

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. C08F 2/20 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2006년03월06일 10-0556628 2006년02월23일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호 (22) 출원일자	10-2003-0093700 2003년12월19일	(65) 공개번호 (43) 공개일자	10-2005-0062034 2005년06월23일
------------------------	--------------------------------	------------------------	--------------------------------

(73) 특허권자	제일모직주식회사 경북 구미시 공단2동 290번지
(72) 발명자	홍재근 경기도군포시당동주공아파트210-1203 박진규 서울특별시강서구등촌동688번지주공아파트301-1201 전정배 경기도군포시당동880번지103호
(74) 대리인	최덕규 이혜진

심사관 : 허수준

(54) 저분자량의 단분산성 고분자 미립자 및 그 제조방법

요약

본 발명의 저분자량의 단분산성 고분자 미립자의 제조방법은 (a) 물과 친수성 유기용매를 혼합하여 혼합용액을 제조하는 제1단계; (b) 상기 혼합용액에 분산 안정제 및 보조 안정제를 첨가하여 안정화시키는 제2단계; 및 (c) 상기 안정화된 용액에 불포화성 단량체 및 중합 개시제를 투입하여 중합시키는 제3단계로 이루어지며, 상기 물과 친수성 유기용매의 중량비는 1:99 내지 35:65 이고, 상기 불포화성 단량체의 함량은 전체 반응물에 대하여 10 내지 40 중량부이며, 상기 중합 개시제는 불포화성 단량체 100 중량부에 대하여 3 내지 30 중량부인 것을 특징으로 한다. 또한, 상기 방법에 의해 제조된 저분자량의 단분산성 고분자 미립자는 중량평균 분자량(M_w)이 5,000 내지 40,000이고, 입자의 크기가 0.5 내지 3.0 μ m인 것을 특징으로 하며 시드 중합시에 시드입자로 사용된다.

색인어

단분산성 고분자 미립자, 저분자량 고분자 미립자, 분산중합, 시드 중합, 시드 입자

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

발명의 분야

본 발명은 시드 중합(Seeded polymerization)에 적합한 시드(seed) 입자로 이용되는 저분자량의 단분산성 고분자 미립자 및 그 제조방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로 본 발명은 분산중합을 이용하여 저분자량인 동시에 균일한 입자의 분포도를 갖는 단분산성 고분자 미립자 및 그 제조방법에 관한 것이다.

발명의 배경

입자의 직경이 $1\mu\text{m}$ 이상인 단분산성을 지니는 고분자(polymer)입자는 분석 장치용 칼럼(column) 충전제, 액정 디스플레이(LCD)용 스페이서, 회로 접속용 도전 입자의 기재 입자 등으로 사용되어, 최근에는 그 용도가 넓어지고 그 사용량도 비약적으로 커지고 있다.

이러한 입자를 제조하기 위한 방법으로 유화중합이나 현탁중합에 의하여 넓은 입경 분포의 입자를 합성한 후 분급 등에 의하여 필요한 입경의 입자를 얻는 방법이 많이 사용되어 왔다. 그러나 상기 방법으로 입자를 제조할 경우 불필요한 입경의 입자가 많이 생성되기 때문에 제조 효율이 극히 저조하다. 또한 분급 공정에 의하여 $5\mu\text{m}$ 이하의 단분산 입자를 선별하는 것에는 한계가 있고, 많은 시간이 소요되는 문제점이 있다.

상기 문제점을 해결하기 위하여 유화중합이나 분산중합을 이용하여 크기가 작고 동시에 고도의 단분산성을 지니는 입자를 제조하고, 이를 수상 또는 유기상의 혼합물에 분산시킨 후, 이것에 동종 또는 이종의 단량체나 여러 단량체를 혼합하여 팽윤을 시킨 다음 중합을 행하는 시드 중합법이 특공평6-92443호 등 많은 특허와 논문에 의하여 알려져 있다. 그러나 이 방법을 이용하는 경우에는 팽윤 가능한 단량체의 함량에 한계가 발생하였다. 이를 극복하기 위하여 여러 번의 시드 중합 공정을 거치는 방법이 고안되었으나 복잡한 공정으로 인하여 최종 수율이 낮은 문제가 발생하였다.

