

단분산된 Polyamide 6(Nylon 6) 미세입자의 제조

조항구 · 김형중[†]

공주대학교 공과대학 신소재공학부
(2007년 3월 9일 접수, 2007년 7월 3일 채택)

Preparation of Mono-dispersed Polyamide 6(Nylon 6) Micro-particle

Hangu Gu Cho and Hyung-Joong Kim[†]

Department of Advanced Material Engineering, College of Engineering,
Kong-ju National University, Kong-ju, Chungnam 314-701, Korea
(Received March 9, 2007; Accepted July 3, 2007)

초록 : 촉매인 potassium(K)을 2회 분할 투입하는 음이온 개환중합반응으로 ϵ -caprolactam을 분산매인 liquid paraffin 내에서 분산 중합하여 4~7 μm 의 직경을 가지는 단분산된 구형의 polyamide 6(Nylon 6) micro-particle를 제조하였다. 용착 방지제의 농도, 촉매의 양, 개시제의 양에 따라 생성된 입자 크기, 형태, 그리고 분포의 변화를 비교 분석하였다. 그 결과 개시제인 PCl_3 의 양이 단량체의 0.97~1.17 wt%일 때 약 90.6%의 수율을 얻었으며, 또한 촉매를 1.3~1.4 wt% 정도로 투입하였을 경우 가장 안정된 구형의 미세입자가 제조되고 높은 수율이 얻어짐을 알 수 있었다.

Abstract : Mono-dispersed polyamide 6(Nylon 6) micro-particles sized in 4~5 μm diameter were prepared by dispersion polymerization of ϵ -caprolactam in liquid paraffin as a dispersion medium. Potassium metal(K) as a catalyst was separately added twice over the anionic ring-opening polymerization of ϵ -caprolactam. The size, shape, and size-distribution of prepared particles were varied with the concentration of anti-coagulant as well as the amount of initiator and catalyst. As the initiator concentration was in the range of 0.97~1.17 wt% in monomer, about 90.6% of yield was accomplished. In addition, the highest yield of well-spherically shaped micro-particles was achieved by adding about 1.3~1.4 wt% of catalyst.

Keywords : polyamide 6, micro-particle, ϵ -caprolactam, dispersion polymerization.

서 론

최근에 micron(μm) 크기의 단분산된 고분자 미세입자에 관해 많은 연구가 진행되어 의료분야와 코팅제, 토너, 충전제, 도료, 화장품 분야,¹ 활성이나 마찰성의 감소가 요구되는 분야, 고속 처리 제판용 열용융 접착제² 및 현재 많은 관심을 받고 있는 LCD 기판의 spacer 등의 제조와 같은 공업 분야에서 활발하게 여러 가지 고분자 미세입자들이 활용되고 있다.

이들 고분자 미세입자의 공통적인 특성은 micron 정도의 크기와 때로는 극도의 단분산성의 직경이 요구된다는 점이다. 이러한 단분산성의 micron 크기를 가지는 고분자 미세입자의 제조 방법으로는 현탁중합, 무용매 유화중합, 반회분식 유화중합을 이용한 시드-팽윤 중합, 무중력 하에서 유화중합, 그리고 분산중합 등이 알려져 있다.³ 실제로 poly(methyl methacrylate) (PMMA) 또는 polystyrene (PS) 등의 미세입자는 유화중합이나 현탁중합에 의한 방법으로 제

조되고 있다. 잘 알려진 바와 같이 polyamide 6(Nylon 6)는 ϵ -caprolactam을 단량체로 중합하여 제조되며 섬유와 그밖에 성형품의 형태로 많이 생산되고 있지만 polyamide 6 미세입자의 제조와 연구는 상대적으로 아직 부족한 것이 현실이다. 일반적으로 polyamide 6를 현탁중합이나 유화중합에 의해 미세입자로 제조하는 것은 기술적으로 어렵기 때문에 ball mill과 같은 분쇄기기를 이용하여 기계적으로 분말화 하거나 이미 제조되어진 polyamide 6를 용매에 용해시키고 온도차에 의한 상분리를⁴ 통해 polyamide 6 미세입자를 제조하고 있다. 하지만 기계적 분쇄나 상분리에 의한 방법은 정해진 크기의 입자에 대한 수율이 좋지 않으며 미세입자의 입도와 분포가 크고 형태 또한 구형이 아니거나 불규칙하다는 단점을 갖고 있다.

