



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0119552
(43) 공개일자 2019년10월22일

- | | |
|---|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 <i>C08J 3/16</i> (2006.01) <i>C08F 2/01</i> (2006.01)
 <i>C08F 2/32</i> (2006.01) <i>C08F 2/44</i> (2006.01)
 <i>C08F 20/56</i> (2006.01) <i>C08K 3/14</i> (2006.01)
 <i>C08K 3/22</i> (2006.01) <i>C08K 3/28</i> (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
 <i>C08J 3/16</i> (2013.01)
 <i>C08F 2/01</i> (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2019-0122792(분할)
 (22) 출원일자 2019년10월04일
 심사청구일자 2019년10월04일</p> <p>(62) 원출원 특허 10-2017-0165400
 원출원일자 2017년12월04일
 심사청구일자 2017년12월04일</p> | <p>(71) 출원인
 한국화학연구원
 대전광역시 유성구 가정로 141 (장동)</p> <p>(72) 발명자
 류병환
 대전광역시 유성구 가정로 141(장동)
 최영민
 대전광역시 유성구 가정로 141(장동)
 (뒷면에 계속)</p> <p>(74) 대리인
 특허법인 플러스</p> |
|---|--|

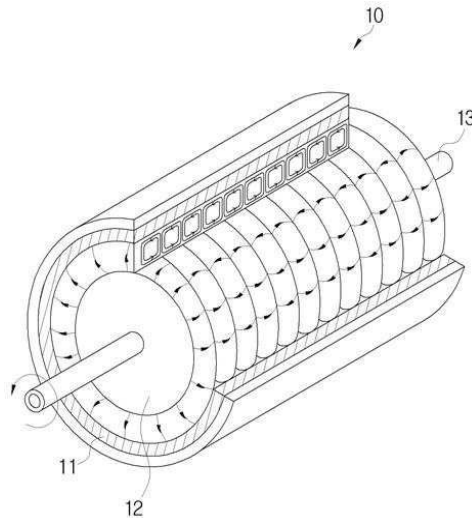
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 구형 비드의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 구형 비드의 제조방법에 관한 것이다. 보다 상세하게는 오일 상에 라디칼 중합 가능한 단량체, 세라믹 또는 금속 분말 및 중합개시제를 포함하는 수계 슬러리를 테일러 와류 흐름 하에 에멀전을 형성하는 것을 포함하여 균일한 크기를 갖는 구형 비드 성형체를 신속하고 대량 제조할 수 있는 방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08F 2/32 (2013.01)
C08F 2/44 (2013.01)
C08F 20/56 (2013.01)
C08K 3/14 (2013.01)
C08K 3/22 (2013.01)
C08K 3/28 (2013.01)

(72) 발명자

정선호

대전광역시 유성구 가정로 141(장동)

이수연

대전광역시 유성구 가정로 141(장동)

정성목

대전광역시 유성구 가정로 141(장동)

진향교

대전광역시 유성구 가정로 141(장동)

손유아

대전광역시 유성구 가정로 141(장동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1415162137
부처명	산업통상자원부
연구관리전문기관	한국산업기술평가관리원
연구사업명	산업소재핵심기술개발(R&D)
연구과제명	나노분말제조 및 공정용 50마이크론급 세라믹 비드 개발
기 여 율	1/1
주관기관	(주)썬노텍
연구기간	2019.01.01 ~ 2019.07.31

명세서

청구범위

청구항 1

비이온성 계면활성제를 함유한 오일 상에,
라디칼 중합 가능한 단량체, 세라믹 또는 금속 분말 및 중합개시제를 포함하는 수계 슬러리를 테일러 와류 흐름 하에서 반응시키는 유중 수형(w/o) 에멀전 형성단계,
상기 에멀전을 중합하는 겔화된 성형체 제조단계,
상기 겔화된 성형체를 오일 상에서 분리하는 분리단계, 및
상기 분리된 성형체를 하소 및 소결하는 비드 수득단계를 포함하고,
상기 비드는 입자 크기가 1 내지 200 μm 이고,
상기 라디칼 중합 가능한 단량체는 아크릴아마이드, N,N-디메틸아크릴아마이드, N,N-디메틸비스아크릴아마이드, 메타크릴아마이드, 디아세톤아크릴아마이드, N-메틸올아크릴아마이드, N-부톡시메틸아크릴아마이드 및 N-이소프로필아크릴아마이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상인 구형 비드의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 오일 상은 수계 슬러리에 대하여 2 내지 10 부피비를 갖는 구형 비드의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,
상기 비이온성 계면활성제는 친수성 친유성 비(HLB, Hydrophilic Lipophilic Balance)가 2 내지 10인 구형 비드의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 비이온성 계면활성제는 오일 상 전체 부피 중 5 내지 80 부피% 포함되는 구형 비드의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 에멀전 형성단계는 외부 실린더 및 내부 실린더가 구비된 동심 환형관 형태의 반응기 내에, 상기 오일 상을 주입한 다음 상기 내부 실린더를 회전시켜 테일러 와류 흐름 하에서 상기 수계슬러리를 주입하여 수상 에멀전을 형성하는 것인 구형 비드의 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서,
상기 내부 실린더는 회전속도가 100 내지 2,000rpm인 구형 비드의 제조방법.

청구항 7

제5항에 있어서,
상기 회전 시 반응기의 선속도는 1 내지 15 m/sec인 구형 비드의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 에멀전 형성단계는 5 내지 40℃에서 실시되는 것인 구형 비드의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 에멀전 중합 단계는 40 내지 90℃에서 실시되는 것인 구형 비드의 제조방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 비이온성 계면활성제는 소르비탄 모노올리에이트, 소르비탄 모노스테아레이트, 소르비탄 모노팔미테이트, 소르비탄 모노라우레이트, 소르비탄 트리스테아레이트, 소르비탄 세스퀴올리에이트 및 소르비탄 트리올리에이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상의 소르비탄 지방산 에스테르인 구형 비드의 제조방법.