또한 팽윤비를 높이기 위하여 분산된 시드 입자에 소량의 소수성의 유기 화합물을 먼저 흡수시키고 이어서 단량체를 팽윤시키는 방법이 제안되었으나, 결과물인 중합체 입자 중에 팽창을 도와준 소수성의 유기 화합물이 잔류한다는 문제가 있다.

이와 같은 문제점을 해결하기 위한 것으로 저분자량의 단분산 입자를 이용할 경우 다른 물질을 첨가하지 않아도 높은 팽창율의 팽윤이 가능한 방법이 알려져 있다. 특개소 54-097582호에서는 유화 중합시 연쇄 이동제를 첨가하여 분자량 1만 이하의 시드 입자를 제조하고 이를 이용하여 시드 중합하는 방법이 공개되어 있다. 하지만 단지 연쇄이동제를 더하는 것만으로는 분자량의 저하는 생기지만 입경의 분포가 넓어지는 문제점이 있다. 따라서 저분자량인 동시에 동시에 단분산성을 지니는 입자를 얻기는 매우 어렵다. 또한 특개평 9-302004호에서와 같이 알칼 머캡단계 연쇄 이동제를 이용할 경우에는 유독한 냄새로 인하여 공정상의 문제점이 많이 발생한다.

따라서 본 발명자들은 상기의 문제점을 해결하기 위하여, 기존의 분산중합 방법에서 반응성이 우수한 개시제를 특정 함량 사용하고, 동시에 물을 이용하여 용해력(solubility)을 조절함으로써 시드 중합시 시드로 사용하기에 적합한 저분자량의 단분산성 고분자 미립자 및 그 제조방법을 개발하기에 이르렀다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 시드 중합시 시드로 사용하기에 적합한 저분자량의 단분산성 고분자 미립자를 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 다른 목적은 시드 중합시 복잡한 제조 공정 없이도 높은 팽윤이 가능한 시드 고분자 미립자를 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 시드 중합시 높은 팽윤이 가능한 40,000 이하의 저분자량(M_w)이면서 동시에 극도의 단분산성을 지니는 고분자 미립자를 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 상기 및 기타의 목적들은 하기 상세히 설명되는 본 발명에 의하여 모두 달성될 수 있다.

발명의 구성 및 작용

발명의 요약

본 발명의 저분자량의 단분산성 고분자 미립자를 제조하는 방법은 (a) 물과 친수성 유기용매를 혼합하여 혼합용액을 제조하는 제1단계; (b) 상기 혼합용액에 분산 안정제 및 보조 안정제를 첨가하여 안정화시키는 제2단계; 및 (c) 상기 안정화된 용액에 불포화성 단량체 및 중합 개시제를 투입하여 중합시키는 제3단계로 이루어지며, 상기 물과 친수성 유기용매의 중량비는 1:99 내지 35:65 이고, 상기 불포화성 단량체의 함량은 전체 반응물에 대하여 10 내지 40 중량부이며, 상기 중합 개시제는 불포화성 단량체 100 중량부에 대하여 3 내지 30 중량부인 것을 특징으로 한다.

또한, 상기 방법에 의해 제조된 저분자량의 단분산성 고분자 미립자는 중량평균 분자량(M_w)이 5,000 내지 40,000 이고, 입자의 크기가 0.5 내지 3.0 μ m 인 것을 특징으로 하며 시드 중합시에 시드입자로 사용된다.

이하, 본 발명의 저분자량의 단분산성 고분자 미립자의 제조방법에 대한 상세한 설명은 다음과 같다.

