결여할 수 있다. 다른 예에서, 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물 대 상기 하나 이상의 가교결합 화합물의 몰비는 약 1:1, 약 2:1, 약 5:1, 약 10:1, 약 25:1, 약 50:1, 약 100:1, 또는 약 500:1일 수 있다.

[0093] 상기 캐리어 유체는 하나 이상의 탄화수소, 물, 또는 이들의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예시적인 캐리어 유체는 파라핀 오일류, 나프텐계 오일류, 방향족 오일류, 또는 이들 임의의 조합을 포함할 수 있다. 예시적인 파라핀계 탄화수소류는 미네랄 오일류 또는 이들 임의의 조합을 포함할 수 있다. 적절한 미네랄 오일은 약 15 내지 약 40 개의 탄소원자를 갖는 하나 이상의 알칸류를 포함한다. 예시적인 나프텐계 오일류는 시클로알칸에 기초한 탄화수소일 수 있다. 예시적인 시클로알칸류는 시클로헥산, 시클로헵탄, 시클로옥탄, 시클로노난, 시클로데칸, 또는 이들 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 적절한 캐리어 유체는 하나 이상의 식물계 또는 식물 유래의 오일류일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예시적인 식물계 또는 식물 유래의 오일류는 아마인유(아마씨유)(linseed(flaxseed)oil), 피마자유(castor oil), 동유(tung oil), 콩기름, 면실유, 올리브유, 카놀라유, 옥수수유, 해바라기씨유, 땅콩유, 코코넛유, 흥화유(safflower oil), 팜유, 식물성 오일, 또는 이들 임의의 조합과 같은 것을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 적절한 상업적으로 입수 가능한 식물성 오일류는 식물성 오일, 카놀라유, 옥수수유, 블렌딩된 오일 등과 같은 상표명 WESSON® 및 CONAGRA FOODS®로 판매되는 식물성 오일을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 다른 적절한 캐리어 유체는 하나 이상의 염소화된 탄화수소일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예시적인 염소화된 탄화수소는 사염화탄소, 클로로포름, 염화메틸렌, 또는 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 임의의 형태의 물이 상기 캐리어 유체로서 또는 상기 캐리어 유체의 적어도 일부를 구성하기 위해 사용될 수 있다. 예를 들어, 물은 중류수, 탈이온수, 또는 이들의 조합일 수 있다. 다른 예에서, 물은 수돗물일 수 있다. 다른 적절한 캐리어 유체는 시클로헥산, 미네랄 오일, 크실렌, 물, 또는 이들 임의의 혼합물일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다.

[0094] 물을 함유 또는 포함하는 캐리어 유체의 사용은 탄화수소의 사용에 비하여 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 제조와 관련된 비용을 줄일 수 있다. 물을 함유 또는 포함하는 상기 캐리어 유체의 사용은 또한 하나 이상의 탄화수소를 함유하고 물을 결여하거나 또는 실질적으로 결여하는, 예를 들어 5 중량% 미만의 물을 함유하는 캐리어 유체에 비해 상기 캐리어 유체와 관련된 상기 모노머 성분의 증가된 농도를 허용할 수 있다. 즉, 물이거나 또는 다량의 물, 예를 들어 약 50 중량% 초과의 물을 포함하는 캐리어 유체는 상기 캐리어 유체가 물이 아닌 유체(들)이거나 다량의 물이 아닌 유체(들), 예를 들어 약 50 중량% 초과의 탄화수소류를 포함하는 경우에 비해 더 높축된 혼탁액 및/또는 에멀젼이 형성되는 것을 허용할 수 있다. 물이거나 또는 물을 포함하는 캐리어 유체의 사용은 또한 하나 이상의 탄화수소류로 이루어진 임의의 잔류 캐리어 유체를 적어도 부분적으로 제거할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 반응 혼합물을 형성하기 위해 사용되는 상기 캐리어 유체는 약 1 중량%, 약 3 중량%, 약 5 중량%, 약 10 중량%, 약 15 중량%, 약 20 중량%, 약 25 중량%, 약 30 중량%, 약 35 중량%, 또는 약 40 중량%의 낮은 범위에서 약 50 중량%, 약 55 중량%, 약 60 중량%, 약 65 중량%, 약 70 중량%, 약 75 중량%, 약 80 중량%, 약 85 중량%, 약 90 중량%, 약 95 중량%, 또는 약 100 중량%의 높은 범위의 물 농도를 가질 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 반응 혼합물을 형성하기 위해 사용되는 상기 캐리어 유체는 물을 결여할 수 있다.

[0095] 상기 캐리어 유체는 약 40°C 이상, 약 50°C 이상, 약 60°C 이상, 약 70°C 이상, 약 80°C 이상, 약 90°C 이상, 약 100°C 이상, 약 110°C 이상, 약 120°C 이상, 약 130°C 이상, 약 140°C 이상, 약 150°C 이상, 약 175°C 이상, 약 200°C 이상, 약 225°C 이상, 또는 약 250°C 이상의 대기압에서의 비점을 가질 수 있다. 상기 캐리어 유체는 약 40°C 이상, 약 50°C 이상, 약 60°C 이상, 약 70°C 이상, 약 80°C 이상, 약 90°C 이상, 약 100°C 이상, 약 110°C 이상, 약 120°C 이상, 약 130°C 이상, 약 140°C 이상, 약 150°C 이상, 약 175°C 이상, 약 200°C 이상, 약 225°C 이상, 또는 약 250°C 이상의 상기 모노머 성분이 중합을 거치는 조건에서의 비점을 가질 수 있다. 상기 캐리어 유체는 약 -25°C 초과, 약 -20°C 초과, 약 -10°C 초과, 약 0°C 초과, 약 10°C 초과, 약 20°C

초과, 약 30°C 초과, 약 40°C 초과, 약 50°C 초과, 또는 약 60°C 초과의 인화점(flash point)을 가질 수 있다.

[0096]

하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 시클로알칸류, 예를 들어, 시클로헥산, 시클로헵탄, 시클로옥탄 등을 결여하거나 또는 본질적으로 결여할 수 있다. 본 명세서에서 사용되는 문구 "시클로알칸류를 본질적으로 결여하는(essentially free of cycloalkanes)"은 3 중량% 미만, 2 중량% 미만, 1 중량% 미만, 0.9 중량% 미만, 0.8 중량% 미만, 0.7 중량% 미만, 0.6 중량% 미만, 0.5 중량% 미만, 0.4 중량% 미만, 0.3 중량% 미만, 0.2 중량% 미만, 0.1 중량% 미만, 0.07 중량% 미만, 0.05 중량% 미만, 0.03 중량% 미만, 또는 0.01 중량% 미만의 시클로알칸류를 함유하는 캐리어 유체를 지칭한다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 시클로알칸류, 예를 들어, 시클로헥산을 결여하거나 또는 본질적으로 결여할 수 있고, 예를 들어, 1 중량% 미만을 함유할 수 있다. 이와 같이, 상기 혼탁 및/또는 에멀젼 중합 공정 및 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하기 위해 사용되는 종래의 역 에멀젼 중합 공정 간의 하나의 다른 차이는 상기 캐리어 유체로서 시클로헥산의 사용이 회피될 수 있다는 것일 수 있음이 또한 주목되어야 한다. 마찬가지로, 상기 혼탁 및/또는 에멀젼 중합 공정 및 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하기 위해 사용되는 종래의 역 에멀젼 중합 공정 간의 또 다른 차이는 상기 캐리어 유체로서 시클로알칸류의 사용이 회피될 수 있다는 것일 수 있다.

[0097]

하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 하나 이상의 시클로알칸류, 예를 들어, 시클로헥산, 시클로헵탄, 시클로옥탄 등일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 캐리어 유체는 하나 이상의 시클로알칸류를 상기 캐리어 유체의 총 중량을 기준으로 하여 약 0.1 중량%, 약 1 중량%, 약 3 중량%, 약 5 중량%, 약 10 중량%, 약 20 중량%, 약 30 중량%, 또는 약 40 중량%의 낮은 범위에서 약 50 중량%, 약 60 중량%, 약 70 중량%, 약 80 중량%, 약 90 중량%, 또는 약 100 중량%의 높은 범위의 함량으로 포함할 수 있다. 또 다른 방법은, 적어도 하나의 특정 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 임의의 함량의 시클로알칸 또는 임의의 함량의 시클로알칸류의 조합을 포함할 수 있다. 적어도 하나의 구현예에서, 상기 캐리어 유체에서 시클로헥산의 함량은 약 1 중량% 내지 약 20 중량%, 약 10 중량% 내지 약 30 중량%, 약 20 중량% 내지 약 40 중량%, 약 30 중량% 내지 약 50 중량%, 약 40 중량% 내지 약 60 중량%, 약 50 중량% 내지 약 70 중량%, 약 60 중량% 내지 약 80 중량%, 약 70 중량% 내지 약 90 중량%, 또는 약 80 중량% 내지 약 100 중량%의 범위일 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 100 중량%, 95 중량% 미만, 90 중량% 미만, 85 중량% 미만, 80 중량% 미만, 75 중량% 미만, 70 중량% 미만, 65 중량% 미만, 60 중량% 미만, 55 중량% 미만, 50 중량% 미만, 45 중량% 미만, 40 중량% 미만, 35 중량% 미만, 30 중량% 미만, 25 중량% 미만, 20 중량% 미만, 15 중량% 미만, 10 중량% 미만, 5 중량% 미만, 4 중량% 미만, 3 중량% 미만, 2 중량% 미만, 또는 1 중량% 미만의 함량으로 하나 이상의 시클로알칸류일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 적어도 1 중량%, 적어도 2 중량%, 적어도 3 중량%, 적어도 4 중량%, 적어도 5 중량%, 적어도 10 중량%, 적어도 15 중량%, 적어도 20 중량%, 적어도 25 중량%, 적어도 30 중량%, 적어도 35 중량%, 적어도 40 중량%, 적어도 45 중량%, 적어도 50 중량%, 적어도 55 중량%, 적어도 60 중량%, 적어도 65 중량%, 적어도 70 중량%, 적어도 75 중량%, 적어도 80 중량%, 적어도 85 중량%, 적어도 90 중량%, 적어도 95 중량%, 또는 100 중량%의 함량으로 하나 이상의 시클로알칸류일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다.

[0098]

하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 넓은 범위의 탄소원자를 갖는, 하나 이상의 탄화수소류, 예를 들어 파라핀계 탄화수소류, 나프텐계 탄화수소류, 방향족 탄화수소류, 식물계 또는 식물 유래의 오일, 미네랄 오일, 및/또는 염소화된 탄화수소류일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 캐리어 유체는 적어도 6, 적어도 8, 적어도 10, 적어도 12, 적어도 14, 적어도 16, 적어도 18, 적어도 20, 적어도 22, 적어도 24, 적어도 26, 적어도 28, 적어도 30, 적어도 32, 적어도 34, 적어도 36, 적어도 38, 적어도 40, 적어도 42, 적어도 44, 적어도 46, 적어도 48, 적어도 50, 적어도 52, 적어도 54, 적어도 56, 적어도 58, 또는 적어도 60 개의 탄소원자를 갖는 하나 이상의 탄화수소류일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 캐리어 유체는 약 6, 약 8, 약 10, 약 12, 약 14, 약 16, 약 18, 약 20, 약 22, 약 24, 약 26, 약 28, 또는 약 30의 낮은 범위에서 약 32, 약 34, 약 36, 약 38, 약 40, 약 42, 약 44, 약 46, 약 48, 약 50, 약 58, 약 60, 약 70, 약 80, 약 90, 약 100, 약 110, 약 120, 약 130, 약 140, 또는 약 150 개의 높은 범위의 탄소원자를 갖는 하나 이상의 탄화수소류를 포함한다.

[0099]

하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 적어도 5 중량%, 적어도 10 중량%, 적어도 15 중량%, 적어도 20 중량%, 적어도 25 중량%, 적어도 30 중량%, 적어도 35 중량%, 적어도 40 중량%, 적어도 45 중량%, 적어도 50 중량%, 적어도 55 중량%, 적어도 60 중량%, 적어도 65 중량%, 적어도 70 중량%, 적어도 75 중량%, 적어도 80 중량%, 적어도 85 중량%, 적어도 90 중량%, 적어도 95 중량%, 또는 100 중량%의 함량으로 적어도 8 개의 탄소원자를 갖는 탄화수소일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 적어도 5

탄화수소를 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 적어도 5 중량%, 적어도 10 중량%, 적어도 15 중량%, 적어도 20 중량%, 적어도 25 중량%, 적어도 30 중량%, 적어도 35 중량%, 적어도 40 중량%, 적어도 45 중량%, 적어도 50 중량%, 적어도 55 중량%, 적어도 60 중량%, 적어도 65 중량%, 적어도 70 중량%, 적어도 75 중량%, 적어도 80 중량%, 적어도 85 중량%, 적어도 90 중량%, 적어도 95 중량%, 또는 100 중량%의 함량으로 적어도 34 개의 탄소원자를 갖는 탄화수소를 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 적어도 5 중량%, 적어도 10 중량%, 적어도 15 중량%, 적어도 20 중량%, 적어도 25 중량%, 적어도 30 중량%, 적어도 35 중량%, 적어도 40 중량%, 적어도 45 중량%, 적어도 50 중량%, 적어도 55 중량%, 적어도 60 중량%, 적어도 65 중량%, 적어도 70 중량%, 적어도 75 중량%, 적어도 80 중량%, 적어도 85 중량%, 적어도 90 중량%, 적어도 95 중량%, 또는 100 중량%의 함량으로 적어도 36 개의 탄소원자를 갖는 탄화수소를 포함할 수 있다. 상기 캐리어 유체는 적어도 5 중량%, 적어도 10 중량%, 적어도 15 중량%, 적어도 20 중량%, 적어도 25 중량%, 적어도 30 중량%, 적어도 35 중량%, 적어도 40 중량%, 적어도 45 중량%, 적어도 50 중량%, 적어도 55 중량%, 적어도 60 중량%, 적어도 65 중량%, 적어도 70 중량%, 적어도 75 중량%, 적어도 80 중량%, 적어도 85 중량%, 적어도 90 중량%, 적어도 95 중량%, 또는 100 중량%의 함량으로 적어도 38 개의 탄소원자를 갖는 탄화수소를 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 캐리어 유체는 적어도 5 중량%, 적어도 10 중량%, 적어도 15 중량%, 적어도 20 중량%, 적어도 25 중량%, 적어도 30 중량%, 적어도 35 중량%, 적어도 40 중량%, 적어도 45 중량%, 적어도 50 중량%, 적어도 55 중량%, 적어도 60 중량%, 적어도 65 중량%, 적어도 70 중량%, 적어도 75 중량%, 적어도 80 중량%, 적어도 85 중량%, 적어도 90 중량%, 적어도 95 중량%, 또는 100 중량%의 함량으로 적어도 40 개의 탄소원자를 갖는 탄화수소를 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 적어도 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 28, 30, 32, 34, 36, 38, 또는 40 개의 탄소원자를 갖는 적절한 탄화수소류는 약 40, 약 50, 약 60, 약 70, 약 80, 약 100, 약 110, 약 120, 약 130, 약 140, 또는 약 150 개까지의 탄소원자를 가질 수 있다.