본 연구의 목적은 이러한 단점을 보완하여 polyamide 6 미세입자의 용도를 확대하기 위해서 음이온 개환반응으로⁵ 단량체인 ϵ -caprolactam을 분산중합을 통하여 4~7 μm 의 크기를 가지는 구형의 polyamide 6 미세입자를 제조하는 것이다. 본 실험에서는 ϵ -caprolactam의 개환반응을 쉽게 유도하기 위해 금속 촉매를 사용하였다.

[†]To whom correspondence should be addressed.
E-mail: hyungjk@kongju.ac.kr

한편 제조된 polyamide 6 미세입자는 개시제, 촉매⁶ 그리고 용착 방지제의 투입량에 따라 어떠한 변화를 나타내는지 각각의 실험요소에 따른 입자의 크기, 형태, 분포 등을 측정, 비교, 분석한 후 미세입자 제조를 위한 최적의 중합조건을 모색하였다.

실 험

재료. 단량체인 ε-caprolactam(CL)은 YAKURI-Chemical사의 순도 99.0%, mp. 69~70 °C의 것을 사용하였다. 개시제로는 Aldrich사의 순도 99.0%, bp. 74~78 °C인 phosphorus trichloride (PCl₃)를 구입하여 사용하였다. Potassium(K)은 촉매로서 Aldrich사의 순도 99.0%인 것을 사용하였다. 생성된 미세입자의 용착을 방지하고 안정된 분산체를 유지하고자 첨가되는 용착 방지제로서 Junsei사의 potassium octadecanoate (potassium stearate, PS)를 정제 없이 그대로 사용하였다. 분산중합을 위한 분산매로서 SK Chemical사의 liquid paraffin(YK-D80) bp. 210~243 °C인 것을 정제 없이 그대로 사용하였다.

Polyamide 6의 합성. 4-Neck resin kettle에 thermometer, mechanical stirrer, condenser를 장착하고 heating mantle을 이용하여 가열하였다. 반응물을 불활성 상태로 유지하기 위해 유리관을 이용하여 kettle 내부가 질소로 충분히 충전될 수 있도록 실험 장치를 구성하였다. 구체적인 실험 과정의 한 예를 Figure 1과 같이 반응시간과 그때의 온도, 그리고 투입되는 반응물을 나타내는 도표로 구성하여 보았다.

반응과정을 구체적으로 서술하면 먼저 YK-D80 175 g에 PS를 단량체의 6.25 wt% 정도를 투입 혼합하였다. 이때 이 실험에서는 수분의 절대적인 차단이 필요하므로 수분의 상압에서의 비점보다 10 °C 높은 110 °C에서 1시간 동안 혼합물을 교반하여 수분의 유입과 이미 유입된 혼합물 내의 수분이 제거되도록 하였다. 같은 온도에서 단량체인 CL을 중합 후 100% 전환 시 고형분 함량이 25 wt%가 되도록 투입하고 1시간 동안 분산매에 용해, 건조시킨 후 K를 단량체 양의 1.17 wt% 정도 첨가하였다. K를 첨가한 30분 후 반응온도를 개시제인 PCl₃의 비점인 75 °C 이하로 낮추었다.⁷ 다음 PCl₃ 1.17 wt% (0.5 mL)를 피펫을 이용하여 정확한 양을 투입하였다. 이후 5 °C/min 속도로 가열하여 175 °C에 도달한 다음 단량체의 0.5 wt% 정도의