발명의 구체예에 대한 상세한 설명

(A) 제1단계: 친수성 유기용매와 물의 혼합용액 제조

제1단계에서는 친수성 유기용매와 물을 혼합하여 혼합용액을 제조한다. 물을 이용하여 용해력을 조절함으로써 본 발명의 저분자량의 단분산 고분자 입자를 제조할 수 있다.

본 발명에서 연속상으로 사용되는 친수성 유기용매는 물과 혼합하였을 경우 수용액이 될 수 있는 용매로, 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올, n-부탄올, t-부탄올, 이소프로필 알콜 등과 같은 알콜류를 사용하는 것이 바람직하다. 또한 에틸렌 글리콜, 글리세린, 디에틸 글리콜 등의 다가 알콜류를 사용할 수 있고, 에틸 에테르 등의 에테르 계통의 유기물 및 기타 친수성 유기 용매를 단독으로 사용하거나 또는 2종 이상 혼합하여 사용하기도 한다.

본 발명에서 연속상의 용해력을 조절하기 위하여 첨가되는 물과 유기용매의 중량비는 1:99 내지 35:65로 하는 것이 바람직하다. 물과 유기용매의 중량비가 1:99 미만인 경우에는 분자량이 너무 높거나 크기가 큰 미립자가 생산되어, 이를 시드로 이용하여 시드 중합할 경우 최종 입자의 물성 조절이 용이하지 않다는 단점이 있다. 또한 물과 유기용매의 중량비가 35:65를 초과하여 사용할 경우 전체 연속상의 용해력을 현저히 저하시켜 중합하고자 하는 불포화성 단량체를 완전히 용해시킬 수 없고, 중합 후 반응물이 엉기는 문제점이 있다.

(B) 제2단계: 혼합용액의 안정화

상기 제1단계에서 제조된 혼합용액에 분산 안정제 및 보조 안정제를 첨가하여 용해시킨 후, 밀폐 반응기에 넣고 질소 분위기에서 수 시간 동안 안정화시킨다.

본 발명에서 사용되는 분산 안정제로는 알콜상 또는 수상에 녹을 수 있는 고분자로서, 젤라틴, 스타치, 히드록시에틸셀룰로오즈, 폴리옥시에틸렌, 폴리옥시프로필렌, 폴리옥시에틸렌알킬아민, 폴리옥시에틸렌알킬아미드, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬페틸에스테르, 카르복시메틸셀룰로오주, 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐 알킬 에테르, 폴리비닐 알콜, 폴리디메틸실록산/폴리스티렌 블록공중합체 등으로 이루어진 군으로부터 선택된 것이 바람직하다.

상기 분산 안정제는 분산 중합 과정에서 생성된 고분자 입자가 중력에 의한 침적이나 입자간 응집을 억제하기에 적합한 사용량으로서 전체 반응물에 대하여 2 내지 15 중량부를 사용하는 것이 바람직하다.

상기 분산 안정제 외에 보조 안정제로는 저분량의 이온성 계면활성제가 사용된다. 보조 안정제는 입자들의 기본적인 안정성보다는 생성되는 입자들의 분산도를 높이는 효과가 있다. 본 발명에 따른 보조 안정제로는 나트륨술포석시네이트, 메틸트리카프틸암모늄클로라이드, 에톡시노닐페놀 등을 사용하는 것이 바람직하다. 상기 보조 안정제는 전체 반응물에 대하여 0.05 내지 2중량부를 사용하는 것이 바람직하다.

본 발명에 따른 단분산성 고분자 미립자의 제조방법은 1단계와 2단계를 분리하여 제조하는 것이 바람직하나, 1단계와 2단계를 동시에 실시하여 제조할 수도 있다.