[0100] 본 명세서에서 논의되고 기술된 임의의 하나 이상의 성분들이 두 개 이상의 상이한 화합물을 포함하는 경우, 그러한 두 개 이상의 상이한 화합물은 서로에 대하여 임의의 비율로 존재할 수 있다. 예를 들어, 상기 폐놀성 화합물이 제1 폐놀성 화합물 및 제2 폐놀성 화합물을 포함하는 경우, 상기 폐놀성 화합물은 상기 제1 폐놀성 화합물 및 상기 제2 폐놀성 화합물의 총 중량을 기준으로 하여 약 1 중량% 내지 약 99 중량% 범위의 상기 제1 폐놀성 화합물의 농도 및 역으로 약 99 중량% 내지 약 1 중량%의 상기 제2 폐놀성 화합물의 농도를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 제1 폐놀성 화합물의 함량은 상기 제1 폐놀성 화합물 및 상기 제2 폐놀성 화합물의 총 중량을 기준으로 하여 약 5 중량%, 약 10 중량%, 약 15 중량%, 약 20 중량%, 약 25 중량%, 약 30 중량%, 약 35 중량%, 약 40 중량%, 또는 약 45 중량%의 낮은 범위에서 약 60 중량%, 약 65 중량%, 약 70 중량%, 약 75 중량%, 약 80 중량%, 약 85 중량%, 약 90 중량%, 또는 약 95 중량%의 높은 범위일 수 있다. 상기 가교결합 화합물, 촉매, 및/또는 액체 매질이 두 개 이상의 상이한 화합물을 포함하는 경우, 이러한 두 개 이상의 상이한 화합물은 상기 제1 폐놀성 화합물 및 상기 제2 폐놀성 화합물과 비슷한 함량으로 존재할 수 있다.

[0101] 상기 모노머 성분의 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합은 하나 이상의 충전제 재료의 존재 하에 수행될 수 있다. 즉, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼은 하나 이상의 충전제 재료를 포함할 수 있다. 상기 충전제 재료는 상기 모노머 성분, 상기 프리폴리미, 상기 캐리어 유체, 또는 이들의 임의의 조합과 결합될 수 있다. 상기 충전제 재료는 고체 입자, 중공 입자, 다공성 입자, 또는 이들의 임의의 조합일 수 있거나 또는 이들을 포함할 수 있다. 예시적인 충전제 재료는 갖는 괴간 껍질과 같은 자연적으로 발생하는 유기 충전제 재료, 무기 산화물, 무기 탄화물, 무기 질화물, 무기 수산화물, 히드록시 코팅을 갖는 무기 산화물, 무기 카보니트라이드류(carbonitrides), 무기 옥시나트라이드류(oxynitrides), 무기 봉화물, 무기 보로카바이드류(borocarbides), 또는 이들 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 충전제 재료로서 사용하기에 적합한 재료는 미국 특허출원공개 제2006/0078682호 및 제2008/0277115호에서 논의되고 기술된 것들을 포함할 수 있다. 상기 충전제 재료는 상기 충전제 재료의 코어와 그 위에 배치된 젤의 외층을 갖는 젤 형태의 폴리머 입자를 제조하기 위해 상기 젤 형태 폴리머로 코팅될 수 있다. 상기 젤 형태의 입자는 단일 충전제 성분 또는 충전제 입자 또는 복수의 충전제 성분들 또는 충전제 입자들을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 젤 형태의 입자는 약 1 개의 별개의 충전제 성분에서 약 10 개, 약 20 개, 약 30 개, 약 40 개, 약 50 개, 약 60 개, 약 70 개, 약 80 개, 약 90 개, 약 100 개, 약 150 개, 약 200 개, 약 250 개, 약 500 개, 약 1,000 개, 약 1,500 개, 약 2,000 개, 약 10,000 개, 약 20,000 개 또는 그 이상까지의 별개의 충전제 성분들을 어디에서도 포함할 수 있다. 상기 충전제 성분의 크기는, 적어도 부분적으로, 임의의 주어진 젤 형태의 폴리머 입자 내의 특정 충전제 성분 입자들의 수를 결정할 수 있다.

[0102] 상기 모노머 성분의 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합은 또한 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 수율, 가교결합 밀도, 및/또는 강도를 증가시키기 위해 하나 이상의 테트라 알킬 오르쏘실리케이트 및/또는 다른 오르쏘실리케이트의 존재 하에 수행될 수 있다. 예시적인 테트라 알킬 오르쏘실리케이트는 테트라에틸 오르쏘실리케이트, 테트라메

틸 오르쏘실리케이트(TMOS), 또는 이들의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0103] 금속이온이 또한 상기 반응물 혼합물, 상기 모노머 성분, 상기 캐리어 유체, 상기 젤 형태의 폴리머 입자, 상기 젤 형태의 입자로부터 적어도 일부의 임의의 유체를 제거함으로써 제조된 건조 폴리머 입자, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼, 또는 이들의 임의의 조합에 의도적으로 도핑 또는 첨가될 수 있다. 예를 들어, 금속 도핑된 푸르푸랄과 같은 금속 도핑된 탄화수소류가 상기 젤 형태 폴리머 입자에 금속을 첨가하거나 및/또는 탄소의 수율을 증가시키기 위해 상기 모노머 성분 및/또는 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼과 결합될 수 있다.

[0104] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 또한 하나 이상의 전기화학적 개질제 또는 도편트를 포함할 수 있다. 상기 전기화학적 개질제는 상기 탄소 재료의 전기화학적 성능을 최적화하도록 선택될 수 있다. 상기 전기화학적 개질제는 전술한 중합 단계가 개시되기 전에, 중합 단계 중에, 및/또는 중합 단계가 개시된 후에 첨가될 수 있다. 예를 들어, 상기 전기화학적 개질제는 전술한 혼합물, 모노머 성분, 캐리어 유체, 촉매, 프리폴리머에 첨가될 수 있거나 또는 다른 방식으로 상기 중합 공정 내에 포함될 수 있다.

[0105] 전기화학적 개질제는 탄소 재료의 전기화학적 성능을 변경(예를 들어, 향상 또는 감소)할 수 있는 임의의 화학 원소, 화학 원소를 포함하는 화합물 또는 상이한 화학 원소들 및 화합물들의 임의의 조합일 수 있다. 전기화학적 개질제는 탄소 재료의 저항, 용량, 출력 성능(power performance), 안정성, 및 다른 특성을 변화(증가 또는 감소)시킬 수 있다. 전기화학적 개질제는 일반적으로 원하는 전기화학적 효과를 부여한다. 반대로, 탄소 재료의 불순물은 일반적으로 바람직하지 않으며, 상기 탄소 재료의 전기화학적 성능을 향상하기보다는 오히려 저하시키는 경향이 있다. 본 명세서의 범주 내에서 전기화학적 개질제의 예는, 주기율표의 그룹 12-15의 원소들, 및 이러한 원소들을 포함하는 화합물 또는 산화물, 황, 텉스텐 및 은과 같은 다른 원소들 및 이들의 조합 또는 혼합물을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 예를 들어, 전기화학적 개질제는 납, 주석, 안티몬, 비스무트, 비소, 텉스텐, 은, 아연, 카드뮴, 인듐, 규소, 이들의 조합, 또는 혼합물뿐만 아니라 이들의 산화물 및 이들을 포함하는 화합물을 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0106] 특정 구현예에서 상기 전기화학적 개질제는 리튬 금속(예를 들어, 규소, 주석, 황)에 대하여 3에서 0 V로 리튬화하는 능력을 갖는 원소를 포함한다. 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 리튬 금속(예를 들어, 철 산화물, 몰리브데넘 산화물, 티타늄 산화물)에 대하여 3에서 0 V로 리튬화하는 능력을 갖는 금속 산화물을 포함한다. 또 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 리튬 금속(예를 들어, 알루미늄, 망간, 니켈, 금속 인산염류)에 대하여 3에서 0V로 리튬화하지 않는 원소들을 포함한다. 또 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 비금속 원소(예를 들어, 불소, 질소, 수소)를 포함한다. 또 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 임의의 전술한 전기화학적 개질제 또는 이들의 임의의 조합(예를 들어, 주석-규소, 니켈-티타늄 산화물)을 포함한다.

[0107] 상기 전기화학적 개질제는 임의의 개수의 형태로 제공될 수 있다. 예를 들어, 일부 구현예에서 상기 전기화학적 개질제는 염을 포함한다. 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 원소의 형태, 예를 들어 철, 주석, 규소, 니켈 또는 망간의 형태로 하나 이상의 원소들을 포함한다. 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 예를 들어, 철 산화물, 주석 산화물, 규소 산화물, 니켈 산화물, 알루미늄 산화물, 또는 망간 산화물의 산화된 형태로 하나 이상의 원소들을 포함한다.

[0108] 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 철을 포함한다. 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 주석을 포함한다. 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 규소를 포함한다. 일부 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 니켈을 포함한다. 또 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 알루미늄을 포함한다. 또 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 망간을 포함한다. 또 다른 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 Al₂O₃를 포함한다. 특정 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 철, 주석, 규소, 니켈, 알루미늄, 및 망간으로부터 선택할 수 있거나 또는 이들의 임의의 조합 또는 혼합물이 선택될 수 있다. 일부 구현예에서, 상기 전기화학적 개질제는 규소이고, 다른 구현예에 있어서 상기 전기화학적 개질제는 질소이다.

[0109] 질소가 또한 상기 반응물 혼합물, 상기 모노머 성분, 상기 캐리어 유체, 상기 젤 형태의 폴리머 입자, 상기 젤 형태의 입자로부터 적어도 일부의 임의의 유체를 제거함으로써 생성된 건조 폴리머 입자, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼, 또는 이들의 조합에 의도적으로 도핑 또는 첨가될 수 있다. 예를 들어, 질소-풍부(nitrogen-rich) 화합물은 상기 젤 형태의 폴리머 입자에 질소를 첨가하기 위해 상기 모노머 성분 및/또는 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼과 결합될 수 있다. 상기 젤 형태 및/또는 건조된 형태의 폴리머 입자 중의 질소의 농도를 추가 또는 증가시킴으로써 하나 이상의 최종 제품, 예를 들어 탄화된 입자의 용량을 향상시킬 수 있다. 예시적인 질소 공급원은 우레아, 멜라민, 질산, 또는 이들 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

- [0110] 본 명세서에서 논의되고 기술된 상기 혼탁 및/또는 에멀젼 중합법의 하나의 대안으로서 하나 이상의 대안적인 중합 공정들이 겔 형태 및/또는 비겔(non-gel) 형태의 폴리머 입자를 제조하기 위해 사용될 수 있다. 예를 들어, 하나의 대안적인 공정은 상기 모노머 성분이 초기에 기상으로 존재하고 상기 폴리머 입자가 유동화 또는 기체상 매질 내에서 형성되는 기상 중합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.
- [0111] 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하기 위해 사용되는 혼탁액 및/또는 에멀젼 중합 공정은 임의의 계면활성제의 사용 없이 또는 이의 실질적인 부존재하에 행해지거나 또는 수행될 수 있음이 주목되어야 한다. 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 또는 분산 중합 공정에 결여될 수 있는 예시적인 계면활성제는 SPAN™ 80, SPAN™ 85, SPAN™ 65, SPAN™ 60, SPAN™ 40, SPAN™ 20, Tween® 80, TWEEN® 40, TWEEN® 20, TWEEN® 21, TWEEN® 60, TRITON-X® 100, 레시틴 P123, CTAB 등을 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 다른 예에서, 상기 계면활성제는 약 100 달톤 내지 약 2,000 달톤의 분자량을 갖는 비이온성 계면활성제일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 적절한 비이온성 계면활성제는 약 100, 약 200, 약 300, 약 400, 약 500, 약 600, 약 700, 약 800, 또는 약 900 달톤의 낮은 범위에서 약 1,100, 약 1,300, 약 1,500, 약 1,700, 약 1,900, 약 2,100, 약 2,300, 약 2,500, 약 2,700, 약 3,000, 약 3,300, 약 3,500, 약 3,700, 또는 약 4000 달톤의 높은 범위의 분자량을 가질 수 있다.
- [0112] 상기 캐리어 유체는 계면활성제를 결여하거나 또는 실질적으로 결여할 수 있다. 상기 반응물 혼합물을 포함하는 혼탁액 및/또는 에멀젼은 또한 계면활성제를 결여하거나 또는 실질적으로 결여할 수 있다. 본 명세서에서 사용되는 용어 "계면활성제를 본질적으로 결여하는(essentially free of any surfactant)"이 상기 캐리어 유체에 대하여 사용되는 경우, 상기 캐리어 유체 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만, 0.5 중량% 미만, 0.3 중량% 미만, 0.2 중량% 미만, 0.1 중량% 미만, 0.7 중량% 미만, 0.05 중량% 미만, 0.3 중량% 미만, 0.01 중량% 미만, 0.007 중량% 미만, 0.005 중량% 미만, 0.003 중량% 미만, 0.001 중량% 미만, 0.0007 중량% 미만, 또는 0.0005 중량% 미만을 함유하는 캐리어 유체를 지칭한다. 본 명세서에서 사용되는 용어 "계면활성제를 본질적으로 결여하는(essentially free of any surfactant)"이 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼에 대하여 사용되는 경우, 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만, 0.5 중량% 미만, 0.3 중량% 미만, 0.2 중량% 미만, 0.1 중량% 미만, 0.7 중량% 미만, 0.05 중량% 미만, 0.3 중량% 미만, 0.01 중량% 미만, 0.007 중량% 미만, 0.005 중량% 미만, 0.003 중량% 미만, 0.001 중량% 미만, 0.0007 중량% 미만, 또는 0.0005 중량% 미만을 함유하는 혼탁액 및/또는 에멀젼을 지칭한다.
- [0113] 하나 이상의 구현예에서, 계면활성제가 상기 반응 혼합물에 존재할 수 있다. 이론에 의해 한정되고자 하는 것은 아니지만, 상기 혼합물에 존재하는 계면활성제의 함량은 수득된 겔 및/또는 탄소 재료의 물성을 제어하기 위해 변경될 수 있는 파라미터가 될 수 있다고 믿어진다. 예를 들어, 약 2 % 이하의 계면활성제의 농도는 메조포러스(mesoporous) 탄소와 관련될 수 있는 반면, 더 높은 계면활성제 농도는 마이크로포러스(microporous) 탄소와 연관될 수 있다. 그러나, 계면활성제의 높은 농도(예를 들어, 약 30 % 초과)는 효과적인 것으로 보이지 않는다. 계면활성제가 일부 구현예에서 바람직할 수 있지만, 상기 개시된 방법들의 모든 구현예에서 필요하지는 않다.
- [0114] 계면활성제가 존재하는 일부 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액 또는 이들의 조합은 약 0.01 %, 약 0.05 %, 약 0.1 %, 약 0.5 %, 약 1 %, 약 1.5 %, 약 2 %, 약 3 %, 또는 약 5 %의 낮은 범위에서 약 7 %, 약 10 %, 약 12 %, 약 14 %, 약 16 %, 약 18 %, 약 20 %, 약 22 %, 약 24 % 또는 약 26 %의 높은 범위의 계면활성제(중량/중량)를 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 에멀젼, 혼탁액 또는 이들의 조합은 약 0.2 % 내지 약 20 %, 약 0.6 % 내지 약 15 %, 약 4 % 내지 약 13 %, 약 7 % 내지 약 14 %, 약 9 % 내지 약 11 %, 또는 약 8 % 내지 약 14 %의 계면활성제(중량/중량)를 포함할 수 있다. 다른 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액, 또는 이들의 조합은 약 0.1% 내지 약 10%의 계면활성제(중량/중량), 예를 들어 약 5%의 계면활성제(중량/중량)를 포함할 수 있다. 다른 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액, 또는 이들의 조합은 약 0.1% 내지 약 2%의 계면활성제(중량/중량), 예를 들어 약 0.5% 또는 약 1%의 계면활성제(중량/중량)를 포함할 수 있다. 다른 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액, 또는 이들의 조합은 약 0.01% 내지 약 1.0%의 계면활성제(중량/중량), 예를 들어 약 0.1% 내지 약 1.0%의 계면활성제(중량/중량)를 포함할 수 있다. 다른 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액, 또는 이들의 조합은 약 1.0% 내지 약 2.0%의 계면활성제(중량/중량)를 포함할 수 있다. 다른 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액, 또는 이들의 조합은 약 2.0% 내지 약 5.0%의 계면활성제(중량/중량)를 포함할 수 있다. 다른 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액, 또는 이들의 조합은 약 5.0% 내지 약 10%의 계면활성제(중량/중량)를 포함할 수 있다. 일부 특정 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액, 또는 이들의 조합은 약 0.1%, 약 0.2%, 약 0.3%, 약 0.4%, 약 0.5%, 약 0.6%, 약 0.7%, 약 0.8%, 약 0.9%, 약 1.0%, 약 1.1%, 약 1.2%, 약 1.3%, 약 1.4%, 약 1.5%, 약 1.6%, 약