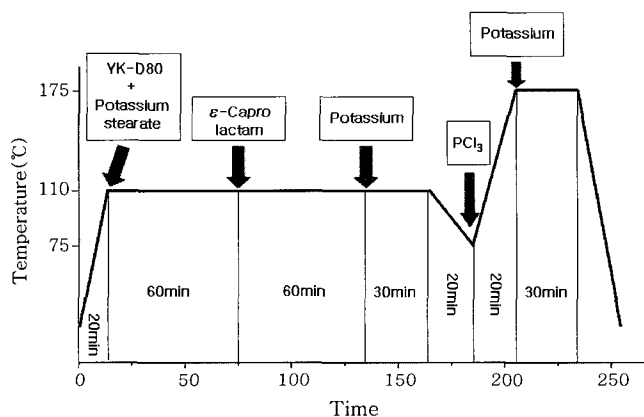


Figure 1. Reaction procedure of polymerization.

K를 추가 투입하였는데 K를 추가로 투입하는 자세한 이유와 결과는 ‘결과 및 토론’에서 서술한다. 175 °C의 온도를 유지하면서 30분 동안 추가로 반응시킨 후 반응을 종료하였다. 반응물에서 생성된 polyamide 6 미세입자를 걸러내고 isopropyl alcohol(IPA)과 혼합·교반하여 미반응 단량체와 YK-D80을 세척한 다음 감압상태로 충분히 여과하였다. 이 과정을 3번 반복한 후 60 °C 오븐에서 충분한 시간동안 건조하여 구형의 polyamide 6 미세입자를 얻었다. 본 과정에서 제안된 ε-caprolactam의 음이온 개환중합의 반응 mechanism은⁷ Figure 2와 같다.

Polyamide 6 미세입자의 분석.

미세입자의 크기 측정 및 형태 확인 : 본 연구에서 제조된 미세입자의 크기는 scanning electron microscope(SEM)을 이용하여 측정하였다.

입도 측정 : 입도 분포는 물에 polyamide 6 미세입자를 적당량 분산시킨 다음 particle size analyzer (Microtrac S3000)를 이용하여 측정하였다.

화학 구조 분석 : 중합 후 결과물을 acetic acid에 용해하여 KRS-5 disc위에 도포하고 60 °C 오븐 안에서 건조하였다. 이를 FT-IR

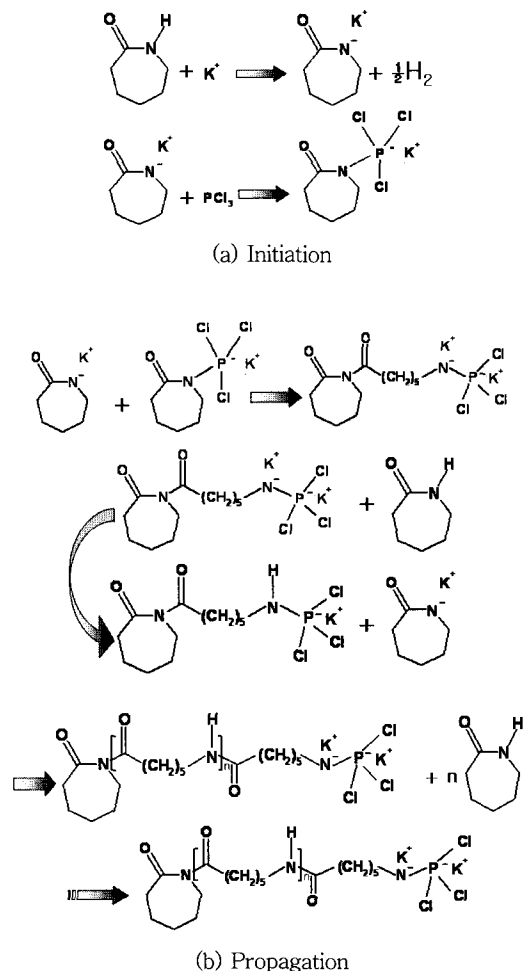
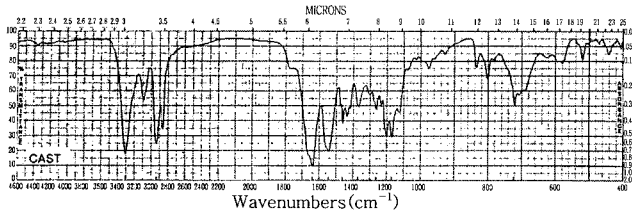