(C) 제3단계: 불포화성 단량체의 중합

중합을 하고자 하는 불포화성 단량체에 중합 개시제를 넣어 용해시키고, 이를 제2단계 공정을 통하여 안정화된 용액에 투입한 후, 밀폐 반응기에 넣고 50 내지 60℃의 온도로 24시간 동안 40 내지 150 rpm속도에서 교반하여 중합한다. 상기 제조된 고분자 입자는 원심분리법에 의하여 알콜로 수 차례 세척하고 상온 감압 조건 하에서 건조하여 미세 분말 형태로 얻는다.

본 발명에서 사용되는 불포화성 단량체로는 라디칼 중합이 가능한 단량체로서, 스티렌, p- 또는 m-메틸스티렌, p- 또는 m-에틸스티렌, p- 또는 m-클로로스티렌, p- 또는 m-클로로메틸스티렌, 스티렌설포닉 에시드, p- 또는 m-t-부톡시스티렌, 메틸 (메타)아크릴레이트, 에틸 (메타)아크릴레이트, 프로필 (메타)아크릴레이트, n-부틸 (메타)아크릴레이트, 이소부틸 (메타)아크릴레이트, t-부틸 (메타)아크릴레이트, 2-에틸헥실 (메타)아크릴레이트, n-옥틸 (메타)아크릴레이트, 라우릴 (메타)아크릴레이트, 스테아릴 (메타)아크릴레이트, 2-히드록시에틸 (메타)아크릴레이트, 폴리에틸렌 글리콜 (메타)아크릴레이트, 메톡시폴리에틸렌 글리콜 (메타)아크릴레이트, 글리시딜 (메타)아크릴레이트, 디메틸아미노에틸 (메타)아크릴레이트, 디에틸아미노에틸 (메타)아크릴레이트, 비닐 아세테이트, 비닐 프로피오네이트, 비닐 부티레이트, 비닐 에테르, 알릴 부틸 에테르, 알릴 글리시딜 에테르, (메타)아크릴산, 말레산과 같은 불포화 카복시산, 알킬(메타)아크릴아마이드, (메타)아크릴로니트릴 등으로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 단독으로 또는 2종 이상 혼합하여 사용하는 것이 바람직하며, 그 함량은 전체 반응물에 대하여 10 내지 40 중량부가 바람직하다.

본 발명에 사용되는 개시제로는, 벤조일 퍼옥시드, 라우릴 퍼옥시드, o-클로로벤조일 퍼옥시드, o-메톡시벤조일 퍼옥시드, t-부틸퍼옥시-2-에틸헥사노에이트, t-부틸 퍼옥시이소부티레이트, 1,1,3-3-테트라메틸부틸퍼옥시-2-에틸헥사노에이트, 디옥타노일 퍼옥시드, 디데카노일 퍼옥시드 등과 같은 퍼옥시드계의 화합물과 2,2'-아조비스이소부티로니트릴, 2,2'-아조비스(2-메틸부티로니트릴), 2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴) 등의 아조 화합물로부터 선택된 것이 바람직하며, 그 함량은 불포화성 단량체 100 중량부에 대하여 3 내지 30 중량부를 사용하는 것이 바람직하며, 불포화성 단량체 100 중량부에 대하여 5 내지 30 중량부를 사용하는 것이 더욱 바람직하다. 상기 개시제의 양이 3 중량부 미만일 경우 입자의 분자량이 높아져 목표하는 분자량을 가지는 미립자를 얻을 수 없고, 30 중량부를 초과할 경우 중합 과정이 불안정하여 입자가 엉기거나 균일한 입자 분포를 가지기 어렵게 되는 단점이 있다.

또한, 상기와 같은 본 발명의 저분자량의 단분산성 미립자의 제조방법에 의하면 중량평균 분자량(M_w)이 5,000 내지 40,000이고, 입자의 크기가 0.5 내지 3.0 μ m인 저분자량의 단분산성 입자를 안정적으로 제조할 수 있다.