1.7%, 약 1.8%, 약 1.9% 또는 약 2.0%의 계면활성제(중량/중량)를 포함할 수 있다. 다른 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액, 또는 이들의 조합은 약 9.0% 내지 약 11.0%, 약 0.05% 내지 약 1.1%의 계면활성제 또는 약 0.9% 내지 약 1.1%의 계면활성제(중량/중량)를 포함한다.

[0115] 일부 구현예에서, 상기 계면활성제의 수준은 임계 마이셀 농도 또는 "CMC"보다 높은 농도로 존재할 수 있다. 본 명세서에서 사용되는, 용어 "임계 마이셀 농도 또는 CMC"는 계면활성제(들)이 마이셀을 형성하고 시스템에 첨가된 모든 추가적인 계면활성제(들)이 마이셀로 가는 것보다 높은 농도로 정의된다. 다른 구현예에서, 상기 계면활성제의 수준은 상기 CMC 보다 낮은 농도로 존재할 수 있다. 예를 들어, 상기 계면활성제의 수준은 상기 CMC의 100 % 미만, 95 % 미만, 90 % 미만, 85 % 미만, 80 % 미만, 75 % 미만, 70 % 미만, 65 % 미만, 60 % 미만, 55 % 미만, 50 % 미만, 45 % 미만, 40 % 미만, 35 % 미만, 30 % 미만, 25 % 미만, 20 % 미만, 15 % 미만, 10 % 미만, 5 % 미만, 3 % 미만, 2 % 미만, 1 % 미만, 0.5 % 미만, 0.3 % 미만, 0.1 % 미만, 0.05 % 미만, 또는 0.01 % 미만의 농도로 존재할 수 있다. 전술한 바와 같이, 적어도 하나의 특정 구현예에서, 상기 에멀젼, 혼탁액, 또는 이들의 조합은 계면활성제를 결여할 수 있다.

[0116] 하나 이상의 구현예에서, 원한다면 하나 이상의 계면활성제가 상기 혼탁액 및/또는 에멀젼에 첨가될 수 있다. 예를 들어, 노닐페놀 에톡실레이트 및/또는 톤클리 지방산 글리세롤 에스테르 ("TOFA-글리세롤 에스테르")와 같은 비이온성 계면활성제가 사용될 수 있다. 적절한 상업적으로 입수가능한 계면활성제는 SPAN 80, Triton X-100, Lecithin P123, CTAB 등을 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 상기 계면활성제의 함량은 예를 들어, 약 0.3 중량%, 약 0.5 중량%, 약 0.7 중량%, 약 1 중량%, 또는 약 1.5 중량%의 낮은 범위에서 약 2 중량%, 약 3 중량%, 약 5 중량%, 약 10 중량%, 또는 약 15 중량%의 높은 범위일 수 있다.

[0117] 상기 모노머 성분, 상기 프리폴리머, 또는 이들의 조합은 또한 하나 이상의 다른 첨가제를 포함할 수 있음이 주목되어야 한다. 예시적인 첨가제는 황, 카본 블랙, 산화방지제, 산화 아연, 촉진제, 셀룰로오스, 충전제, 유동성 개질제(rheology modifier), 증점제, 습윤제, 착색제, 윤활제, 레벨링제, UV 안정제, 가소제, 실리카, 가공오일(processing oil), 연화 오일(softening oil), 발포제(bloating agents), 또는 이들의 임의의 조합을 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0118] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 약 0.1 mm 이상, 약 0.5 mm 이상, 약 1 mm 이상, 약 1.5 mm 이상, 약 2 mm 이상, 약 2.5 mm 이상, 약 3 mm 이상, 약 3.5 mm 이상, 약 4 mm 이상, 약 4.5 mm 이상, 약 5 mm 이상, 약 5.5 mm 이상, 또는 약 6 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 약 0.1 mm, 약 0.5 mm, 약 1 mm, 약 1.5 mm, 약 2 mm, 약 2.5 mm, 약 3 mm, 약 3.5 mm, 또는 약 4 mm의 낮은 범위에서 약 5 mm, 약 7 mm, 약 10 mm, 약 12 mm, 약 15 mm, 약 18 mm, 약 20 mm, 약 25 mm, 또는 약 30 mm의 높은 범위까지의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 약 1 μm, 약 10 μm, 약 50 μm, 약 100 μm, 약 200 μm, 약 300 μm, 약 500 μm, 약 700 μm, 또는 약 1000 μm의 낮은 범위에서 약 1.1 mm, 약 1.3 mm, 약 1.5 mm, 약 2 mm, 약 3 mm, 약 4 mm, 약 5 mm, 약 7 mm, 또는 약 10 mm의 높은 범위까지의 평균 단면 길이를 가질 수 있다.

[0119] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 입자 크기 분포를 가질 수 있고, 즉 임의의 두 개의 젤 형태의 폴리머 입자에 대한 평균 단면 길이는 변할 수 있다. 예를 들어, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %는 1 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %는 1.1 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1.2 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1.3 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1.5 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1.7 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 2 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 또 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 약 1 mm, 약 1.2 mm, 약 1.4 mm, 약 1.6 mm, 약 1.8 mm, 약 2.1 mm, 약 2.3 mm, 또는 약 2.5 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질

수 있다. 또 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 약 1 mm, 약 1.5 mm, 약 2 mm, 약 2.5 mm, 약 3 mm, 약 3.5 mm, 약 4 mm, 약 4.5 mm, 약 5 mm, 또는 약 5.5 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는다. 또 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 약 1 mm, 약 1.5 mm, 약 2 mm, 약 2.5 mm, 약 3 mm, 약 3.5 mm, 또는 약 4 mm 이상의 평균 단면 길이 및 약 30 mm, 약 25 mm, 약 20 mm, 약 18 mm, 약 15 mm, 약 12 mm, 약 10 mm, 약 7 mm, 또는 약 5 mm 미만의 평균 단면 길이를 가질 수 있다.

[0120] 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 입자 크기 분포는 1,000 미만의 다분산 지수 (polydispersity index) ($D_{v,90} - D_{v,10}$) / $D_{v,50}$ 를 가질 수 있다(여기서 $D_{v,10}$, $D_{v,50}$ 및 $D_{v,90}$ 은 각각 10 %, 50 % 및 90 %의 부피 입자 크기 분포이다). 예를 들어, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 1000 미만, 700 미만, 500 미만, 300 미만, 100 미만, 50 미만, 25 미만, 10 미만, 5 미만, 3 미만, 2 미만, 1.5 미만, 또는 1 미만의 다분산 지수를 가질 수 있다. 상기 부피 평균 입자 크기는 개별 입자들의 육안 계수 및 측정에 의하거나, 또는 혼탁 유체 내의 입자들의 레이저 광 산란에 의해 측정될 수 있다.

[0121] 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 제조는, 두 개 이상의 폴리머 입자 크기 분포의 개체 (populations)군이 생성될 수 있도록 제어될 수 있고, 예를 들어, 유기 상으로의 수상(aqueous phase)의 도입이 실시될 수 있다. 이와 같이, 최종 폴리머 입자 분포는 하나 또는 두 개 이상의 노드(nodes)를 포함할 수 있고, 여기서 최고 노드 및 최저 노드 사이의 비율은 약 1,000 이하, 약 500 이하, 약 200 이하, 약 100 이하, 약 50 이하, 약 25 이하, 약 10 이하, 약 5 이하, 또는 약 2 이하이다.

[0122] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 약 50 m^2/g , 약 100 m^2/g , 약 200 m^2/g , 약 400 m^2/g , 또는 약 500 m^2/g 의 낮은 범위에서 약 800 m^2/g , 약 1,100 m^2/g , 약 1,400 m^2/g , 약 1,700 m^2/g , 또는 약 2,000 m^2/g 의 높은 범위의 표면 적을 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 표면적은 약 75 m^2/g 내지 약 700 m^2/g , 약 350 m^2/g 내지 약 1,000 m^2/g , 약 850 m^2/g 내지 약 1,750 m^2/g , 또는 약 600 m^2/g 내지 약 1,300 m^2/g 일 수 있다.

[0123] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 약 0.2 nm, 약 0.5 nm, 약 1 nm, 약 5 nm, 또는 약 10 nm의 낮은 범위에서 약 100 nm, 약 200 nm, 약 300 nm, 약 400 nm, 또는 약 500 nm의 높은 범위의 기공 크기를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 기공 크기는 약 3 nm 내지 약 75 nm, 약 15 nm 내지 약 150 nm, 약 40 nm 내지 약 450 nm, 또는 약 20 nm 내지 약 300 nm일 수 있다.

[0124] 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 기공 크기는 또한 (2 nm 이하의) 마이크로포러스, (2 nm 내지 약 50 nm의) 메조포러스, 또는 (50 nm 초과의) 매크로포러스로 지칭될 수 있다. 상기 폴리머 입자는 단지 마이크로포러스 기공 크기 분포, 메조포러스 기공 크기 분포, 또는 매크로포러스 기공 크기 분포를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 폴리머 입자는 마이크로포러스 기공 크기, 메조포러스 기공 크기, 및/또는 매크로포러스 기공 크기 분포의 조합을 가질 수 있다.

[0125] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 모노모달(monomodal)의 기공 크기 분포, 바이모달(bimodal)의 기공 크기 분포, 또는 멀티모달(multi-modal)의 기공 크기 분포를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 폴리머 입자는 단지 모노모달의 기공 크기 분포, 바이모달의 기공 크기 분포, 또는 멀티모달의 기공 크기 분포를 가질 수 있다.

[0126] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 약 0.05 cm^3/g , 약 0.1 cm^3/g , 약 0.5 cm^3/g , 약 1 cm^3/g , 또는 약 1.5 cm^3/g 의 낮은 범위에서 약 2 cm^3/g , 약 2.5 cm^3/g , 약 3 cm^3/g , 약 3.5 cm^3/g , 또는 약 4 cm^3/g 의 높은 범위의 기공 부피를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 표면적은 약 0.05 cm^3/g 내지 약 1 cm^3/g , 약 0.7 cm^3/g 내지 약 3.5 cm^3/g , 약 0.5 cm^3/g 내지 약 3 cm^3/g , 또는 약 2.5 cm^3/g 내지 약 4 cm^3/g 일 수 있다.

[0127] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 에어로겔, 크세로겔 및/또는 크리오겔 입자를 생성하기 위해 추가로 가공될 수 있다. 상기 특정 최종 생성물은 상기 젤 형태의 폴리머 입자로부터 액체 매질 및/또는 캐리어 유체를 제거하기 위해 사용되는 특정 공정에 적어도 부분적으로 의존할 수 있다. 예를 들어, 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 에어로겔로 전환시키는 공정은 상기 액체 매질 및/또는 상기 캐리어 유체의 초임계(supercritical) 추출을 포함할 수 있다. 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 크세로겔로 전환시키는 공정은 상기 액체 매질 및/또는 상기 캐리어 유체를 제거하기 위한 공기 건조를 포함할 수 있다. 다른 예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자를

크리오겔로 전환시키는 공정은 상기 액체 매질 및/또는 상기 캐리어 유체를 제거하기 위한 동결 건조를 포함할 수 있다.

[0128] 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 상기 캐리어 유체로부터 분리되어 분리된 젤 형태의 중합체 입자를 제공할 수 있다. 상기 폴리머 입자 및 상기 캐리어 유체는 적절한 시스템, 장치, 또는 시스템 및/또는 장치의 조합을 이용하여 서로로부터 분리될 수 있다. 예를 들어, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 고체 보울 원심분리기(solid bowl centrifuge), 디캔터 보울 원심분리기(decanter bowl centrifuge), 고속 디스크 보울 원심분리기(high speed disc bowl centrifuge), 디캔터 원심분리기, 사이클론, 중력 또는 침강(sedimentation), 부유, 여과 등, 및 이들의 조합을 이용하여 상기 캐리어 유체로부터 분리될 수 있다.

[0129] 상기 분리된 캐리어 유체는 재사용될 수 있다. 예를 들어, 상기 분리된 캐리어 유체는 동일하거나 또는 다른 맵서, 반응기, 또는 다른 용기로 재순환되어 그 내부에 상기 캐리어 유체의 적어도 일부를 제공할 수 있다. 상기 분리된 캐리어 유체는 세정 공정, 예를 들어 여과, 가열, 스크리닝, 원심분리 등을 거쳐 재사용 전에 그 내부의 오염물의 적어도 일부를 제거할 수 있다.