청구항 11

제1항에 있어서,

상기 세라믹 분말은 지르코니아, 이트리아, 이트리아 안정화 지르코니아, 알루미늄, 이산화티탄, 마그네시아, 실리콘카바이드, 텅스텐카바이드, 티탄카바이드 및 실리콘나이트라이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상인 구형 비드의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 구형 비드의 제조방법에 관한 것이다. 보다 상세하게는 오일 상에 라디칼 중합 가능한 단량체, 세라믹 또는 금속 분말 및 중합개시제를 포함하는 수계 슬러리를 테일러 와류 흐름 하에 에멀전을 형성하는 것을 포함하여 균일한 입자 크기를 갖는 구형 비드를 신속하고 대량 제조할 수 있는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 비드(Bead)는 광학용 재료, 페인트, 안료, 디스플레이, 화장품, 각종 성형품 등에 적용되고 있다. 비드는 적용 제품에 대하여 내화학적, 강도, 내마모성, 내식성, 내열성 등의 다양한 물성이 요구된다. 이러한 물성을 고려하여 그 종류 또한 유리 비드, 금속 비드, 세라믹 비드 등이 개발되고 있다. 이 중 세라믹 비드는 내구성, 강도, 내식성 등의 우수한 물리화학적 성질로 그 활용 가치가 점차 높아지고 있다.

[0003] 비드를 제조하는 방법은 텀블링(tumbling), 조립법, 프레스법, 슬러리를 이용하는 방법 등이 있다. 텀블링 또는 조립법은 습윤 분말을 회전 드럼이나 원형 팬에서 비드로 제조하는 방법으로, 지름이 1mm 이상의 비드를 제조하는 것이 어렵고, 낮은 구형도 및 수율 또한 사용되는 분말 종류의 제한 등의 문제점이 있어 대량생산에 부적합하다. 프레스법은 비교적 큰 비드를 제조하는데 사용되나, 몰드 사용에 따른 비용이 높고 수 mm 이하의 비드를 제조하는데 어려움이 있고 수율 및 구형도가 낮은 단점이 있다.

[0004] 슬러리를 이용하는 방법은 주로 지름이 약 1 mm에서 3 mm까지의 비교적 작은 크기의 비드를 제조하는 방법으로, 왁스법과 졸-겔법이 있다. 왁스법은 분말에 결합제로서 왁스가 첨가된 혼합물을 유기용매에 첨가하여 상기 혼합물 중에 포함된 유기물을 용해시켜 불 성형에 적합한 점도를 갖는 불 성형용 슬러리를 제조한 후, 상기 슬러리를 노즐을 통해 분사하고 분사된 방울 형태의 슬러리를 불 형태로 변형시키는 가열 및 냉각, 고정화시키는 방법이다. 이는 고정화된 방울의 소결에 많은 시간과 에너지가 필요한 단점이 있다. 졸-겔법은 비드 결정 분말을 함유한 슬러리를 다른 성질을 갖는 용액으로 떨어뜨려 슬러리를 구형으로 변형시켜 비드를 제조하는 방법으로, 공정이 단순하고 상대적으로 저렴한 비용으로 생산이 가능하기 때문에 대량생산에 적합하다. 하지만, 슬러리를 떨어뜨리는 노즐의 사용, 계면장력으로 인해 액적의 형상이 변형되는 등의 단점이 있다.

[0005] 상술한 바와 같이, 비드를 제조하는 방법에는 다양한 방법이 있으나, 구형도나 수율이 낮거나 시간 및 비용이

많이 소요되는 문제점들은 아직도 해결해야할 과제이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제10-0577355호(2006.04.28.)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 오일 상에서 수계 슬러리를 반응시켜 형성되는 유중 수형(w/o) 에멀전의 크기를 제어함으로써 비드의 입자 형성성은 물론 분산성, 상용성이 뛰어나고 균일한 입자 크기를 갖는 구형 비드를 연속적으로 제조하는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0008] 또한, 본 발명은 오일 상에서 형성되는 겔화된 성형체를 신속하게 분리할 수 있으며, 소결 온도를 낮추어 에너지 비용을 절감할 수 있는 구형 비드의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 일 양태는

[0010] 라디칼 중합 가능한 단량체, 세라믹 또는 금속 분말 및 중합개시제를 포함하는 수계 슬러리를 테일러 와류 흐름 하에서 반응시키는 유중 수형(w/o) 에멀전 형성단계,

[0011] 상기 에멀전을 중합하는 겔화된 성형체 제조단계 및

[0012] 상기 겔화된 성형체를 오일 상에서 분리하는 분리단계

[0013] 를 포함하는 구형 비드의 제조방법에 관한 것이다.

[0014] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 오일 상은 수계 슬러리에 대하여 2 내지 10 부피비를 갖는 것일 수 있다.

[0015] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 비이온성 계면활성제는 친수성 친유성 비(HLB, Hydrophilic Lipophilic Balance)가 2 내지 10인 것일 수 있다.

[0016] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 비이온성 계면활성제는 오일 상 전체 부피 중 5 내지 80 부피% 포함되는 것일 수 있다.

[0017] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 에멀전 형성단계는 외부 실린더 및 내부 실린더가 구비된 동심 환형관 형태의 반응기 내에, 상기 오일 상을 주입한 다음 상기 내부 실린더를 회전시켜 테일러 와류 흐름 하에서 상기 수계슬러리를 주입하여 수상 에멀전을 형성하는 것일 수 있다.

[0018] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 내부 실린더는 회전속도가 100 내지 2,000rpm인 것일 수 있다.

[0019] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 회전 시 반응기의 선속도는 1 내지 15 m/s인 것일 수 있다.

[0020] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 에멀전 형성단계는 5 내지 40℃에서 실시되는 것일 수 있다.

[0021] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 에멀전 중합단계는 40 내지 90℃에서 실시되는 것일 수 있다.

[0022] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 비이온성 계면활성제는 소르비탄 모노올리에이트, 소르비탄 모노스테아레이트, 소르비탄 모노팔미테이트, 소르비탄 모노라우레이트, 소르비탄 트리스테아레이트, 소르비탄 세스퀴놀리에이트 및 소르비탄 트리올리에이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상

의 소르비탄 지방산 에스테르인 것일 수 있다.

[0023] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 라디칼 중합 가능한 단량체는 아크릴아마이드, N,N-디메틸아크릴아마이드, N,N-디메틸비스아크릴아마이드, 메타크릴아마이드, 디아세톤아크릴아마이드, N-메틸올아크릴아마이드, N-부톡시메틸아크릴아마이드 및 N-이소프로필아크릴아마이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상일 수 있다.