상기와 같은 40,000 이하의 저분자량이면서 극도의 단분산성을 지니는 미립자는 시드 중합시 다른 물질을 첨가하지 않아도 높은 팽창율의 팽윤이 가능하므로 시드 중합시 시드입자로 사용하기에 매우 적합하다.

본 발명은 하기의 실시예에 의하여 보다 더 잘 이해될 수 있으며, 하기의 실시예는 본 발명의 예시 목적을 위한 것이며 첨부된 특허청구범위에 의하여 한정되는 보호범위를 제한하고자 하는 것은 아니다.

실시예

실시예 1

밀폐 반응기에 물 3 중량부와 메탄올 75.92 중량부(물과 메탄올의 중량비 3.4:96.6)를 혼합 교반하여 혼합 용매를 만든 후, 고분자 분산 안정제인 폴리비닐피롤리돈 K-40T (분자량 30,000~50,000g/mol, Aldrich) 8 중량부와 보조 안정제인 에어로졸-OT(Aerosol-OT, aldrich) 0.48 중량부를 첨가하고 질소 분위기에서 교반하면서 안정화시킨다. 스티렌 단량체 12 중량부에 지용성 개시제인 2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴) 0.6 중량부(단량체 100 중량부에 대하여 5 중량부)를 완전히 용해시키고 이를 반응기에 투입하여 상기 안정화된 반응물과 함께 교반한 후 60℃의 온도에서 24 시간 동안 150 rpm의 교반 속도로 교반하여 중합시킨다. 원심분리기를 이용하여 미 반응물과 분산 안정제를 제거한 후 진공 오븐에서 24시간 건조시켜 분말 형태의 고분자 입자를 얻었다.

실시예 2

지용성 개시제인 2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)를 1.2 중량부(단량체 100 중량부에 대하여 10 중량부)로 첨가한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 폴리스티렌 입자를 제조하였다.

실시예 3

지용성 개시제인 2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)를 1.8 중량부(단량체 100 중량부에 대하여 15 중량부)로 첨가하고, 물을 9 중량부(물과 메탄올의 중량비 10.2:89.8)로 첨가한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 폴리스티렌 입자를 제조하였다.

실시예 4

지용성 개시제인 2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)를 2.4 중량부(단량체 100 중량부에 대하여 20 중량부)로 첨가하고, 물을 15 중량부(물과 메탄올의 중량비 17:83)로 첨가한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 폴리스티렌 입자를 제조하였다.

실시예 5

지용성 개시제로 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(Aldrich)을 2.4 중량부(단량체 100 중량부에 대하여 20 중량부)로 첨가한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 폴리스티렌 입자를 제조하였다.

실시예 6

지용성 개시제로 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(Aldrich)을 3.6 중량부(단량체 100 중량부에 대하여 30 중량부)로 첨가하고, 물을 3.6 중량부(물과 메탄올의 중량비 4:96)로 첨가한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 폴리스티렌 입자를 제조하였다.

비교실시예

비교실시예 1

지용성 개시제인 2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)를 0.3 중량부(단량체 100 중량부에 대하여 2.5 중량부)로 첨가한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 폴리스티렌 입자를 제조하였다.

비교실시예 2

지용성 개시제로 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(Aldrich)을 0.3 중량부(단량체 100 중량부에 대하여 2.5 중량부)로 첨가하고, 물을 9 중량부(물과 메탄올의 중량비 10.2:89.8)로 첨가한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 폴리스티렌 입자를 제조하였다.

비교실시예 3

지용성 개시제인 2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)를 3.6 중량부(단량체 100 중량부에 대하여 30 중량부)로 첨가하고, 물을 37 중량부(물과 메탄올의 중량비 41.9:58.1)로 첨가한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 폴리스티렌 입자를 제조하였다.