[0130] 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 내부 및/또는 그 위에 함유된 액체 및/또는 캐리어 유체는 용매 교환을 통해 더 휘발성인 용매로 대체될 수 있다. 예를 들어, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 탄화수소 용매, 예를 들어 아세톤과 접촉될 수 있으며, 상기 탄화수소 용매는 상기 액체 매질 및/또는 상기 캐리어 유체의 적어도 일부를 상기 탄화수소 용매와 함께 제거할 수 있다. 상기 탄화수소 용매는 상기 젤 형태의 폴리머 입자로부터 이후 더 용이하게 제거되어 초임계 추출, 공기 건조, 동결 건조 등을 통해 실질적으로 건조된 폴리머 입자를 제공할 수 있다. 그러나, 상기 액체 및/또는 캐리어 유체를 함유하는 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 또한 초임계 추출, 공기 건조 또는 동결 건조를 통해 건조될 수 있다.

[0131] 하나 이상의 구현예에서, 상기 젤 형태의 폴리머 젤 입자는 열분해 및/또는 활성화 전에 동결 건조될 수 있으나, 그러한 건조는 필요하지 않고 상기 폴리머 젤은 건조 없이 열분해 및/또는 활성화될 수 있다. 예를 들어, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 -10 °C 미만, -15 °C 미만, -20 °C 미만, -30 °C 미만, -40 °C 미만, 또는 -50 °C 미만의 온도를 갖는 매질에의 침지를 통해 동결될 수 있다. 예를 들어, 상기 매질은 액체 질소 또는 드라이아이스 중의 에탄올(또는 다른 유기 용매) 또는 다른 수단에 의해 냉각된 에탄올일 수 있다. 일부 구현예에서, 동결건조는 약 1,000 mTorr 미만, 약 1,500 mTorr 미만, 약 2,500 mTorr 미만, 약 3,000 mTorr 미만, 또는 약 3,500 mTorr 미만의 진공 압력으로 상기 동결된 입자를 처리하는 단계를 포함할 수 있다. 다른 구현예에서, 진공 하의 건조는 1000 mTorr 미만, 900 mTorr 미만, 800 mTorr 미만, 700 mTorr 미만, 600 mTorr 미만, 500 mTorr 미만, 400 mTorr 미만, 300 mTorr 미만, 또는 200 mTorr 미만의 진공 압력으로 상기 동결된 입자를 처리하는 단계를 포함할 수 있다. 대안적으로, 진공 하에 건조는 약 100 mTorr 미만, 90 mTorr 미만, 80 mTorr 미만, 70 mTorr 미만, 또는 50 mTorr 미만의 진공 압력으로 동결된 입자를 처리하는 것을 포함할 수 있다.

[0132] 상기 폴리머 젤 입자를 급속동결하는 다른 방법이 또한 구상된다. 예를 들어, 다른 구현예에서 상기 폴리머 젤은 폴리머 젤 입자를 적절한 냉고체(cold solid), 예를 들어 드라이아이스(고체 이산화탄소)와 공 혼합(co-mingling) 또는 물리적 혼합으로써 빠르게 동결된다. 다른 구상된 방법은 -60 °C의 금속판을 갖는 송풍 냉동기(blast freezer)를 사용하여 상기 금속판의 표면에서 분산된 폴리머 젤 입자로부터 열을 재빨리 제거하는 단계를 포함한다. 폴리머 젤 입자의 물을 급속냉각하는 다른 방법은 매우 빠르게 고진공(진공도는 평형 증기압에 상응하는 온도가 동결을 허용하도록 하는 정도임)을 끌어당김으로써 상기 입자를 한순간에 동결시키는 것이다. 급속동결을 위한 또 다른 방법은 폴리머 젤을 적절하게 냉가스와 혼합하는 단계를 포함한다. 일부 구현예에서 상기 냉가스는 약 -10 °C 미만의 온도를 가질 수 있다. 일부 구현예에서 상기 냉가스는 약 -20 °C 미만의 온도를 가질 수 있다. 일부 구현예에서 상기 냉가스는 약 -30 °C 미만의 온도를 가질 수 있다. 또 다른 구현예에서, 상기 가스는 약 -196 °C의 온도를 가질 수 있다. 예를 들어, 일부 구현예에서, 상기 가스는 질소이다. 또 다른 구현예에서, 상기 가스는 약 -78 °C의 온도를 가질 수 있다. 예를 들어, 일부 구현예에서, 상기 가스는 이산화탄소이다.

[0133] 다른 구현예에서, 상기 폴리머 젤 입자는 -20 °C 이하의 온도의 동결건조기(lyophilizer) 선반 상에서 동결된다. 예를 들어, 일부 구현예에서 상기 폴리머 젤 입자는 -30 °C 이하의 온도의 동결건조기 선반 상에서 동결된다. 일부 다른 구현예에서, 상기 폴리머 젤 모놀리스는 동결 해동 사이클(실온에서 -20 °C 이하로 및 다시 실온으로), 입자를 생성하기 위한 상기 동결 융해된 젤의 물리적 붕괴, 및 이후 추가적인 동결건조 공정을 거친다. 예를 들어, 일부 구현예에서, 상기 폴리머 젤 모놀리스는 동결 융해 사이클(실온에서 -30 °C 이하로 및 다시 실온으로), 입자를 생성하기 위한 상기 동결 융해된 젤의 물리적 붕괴, 및 이후 추가적인 동결건조 공정을

거친다.

- [0134] 상기 젤 형태의 폴리머 입자 내부 및/또는 표면으로부터 상기 액체 및/또는 캐리어 유체의 적어도 일부를 제거하기 위한 적절한 공정들은 미국 특허출원공개 제2011/0028599호에서 논의되고 기술된 것일 수 있다.
- [0135] 상기 용매 중의 적어도 일부를 제거한 후에, 상기 폴리머 입자 또는 "건조 폴리머 입자"는 탄화 또는 열분해 공정을 거쳐 상기 건조된 폴리머 입자로부터 상기 비탄소 성분들, 즉 수소, 산소, 질소, 및 다른 비탄소원자들의 적어도 일부를 제거할 수 있다. 상기 결과로 수득된 탄화된 또는 열분해된 입자는 주로 탄소를 함유한다. 임의의 열분해 또는 탄화 공정이 사용될 수 있다. 일 예에서, 상기 건조된 폴리머 에어로겔, 크세로겔 및/또는 크리오겔 입자는 로터리 킬른(rotary kiln)에 투입되어, 그 내부에서 가열될 수 있다. 상기 열분해 공정은 불활성 분위기, 예를 들어 질소, 아르곤, 또는 다른 불활성 가스 또는 가스 혼합물 하에 수행될 수 있다. 열분해 공정은 통상의 기술자에게 널리 공지되어 있다.
- [0136] 상기 열분해의 지속시간, 즉, 상기 폴리머 입자가 상승된 온도로 유지되는 동안의 시간의 주기는 약 30 초 내지 약 10 시간, 약 1 분 내지 약 5 시간, 약 5 분 내지 약 2 시간, 약 10 분 내지 약 1 시간, 또는 약 20 분 내지 약 45 분의 범위일 수 있다. 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 약 500 °C, 약 600 °C, 약 700 °C, 약 800 °C, 약 900 °C, 또는 약 1000 °C의 낮은 범위에서 약 1,500 °C, 약 1,700 °C, 약 1,900 °C, 약 2,100 °C, 약 2,300 °C 또는 약 2,400 °C의 높은 범위로 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 가열함으로써 열분해될 수 있다. 예를 들어, 상기 열분해 유지 온도(dwell temperance)는 약 500 °C 내지 약 2,400 °C, 약 600 °C 내지 약 1,800 °C, 약 600 °C 내지 약 1,200 °C, 또는 약 650 °C 내지 약 1,100 °C의 범위일 수 있다.
- [0137] 상기 열분해된 미립자는 활성화될 수 있다. 상기 열분해 미립자를 활성화함으로써 통상의 기술자가 공지된 임의의 활성화 공정 또는 활성화 공정들의 조합을 포함할 수 있다. 상기 활성화 시간 및/또는 활성화 온도는 상기 결과로 수득된 활성탄 재료의 성능뿐만 아니라 이의 제조 비용에 영향을 미칠 수 있다. 예를 들어, 상기 활성화 온도 및 상기 활성화 유지 시간을 증가시킴으로써 상기 미립자의 더 높은 활성화 백분율을 생성할 수 있으나, 이는 또한 더 낮은 온도 및 더 짧은 유지 시간에 비하여 더 많은 재료의 제거에 상응할 수 있다. 이와 같이, 더 높은 활성화는 상기 최종 활성탄의 성능을 향상시킬 수 있으나, 또한 전체적인 탄화 생성물을 감소시켜 공정의 비용을 증가시킬 수 있다.
- [0138] 열분해된 폴리머 에어로겔, 크세로겔, 및/또는 크리오겔은 상기 열분해된 폴리머 젤을 활성화제와 접촉시킴으로써 활성화될 수 있다. 예시적인 활성화제는 이산화탄소, 수증기, 산소, 또는 이들의 임의의 조합과 같은 가스일 수 있거나 또는 이를 포함할 수 있다. 다른 활성화제는 다른 화합물 또는 화학물질을 포함할 수 있다.
- [0139] 상기 활성화 공정은 약 1 분 내지 약 2 일, 약 5 분 내지 약 1 일, 약 1 분 내지 약 18 시간, 약 1 분 내지 약 12 시간, 약 5 분 내지 약 8 시간, 약 1 분 내지 약 10 분, 또는 약 1 시간 내지 약 5 시간의 범위일 수 있다.
- [0140] 활성화 공정의 일 예에서, 상기 열분해된 에어로겔, 크세로겔, 및/또는 크리오겔 입자가 청량되어 로터리 킬른에 투입되고 자동화 가스 제어 매니폴드(manifold) 및 제어기가 분당 약 20 °C의 램프 속도로 설정될 수 있다. 적절한 활성화 온도에 도달되자마자, 이산화탄소는 한동안 상기 킬른 환경에 도입될 수 있다. 활성화가 일어난 후, 상기 이산화탄소는 질소에 의해 대체될 수 있고, 상기 킬른은 냉각될 수 있다. 상기 회수된 활성화된 입자는 상기 활성화의 수준을 평가하기 위하여 공정의 말미에 청량될 수 있다. 다른 활성화 공정들이 통상의 기술자에게 널리 공지되어 있다. 상기 활성화 온도는 약 700 °C, 약 800 °C, 약 850 °C 또는 약 900 °C의 낮은 범위에서 약 1,100 °C, 약 1,200 °C, 약 1,300 °C, 또는 약 1,500 °C의 높은 범위일 수 있다. 예를 들어, 상기 활성화 온도는 약 800 °C 내지 약 1,300 °C, 약 900 °C 내지 약 1,050 °C, 또는 약 900 °C 내지 약 1,000 °C의 범위일 수 있다. 통상의 기술자는 더 낮거나 또는 더 높은 다른 활성화 온도가 채용될 수 있다는 것을 인식할 것이다.
- [0141] 상기 활성화의 정도는 상기 활성화 단계 중에 손실되는 상기 열분해된 크리오겔의 질량 퍼센트에 의해 측정될 수 있다. 상기 활성화의 정도는 약 1 %, 약 5 %, 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 또는 약 50 %의 낮은 범위에서 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 99%의 높은 범위의 어디의 범위일 수 있다.
- [0142] 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 0.1 mm 이상, 약 0.5 mm 이상, 약 1 mm 이상, 약 1.5 mm 이상, 약 2 mm 이상, 약 2.5 mm 이상, 약 3 mm 이상, 약 3.5 mm 이상, 약 4 mm 이상, 약 4.5 mm 이상, 약 5 mm 이상, 약 5.5 mm 이상, 또는 약 6 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 0.1 mm, 약 0.5 mm, 약 1 mm, 약 1.5 mm, 약 2 mm, 약 2.5 mm, 약 3 mm, 약 3.5 mm, 또는 약 4 mm의 낮은 범위에서 약 5 mm, 약 7 mm, 약 10 mm, 약 12 mm, 약 15 mm, 약 18

mm, 약 20 mm, 약 25 mm, 또는 약 30 mm의 높은 범위의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 하나 이상의 구현예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 1 μm , 약 10 μm , 약 50 μm , 약 100 μm , 약 200 μm , 약 300 μm , 약 500 μm , 약 700 μm , 또는 약 1,000 μm 의 낮은 범위에서 약 1.1 mm, 약 1.3 mm, 약 1.5 mm, 약 2 mm, 약 3 mm, 약 4 mm, 약 5 mm, 약 7 mm, 또는 약 10 mm의 높은 범위의 평균 단면 길이를 가질 수 있다.

[0143]

상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 입자 크기 분포를 가질 수 있고, 즉, 임의의 두 개의 폴리머 입자 형태에 대한 평균 단면 길이는 변할 수 있다. 예를 들어, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1.1 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1.2 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1.3 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1.5 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 1.7 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 2 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 또 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 약 1 mm, 약 1.2 mm, 약 1.4 mm, 약 1.6 mm, 약 1.8 mm, 약 2.1 mm, 약 2.3 mm, 또는 약 2.5 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다. 또 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 약 10 %, 약 20 %, 약 30 %, 약 40 %, 약 50 %, 약 60 %, 약 70 %, 약 80 %, 약 90 %, 약 95 %, 또는 약 100 %가 약 1 mm, 약 1.5 mm, 약 2 mm, 약 2.5 mm, 약 3 mm, 약 3.5 mm, 약 4 mm, 약 4.5 mm, 약 5 mm, 또는 약 5.5 mm 이상의 평균 단면 길이를 가질 수 있다.

[0144]

상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 100 m^2/g , 약 400 m^2/g , 약 800 m^2/g , 약 1,000 m^2/g , 또는 약 1,200 m^2/g 의 낮은 범위에서 약 2,000 m^2/g , 약 2,500 m^2/g , 약 3,000 m^2/g , 약 3,500 m^2/g , 또는 약 4,000 m^2/g 의 높은 범위인 표면적을 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 100 m^2/g 내지 약 500 m^2/g , 약 300 m^2/g 내지 약 1,400 m^2/g , 약 700 m^2/g 내지 약 2,800 m^2/g , 또는 약 1,600 m^2/g 내지 약 3,800 m^2/g 의 표면적을 가질 수 있다. 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 겔 형태의 폴리머 입자의 표면적은 브루나우어-에메트-텔러(Brunauer/Emmett/Teller) 또는 "BET" 기법에 의해 측정 가능한 물질의 전체 비표면적을 지칭할 수 있다. 상기 BET 기법은 재료에 흡착된 가스의 함량을 측정하기 위해, 불활성 가스, 예를 들어 질소를 채용하여 재료의 접근 가능한 표면적을 결정하기 위해 당해 기술분야에서 일반적으로 사용된다.