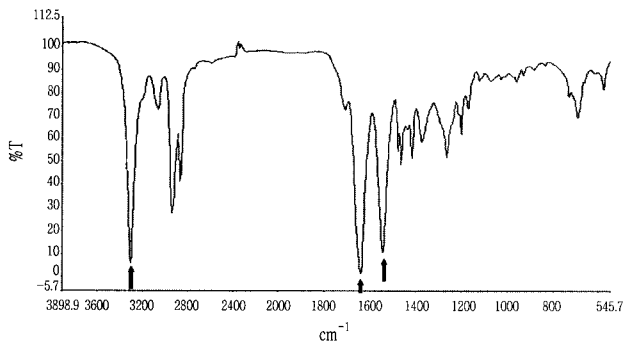
Figure 2. Mechanism of anionic ring-opening polymerization of CL by K and PCl₃.

spectrum 1000 (Perkin Elmer사)을 이용하여 resolution 2 cm^{-1} 로 6회 scan하여 화학구조를 분석하였다.

용융온도(T_m) 측정 : 시료를 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 오븐에서 충분히 건조시킨 후 differential scanning calorimetry(DSC)를 이용하여 T_m 을 측정하였다.



(a) Commercial product of polyamide 6



(b) Polyamide 6 particle prepared from ϵ -caprolactam

Figure 3. FT-IR spectra of commercial product and the polyamide 6 particle prepared from CL.

결과 및 토론

Polyamide 6 미세입자의 구조확인. Figure 3은 상업적으로 제조된 Nylon 6(polyamide 6)의 FT-IR spectrum과⁸ 본 실험에서 제조한 polyamide 6 미세입자의 FT-IR spectrum을 비교한 것이다. Polyamide의 특성 피크인 3300 cm^{-1} (N-H stretch), 1640.1 cm^{-1} (C=O amide stretch), 1544.6 cm^{-1} (N-H bend and C-N amide stretch)가 Figure 3(a)와 (b)에서 공통적으로 존재하는 것으로 확인되었으며, 또한 그 외 나머지 피크의 위치와 흡수도도 일치하는 것으로 보아 본 실험에서 제조한 polyamide 6 미세입자는 Nylon 6와 동일한 화학구조인 것으로 확인되었다.

용융온도(T_m). Figure 4는 polyamide 6 미세입자의 DSC thermogram이다. 약 $215.8\text{ }^\circ\text{C}$ 부근에서 제조한 polyamide 6 미세입자

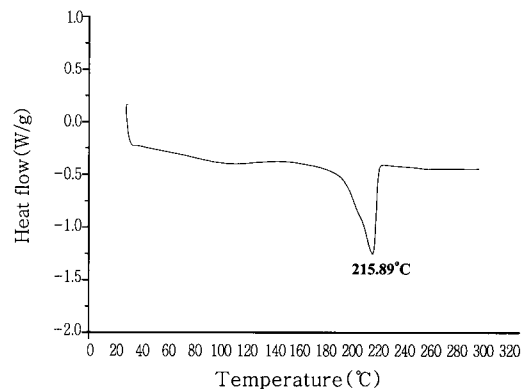
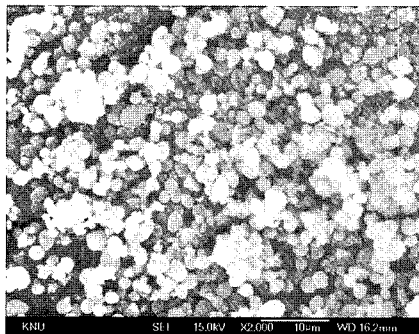
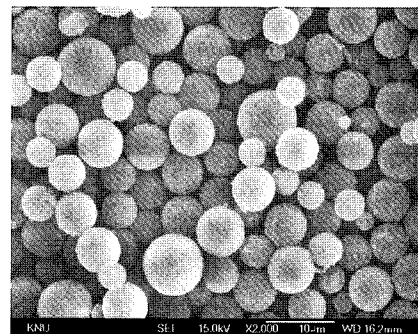