[0024] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법에 있어서, 상기 세라믹 분말은 지르코니아, 이트리아, 이트리아 안정화 지르코니아, 알루미늄, 이산화티탄, 마그네시아, 실리콘카바이드, 텅스텐카바이드, 티탄카바이드 및 실리콘나이트라이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상인 것일 수 있다.

[0025] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 비드의 제조방법으로 제조된 구형비드가 단일 피크의 입도 분포를 가지며, 입자 크기가 1 내지 200 μm 인 것일 수 있다.

발명의 효과

[0026] 본 발명에 따른 구형 비드의 제조방법은 유중 수형(w/o) 에멀전의 크기 제어가 용이하며, 비드의 입자 형성이 뛰어나며, 나아가 균일한 입자 크기를 갖는 구형 비드를 연속적으로 제조할 수 있어 공정 효율 및 생산성을 향상시킬 수 있는 장점을 가진다. 또한, 오일 상에서 형성되는 겔화된 성형체를 신속하게 분리할 수 있으며, 소결 온도를 낮추어 에너지 비용을 절감할 수 있는 장점을 가진다.

도면의 간단한 설명

[0027] 도 1은 본 발명의 일 구현예에 따른 반응기를 개략적으로 나타낸 것이다.

도 2는 본 발명의 실시예 1에 따른 비드 입자의 광학현미경 사진을 나타낸 것이다.

도 3은 비교예 1에 따른 비드 입자의 광학현미경 사진을 나타낸 것이다.

도 4는 비교예 2에 따른 비드 입자의 광학현미경 사진을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0028] 이하, 본 발명의 구형 비드의 제조방법에 대하여 상세히 설명한다. 본 발명은 하기의 실시예에 의해 보다 더 잘 이해될 수 있다. 하기의 실시예는 본 발명의 예시 목적을 위한 것이고, 첨부된 특허 청구범위에 의해 한정되는 보호범위를 제한하고자 하는 것은 아니다. 이때, 사용되는 기술 용어 및 과학 용어는 다른 정의가 없다면, 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 가진다.

[0029] 본 발명에서 특별한 언급이 없는 한, 용어 "(메타)아크릴레이트"는 "아크릴레이트" 및 "메타크릴레이트"를 포함하는 것을 의미한다.

[0030] 본 발명에서 특별한 언급이 없는 한, 용어 "비드"는 구형상을 가진 입자로, 구(sphere) 또는 볼(ball)과 동일한 의미를 가진다.

[0031] 본 발명에서 특별한 언급이 없는 한, 용어 "테일러 흐름"은 두 동심원통 사이에 유체가 흐를 때 내부원통이 회전하면 내부원통 가까이에 있는 유체의 입자들이 원심력에 의하여 외부원통 방향으로 추진력을 받아 불안정한 상태가 되어 내부원통의 축방향을 따라 규칙적으로 서로 반대방향인 고리상의 배열로 형성하는 와류를 의미한다.

[0032] 본 발명의 발명자들은 실질적으로 진구인 구형의 비드를 제조하는 공정에서, 비드 입자 크기를 제어하고 연속적인 제조가 가능한 구형 비드의 제조방법에 대한 연구를 심화하던 중, 오일 상에 분산 안정성이 우수한 수계 슬러리를 반응시켜 유중 수형 에멀전(w/o emulsion, water in oil emulsion)을 제조하되, 상기 반응을 테일러 와류 흐름 하에서 실시함으로써 비드 입자 형성성은 물론 입자 크기의 균일성, 밀도 및 강도 등의 물성 향상과 연속 제조가 가능하여 생산성을 향상시킬 수 있음을 발견하여 본 발명을 완성하게 되었다.

[0034] 구체적으로, 본 발명의 일 구현예에 따른 구형 비드의 제조방법은 비이온성 계면활성제를 함유한 오일 상에, 라디칼 중합 가능한 단량체, 세라믹 또는 금속 분말 및 중합개시제를 포함하는 수계 슬러리를 테일러 와류 흐름 하에서 반응시키는 유중 수형(w/o) 에멀전 형성단계, 상기 에멀전을 중합하는 겔화된 성형체 제조단계 및 상기

겔화된 성형체를 오일 상에서 분리하는 분리단계를 포함하는 것이다.