[0145]

상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 0.2 nm, 약 0.5 nm, 약 1 nm, 약 5 nm, 또는 약 10 nm의 낮은 범위에서 약 100 nm, 약 200 nm, 약 300 nm, 약 400 nm, 또는 약 500 nm의 높은 범위까지의 기공 크기를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 3 nm 내지 약 75 nm, 약 15 nm 내지 약 150 nm, 약 40 nm 내지 약 450 nm, 또는 약 20 nm 내지 약 300 nm의 기공 크기를 가질 수 있다.

[0146]

상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 기공 크기는 (2nm 이하의) 마이크로포러스, (2nm 내지 약 50nm의) 메조포러스, 또는 (50nm 초과의) 매크로포러스로 또한 지칭될 수 있다. 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 단지 마이크로포러스 기공 크기 분포, 메조포러스 기공 크기 분포, 또는 매크로포러스 기공 크기 분포를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 마이크로포러스 기공 크기 분포, 메조포러스 기공 크기 분포, 또는 매크로포러스 기공 크기 분포

의 조합을 가질 수 있다.

[0147] 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 모노모달 기공 크기 분포, 바이모달 기공 크기 분포, 또는 멀티모달 기공 크기 분포를 가질 수 있다. 다른 예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 단지 모노모달 기공 크기 분포, 바이모달 기공 크기 분포, 또는 멀티모달 기공 크기 분포를 가질 수 있다.

[0148] 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 $0.05 \text{ cm}^3/\text{g}$, 약 $0.1 \text{ cm}^3/\text{g}$, 약 $0.5 \text{ cm}^3/\text{g}$, 약 $1 \text{ cm}^3/\text{g}$, 또는 약 $1.5 \text{ cm}^3/\text{g}$ 의 낮은 범위에서 약 $2 \text{ cm}^3/\text{g}$, 약 $2.5 \text{ cm}^3/\text{g}$, 약 $3 \text{ cm}^3/\text{g}$, 약 $3.5 \text{ cm}^3/\text{g}$, 또는 약 $4 \text{ cm}^3/\text{g}$ 의 높은 범위의 기공 부피를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 기공 부피는 약 $0.05 \text{ cm}^3/\text{g}$ 내지 약 $1 \text{ cm}^3/\text{g}$, 약 $0.7 \text{ cm}^3/\text{g}$ 내지 약 $3.5 \text{ cm}^3/\text{g}$, 약 $0.5 \text{ cm}^3/\text{g}$ 내지 약 $3 \text{ cm}^3/\text{g}$, 또는 약 $2.5 \text{ cm}^3/\text{g}$ 내지 약 $4 \text{ cm}^3/\text{g}$ 일 수 있다.

[0149] 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 0.05 g/cm^3 , 약 0.1 g/cm^3 , 약 0.2 g/cm^3 , 약 0.4 g/cm^3 , 또는 약 0.6 g/cm^3 의 낮은 범위에서 약 0.9 g/cm^3 , 약 1 g/cm^3 , 약 1.2 g/cm^3 , 약 1.3 g/cm^3 , 약 1.6 g/cm^3 , 또는 약 1.8 g/cm^3 의 높은 범위의 진밀도(real density)를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 0.05 g/cm^3 내지 약 1 g/cm^3 , 약 0.5 g/cm^3 내지 약 1.8 g/cm^3 , 약 0.8 g/cm^3 내지 약 1.6 g/cm^3 , 또는 약 0.3 g/cm^3 내지 약 1.7 g/cm^3 의 진밀도를 가질 수 있다.

[0150] 전기화학적 개질제가 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는데 사용되는 경우, 상기 전기화학적 개질제는 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 기공 구조 내부 및/또는 표면상에 포함될 수 있거나 또는 임의의 수의 다른 방법으로 포함될 수 있다. 예를 들어, 일부 구현예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 적어도 부분적으로 상기 폴리머 입자의 표면상에 배치된 전기화학적 개질제(예를 들어, Al_2O_3)의 코팅을 포함할 수 있다. 일부 구현예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 100 ppm 초과의 전기화학적 개질제를 포함할 수 있다.

[0151] 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 전기화학적 특성은 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자 내의 상기 전기화학적 개질제의 함량에 의해 적어도 부분적으로 변경될 수 있다. 따라서, 일부 구현예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 적어도 0.1%, 적어도 0.25%, 적어도 0.5%, 적어도 1%, 적어도 5%, 적어도 10%, 적어도 25%, 적어도 50%, 적어도 75%, 적어도 90%, 적어도 95%, 적어도 99%, 또는 적어도 99.5%의 상기 전기화학적 개질제를 포함할 수 있다. 예를 들어, 일부 구현예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자는 약 0.5% 내지 99.5%의 탄소 및 약 0.5% 내지 99.5%의 전기화학적 개질제를 포함할 수 있다. 상기 전기화학적 개질제의 백분율은 중량 백분율 기준(중량 %)으로 계산된다. 일부 다른 보다 구체적인 구현예에서, 상기 전기화학 개질제는 철, 주석, 규소, 니켈 및 망간으로부터 선택된다.

[0152] 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 전체 회분(ash)의 함량은, 일부 경우에, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 전기화학적 성능에 영향을 미칠 수 있다. 따라서, 일부 구현예에서, 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자 중의 회분함량(ash content)은 약 0.1 중량% 내지 약 0.001 중량%의 회분일 수 있다. 예를 들어, 일부 특정 구현예에서 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자 중의 회분의 함량은 0.1% 미만, 0.08% 미만, 0.05% 미만, 0.03% 미만, 0.025% 미만, 0.01% 미만, 0.0075% 미만, 0.005% 미만 또는 0.001% 미만일 수 있다.

[0153] "회분 함량"은 물질을 높은 분해 온도로 처리한 후 남아있는 비휘발성 무기물을 지칭한다. 본 명세서에서 탄소 재료, 예를 들어 상기 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후의 폴리머 입자의 회분 함량은 비휘발성 원소들이 예상되는 연소 생성물(예를 들어, 산화물)로 완전히 전환된다고 가정할 때, 양성자 유도 X-선 방사(proton induced x-ray emission)에 의해 측정된 전체 PIXE 불순물 함량으로부터 계산될 수 있다.

[0154] 적어도 부분적으로 상기 겔 형태의 폴리머 입자의 최종 용도에 따라, 상기 폴리머 입자는 건조 후, 열분해 후, 및/또는 활성화 후에, 겔 형태로 사용될 수 있거나, 또는 건조, 열분해, 및/또는 활성화된 겔 형태의 입자들의 조합이 응용에 사용될 수 있다. 건조, 열분해, 및/또는 활성화된 겔 형태의 폴리머 입자를 사용할 수 있는 예시적인 응용은 예를 들어, 커패시터, 전지, 및 연료 전지에서 절연, 에너지, 약제, 예를 들어, 약물 전달, 수송,

예를 들어 수소 또는 다른 연료 저장, 센서, 스포츠, 촉매, 위험 폐수 처리, 촉매 지지체, 흡착제, 유전체, 임피던스 정합기(impedance matcher), 검출기, 여과, 이온 교환, 고에너지 물리학 응용, 폐액 및/또는 폐가스 등의 흡착과 같은 폐기물 관리를 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0155] 실시예

[0156] 전술한 논의의 보다 나은 이해를 제공하기 위해, 하기의 비제한적인 실시예가 제공된다. 실시예들의 특정 구현 예에 관한 것일 수 있지만, 이들이 임의의 특정 측면에서 본 발명을 제한하는 것으로 간주되어서는 안된다. 달리 표시되지 않는 한, 모든 부, 비율, 및 백분율은 중량 기준이다.

[0157] 실시예 I

[0158] 레조르시놀 약 360g, 암모늄 아세테이트 약 10.8g, 탈이온수 약 720g, 및 아세트산 약 253g을 반응기에 첨가하고 약 45 °C의 온도로 가열하였다. 상기 혼합물을 약 45 °C로 가열한 후, 포름알데히드 약 531g을 약 60 분에 걸쳐 상기 반응기에 서서히 첨가하여 반응 혼합물을 제공하였다. 상기 반응기에 포름알데히드를 첨가한 후, 상기 반응 혼합물을 약 1.4078의 굴절율에 도달할 때까지 예비 반응시켰다. 이후, 상기 예비 반응된 혼합물 또는 "프리폴리머"를 약 25 °C의 온도로 냉각하고, 회수용기들에 투입하였다. 한 개의 상기 프리폴리머의 회수용기를 밤새 약 4 °C 내지 약 5 °C의 온도로 냉장실에 보관하였다.

[0159] 다음날 WESSON® 식물성 오일 약 1.2 리터를 히팅 맨틀(heating mantle), 냉각 코일, 및 기계적 교반기를 장착한 1 갤런의 반응기에 첨가하였다. 상기 식물성 오일을 상기 기계적 교반기를 통해 교반하고, 약 80 °C의 온도로 가열하였다. 상기 프리폴리머 약 205 ml를 상기 가열된 식물성 오일에 서서히 첨가하고 상기 식물성 오일/프리폴리머 혼합물의 온도가 75°C 보다 높은 온도로 유지되도록 하였다. 상기 온도는 J-KEM Scientific, 모델 250으로 제어하였다. 상기 프리폴리머를 첨가한 후에 상기 반응기의 내용물을 약 80 °C 내지 약 85 °C의 온도에서 약 1 시간 동안 교반하였다. 약 20 분간 교반한 후, 상기 교반 다이얼을 3.3의 설정치로 조정하였다. 약 1 시간 동안 교반한 후, 상기 반응기의 내용물(식물성 오일/폴리머 미립자)을 냉각하고 약 3개의 250 ml 병으로 옮기고, 이들을 약 85 °C의 온도로 가열된 오븐에 위치시켰다. 상기 오븐에서 상기 식물성 오일/폴리머 미립자 혼합물을 가열함으로써 상기 폴리머 미립자를 추가로 경화시켰다. 약 12 시간 후에 상기 유리병을 상기 오븐으로부터 제거하여 젤 형태의 폴리머 입자 생성물(실시예 1)을 회수하였다. 상기 젤 형태의 폴리머 입자(실시예 1)를 도 1에 도시하였다. 도 1에 도시된 바와 같이, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 약 1 mm의 단면 길이를 가졌다.

[0160] 실시예 II

[0161] 레조르시놀 약 387.12g, 암모늄 아세테이트 약 5.43g, 탈이온수 약 1,115.37 g, 및 아세트산 약 69.72g을 반응기에 첨가하고 약 45 °C의 온도로 가열하였다. 상기 혼합물을 약 45 °C로 가열한 후, 포름알데히드 약 423g을 약 80 분에 걸쳐 상기 반응기에 서서히 첨가하여 반응 혼합물을 제공하였다. 상기 반응기에 포름알데히드를 첨가한 후, 상기 반응 혼합물을 약 1.3940의 굴절율에 도달할 때까지 예비 반응시켰다. 이후, 상기 예비 반응된 혼합물 또는 "프리폴리머"를 약 25 °C의 온도로 냉각하여 회수용기들에 투입하였다. 한 개의 상기 프리폴리머의 회수용기를 밤새 약 4 °C 내지 약 5 °C의 온도로 냉장실에 보관하였다.

[0162] 다음날 파라핀 오일 약 250 g 및 자기 교반 막대(magnetic stir bar)를 핫 플레이트(코닝 PC-351)상에 위치한 비이커에 첨가하였다. 자기 교반 막대를 교반 다이얼을 2.5의 설정치로 돌려 시동하고 상기 파라핀 오일을 약 81 °C의 온도로 가열하였다. 상기 프리폴리머 약 75 g을 상기 가열된 파라핀 오일에 서서히 첨가하여 상기 파라핀 오일/프리폴리머 혼합물의 온도가 75 °C 보다 높은 온도로 유지되도록 하였다. 상기 프리폴리머를 첨가한 후, 상기 비이커의 내용물을 약 80 °C 내지 약 85 °C의 온도에서 약 2 시간 동안 교반하였다. 상기 비이커의 내용물을 교반하는 동안 상기 자기 교반 막대를 약 20 분 동안 회전 중단시켰다. 이 기간 동안 주걱(spatula)을 사용하여 수동 교반을 계속하였다. 약 2시간 동안 교반한 후에, 상기 비이커의 내용물(파라핀 오일/폴리머 미립자)을 냉각하고 약 2 개의 250 ml 유리병들로 옮기고, 각각의 유리병은 상기 파라핀 오일/폴리머 미립자 혼합물 약 200 ml를 수용하였고 이들을 약 85 °C의 온도로 가열된 오븐에 위치시켰다. 약 4 시간 40 분 후에 상기 유리병을 상기 오븐으로부터 제거하고 젤 형태의 폴리머 입자 생성물(실시예 2)을 회수하였다. 상기 젤 형태의 폴리머 입자(실시예 2)를 도 2에 도시하였다. 도 2에 도시된 바와 같이, 상기 젤 형태의 폴리머 입자는 약 0.1 mm 내지 약 2.5 mm의 단면 길이를 가졌다.

[0163] 실시예 III

[0164] 레조르시놀 약 256.96g, 암모늄 아세테이트 약 7.19g, 탈이온수 약 366.17g, 및 아세트산 약 89.35g을 반응기에

첨가하고 약 45 °C의 온도로 가열하였다. 상기 혼합물을 약 45 °C로 가열한 후, 포름알데히드 약 281g을 약 100 분에 걸쳐 상기 반응기에 서서히 첨가하여 반응 혼합물을 제공하였다. 상기 반응기에 포름알데히드를 첨가한 후, 상기 반응 혼합물을 약 1.4263의 굴절율에 도달할 때까지 예비 반응시켰다. 이후 상기 예비 반응된 혼합물 또는 "프리폴리머"를 약 25 °C의 온도로 냉각하고, 회수용기들에 넣었다. 한 개의 상기 프리폴리머 회수용기를 밤새 약 4 °C 내지 약 5 °C의 온도로 냉장박스에 보관하였다.

[0165] 다음날 파라핀 오일 약 250 g 및 자기 교반 막대(magnetic stir bar)를 핫 플레이트(코닝 PC-351)상에 위치한 비이커에 첨가하였다. 상기 자기 교반 막대를 교반 다이얼을 2.5 설정치로 돌려 시동하였고 상기 파라핀 오일을 약 81 °C의 온도로 가열하였다. 상기 프리폴리머 약 75 g을 상기 가열된 파라핀 오일에 서서히 첨가하여 상기 파라핀 오일/프리폴리머 혼합물의 온도가 75 °C 보다 높은 온도로 유지되도록 하였다. 상기 프리폴리머를 첨가한 후, 상기 비이커의 내용물을 약 80 °C 내지 약 85 °C의 온도에서 약 2 시간 동안 교반하였다. 상기 비이커의 내용물을 교반하는 동안 상기 자기 교반 막대를 약 5 분 동안 회전 중단시켰다. 이 기간 동안 주걱(spatula)을 사용하여 수동 교반을 계속하였다. 약 2시간 교반한 후에, 상기 비이커의 내용물(파라핀 오일/폴리머 미립자)을 냉각하고 2 개의 유리병으로 옮기고, 각각의 유리병은 상기 파라핀 오일/폴리머 미립자 혼합물 약 200 mL를 수용하였고 이들을 약 85 °C의 온도로 가열된 오븐에 위치시켰다. 약 6 시간 후에 상기 유리병을 상기 오븐으로부터 제거하고 겔 형태의 폴리머 입자 생성물(실시예 3)을 회수하였다. 상기 겔 형태의 폴리머 입자(실시예 3)를 도 3에 도시하였다. 도 3에 도시된 바와 같이, 상기 겔 형태의 폴리머 입자는 약 3 mm 내지 약 7 mm의 단면 길이를 가졌다.