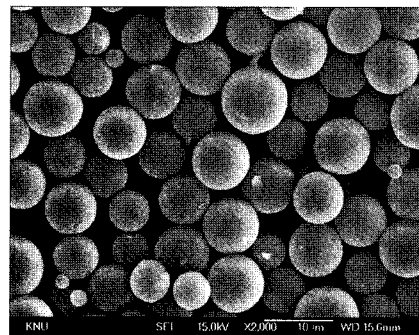
Figure 4. DSC thermogram of the prepared polyamide 6 particle.



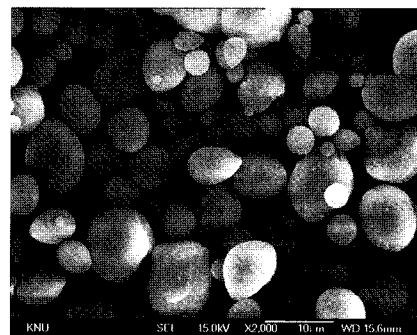
0.77 wt%



0.97 wt%



1.17 wt%



1.37 wt%

Figure 5. SEM images of prepared polyamide 6 micro-particles with different initiator (PCl_3) concentration.

의 뚜렷한 결정용융엔탈피(ΔH) 피크를 볼 수 있다. 참고문헌에서⁹ 제시된 ϵ -CL로 부터 제조된 polyamide 6의 용융온도(T_m) 215 °C와 일치하는 것으로 보아 제조된 미세입자가 같은 화학구조를 갖는 결정성 고분자임을 확인할 수 있다.

개시제(PCl_3)의 양에 따른 영향. 실험 과정에서 명시된 동일한 조건에서 PCl_3 의 투입량을 각각 단량체의 0.77, 0.97, 1.17, 1.37, 그리고 1.57 wt%로 변화시켜 polyamide 6 미세입자들을 제조하여 보았다. Figure 5는 각각의 PCl_3 의 농도를 달리하여 제조된 polyamide 6 미세입자의 크기와 형태를 볼 수 있도록 촬영된 SEM 사진이다.

PCl_3 가 0.77 wt% 투입되었을 경우 구상이 아닌 0.8~2.5 μm 분포의 미세입자를 확인할 수 있었다. 투입량이 0.97~1.17 wt%로 높아질수록 뚜렷한 구형의 형태를 갖는 2~8.7 μm 정도의 입도 분포를 가지는 polyamide 6 미세입자가 생성되는 것을 알 수 있었고, 1.37 wt%를 투입한 경우에는 불규칙한 입자의 크기와 형태를 보이는 것을 볼 수 있었다. 하지만 투입량이 1.57 wt%의 경우는 반응이 전혀 일어나지 않았다. 위 반응식 (a)에서 볼 수 있듯이 K와 ϵ -caprolactam의 반응으로 염이 생성되고 투입된 PCl_3 는 결국 CL-K 염과 반응하여 두 종류 염의 반응으로 개시를 시작한다. 그러나 과량(1.17 wt% 이상)의 PCl_3 는 두 종류의 염 중 한 종류(CL- $P^+Cl_3K^-$)의 염을 생성함으로써 적정투입량 이상 투입 시 개시효율이 저하되는 결과를 초래하는 것으로 여겨진다. 따라서 개시제의 투입량이 적정 수준일 때 입자의 형태와 분포가 점점 안정되는 경향을 볼 수 있다. 개시제의 투입량에 따라 얻어진 미세입자의 수율도 큰 차이를 보였는데 그 결과를 Figure 6에 개시제의 투입량에 따른 수율로 나타내었다. Figure 3의 결과에서처럼 규칙적인 구형의 입자가 얻어지는

0.97~1.17 wt% 정도의 개시제 투입량 범위에서 88.4~90.6% 정도의 최고 수율을 보였다.

결론적으로 PCl_3 가 적절한 양으로 투입되었을 때 규칙적인 구형의 입자가 얻어질 뿐만 아니라 가장 높은 수율을 얻을 수 있다는 것을 알 수 있었다.