- [0035] 상기 오일상은 수계 슬러리를 분산시켜 액적의 겔화를 유도하고자 에멀전을 형성하기 위한 것으로, 유중 수형(w/o) 에멀전을 형성할 수 있는 것이라면 크게 제한되지 않고 액상의 오일을 사용할 수 있으며, 구체적으로 지방족 탄화수소계 유기용매, 방향족 탄화수소계 유기용매 및 식용 가능한 액상 오일 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 사용할 수 있다.
- [0036] 상기 지방족 탄화수소계 유기용매로는 n-펜탄, iso-펜탄, 헥산, 헵탄, 시클로헥산 및 옥탄 등으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상일 수 있으며, 상기 방향족 탄화수소계 유기용매로는 미네랄 스피릿(광유), 벤젠, 톨루엔 및 자일렌 등으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다. 또한, 상기 식용 가능한 액상 오일로는 콩기름, 피마자유, 땅콩유, 콘오일 등을 들 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 식용 액상 오일들은 환경친화적인 이점이 있다.
- [0037] 상기 오일상은 비점이 크게 제한되는 것은 아니나, 비점이 낮은 용매를 사용하는 것이 오일상에서 수계 슬러리와와의 상분리를 통해 에멀전 형성을 원활하게 해주고, 형성된 에멀전의 안정성을 높이는 측면에서 더욱 효과적이다. 구체적으로 클로로포름, 시클로헥산, 헥산, 에틸아세테이트, 테트라하이드로퓨란 중에서 선택되는 어느 하나 이상의 무극성 용매를 사용할 수 있으나, 반드시 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0038] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 오일상은 비이온성 계면활성제를 포함하는 것을 특징으로 한다. 상기 비이온성 계면활성제는 수계 슬러리를 오일상에 투입 시 분산성을 증진시켜 에멀전 형성을 더욱 원활하게 하며, 비드 입자 형성성을 향상시킬 수 있는 특성을 가진다.
- [0039] 상기 비이온성 계면활성제는 본 발명의 목적을 달성하는 범위 내에서 친수성 친유성 비(HLB, Hydrophilic Lipophilic Balance)가 크게 제한되는 것은 아니지만, 구체적으로 2 내지 10, 보다 구체적으로 3 내지 8인 것이 입자 간 응집 발생을 줄이고 형성된 에멀전의 안정성을 확보할 수 있는 측면에서 더욱 효과적이다. 구체적으로, 상기 비이온성 계면활성제는 소르비탄 모노올리에이트, 소르비탄 모노스테아레이트, 소르비탄 모노팔미테이트, 소르비탄 모노라우레이트, 소르비탄 트리스테아레이트, 소르비탄 세스퀴놀리에이트 및 소르비탄 트리올리에이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상의 소르비탄 지방산 에스테르를 들 수 있으나, 반드시 이에 제한되는 것은 아니다. 이는 에멀전 안정성, 겔화된 성형체의 제조, 상기 성형체의 균일도, 구형도 및 오일상에서 제조된 성형체를 신속하게 분리하는 측면에서 더욱 효과적이다.
- [0040] 상기 비이온성 계면활성제는 상술한 효과를 더욱 증진시키고자 그 함량을 조절할 수 있다. 구체적으로, 오일상 전체 부피 중 5 내지 80부피%, 더욱 구체적으로, 10 내지 70부피% 포함될 수 있으나, 이는 비한정적인 일예일 뿐, 상기 수치범위에 제한받지 않는다. 상기 범위를 만족하는 경우 입자 크기 제어가 용이하고, 균일한 구형상의 비드를 생성할 수 있으며, 오일 상에 상기 수계 슬러리의 분산성을 보다 향상시킬 수 있으며, 수율을 높일 수 있는 측면에서 효과적이다.
- [0041] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 수계 슬러리는 라디칼 중합 가능한 단량체, 세라믹 및 금속 중에서 선택된 어느 하나 이상의 분말 및 중합개시제를 포함하는 것이다. 상기 수계 슬러리는 오일상에 균일하게 분산되어 구형의 에멀전을 형성하고, 이를 겔화시켜서 강도를 부여한 다음, 하소 및 소결하는 공정으로 구형의 비드를 제조하게 된다. 이때, 상기 수계 슬러리는 오일상에 분산됨으로써 별도의 겔화지연제를 사용하지 않고도 저장 안정성을 향상시킬 수 있으며, 공정 상 제어가 용이한 특성을 가진다.
- [0042] 상기 수계 슬러리는 라디칼 중합 가능한 단량체를 함유하는 용액 중에 세라믹 및 금속 중에서 선택되는 어느 하나 이상의 분말을 분산시킨 다음 중합개시제를 혼합하여 제조될 수 있다. 이때, 세라믹 또는 금속 분말을 단량체 함유 용액 상에 분산하는 방법은 제조되는 슬러리에 유동성 및 분산성을 부여하는 것이라면 크게 제한되지 않지만 구체적으로 밀링 공정으로 실시될 수 있다. 구체적으로, 상기 밀링 공정은 세라믹 또는 금속 분말을 용액 중에 볼 밀링을 이용하여 실시될 수 있다. 상기 볼 밀링은 분쇄매체로 수 밀리미터 크기의 세라믹 볼, 예를 들어 지르코니아 볼을 이용할 수 있다.
- [0043] 상기 세라믹 분말은 지르코니아(ZrO_2), 이트리아(Y_2O_3), 이트리아 안정화 지르코니아(Yttria-stabilized zirconia, YSZ), 알루미늄(Al_2O_3), 이산화티탄(TiO_2), 마그네시아(MgO), 실리콘카바이드(SiC), 텅스텐카바이드(WC), 티탄카바이드(TiC) 및 실리콘나이트라이드(Si_3N_4) 등으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 들 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 금속 분말은 철, 구리, 은, 알루미늄 등으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 들 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