실시예 IV

[0167] 프리폴리머를 다음과 같은 방법에 따라 제조하였다. 레조르시놀 약 249.99g, 암모늄 아세테이트 약 34.91g, 탈이온수 약 298.71g, 및 아세트산 약 144.82g을 반응기에 첨가하고 약 45 °C의 온도로 가열하였다. 상기 혼합물을 약 45 °C로 가열한 후, 포름알데히드 약 251g을 약 80 분에 걸쳐 상기 반응기에 서서히 첨가하여 반응 혼합물을 제공하였다. 상기 반응기에 포름알데히드를 첨가한 후, 상기 반응 혼합물을 약 1.4332의 굴절율에 도달할 때까지 예비 반응시켰다. 이후 상기 예비 반응 혼합물 또는 "프리폴리머"를 약 25 °C의 온도로 냉각하고, 회수용기들에 투입하였다. 두 개의 상기 프리폴리머 회수용기(회수용기 A 및 회수용기 B)를 밤새 약 4 °C 내지 약 5 °C의 온도로 냉장실에 보관하였다.

[0168] 겔 형태의 폴리머 미립자를 다음의 절차에 따라 회수용기 A에 밤새 저장한 프리폴리머로부터 제조하였다. 다음날 파라핀 오일 약 250 g 및 자기 교반 막대(magnetic stir bar)를 핫 플레이트(코닝 PC-351)상에 위치한 비이커에 첨가하였다. 교반 다이얼을 최대 설정치로 돌려 상기 자기 교반 막대를 시동하였고 상기 파라핀 오일을 약 82 °C의 온도로 가열하였다. 회수용기 A로부터의 상기 프리폴리머 약 75 g을 상기 가열된 파라핀 오일에 서서히 첨가하여 상기 파라핀 오일/프리폴리머 혼합물의 온도가 75 °C 보다 높은 온도로 유지되도록 하였다. 상기 프리폴리머를 첨가한 후, 상기 비이커의 내용물을 약 80 °C 내지 약 85 °C의 온도에서 약 20 분 동안 교반하였다. 약 20분간 교반한 후에, 상기 비이커 내의 고체를 약 80 °C의 온도로 가열된 물의 비이커로 옮겼다. 상기 물 중의 고체를 약 80 °C의 온도에서 약 1 시간 동안 교반하고 상기 비이커의 내용물(파라핀 오일/폴리머 미립자)을 냉각하고 약 2 개의 유리병으로 옮기고, 각각의 유리병은 상기 파라핀 오일/폴리머 미립자 혼합물 약 200 mL를 수용하였고 이들을 약 85 °C의 온도로 가열된 오븐에 위치시켰다. 약 15 시간 후에 상기 유리병을 상기 오븐으로부터 제거하여 겔 형태의 폴리머 입자 생성물(실시예 4)을 회수하였다. 상기 겔 형태의 폴리머 입자(실시예 4)를 도 4에 도시하였다. 도 4에 도시된 바와 같이, 상기 겔 형태의 폴리머 입자는 약 1 mm 내지 약 4 mm의 단면 길이를 가졌다.

[0169] 겔 형태의 폴리머 미립자를 다음의 절차에 따라 회수용기 B에 밤새 저장된 프리폴리머로부터 제조하였다. 다음날 파라핀 오일 약 250 g 및 자기 교반 막대(magnetic stir bar)를 핫 플레이트(코닝 PC-351)상에 위치된 비이커에 첨가하였다. 교반 다이얼을 최대 설정치로 돌려 상기 자기 교반 막대를 시동하고 상기 파라핀 오일을 약 97 °C의 온도로 가열하였다. 회수용기 A로부터의 상기 프리폴리머 약 75 g을 상기 가열된 파라핀 오일에 서서히 첨가하여 상기 파라핀 오일/프리폴리머 혼합물의 온도가 90 °C 보다 높은 온도로 유지되도록 하였다. 상기 프리폴리머를 첨가한 후, 상기 비이커의 내용물을 약 93 °C 내지 약 97 °C의 온도에서 약 15 분 동안 교반하고 이후 추가로 약 15 분 동안 계속 교반하면서 상기 온도를 약 82 °C로 낮추고 상기 비이커의 내용물(파라핀 오일/폴리머 미립자)을 냉각하고 약 2 개의 유리병으로 옮겼으며, 각각의 유리병은 상기 파라핀 오일/폴리머 미립자 혼합물 약 200 mL를 수용하였고 이들을 약 85 °C의 온도로 가열된 오븐에 위치시켰다. 약 7 시간 후에 상기 유리병을 상기 오븐으로부터 제거하여 겔 형태의 폴리머 입자 생성물(실시예 5)을 회수하였다. 상기 겔 형태의 폴리머 입자(실시예 5)를 도 5에 도시하였다. 도 5에 도시된 바와 같이, 상기 겔 형태의 폴리머 입자는 약 0.5 mm 내지

약 3.5 mm의 단면 길이를 가졌다.

[0170] 벨링햄 + 스텐리사(Bellingham + Stanley Ltd) RFM 330 굴절계를 모든 실시예에서 프리폴리머의 굴절율을 측정하기 위해 사용하였다. 상기 굴절율 측정 절차는 다음과 같다. 각 굴절율(RI) 측정 전에, 약 25.0 °C의 온도의 물을 1 시간 동안 굴절계(refractometer) 내로 순환시켰다. 프리즘의 청결 상태를 체크하였다. 이전 RI 측정으로부터 잔류된 중류수의 RI값이 1.3325+-0.0001가 아닌 경우, 프리즘 및 압착기(presser)를 중류수, 메탄올, IPA (이소프로필 알코올)로 세척, 또는 다른 적절한 용매로 세척하였고 이후 상기 프리즘을 중류수로 다시 채웠다. 상기 압착기를 즉시 밀폐시키고 RI 측정을 실시하였다. 필요한 경우 중류수의 RI값이 1.3325 ± 0.0001로 판독될 때까지 이 단계를 반복하였다. 상기 굴절계를 검정한 후 상기 프리즘 및 상기 압착기 상의 중류수를 닦아내었다. 상기 굴절계의 압착기를 들어올리고 상기 시료의 약 0.5 ml 내지 약 1.0 ml를 플라스틱 피펫으로 프리즘으로 옮겼다. RI 측정을 위하여, 충분한 시료를 상기 프리즘으로 옮겨 전체 프리즘 영역이 상기 시료로 덮이도록 해야한다. 상기 시료를 상기 프리즘 내에서 상기 피펫 팁으로 부드럽게 교반하여 표면장력을 깨뜨렸다. 다음으로 상기 압착기를 밀폐시키고 RI 측정을 실시하였다. 상기 굴절계에 의해 표시된 온도는 25 °C +/- ± 0.1 °C이었다. 0.0001 RI 단위와 동일하거나 또는 그 내에 있는 두 개의 연속적인 측정값이 얻어질 때까지 앞의 절차를 반복하였고 그러한 두 개의 연속적인 측정값들의 평균이 본 명세서에 보고된 RI 값이다.

[0171] 본 명세서에 기술된 구현예는 다음 단락 중 어느 하나 이상에 관한 것이다:

[0172] 1. 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법으로서, 상기 방법은 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 하나 이상의 가교결합 화합물을 함유하는 모노머 성분, 및 캐리어 유체를 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함하고, 상기 캐리어 유체는 상기 캐리어 유체의 총 중량을 기준으로 하여 임의의 계면 활성제 0.3 중량% 미만을 함유하고, 상기 모노머 성분은 중합되어 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 형성하는 방법.

[0173] 2. 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법으로서, 상기 방법은 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 하나 이상의 가교결합 화합물을 함유하는 모노머 성분, 및 캐리어 유체를 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함하고, 상기 캐리어 유체는 상기 캐리어 유체의 총 중량을 기준으로 하여 시클로헥산 1 중량% 미만을 함유하고, 상기 모노머 성분은 중합되어 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 형성하고, 상기 겔 형태의 폴리머 입자의 약 40 % 이상은 1 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.

[0174] 3. 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법으로서, 상기 방법은 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 하나 이상의 가교결합 화합물을 함유하는 모노머 성분, 및 캐리어 유체를 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함하고, 상기 모노머 성분은 중합되어 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 형성하고, 상기 반응물 혼합물은 상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 하나 이상의 내부 표면을 갖는 반응기 내에 위치되고, 상기 하나 이상의 내부 표면은 상기 반응물 혼합물로의 금속, 금속이온, 또는 이들의 조합의 방출을 제한하여 상기 겔 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하도록 하는 방법.

[0175] 4. 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법으로서, 상기 방법은 캐리어 유체, 및 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 하나 이상의 가교결합 화합물, 마이야르 반응물들의 혼합물, 또는 이들의 조합을 함유하는 모노머 성분을 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계, 상기 반응물 혼합물을 하나 이상의 반응 루프를 포함하는 반응기로 투입하는 단계; 상기 반응기 내의 상기 모노머 성분을 중합하여 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 형성하는 단계; 및 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 상기 반응기로부터 회수하는 단계를 포함하는 방법.

[0176] 5. 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법으로서, 상기 방법은 마이야르 반응물들의 혼합물 및 캐리어 유체를 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함하고, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물은 중합되어 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 형성하는 방법.

[0177] 6. 단락 1 내지 4 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물이 폐놀, 하나 이상의 치환된 폐놀성 화합물, 하나 이상의 탄닌, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.

[0178] 7. 단락 1 내지 4 중의 어느 한 단락 또는 단락 6에 있어서, 상기 가교결합 화합물은 화학식 RCHO를 가지고, 여기서 R은 수소 또는 탄화수소 라디칼인 방법.

[0179] 8. 단락 1 내지 4 중의 어느 한 단락, 단락 6, 또는 7에 있어서, 상기 가교결합 화합물이 다관능성 알데히드 화합물인 방법.

- [0180] 9. 단락 1 내지 4 중의 어느 한 단락, 단락 6 내지 8 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물이 1,3-디히드록시벤젠을 포함하고 상기 하나 이상의 가교결합 화합물은 포름알데히드를 포함하는 방법.
- [0181] 10. 단락 2 내지 9 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체의 중량을 기준으로 하여 임의의 계면활성제 0.3 중량% 미만을 함유하는 방법.
- [0182] 11. 단락 1 내지 10 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체의 중량을 기준으로 하여 임의의 계면활성제 0.1 중량% 미만을 함유하는 방법.
- [0183] 12. 단락 1 내지 11 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 계면활성제를 결여하는 방법.
- [0184] 13. 단락 1 내지 12 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 40% 이상이 1 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0185] 14. 단락 1 내지 13 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 50% 이상이 1 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0186] 15. 단락 1 내지 14 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 60% 이상이 1 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0187] 16. 단락 1 내지 15 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 40% 이상이 1.1 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0188] 17. 단락 1 내지 16 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 40% 이상이 1.3 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0189] 18. 단락 1 내지 17 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 40% 이상이 1.5 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0190] 19. 단락 1 내지 18 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 약 40% 이상이 1.7 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0191] 20. 단락 1 내지 19 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 하나 이상의 식물성 오일류, 약 15 내지 약 40 개의 탄소원자를 갖는 하나 이상의 미네랄 오일, 하나 이상의 염소화된 탄화수소류, 하나 이상의 파라핀계 오일류, 물, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.
- [0192] 21. 단락 1 또는 단락 3 내지 20 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체의 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만의 시클로알칸류를 함유하는 방법.
- [0193] 22. 단락 1 내지 21 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 0.5 중량% 미만의 시클로헥산을 함유하는 방법.
- [0194] 23. 단락 1 내지 22 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 시클로헥산을 결여하는 방법.
- [0195] 24. 단락 1 내지 23 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 100 kPa의 압력에서 81°C 이상의 비점을 갖는 방법.
- [0196] 25. 단락 1 또는 단락 3 내지 24 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 하나 이상의 시클로알칸류를 포함하는 방법.
- [0197] 26. 단락 1 내지 4 중의 어느 한 단락 또는 단락 6 내지 25 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 모노머 성분이 액체 매질과 결합되는 방법.
- [0198] 27. 단락 1 내지 4 중의 어느 한 단락 또는 단락 6 내지 26 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 모노머 성분이 수성 혼합물인 방법.
- [0199] 28. 단락 1 내지 27 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 하나 이상의 촉매를 더 포함하는 방법.
- [0200] 29. 단락 28에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매가 염기성 pH를 갖는 방법.
- [0201] 30. 단락 28에 있어서, 하나 이상의 촉매가 산성 pH를 갖는 방법.
- [0202] 31. 단락 28에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매가 수산화나트륨, 탄산나트륨, 중탄산나트륨, 산화마그네슘, 산화

칼슘, 산화바륨, 제올라이트, 불화칼륨, 수산화칼륨, 탄산칼륨, 중탄산칼륨, 탄산암모늄, 헥사메틸렌테트라민, 아세트산, 염산, 황산, 인산, 아인산, 셀론산, 갈산, 옥살산, 피크르산(picric acid), 아세트산암모늄, 탄산암모늄, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.