촉매(K)의 양에 따른 영향. 촉매인 K 투입량에 따라서 얻어지는 미세입자의 크기와 형태 변화를 알아보았다. 실험 과정에서 기술한 동일한 조건하에서 K의 투입량을 단량체의 0.9, 1.1, 1.3, 1.4, 1.5 wt%로 조절하여 polyamide 6 미세입자를 제조하였다. 각각의 투입량에 따라 제조한 미세입자를 비교한 SEM 사진을 Figure 7에 나타내었다.

투입량을 단량체의 0.9 wt%와 1.1 wt% 정도 투입하였을 경우

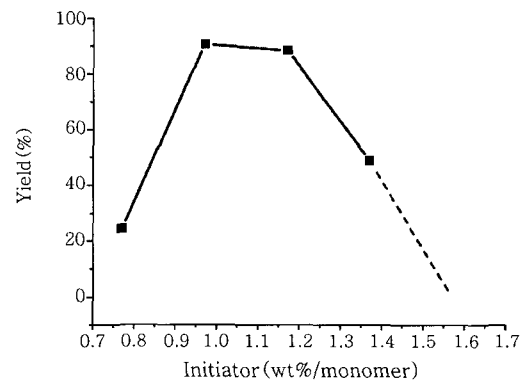
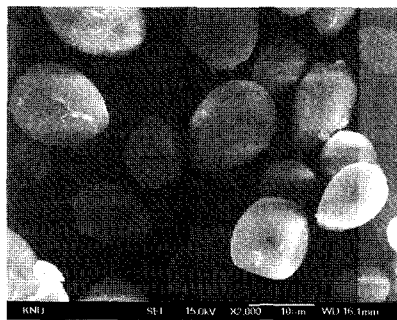
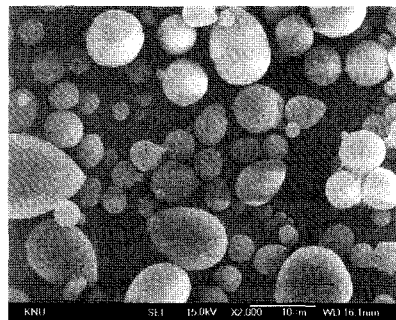


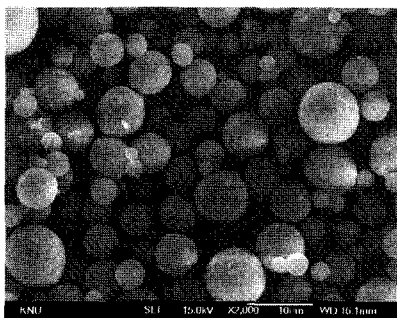
Figure 6. Effect of initiator (PCl_3) concentration on yield % of micro-particles.



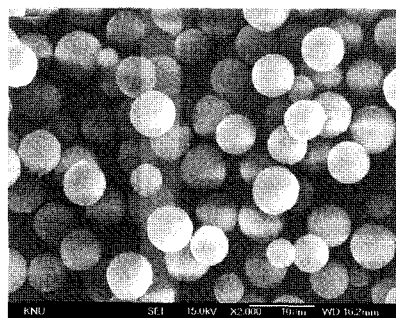
0.9 wt%



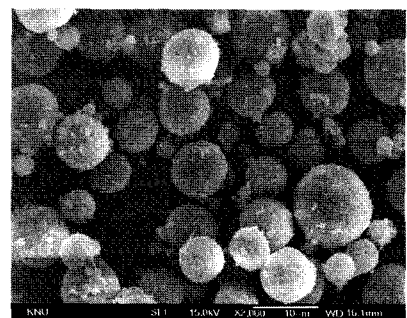
1.1 wt%



1.3 wt%



1.4 wt%



1.5 wt%

Figure 7. SEM images of prepared polyamide 6 micro-particles with different catalyst (K) concentration.