- [0044] 상기 중합 가능한 단량체로는 C2 내지 C6의 아크릴아마이드 단량체를 사용할 수 있으며, 구체적으로, 아크릴아마이드, N,N-디메틸아크릴아마이드, N,N-디메틸비스아크릴아마이드, 메타크릴아마이드, 디아세톤아크릴아마이드, N-메틸올아크릴아마이드, n-부톡시메틸아크릴아마이드 및 N-이소프로필아크릴아마이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상인 것일 수 있으나, 반드시 이에 제한되는 것은 아니다. 이는 상기의 세라믹 또는 금속 분말로부터 비드 입자 형성을 용이하게 하고, 비드 입자의 균일성, 밀도 및 강도를 높일 수 있는 측면에서 효과적이다.
- [0045] 상기 중합 가능한 단량체는 (메타)아크릴레이트 단량체를 더 포함하여 상기의 아크릴아마이드 단량체와 조합하여 사용할 수 있다. 이는 에멀전 생성을 더욱 원활하게 하고 최종 수득되는 비드의 고밀도화 및 우수한 기계적 물성을 구현하는 측면에서 더욱 효과적이다. 상기 (메타)아크릴레이트 단량체로는 에틸(메타)아크릴레이트, n-프로필(메타)아크릴레이트, 이소프로필(메타)아크릴레이트, n-부틸(메타)아크릴레이트, t-부틸(메타)아크릴레이트, sec-부틸(메타)아크릴레이트, 펜틸(메타)아크릴레이트, 2-에틸헥실(메타)아크릴레이트, n-옥틸(메타)아크릴레이트, 이소옥틸(메타)아크릴레이트, 이소노닐(메타)아크릴레이트로, 라우릴(메타)아크릴레이트 및 테트라데실(메타)아크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 들 수 있으며, 반드시 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0046] 나아가, 상기 중합 가능한 단량체는 상기의 아크릴아마이드 단량체 및 (메타)아크릴레이트 단량체의 조합에 더하여 에폭시기를 갖는 반응성 단량체를 더 포함할 수 있다. 이는 슬러리 내 비중이 상대적으로 높은 세라믹 또는 금속의 분말에 대한 분산성을 높이는데 효과적이며, 제조되는 비드의 구형도, 밀도 및 강도 등의 물성을 향상시킬 수 있는 측면에서 효과적이다. 상기 에폭시기를 갖는 반응성 단량체로는 글리시딜메타크릴레이트, 글리시딜아크릴레이트, 글리시딜에타크릴레이트, 글리시딜이타고네이트, 아릴글리시딜에테르, 2-메틸아릴글리시딜에테르, 블록킹되거나 블록킹되지 않은 비스페놀 A 디에폭시 화합물 또는 트리글리시딜 이소시아누레이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 들 수 있으며, 반드시 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0047] 상기 중합 가능한 단량체는 본 발명의 목적을 달성하는 범위 내에서 수계 슬러리 내 함량이 조절되어 사용될 수 있다. 구체적으로, 수계 슬러리 전체에 대하여 5 내지 200g/L, 더욱 구체적으로, 10 내지 150g/L 포함될 수 있다. 상기 범위를 만족하는 경우 겔화 후 구상의 형상을 유지하는 특성이 우수하고, 겔화 시간을 용이하게 조절할 수 있으며, 최종 수득되는 비드 물성 향상 측면에서 더욱 효과적이다.
- [0048] 상기 중합개시제는 그 종류가 크게 제한되는 것은 아니지만, 구체적으로 수용성 레독스(Redox)계 및 수용성 아조계 화합물 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 사용할 수 있으며, 탈이온수에 희석된 것을 사용할 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 레독스계 중합개시제로는 암모늄 퍼설페이트, 소듐 퍼설페이트, 포타슘 퍼설페이트, 칼슘 퍼설페이트, 마그네슘 퍼설페이트 및 퍼옥사이드로부터 선택되는 어느 하나 이상을 들 수 있고, 상기 아조계 중합개시제는 아조비스이소부티로니트릴(AIBN, Azobisisobutyronitrile), 아조비스(2-아미디노프로판)염산염(AZAP), 아조비스[2-(2-이미다졸리-2-일)프로판]염산염(AZIP), 4,4'-아보니스-4-시아노펜탄산 및 아조비스이소부티르아미딘 이염산염으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 들 수 있으며, 반드시 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0049] 상기 중합개시제는 본 발명의 목적을 달성하는 범위 내에서 그 함량이 크게 제한되는 것은 아니지만, 구체적으로 수계 슬러리 전체 중량에 대하여 0.1 내지 5중량%, 구체적으로 0.2 내지 4중량% 포함될 수 있다. 상기 범위를 만족하는 경우 양호하게 겔화가 이루어지고 겔화 시간도 단축시킬 수 있으며, 공정 제어가 용이한 특성을 가진다.
- [0050] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 수계 슬러리는 라디칼 중합가능한 단량체를 함유하는 용액 중에 세라믹, 금속 또는 이들의 혼합 분말을 분산시킨 다음 중합개시제를 넣고 교반하여 제조될 수 있다. 이때, 교반 시 온도 조건은 크게 제한되는 것은 아니지만, 구체적으로, 5 내지 40℃의 온도 범위에서 실시될 수 있으며, 교반 후 탈포 공정을 실시하여 슬러리 내 기포를 제거할 수 있다. 탈포 공정은 진공 데시케이터를 이용하여 실시할 수 있다.
- [0051] 상기 수계 슬러리는 점도가 본 발명의 목적을 달성하는 범위 내에서 크게 제한되는 것은 아니지만, 구체적으로 100 내지 10,000 mPa·s, 보다 구체적으로 500 내지 5,000 mPa·s 범위일 수 있으나, 이는 비한정적인 일예일 뿐, 상기 수치범위에 제한받지 않는다. 상기 범위를 만족하는 경우 에멀전의 형성이 원활하고 균일하고 구형도가 우수한 겔화된 성형체를 제조하는 면에서 효과적이다.
- [0052] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 유중 수형(w/o) 에멀전 형성단계는 상기 오일 상에, 상기 수계 슬러리를 테일러 와류 흐름 하에서 반응시키는 것을 특징으로 한다. 구체적으로, 외부 실린더 및 내부 실린더가 구비된

동심 환형관 형태의 반응기에서 외부 실린더는 고정되어 있고 내부 실린더만 회전할 경우 반응기 내에서 발생되는 테일러 흐름(Taylor flow)를 이용하여 반응시키는 것을 특징으로 한다. 보다 구체적으로, 상기 반응기는 도 1에서 보이는 바와 같은 반응기를 이용하여 실시될 수 있다. 이는 쿠에트-테일러 반응기일 수 있다.