- [0203] 32. 단락 28에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매가 아세트산암모늄 및 아세트산의 혼합물을 포함하는 방법.
- [0204] 33. 단락 28 내지 32 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매가 임의의 금속 또는 금속이온을 실질적으로 결여하는 방법.
- [0205] 34. 단락 28 내지 32 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매가 임의의 금속 또는 금속이온을 결여하는 방법.
- [0206] 35. 단락 28 내지 34 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매에 대한 상기 하나 이상의 페놀성 화합물의 몰비가 약 5 내지 약 400의 범위인 방법.
- [0207] 36. 단락 28 내지 34 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매에 대한 상기 하나 이상의 페놀성 화합물의 몰비가 약 5 내지 약 100의 범위인 방법.
- [0208] 37. 단락 28 내지 34 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매에 대한 상기 하나 이상의 페놀성 화합물의 몰비가 약 5 내지 약 50의 범위인 방법.
- [0209] 38. 단락 28 내지 34 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매에 대한 상기 하나 이상의 페놀성 화합물의 몰비가 약 5 내지 약 45의 범위인 방법.
- [0210] 39. 단락 28 내지 34 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 촉매에 대한 상기 하나 이상의 페놀성 화합물의 몰비가 약 50 미만인 방법.
- [0211] 40. 단락 1 내지 39 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 겔 형태의 폴리머 입자가 상기 혼탁 공정을 통해 제조되고, 상기 방법은 추가로 딱서로의 상기 혼탁액의 교반을 포함하는 방법.
- [0212] 41. 단락 40에 있어서, 상기 혼탁액과 접촉하는 상기 딱서의 임의의 표면 중 적어도 일부는 부동태화 공정(passivation process), 산세척 공정(pickling process), 이들의 조합 중의 적어도 하나를 거치는 방법.
- [0213] 42. 단락 1 내지 41 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 혼탁액 또는 상기 예열전으로부터 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 분리하여 상기 분리된 겔 형태의 중합체 입자를 제공하는 단계를 더 포함하는 방법.
- [0214] 43. 단락 1 내지 42 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 건조하여 건조된 폴리머 입자를 제조하는 단계를 더 포함하는 방법.
- [0215] 44. 단락 1 내지 42 중의 어느 한 단락에 있어서, 초임계 조건 하에서 상기 폴리머 입자를 건조하여 건조된 폴리머 입자를 제조하는 단계를 더 포함하는 방법.
- [0216] 45. 단락 1 내지 42 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 폴리머 입자를 동결 건조하여 건조된 폴리머 입자를 제조하는 단계를 더 포함하는 방법.
- [0217] 46. 단락 1 내지 42 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 폴리머 입자를 공기 건조하여 건조된 폴리머 입자를 제조하는 단계를 더 포함하는 방법.
- [0218] 47. 단락 41 내지 46 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 건조된 폴리머 입자가 임의의 금속이온, 금속원자, 또는 이들의 조합 1 중량% 미만을 함유하는 방법.
- [0219] 48. 단락 41 내지 46 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 건조된 폴리머 입자가 임의의 금속이온, 금속원자, 또는 이들의 조합 0.1 중량% 미만을 함유하는 방법.
- [0220] 49. 단락 1 내지 48 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 겔 형태의 폴리머 입자가 상기 겔 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 임의의 금속이온, 금속원자, 또는 이들의 조합 1 중량% 미만을 함유하는 방법.
- [0221] 50. 단락 1 내지 48 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 겔 형태의 폴리머 입자가 상기 겔 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 임의의 금속이온, 금속원자, 또는 이들의 조합 0.1 중량% 미만을 함유하는 방법.
- [0222] 51. 단락 1 내지 50 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물을 약 30 °C 내지 약 100 °C의 범위의 온도로 가열하는 단계를 더 포함하는 방법.

- [0223] 52. 단락 1 내지 51 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자가 상기 에멀젼 공정을 통해 제조되고, 상기 에멀젼 공정은 역 에멀젼 공정인 방법.
- [0224] 53. 단락 1 내지 52 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 모노머 성분이 중합 중에 7 미만의 pH를 갖는 방법.
- [0225] 54. 단락 1 내지 53 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 모노머 성분이 중합 중에 약 5 이하의 pH를 갖는 방법.
- [0226] 55. 단락 1 내지 54 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 모노머 성분이 중합 중에 약 4 이하의 pH를 갖는 방법.
- [0227] 56. 단락 3 또는 단락 3 및 단락 6 내지 55 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 코발트, 크롬, 텉스텐, 탄소, 규소, 철, 망간, 몰리브데늄, 바나듐, 니켈, 붕소, 인, 황, 티타늄, 알루미늄, 구리, 텉스텐, 이들의 합금, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.
- [0228] 57. 단락 3 또는 단락 3 및 단락 6 내지 56 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 하나 이상의 스테인리스 강, 하나 이상의 탄소강, 하나 이상의 공구강(tool steel), 하나 이상의 합금강, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.
- [0229] 58. 단락 3 또는 단락 3 및 단락 6 내지 57 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 부동태화(passivated) 금속 표면을 포함하는 방법.
- [0230] 59. 단락 58에 있어서, 상기 부동태화 금속 표면이 침탄처리 공정(carburization process), 붕소화처리 공정(boronization process), 질화처리 공정(nitridization process), 또는 이들의 조합에 의해 형성되는 방법.
- [0231] 60. 단락 3 또는 단락 3 및 단락 6 내지 59 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 유리를 포함하는 방법.
- [0232] 61. 단락 3 또는 단락 3 및 단락 6 내지 60 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 하나 이상의 섬유 강화 재료를 포함하는 방법.
- [0233] 62. 단락 61에 있어서, 상기 하나 이상의 섬유 강화 재료가 섬유 강화 플라스틱을 포함하는 방법.
- [0234] 63. 단락 61 또는 62에 있어서, 상기 하나 이상의 섬유 강화 재료가 하나 이상의 폴리머를 포함하는 방법.
- [0235] 64. 단락 63에 있어서, 상기 하나 이상의 폴리머가 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 염소화 폴리(비닐클로라이드), 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.
- [0236] 65. 단락 4 또는 6 내지 64 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체 및 상기 모노머 성분을 독립적으로 동일한 위치에서 상기 반응기에 도입하여 상기 반응물 혼합물이 상기 반응기 내에서 제조되는 방법.
- [0237] 66. 단락 4 또는 6 내지 65 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체 및 상기 모노머 성분을 독립적으로 서로에 대해 상이한 위치에서 상기 반응기에 도입하여 상기 반응물 혼합물이 상기 반응기 내에서 제조되는 방법.
- [0238] 67. 단락 4 또는 6 내지 66 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응기가 적어도 두 개의 반응 루프를 포함하는 방법.
- [0239] 68. 단락 4 또는 6 내지 67 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응기가 적어도 세 개의 반응 루프를 포함하는 방법.
- [0240] 69. 단락 4 또는 6 내지 68 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응 혼합물이 상기 반응기로 연속적으로 도입되고 상기 젤 형태의 폴리머 입자가 상기 반응기로부터 연속적으로 회수되는 방법.
- [0241] 70. 단락 4 또는 6 내지 69 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응기가 상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 하나 이상의 내부 표면을 포함하고, 상기 하나 이상의 내부 표면은 상기 반응물 혼합물로의 금속, 금속이온, 또는 이들의 조합의 방출을 제한하여 상기 젤 형태의 폴리머 입자가 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하도록 하는 방법.
- [0242] 71. 단락 5, 10-25, 28-35, 또는 40-55 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 마이크로 반응물들의 혼합물이 환원 당 및 아민 반응물, 상기 환원당 및 상기 아민 반응물의 예비 반응된 생성물, 또는 이들의 조합을 포함하는 방법.

- [0243] 72. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 또는 71 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 환원당이 단당류, 다당류, 또는 이들의 조합인 방법.
- [0244] 73. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 71, 또는 72 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 환원당이 트리오스, 테트로스, 펜토오스, 헥소오스, 헵토오스, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 단당류인 방법.
- [0245] 74. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 71 내지 73 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 환원당이 텍스트로오스, 과당, 고파당 옥수수 시럽, 디히드록시아세톤, 에리트롤로오스(erythulose), 리불로오스(ribulose), 크실룰로오스(xylulose), 사이코오스, 소르보오스, 타가토오스, 글리세르알데히드, 에리트로오스, 트레오스, 리보오스, 아라비노오스, 크실로오스, 알로오스, 알트로오스, 만노오스, 굴로오스, 갈락토오스, 탈로오스, 말토오스, 셀로비오스, 락토오스, 젠티오비오스(gentiobiose), 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 방법.
- [0246] 75. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 71 내지 74 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 아민 반응물이 암모니아, 수산화암모늄, 히드라진, 구아닌딘, 일차 아민류, 이차 아민류, 4급 암모늄 화합물, 폴리아민류, 아미노산류, 단백질류, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 방법.
- [0247] 76. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 71 내지 75 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 아민 반응물이 수산화암모늄이고, 상기 환원당이 단당류, 다당류, 또는 이들의 조합인 방법.
- [0248] 77. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 71 내지 76 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물이 하나 이상의 비탄수화물(non-carbohydrate) 폴리히드록시 반응물을 더 포함하는 방법.
- [0249] 78. 단락 77에 있어서, 상기 하나 이상의 비탄수화물 폴리히드록시 반응물이 트리메틸올프로판, 글리세롤, 펜타에리쓰리톨, 폴리비닐알코올, 부분적으로 가수분해된 폴리비닐 아세테이트, 완전히 가수분해된 폴리비닐 아세테이트 및 이들의 혼합물을 포함하는 방법.
- [0250] 79. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 71 내지 78 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체의 총 중량을 기준으로 하여 임의의 계면활성제 0.3 중량% 미만을 함유하는 방법.
- [0251] 80. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 71 내지 79 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 계면활성제를 결여하는 방법.
- [0252] 81. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 71 내지 80 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 상기 마이야르 반응물들의 혼합물의 종합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 하나 이상의 내부 표면을 갖는 반응기 내에 위치하고, 상기 하나 이상의 내부 표면은 상기 반응물 혼합물로의 금속, 금속이온, 또는 이들의 조합의 방출을 제한하여 상기 젤 형태의 폴리머 입자가 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하도록 하는 방법.
- [0253] 82. 단락 81에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 코발트, 크롬, 텉스텐, 탄소, 규소, 철, 망간, 몰리브데넘, 바나듐, 니켈, 봉소, 인, 황, 티타늄, 알루미늄, 구리, 텉스텐, 이들의 합금, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.
- [0254] 83. 단락 81에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 하나 이상의 스테인리스강, 하나 이상의 탄소강, 하나 이상의 공구강, 하나 이상의 합금강, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.
- [0255] 84. 단락 5, 10-25, 28-35, 40-55, 71 내지 83 중 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 부동태화된 금속 표면을 포함하는 방법.
- [0256] 85. 단락 84에 있어서, 상기 부동태화된 금속 표면이 침탄처리 공정, 봉소화처리 공정, 질화처리 공정, 또는 이들의 조합에 의해 형성되는 방법.
- [0257] 86. 단락 81 내지 85 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 유리를 포함하는 방법.
- [0258] 87. 단락 81 내지 86 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 하나 이상의 섬유 강화 재료를 포함하는 방법.
- [0259] 88. 단락 81 내지 87 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 섬유 강화 재료가 섬유 강화 플라스틱을 포함하는 방법.
- [0260] 89. 단락 88에 있어서, 상기 하나 이상의 섬유 강화 재료가 하나 이상의 폴리머를 포함하는 방법.

- [0261] 90. 단락 89에 있어서, 상기 하나 이상의 폴리머가 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 염소화된 폴리(비닐클로라이드), 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.
- [0262] 91. 단락 1 내지 90 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 물을 포함하는 방법.
- [0263] 92. 단락 1 내지 90 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체의 총 중량을 기준으로 하여 적어도 50 중량%의 물을 함유하는 방법.
- [0264] 93. 단락 1 내지 90 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체의 총 중량을 기준으로 하여 적어도 75 중량%의 물을 함유하는 방법.
- [0265] 94. 단락 1 내지 90 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체의 총 중량을 기준으로 하여 적어도 90 중량%의 물을 함유하는 방법.
- [0266] 95. 단락 1 내지 90 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체의 총 중량을 기준으로 하여 적어도 95 중량%의 물을 함유하는 방법.
- [0267] 96. 단락 1 내지 95 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 상기 모노머 성분의 중합 중에 약 90 °C 이상의 온도로 존재하는 방법.
- [0268] 97. 단락 1 내지 95 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 상기 모노머 성분의 중합 중에 약 93 °C 이상의 온도로 존재하는 방법.
- [0269] 98. 단락 1 내지 95 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 상기 모노머 성분의 중합 중에 약 95 °C 이상의 온도로 존재하는 방법.
- [0270] 99. 단락 1 내지 95 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 상기 모노머 성분의 중합 중에 약 97 °C 이상의 온도로 존재하는 방법.
- [0271] 100. 단락 1 내지 95 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 상기 모노머 성분의 중합 중에 약 99 °C 이상의 온도로 존재하는 방법.
- [0272] 101. 단락 1 내지 95 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 상기 모노머 성분의 중합 중에 약 100 °C 이상의 온도로 존재하는 방법.
- [0273] 102. 단락 1 내지 95 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 상기 모노머 성분의 중합 중에 약 90 °C 내지 약 150 °C 범위의 온도로 존재하는 방법.
- [0274] 103. 단락 1 내지 95 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 상기 모노머 성분의 중합 중에 약 95 °C 내지 약 150 °C의 범위의 온도로 존재하는 방법.
- [0275] 104. 단락 1 내지 4, 6 내지 70, 또는 91 내지 103 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하기 전에 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 상기 하나 이상의 가교결합 화합물이 서로 예비중합되어 프리폴리머를 형성하는 방법.
- [0276] 105. 단락 1 내지 4, 6 내지 70, 또는 91 내지 103 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하기 전에 상기 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 상기 하나 이상의 가교결합 화합물이 서로 예비중합되어 약 1.1000 내지 약 1.5500의 범위의 굴절율을 갖는 액체 프리폴리머를 형성하는 방법.
- [0277] 106. 단락 4, 5, 10-25, 28-35, 40-55, 및 71 내지 103 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하기 전에 상기 마이야르 반응물들의 혼합물이 예비 반응되는 방법.
- [0278] 107. 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 겔 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법으로서, 상기 방법은 캐리어 유체, 및 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 하나 이상의 가교결합 화합물, 마이야르 반응물들의 혼합물, 또는 이들의 조합을 함유하는 모노머 성분을 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계를 포함하고, 여기서 상기 모노머 성분은 중합되어 상기 겔 형태의 폴리머 입자를 형성하고, 상기 반응물 혼합물은 상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 하나 이상의 내부 표면을 갖는 반응기 내에 위치하고, 상기 하나 이상의 내부 표면은 상기 반응물 혼합물로의 금속, 금속이온, 또는 이들의 조합의 방출을 제한하여 상기 겔 형태의 폴리머 입자의

총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하는 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법.

[0279] 108. 단락 107에 있어서, 상기 반응물 혼합물이 하나 이상의 촉매를 더 포함하고, 상기 하나 이상의 촉매는 금속 또는 금속이온을 실질적으로 결여하는 방법.

[0280] 109. 단락 107 또는 108에 있어서, 상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 상기 하나 이상의 내부 표면 중의 적어도 일부가 부동태화 공정 및 산세척 공정 중 적어도 하나를 거치는 방법.

[0281] 110. 단락 107 내지 109 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자가 상기 젤 형태의 폴리머 입자의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 포함하는 방법.

[0282] 111. 단락 107 내지 110 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 건조하여 건조된 폴리머 입자를 생성하는 단계를 더 포함하고, 상기 건조된 폴리머 입자는 1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하는 방법.

[0283] 112. 단락 107 내지 111 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 건조하여 건조된 폴리머 입자를 생성하는 단계를 더 포함하고, 상기 건조된 폴리머 입자는 0.1 중량% 미만의 금속원자, 금속이온, 또는 이들의 조합을 함유하는 방법.