[표 1]

	개시제	개시제 함량	물 함량	물과 유기용매의 중량 비
실시예 1	2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)	0.6(5)	3	3.4 : 96.6
실시예 2	2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)	1.2(10)	3	3.4 : 96.6
실시예 3	2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)	1.8(15)	9	10.2 : 89.8

실시예 4	2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)	2.4(20)	15	17 : 83
실시예 5	2,2'-아조비스이소부티로니트릴(Aldrich)	2.4(20)	3	3.4 : 96.6
실시예 6	2,2'-아조비스이소부티로니트릴(Aldrich)	3.6(30)	3.6	4 : 96
비교실시예 1	2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)	0.3(2.5)	3	3.4 : 96.6
비교실시예 2	2,2'-아조비스이소부티로니트릴(Aldrich)	0.3(2.5)	9	10.2 : 89.8
비교실시예 3	2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)	3.6(30)	37	41.9 : 58.1

(개시제 함량은 전체 반응물에 대한 중량부로, 괄호 내에는 단량체 100 중량부에 대한 중량부로 나타냄; 물의 함량은 전체 반응물에 대한 중량부로 나타냄)

상기 실시예 1~6 및 비교실시예 1~3에 의해 제조된 방법으로 제조된 입자의 평균 입경 및 입경 분산 지수는 주사 전자 현미경 사진 및 베크만 코울터 社(Beckman Coulter)의 코울터 카운터(Coulter Counter)로 측정하였고, 입경 분산 지수(coefficient of variation) 값은 하기 식으로 계산하였다.

$$C.V = \left[\frac{\sigma}{M} \right] \times 100 \quad \sigma = \left[\frac{\sum (X_n - M)^2}{N} \right]^{1/2}$$

상기 식에서, M은 입자의 수평균 크기이고, N은 입자의 총 개수이고, X_n은 각 입자의 크기이다.

실시예 1~6 및 비교실시예 1~3에 의해 제조된 입자의 평균입경, 분자량, 분산지수 등의 물성은 표 2에 나타내었다. 실시예 1~6은 본 발명에 의한 범위로 개시제 및 물을 사용한 경우이고, 비교실시예 1~3은 본 발명의 범위를 벗어나서 사용한 경우이다.

[표 2]

	평균입경(μm)	분자량(M _w)	분산지수	분산도	비고
실시예 1	1.65	24,100	1.006	단분산	
실시예 2	2.1	9,000	1.007	단분산	
실시예 3	1.8	17,000	1.005	단분산	
실시예 4	0.68	20,000	1.010	단분산	
실시예 5	1.53	21,000	1.003	단분산	
실시예 6	1.68	18,000	1.005	단분산	
비교실시예 1	1.48	52,000	1.006	단분산	분자량 초과
비교실시예 2	0.82	189,000	1.004	단분산	분자량 초과
비교실시예 3	-	32,000	-	영김	입자 미생성

상기 표 2의 결과로부터, 개시제 및 물의 함량을 본 발명의 조성범위로 사용한 실시예 1 내지 6에서는 저분자량의 단분산성 고분자 미립자를 획득할 수 있었다.

그러나 개시제를 불포화성 단량체 100 중량부에 대하여 3중량부 미만으로 사용한 비교실시예 1에 의한 미립자는 분자량(M_w) 52,000, 비교실시예 2에 의한 미립자는 분자량(M_w) 189,000으로 본 발명에 따른 미립자의 분자량을 초과하였다. 한편 물과 유기용매의 중량비가 35:65를 초과하여 사용한 비교실시예 3을 실시한 결과, 제조된 입자는 완전히 영기어 본 발명에 의한 미립자를 획득할 수 없었다.

발명의 효과

본 발명은 분산중합을 이용하여 시드 중합시 시드입자로 사용되는 저분자량의 단분산성 고분자 미립자를 제조함으로써 간단한 공정으로 높은 팽윤이 가능한 시드입자를 제공할 뿐만 아니라, 기존의 시드입자 제조공정에서 발생하는 넓은 입경분포 또는 유독한 냄새의 문제점을 해결하는 효과가 있다.