- [0053] 상기 반응기(10)는 외부 실린더(11) 및 내부 실린더(12)가 구비되고, 상기 내부 실린더(12)는 회전축(13)에 연결된 구동모터에 의해 회전하게 된다. 상기 반응기(10)는 반응이 일어나는 내부 실린더(12)가 회전을 하면서 유체의 흐름이 회전 방향을 따라 발생하게 되는데, 내부 실린더(12)의 각속도가 느린 경우 라미나(laminar) 흐름이 생성되는 반면, 각속도가 증가하게 되면 원심력과 코리올리 힘(Coriolis force)에 의해 내부 실린더(12) 쪽에 존재하는 유체들이 외부 실린더(11) 쪽으로 나가려는 경향 때문에 유체가 불안정해지고 특정 입체 속도 이상에서 테일러 와류 흐름이 생기게 된다. 테일러 와류 흐름은 축 방향으로 매우 규칙적인 고리 모양으로 배열되며, 서로 반대방향으로 회전하므로 축 방향으로의 섞이지 않아 균일한 생성물을 얻는데 유리한 특성을 가진다.
- [0054] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 유중 수형(w/o) 에멀전 형성단계는 외부 실린더 및 내부 실린더가 구비된 동심 환형관 형태의 반응기 내에, 일측에 형성된 주입구를 통해 상기 오일 상을 주입한 다음 상기 내부 실린더를 회전시켜 테일러 와류 흐름을 발생시킨 상태를 유지하면서 상기 수계슬러리를 또 다른 일측에 형성된 주입구를 통해 주입시켜 에멀전을 형성하는 것을 특징으로 한다. 주입은 연속적으로 이루어지며, 테일러 와류 흐름 하에서 반응을 통해 생성된 생성물은 반응기 일측에 형성된 배출구를 통해 수득된다. 이는 연속적인 제조 공정에도 불구하고 에멀전 크기 제어가 용이하고 구형도를 높이는 것은 물론 수득된 구형 비드가 균일한 입자 크기를 가질 수 있도록 하는 효과를 가진다.
- [0055] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 내부 실린더는 회전속도가 100 내지 2,000rpm, 구체적으로 300 내지 1,500rpm, 보다 구체적으로 600 내지 1,200rpm인 것일 수 있다. 상기 범위를 만족하는 경우 생성되는 에멀전의 입자 크기 제어가 용이하고 입자의 형성과 분포를 보다 균일화할 수 있는 효과를 가지나, 이는 비한정적인 일례일 뿐 상기 수치범위에 제한받지 않는다.
- [0056] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 반응기는 회전 시 내부 유체의 선속도가 0.5 내지 15 m/s, 구체적으로 1 내지 10m/s인 것일 수 있다. 이때, 선속도는 반응기의 반응 영역 내에서 흐르는 유체의 유속을 의미한다. 상기 범위를 만족하는 경우 응집이 발생하는 것을 효율적으로 방지할 수 있고 마이크로미터 수준의 균일한 입자 크기를 가질 수 있으며, 입자의 밀도를 높이는 측면에서 효과적이나, 이는 비한정적인 일례일 뿐 상기 수치범위에 제한받지 않는다.
- [0057] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 반응기 내에서의 반응물의 체류 시간은 크게 제한되지 않으나, 구체적으로 1분 내지 30분일 수 있다. 이때, 체류 시간은 반응기 내부 주입구를 통해 투입된 물질이 배출구로 나오기까지 체류한 시간으로 반응기 내 반응영역의 부피를 반응기의 시간당 주입된 물질의 유량으로 정의될 수 있다. 상기 범위를 만족하는 경우 입자의 형성성이 뛰어나고 입자의 밀도를 높여 최종 수득된 구형 비드의 기계적 물성이 향상되는 효과를 가진다.
- [0058] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 유중 수형(w/o) 에멀전 형성단계는 상술한 바와 같은 특징의 테일러 와류 흐름 조건 하에서 오일상에 수계 슬러리를 투입하여 반응시키되, 상기 오일상 및 수계 슬러리의 혼합 시 부피비를 조절하는 구성의 조합을 실시할 수 있다. 구체적으로, 상기 오일상은 수계 슬러리에 대하여 2 내지 10 부피비를 갖는 것일 수 있으며, 보다 구체적으로, 수계 슬러리에 대한 오일상의 부피비가 3 내지 9인 것일 수 있다. 이는 오일상 내에 함유되는 비이온성 계면활성제의 함량, 테일러 흐름 조건 등과 함께 복합적으로 작용하여 본 발명의 목적하는 효과를 구현할 수 있는 실질적으로 진구에 가까운 구형 비드를 연속적으로 균일하게 제조하는 공정 효율 및 생산성 증대 측면에서 더욱 효과적이나, 이는 비한정적인 일례일 뿐, 상기 수치범위에 제한받지 않는다.
- [0059] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 에멀전 형성단계는 본 발명의 목적을 달성하는 범위 내에서 반응 온도 범위를 조절할 수 있으며, 구체적으로 5 내지 400℃, 보다 구체적으로 10 내지 20℃의 온도 범위에서 실시될 수 있다. 상기 범위를 만족하는 경우 에멀전의 입자 크기를 제어하기 용이하고 균일한 입자 크기의 에멀전을 형성하는 측면에서 효과적이나, 이는 비한정적인 일례일 뿐, 상기 수치범위에 제한받지 않는다.
- [0060] 상기 에멀전 형성단계 이후, 에멀전을 중합하는 겔화된 성형체를 제조하는 공정을 실시한다. 상기 공정은 형성된 유중 수형(w/o) 에멀전, 즉 액적의 겔화를 유도하는 공정으로, 본 발명의 목적을 달성하는 범위 내에서 반응 온도 및 시간이 크게 제한되는 것은 아니지만, 구체적으로 40 내지 90 ℃에서 30분 내지 180분 동안 실시될 수

있다. 상기 범위를 만족하는 경우, 비드 입자 형성성이 좋고, 진구의 겔화된 성형체를 얻을 수 있으며, 생성된 성형체의 응집이 발생되지 않는 특성을 가진다. 또한, 상기의 반응온도 및 시간을 조절하여 겔화되는 성형체의 강도를 조절하는 측면에서 효과적이다.

[0061] 겔화된 성형체가 제조되면, 이를 오일상에서 분리한 후 하소 및 소결하는 비드 수득단계를 실시한다.

[0062] 상기 하소 및 소결은 겔화된 성형체의 조성에 따라 조절될 수 있으며, 구체적으로 1,000 내지 1,800℃의 온도범위에서 실시하는 것이 좋다. 지르코니아의 경우에는 구체적으로 1250 내지 1400 ℃에서 하소 및 소결하는 것이 구형도를 높일 수 있고, 비드의 밀도 및 강도를 보다 향상시키는 측면에서 효과적이다. 보다 구체적으로 소결 온도 시 까지 분당 1 내지 10℃, 더욱 좋게는 분당 2 내지 8℃의 승온 속도로 올린 다음 소결을 실시하는 것이 탈지 효율이 높고 비드의 우수한 물성을 장기적으로 구현하는 측면에서 더욱 효과적이다.

[0063] 상기 수득된 비드는 분쇄 공정을 추가로 실시할 수 있다. 상기 분쇄는 크게 제한되지 않으나, 구체적으로 핀 밀(pin mill), 해머 밀(hammer mill), 스크류 밀, 볼 밀 등으로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나의 분쇄장치를 선택하여 분쇄할 수 있다.

[0064] 상술한 바와 같은 본 발명에 따른 구형 비드의 제조방법은 테일러 와류 흐름 조건에서 고농도의 유동성이 우수한 수계 슬러리를 오일상에서 균일하고 잘 분산된 유중 수형 에멀전으로 제조할 수 있으며, 겔화된 성형체를 신속하게 분리하여 공정 효율 및 생산성을 향상시킬 수 있고, 비드의 입자 형성성이 뛰어난 장점을 가진다. 특히 균일한 입자 크기의 비드를 수득할 수 있고 각종 산업분야에 적용 시 분산성 및 상용성을 향상시킬 수 있는 면에서 더욱 효과적이다.