[0284] 113. 단락 107 내지 112 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 코발트, 크롬, 텅스텐, 탄소, 규소, 철, 망간, 몰리브데늄, 바나듐, 니켈, 봉소, 인, 황, 티타늄, 알루미늄, 구리, 텅스텐, 이들의 합금, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.

[0285] 114. 단락 107 내지 113 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 하나 이상의 스테인리스 강, 하나 이상의 탄소강, 하나 이상의 공구강, 하나 이상의 합금강, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.

[0286] 115. 단락 107 내지 114 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 상기 하나 이상의 내부 표면이 금속을 포함하고, 상기 모노머 성분의 중합 중에 상기 반응물 혼합물과 접촉하는 상기 하나 이상의 내부 표면 중 적어도 일부는 부동태화 공정을 거쳐 부동태화된 금속 표면을 생성하고, 상기 부동태화된 금속 표면은 침탄처리 공정, 봉소화처리 공정, 질화처리 공정, 또는 이들의 임의의 조합에 의해 형성되는 방법.

[0287] 116. 단락 107 내지 112 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 유리를 포함하는 방법.

[0288] 117. 단락 107 내지 112 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 하나 이상의 섬유 강화 재료를 포함하는 방법.

[0289] 118. 단락 107 내지 112 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 섬유 강화 재료가 섬유 강화 플라스틱을 포함하는 방법.

[0290] 119. 단락 118에 있어서, 상기 하나 이상의 섬유 강화 재료가 하나 이상의 폴리머를 포함하는 방법.

[0291] 120. 단락 119에 있어서, 상기 하나 이상의 폴리머가 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 염소화된 폴리(비닐클로라이드), 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.

[0292] 121. 단락 107 내지 112 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 하나 이상의 내부 표면이 부동태화된 금속 표면을 포함하는 방법.

[0293] 122. 단락 121에 있어서, 상기 부동태화된 금속 표면이 침탄처리 공정, 봉소화처리 공정, 질화처리 공정, 또는 이들의 조합에 의해 형성되는 방법.

[0294] 123. 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 젤 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법으로서, 상기 방법은 캐리어 유체, 및 하나 이상의 폐놀성 화합물 및 하나 이상의 가교결합 화합물, 마이야르 반응물들의 혼합물, 또는 이들의 조합을 함유하는 모노머 성분을 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계, 상기 반응물 혼합물을 하나 이상의 반응 루프를 포함하는 반응기로 투입하는 단계; 상기 반응기 내의 상기 모노머 성분을 중합하여 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 형성하는 단계; 및 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 상기 반응기로부터 회수하는 단계를 포함하는 방법.

[0295] 124. 단락 123에 있어서, 상기 캐리어 유체 및 상기 모노머 성분을 독립적으로 동일한 위치에서 상기 반응기에 도입하여 상기 반응물 혼합물이 상기 반응기 내에서 제조되는 방법.

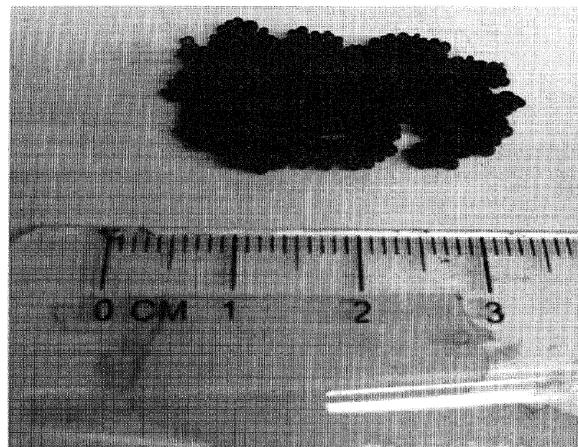
- [0296] 125. 단락 123 또는 124에 있어서, 상기 캐리어 유체 및 상기 모노머 성분을 독립적으로 서로에 대해 상이한 위치에서 상기 반응기에 도입하여 상기 반응물 혼합물이 상기 반응기 내에서 제조되는 방법.
- [0297] 126. 단락 123 또는 125에 있어서, 상기 반응기가 적어도 두 개의 반응 루프를 포함하는 방법.
- [0298] 127. 단락 123 또는 126에 있어서, 상기 반응기가 적어도 세 개의 반응 루프를 포함하는 방법.
- [0299] 128. 단락 123 또는 127에 있어서, 상기 반응 혼합물이 상기 반응기에 연속적으로 도입되고 상기 젤 형태의 폴리머 입자가 상기 반응기로부터 연속적으로 회수되는 방법.
- [0300] 129. 에멀젼 또는 혼탁 공정을 통해 젤 형태의 폴리머 입자를 제조하는 방법으로서, 상기 방법은 마이야르 반응물들의 혼합물 및 캐리어 유체를 포함하는 반응물 혼합물을 제조하는 단계; 및 상기 마이야르 반응물들의 혼합물을 중합하여 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 형성하는 단계를 포함하는 방법.
- [0301] 130. 단락 129에 있어서, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물이 하나 이상의 아민 반응물 및 하나 이상의 환원당을 포함하는 방법.
- [0302] 131. 단락 129 또는 130에 있어서, 상기 젤 형태의 입자가 약 0.1 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0303] 132. 단락 129 내지 131 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 입자가 약 0.5 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0304] 133. 단락 129 내지 132 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 입자가 약 1 mm 이상의 평균 단면 길이를 갖는 방법.
- [0305] 134. 단락 129 내지 133 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 계면활성제를 함유하는 방법.
- [0306] 135. 단락 129 내지 134 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 상기 캐리어 유체의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만의 미네랄 오일 및 파라핀 오일을 함유하는 방법.
- [0307] 136. 단락 129 내지 135 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 하나 이상의 식물성 오일류, 약 15 개 내지 약 40 개의 탄소원자를 갖는 하나 이상의 미네랄 오일류, 하나 이상의 염소화된 탄화수소류, 하나 이상의 파라핀계 오일류, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하는 방법.
- [0308] 137. 단락 129 내지 136 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물을 중합하는 단계가 상기 마이야르 반응물들의 혼합물을 약 30 °C 내지 약 150 °C 범위의 온도로 가열하는 단계를 포함하는 방법.
- [0309] 138. 단락 129 내지 137 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 불활성 분위기에서 500 °C 내지 2400 °C 범위의 온도로 가열하는 단계를 더 포함하는 방법.
- [0310] 139. 단락 129 내지 137 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 젤 형태의 폴리머 입자를 불활성 분위기에서 500 °C 내지 2400 °C 범위의 온도로 가열하여 열분해된 입자를 제조하는 단계; 및 상기 열분해된 입자를 이산화탄소, 일산화탄소, 수증기, 산소, 또는 이들의 임의의 혼합물을 포함하는 분위기에서 800 °C 내지 1300 °C 범위의 온도로 활성화시키는 단계를 더 포함하는 방법.
- [0311] 140. 단락 129 내지 139 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물은 하나 이상의 아민 반응물 및 하나 이상의 환원당을 포함하고, 상기 환원당은 텍스트로오스, 과당, 고과당 옥수수 시럽, 디히드록시아세톤, 에리트롤로오스(erythulose), 리불로오스(ribulose), 크실룰로오스(xylulose), 사이코오스, 소르보오스, 타가토오스, 글리세르알데히드, 에리트로오스, 트레오스, 리보오스, 아라비노오스, 크실로오스, 알로오스, 알트로오스, 만노오스, 굴로오스, 갈락토오스, 탈로오스, 말토오스, 셀로비오스, 락토오스, 및 젠티오비오스(gentiobiose)로 이루어진 군으로부터 선택되고, 상기 아민 반응물은 암모니아, 수산화암모늄, 히드라진, 구아닌딘, 일차 아민류, 이차 아민류, 4급 암모늄 화합물, 폴리아민류, 아미노산류 및 단백질류로 이루어진 군으로부터 선택된 방법.
- [0312] 141. 단락 129 내지 140 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물이 하나 이상의 아민 반응물 및 하나 이상의 단당류를 포함하고, 상기 하나 이상의 단당류는 트리오스, 테트로오스, 펜토오스, 헥소오스, 헵토오스, 및 이들의 임의의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 방법.
- [0313] 142. 단락 129 내지 141 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물이 하나 이상의 아민 반응물, 하나 이상의 환원당, 및 하나 이상의 비탄수화물 폴리히드록시 반응물을 포함하는 방법.

- [0314] 143. 단락 142에 있어서, 상기 하나 이상의 비탄수화물 폴리히드록시 반응물이 트리메틸올프로판, 글리세롤, 펜타에리쓰리톨, 부분적으로 가수분해된 폴리비닐 아세테이트, 완전히 가수분해된 폴리비닐 아세테이트, 및 이들의 임의의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 방법.
- [0315] 144. 단락 129 내지 143 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 마이야르 반응물들의 혼합물이 하나 이상의 아민 반응물 및 하나 이상의 환원당을 포함하고, 상기 환원당은 Cu^{+2} 와 반응할 수 있어서 카르복실산 모이어티를 생성하는 하나 이상의 알데히드 모이어티를 함유하는 방법.
- [0316] 145. 단락 1 내지 144 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 적어도 8, 적어도 10, 적어도 12, 적어도 14, 적어도 16, 적어도 18, 적어도 20, 적어도 22, 적어도 24, 적어도 26, 적어도 28, 적어도 30, 적어도 32, 적어도 34, 적어도 36, 적어도 38, 또는 적어도 40 개의 탄소원자를 갖는 하나 이상의 탄화수소를 포함하는 방법.
- [0317] 146. 단락 1 내지 144 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 적어도 8, 적어도 10, 적어도 12, 적어도 14, 적어도 16, 적어도 18, 적어도 20, 적어도 22, 적어도 24, 적어도 26, 적어도 28, 적어도 30, 적어도 32, 적어도 34, 적어도 36, 적어도 38, 또는 적어도 40 개의 탄소원자를 갖는 하나 이상의 탄화수소를 포함하고, 상기 하나 이상의 탄화수소는 적어도 1 중량%, 적어도 5 중량%, 적어도 10 중량%, 적어도 15 중량%, 적어도 20 중량%, 적어도 25 중량%, 적어도 30 중량%, 적어도 35 중량%, 적어도 40 중량%, 적어도 45 중량%, 적어도 50 중량%, 적어도 55 중량%, 적어도 60 중량%, 적어도 65 중량%, 적어도 70 중량%, 적어도 75 중량%, 적어도 80 중량%, 적어도 85 중량%, 적어도 90 중량%, 적어도 95 중량%, 또는 100 중량%의 함량으로 존재하는 방법.
- [0318] 147. 단락 1 내지 144 중의 어느 한 단락에 있어서, 상기 캐리어 유체가 적어도 8, 적어도 10, 적어도 12, 적어도 14, 적어도 16, 적어도 18, 적어도 20, 적어도 22, 적어도 24, 적어도 26, 적어도 28, 적어도 30, 적어도 32, 적어도 34, 적어도 36, 적어도 38, 적어도 40 개의 탄소원자를 갖는 하나 이상의 탄화수소, 또는 이들의 임의의 조합을 포함하고, 상기 하나 이상의 탄화수소는 적어도 1 중량%, 적어도 5 중량%, 적어도 10 중량%, 적어도 15 중량%, 적어도 20 중량%, 적어도 25 중량%, 적어도 30 중량%, 적어도 35 중량%, 적어도 40 중량%, 적어도 45 중량%, 적어도 50 중량%, 적어도 55 중량%, 적어도 60 중량%, 적어도 65 중량%, 적어도 70 중량%, 적어도 75 중량%, 적어도 80 중량%, 적어도 85 중량%, 적어도 90 중량%, 적어도 95 중량%, 또는 100 중량%의 함량으로 존재하는 방법.
- [0319] 특정 구현예 및 특징은 일련의 수치 상한 및 일련의 수치 하한을 사용하여 기재되었다. 임의의 두 값들의 조합, 예를 들어, 임의의 상한값과 임의의 하한값의 조합, 임의의 두 개의 하한값들의 조합, 및/또는 임의의 두 개의 상한값들의 조합을 포함하는 범위가, 달리 표시되지 않는 한 고려된다는 것이 이해되어야 한다. 특정 하한치들, 상한치들 및 범위들이 아래의 하나 이상의 청구항에 나타난다. 모든 수치는 "약" 또는 "대략"으로 표시되고, 상기 표시된 값은 당해 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 예상되는 실험 오차 및 편차들을 참작한다.
- [0320] 다양한 용어들이 상기에 정의되어 있다. 청구항에 사용된 용어가 상기에서 정의되지 않는 한도까지, 적어도 하나의 인쇄된 공개특허 또는 발행된 특허에서 반영된 것과 같이, 관련 기술 분야의 통상의 기술자가 용어에 부여한 가장 넓은 정의가 부여되어야 한다. 또한, 본 출원에서 인용된 모든 특허, 시험 절차, 및 기타 문서는 그러한 개시가 본 출원과 일치하는 한도까지 인용에 의해 완전히 통합되고, 또한 그러한 통합이 허용되는 모든 관할을 위해 통합된다.
- [0321] 전술한 것은 본 발명의 구현예에 관한 것이지만, 본 발명의 다른 및 추가적인 구현예가 본 발명의 기본적인 범위를 벗어나지 않는 한 고안될 수 있으며, 이들의 범위는 하기의 청구항들에 의해 결정된다.

도면

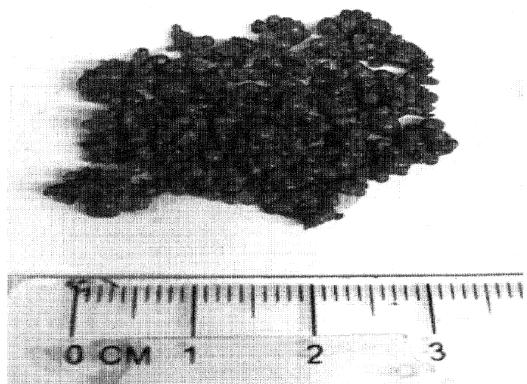
도면1

실시예 1



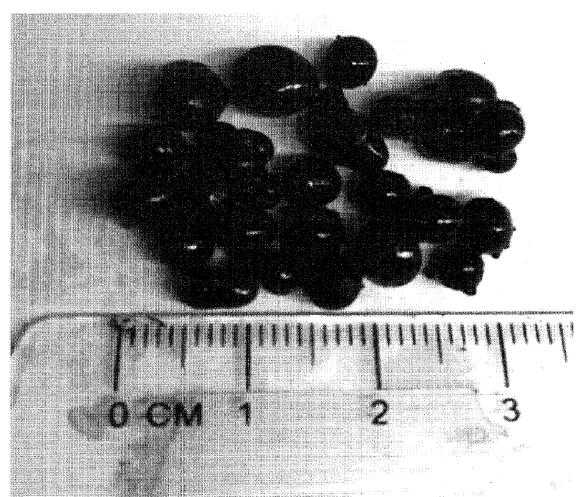
도면2

실시예 2



도면3

실시예 3



도면4

실시예 4



도면5

실시예 5