본 발명의 단순한 변형 내지 변경은 이 분야의 통상의 지식을 가진 자에 의하여 용이하게 실시될 수 있으며, 이러한 변형이나 변경은 모두 본 발명의 영역에 포함되는 것으로 볼 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

- (a) 물과 친수성 유기용매를 혼합하여 혼합용액을 제조하는 제1단계;
- (b) 상기 혼합용액에 분산 안정제 및 보조 안정제를 첨가하여 안정화시키는 제2단계; 및
- (c) 상기 안정화된 용액에 불포화성 단량체 및 중합 개시제를 투입하여 중합시키는 제3단계; 로 이루어지며,

상기 물과 친수성 유기용매의 중량비는 1:99 내지 35:65 이고, 상기 불포화성 단량체의 함량은 전체 반응물에 대하여 10 내지 40 중량부이며, 상기 중합 개시제는 불포화성 단량체 100 중량부에 대하여 3 내지 30 중량부인 것을 특징으로 하는 단분산성 고분자 미립자의 제조방법.

청구항 2.

제1항에 있어서, 상기 중합 개시제는 벤조일 퍼옥시드, 라우릴 퍼옥시드, o-클로로벤조일 퍼옥시드, o-메톡시벤조일 퍼옥시드, t-부틸퍼옥시-2-에틸헥사노에이트, t-부틸 퍼옥시이소부티레이트, 1,1,3-3-테트라메틸부틸퍼옥시-2-에틸헥사노에이트, 디옥타노일 퍼옥시드, 디데카노일 퍼옥시드, 2,2'-아조비스이소부티로니트릴, 2,2'-아조비스(2-메틸부티로니트릴), 및 2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴)로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 단분산성 고분자 미립자의 제조방법.

청구항 3.

제1항에 있어서, 상기 불포화성 단량체는 스티렌, p- 또는 m-메틸스티렌, p- 또는 m-에틸스티렌, p- 또는 m-클로로스티렌, p- 또는 m-클로로메틸스티렌, 스티렌설폰닉 에시드, p- 또는 m-t-부톡시스티렌, 메틸 (메타)아크릴레이트, 에틸 (메타)아크릴레이트, 프로필 (메타)아크릴레이트, n-부틸 (메타)아크릴레이트, 이소부틸 (메타)아크릴레이트, t-부틸 (메타)아크릴레이트, 2-에틸헥실 (메타)아크릴레이트, n-옥틸 (메타)아크릴레이트, 라우릴 (메타)아크릴레이트, 스테아릴 (메타)아크릴레이트, 2-히드록시에틸 (메타)아크릴레이트, 폴리에틸렌 글리콜 (메타)아크릴레이트, 메톡시폴리에틸렌 글리콜 (메타)아크릴레이트, 글리시딜 (메타)아크릴레이트, 디메틸아미노에틸 (메타)아크릴레이트, 디에틸아미노에틸 (메타)아크릴레이트, 비닐 아세테이트, 비닐 프로피오네이트, 비닐 부티레이트, 비닐 에테르, 알릴 부틸 에테르, 알릴 글리시딜 에테르, (메타)아크릴산, 불포화 카복시 산, 알킬(메타)아크릴아마이드, 및 (메타)아크릴로니트릴로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 단분산성 고분자 미립자의 제조방법.

청구항 4.

친수성 유기용매와 물을 혼합하여 혼합용액을 제조하고, 상기 혼합용액에 분산안정제 및 보조 안정제를 첨가하여 안정화시키고, 그리고 상기 안정화된 반응물에 불포화 단량체 및 중합 개시제를 투입하여 중합시키는 단계에 의하여 제조되고, 중량평균 분자량(M_w)이 5,000 내지 40,000이고, 입자의 크기가 0.5 내지 3.0 μ m인 것을 특징으로 하는 시드 중합시에 시드입자로 사용되는 단분산성 고분자 미립자.