[0066] 이하 본 발명에 따른 구형 비드의 제조방법에 대한 일예를 들어 설명하는 바, 본 발명이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0068] (실시예 1)

[0069] 수계 슬러리의 제조

[0070] 직경이 약 7cm이고 용적이 500mL인 고밀도 폴리에틸렌 재질 용기에, 평균입도가 90nm이고 비표면적이 6m²/g인 이트리아 안정화 지르코니아(YSZ; Y₂O₃ 3wt%/ZrO₂ 97wt%) 177.0g, 이온교환수 60.25g, 분산제로 40중량%의 폴리아크릴산 암모늄염(PAA) 2.21g과, 라디칼 단량체로 메틸아크릴아마이드(아크릴아마이드) 7.96g 및 N,N-디메틸렌-비스아크릴아마이드 0.32g을 투입하였다.

[0071] 용기 내에 분쇄매체로서 평균직경이 5mm인 지르코니아 볼을 1000g, 1mm인 지르코니아 볼을 250g 충전한 다음, 100rpm 속도의 볼밀에서 24시간 동안 밀링하여 세라믹 슬러리를 제조하였다. 이때, 점도는 1/S의 전단속도에서 1,000Pa·s이고, 농도는 79.5 중량%(30 부피%)였다. 상기 세라믹 슬러리에 중합개시제로 수용성인 암모늄 퍼설페이트(APS)(1w/v%)를 세라믹 슬러리 부피 대비 첨가하여 5℃에서 10분 동안 교반하여 혼합한 후, 진공 데시케이터 안에서 상기 슬러리 내에 기포를 제거하는 탈포 공정을 실시하여 수계 슬러리를 제조하였다.

[0073] 유중 수형(w/o) 에멀전 형성

[0074] 도 1에서 도시된 바와 같은 테일러 와류 흐름을 발생시킬 수 있는 반응기(제조사: 라미나, 제품명: 수평형(모델: LCTR-mini-OH) 반응기)를 이용하여 에멀전을 형성하는 공정을 실시하였다. 반응기 내에 비이온성 계면활성제를 함유한 미네랄 스피릿 오일상을 주입구를 통해 주입하고, 내부 실린더의 회전 속도를 600rpm으로 유지한 채 상기 수계 슬러리를 반응기 내로 연속적으로 주입하면서 에멀전을 형성하였다. 이때, 비이온성 계면활성제는 HLB가 4.3인 Span 80(Sorbitan monooleate, Sigma Aldrich)을 오일상 전체 부피 중 50부피%가 되도록 넣었다. 또한, 상기 오일상의 주입량은 수계 슬러리에 대한 부피비가 5가 되도록 조절하였다. 이때, 반응기의 선속도는 2 m/s로 조절하였으며, 반응기 내 반응 온도는 10 ℃를 유지하였다.

[0076] 겔화된 성형체의 형성 비드 열처리

- [0077] 에멀전이 형성되면, 80℃에서 2 시간 동안 정치한 후 겔화시킨 성형체를 수득하고, 상기 겔화된 성형체를 오일 상에서 분리하여 이소프로필알코올로 세척하였다. 분리된 구형 비드 성형체를 제조하였다. 이후 제조된 3Y 지르코니아 비드 성형체를 건조하여 1,250℃까지 10℃/min 승온 속도로 올린 후 탈지와 동시에 1시간 동안 소결하여 세라믹 구형 비드를 제조하였다.
- [0079] (실시예 2)
- [0080] 실시예 1에서, 에멀전 형성 시 상기 오일상의 주입량이 수계 슬러리에 대한 부피비가 3인 것으로 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0082] (실시예 3)
- [0083] 실시예 1에서, 에멀전 형성 시 상기 오일상의 주입량이 수계 슬러리에 대한 부피비가 9인 것으로 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0085] (실시예 4)
- [0086] 실시예 1에서, 에멀전 형성 시 상기 오일상의 주입량이 수계 슬러리에 대한 부피비가 1.5인 것으로 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0088] (실시예 5)
- [0089] 실시예 1에서, 에멀전 형성 시 상기 오일상의 주입량이 수계 슬러리에 대한 부피비가 10.5인 것으로 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0091] (실시예 6)
- [0092] 실시예 1에서, 계면활성제로 Span 80 대신에 HLB가 8.6인 Span 20(Sorbitan monolaurate, Sigma Aldrich)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0094] (실시예 7)
- [0095] 실시예 1에서, 계면활성제로 Span 80 대신에 HLB가 13인 NP-10(Polyoxyethylene nonylphenyl ether)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0097] (실시예 8)
- [0098] 비이온성 계면활성제의 함량이 오일상 전체 부피 중 85부피%이 되도록 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0099]
- [0100] (실시예 9)
- [0101] 비이온성 계면활성제의 함량이 오일상 전체 부피 중 4부피%가 되도록 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0103] (실시예 10)
- [0104] 실시예 1에서, 단량체로 에틸메타크릴레이트 0.45g을 더 포함한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로

실시하였다.

- [0106] (실시예 11)
- [0107] 실시예 1에서, 단량체로 에폭시기를 갖는 반응성 단량체로 글리시딜메타크릴레이트 0.5g을 더 포함한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0109] (실시예 12)
- [0110] 실시예 1에서, 반응기 내부 실린더의 회전속도를 900 rpm으로 유지한 것을 제외하고는 실시예 10과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0112] (실시예 13)
- [0113] 실시예 1에서, 반응기 내부 실린더의 회전속도를 1,200 rpm으로 유지한 것을 제외하고는 실시예 10과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0115] (비교예 1)
- [0116] 실시예 1에서, 계면활성제로 Span 80을 전혀 사용하지 않고 오일상 만을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0118] (비교예 2)
- [0119] 실시예 1에서, 오일상을 사용하지 않고 계면활성제로 Span 80 만을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0121] (비교예 3)
- [0122] 실시예 1에서, 수계 슬러리의 제조공정에서 중합개시제를 사용하지 않은 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0124] (비교예 4)
- [0125] 실시예 1에서, 에멀전 형성 시 라мина 반응기를 사용하지 않고, 수계 슬러리를 오일 상에 투입한 혼합 용액을 플라스틱 용기에 담아 20Hz의 속도로 10분 동안 진동밀링을 실시하여 에멀전을 형성한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0127] (비교예 5)
- [0128] 실시예 1에서, 에멀전 형성 시 라мина 반응기를 사용하지 않고, 수계 슬러리를 오일 상에 투입한 혼합 용액을 플라스틱 용기에 담아 15,000 rpm 의 속도로 5분 동안 호모게나이저(homogenizer)를 사용하여 에멀전을 형성한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하였다.
- [0130] (평가)
- [0132] (1) 입도분포도

[0133] 하기 식 1을 이용하여 입도분포도를 측정하였다. 입자크기 분석기(BECKMAN COULTER사 제조)를 이용하여 부피 평균 입도를 측정하고, 부피 평균 입도는 파우더 테크놀로지 핸드북(Powder Technology Handbook, K. Gotoh et al., 2nd Edition, Marcell Dekker Publications, 1997)를 참고하였다.

[0134] <식 1> 입도분포도 = $D50 / D25$

[0135] 이때, D50은 입도를 측정하여 작은 입자부터 부피를 누적할 경우 총부피의 50%에 해당하는 입자들의 부피 평균 입도이고, D25는 작은 입자부터 부피를 누적할 경우 총부피의 25%에 해당하는 입자들의 부피 평균입도이다.

[0137] (2) 구형도

[0138] 제조한 비드 성형체를 100 배의 배율로 광학현미경 관찰을 통하여 비드의 크기와 구형도를 측정하였다. 구형도는 성형체의 장축과 단축의 비를 백분율로 환산하였다.

[0139] [표 1]

구분		비드 입자 크기 (μm)	구형도 (%)	입도 분포도	수율(%)	비고
실시예	1	40~60	95	1.2	95	슬러리:오일 비 = 1:5
	2	40~60	93	1.3	92	1:3
	3	40~60	95	1.3	94	1:9
	4	80~120	70	2.0	50	1:1.5
	5	30~50	88	1.9	94	1:10.5
	6	40~60	87	1.4	80	HLB = 8.6
	7	100~150	62	10.2	13	HLB = 13.0
	8	20~30	91	2.1	94	계면활성제 80v%
	9	100~200	64	9.6	10	계면제 양 : 4v%
	10	50~70	91	1.4	92	Ethylmethacrylate 첨가
	11	50~70	91	1.4	91	Glycidylmethacrylate 첨가
	12	30~40	92	1.5	94	rpm = 900
	13	20~30	93	1.6	94	rpm = 1,200
비교예	1	100~200	불규칙	-	-	계면활성제 X
	2	>200	길쭉한 모양	-	-	오일상 X
	3	-	-	-	-	개시제 X
	4	50~130	89	3.6	83	진동밀
	5	20~100	85	4.2	78	호모게나이저

[0140]

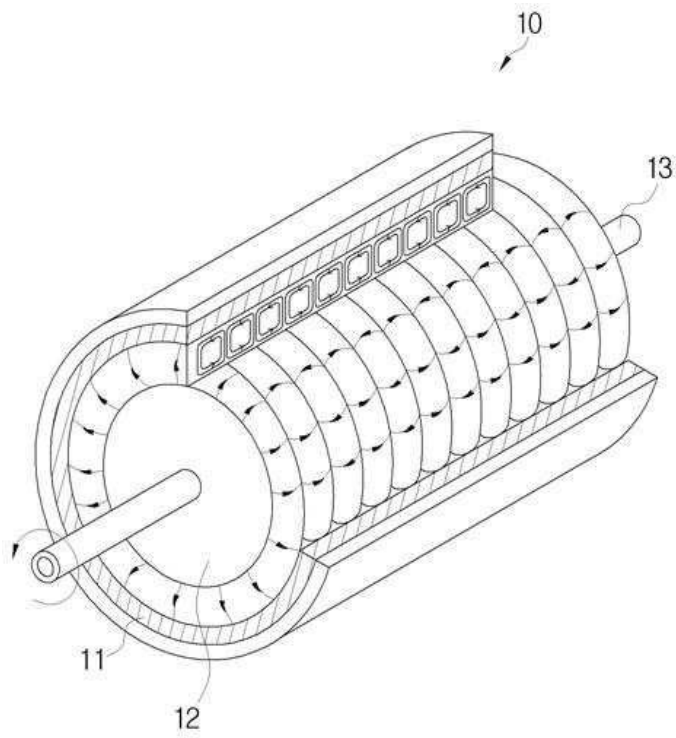
[0141] 상기 표 1에서 볼 수 있는 바와 같이, 본 발명에 따른 실시예들은 비드 입자 형성이 우수하고 구형도도 좋게 나타난 반면, 비교예 1 내지 3은 비드 성형체를 획득하지 못하였다. 특히, 실시예 1, 6, 10 및 11은 입도분포도가 1.2 내지 1.4의 범위를 갖는 것으로 균일한 입자 크기를 갖는 구형 비드를 획득할 수 있음을 확인할 수 있었으며, 수율 또한 높아 생산성 및 공정효율이 탁월함을 확인할 수 있었다.

[0143] 이상과 같이 본 발명에서는 한정된 실시예에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

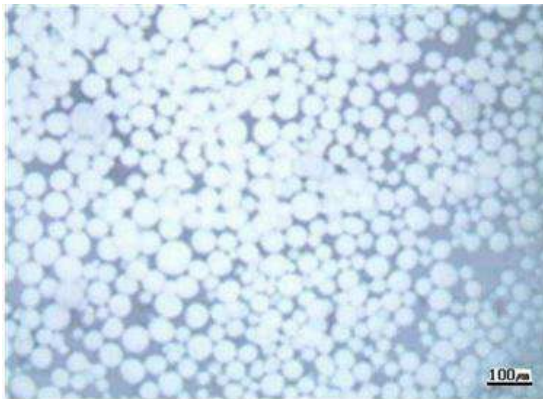
[0144] 따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

도면

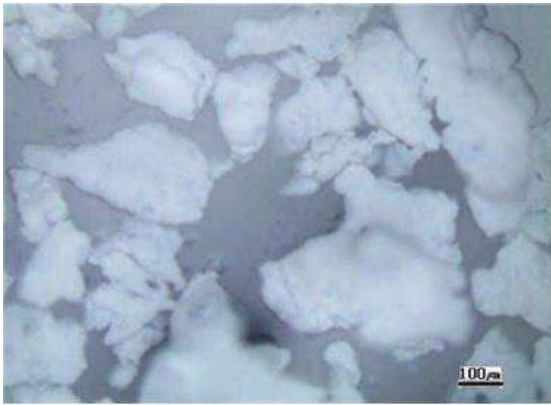
도면1



도면2



도면3



도면4