찌그러진 구형인 쌀알 모양의 입자형태를 갖는 것을 볼 수 있었다. 투입량이 1.3 wt%와 1.4 wt%인 경우 가장 안정된 형태의 크기와 형태를 갖는 것을 알 수 있었다. 한편 1.5 wt% 정도 K를 투입할 경우 반응속도가 빨라져 낮은 농도의 것들 보다 크기의 분포가 크고 불규칙한 형태의 입자가 생성되었으며 입자의 표면에 지저분한 생성물이 부착됨을 알 수 있었다. 이 외에도 투입량을 1.5 wt% 보다 과량을 투입하여 보았으나 K의 영향으로 입자들이 서로 뭉치는 현상을 볼 수 있었다.

한편, 입자의 형상과 더불어 수율에서도 촉매의 투입량에 따른 변화를 확인할 수 있었는데 그 결과를 Figure 8에 나타내었다. K의 투입량이 많아질수록 수율이 증가하는데 1.3 wt%의 K를 투입한 시점부터 수율이 급격하게 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 이것은 반응

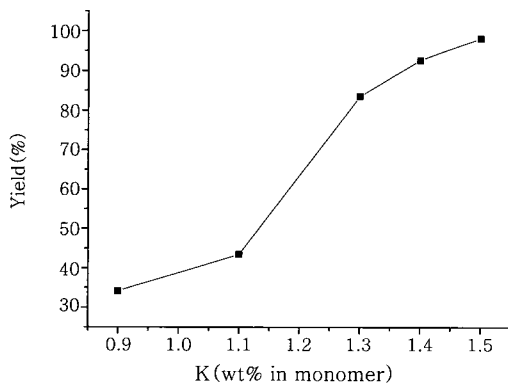


Figure 8. Effect of catalyst K (potassium) concentration on yield % of micro-particles.

메커니즘상 K에 의해 염으로 되는 CL-K염의 양을 증대시키고 이들이 활발한 개환반응으로 이어져 전환율이 증대되는 것으로 여겨진다. 또한 K는 단량체와 반응하여 염이 생성되고 개시제 PCl_3 는 염과 반응하여 고분자로 성장하도록 연속적인 개환을 일으키기 때문에 K와 PCl_3 를 적절한 비율 이상으로 투입해야 높은 수율의 안정된 구형의 미세입자를 제조할 수 있다고 여겨진다. 하지만 이미 앞에서 언급한 것과 같이 특히 과다한 촉매의 양은 오히려 입자의 수율을 낮추는 동시에 불규칙한 입자형태를 나타내는 효과를 주기 때문에 더욱 유의하여야 한다.

한편, 본 실험에서는 촉매의 양을 두 번에 걸쳐 투입하였는데 첫 번째 투입된 K는 반응식 (a)과 같이 CL로부터 염을 생성하는데 그 목적이 있고, 두 번째 투입된 K는 반응식 (b)와 같이 생성된 CL 염과 PCl_3 의 반응 촉매로서 개환반응을 촉진하는 역할을 수행한다. 결과적으로 촉매를 각기 다른 시점에 나누어 투입함으로써 수율을 높일 수 있을 뿐만 아니라 뚜렷한 구형의 모습을 갖춘 폴리amide 미세입자를 얻을 수 있었다. 또한 후 첨가되는 K가 반응을 촉진시켜 중합시간을 단축시켜줄 수 있기 때문에 중합 효율 면에서도 경제적인 장점을 갖게 된다고 여겨진다.

용착방지제(PS)의 투입량에 따른 영향. 생성된 미세입자가 서로 용착되어 덩어리를 형성하는 것을 방지할 목적으로 일종의 분산안정제와 같은 역할이 예상되는 용착방지제로 PS를 첨가하였다. 실험과정에서 기술한 동일한 반응조건 하에서 PS의 투입량을 단량체 양의 4.25, 5.25, 6.25, 7.25, 그리고 8.25 wt%로 변화시켜 polyamide 6 미세입자를 제조하였다. Figure 9는 그러한 조건에서 제조된 미세입자들의 SEM 사진들이다. 일반적인 분산중합의 경우 분산안정제 양에 따른 입자크기의 변화와는 반대로 용착방지제의 투입량이

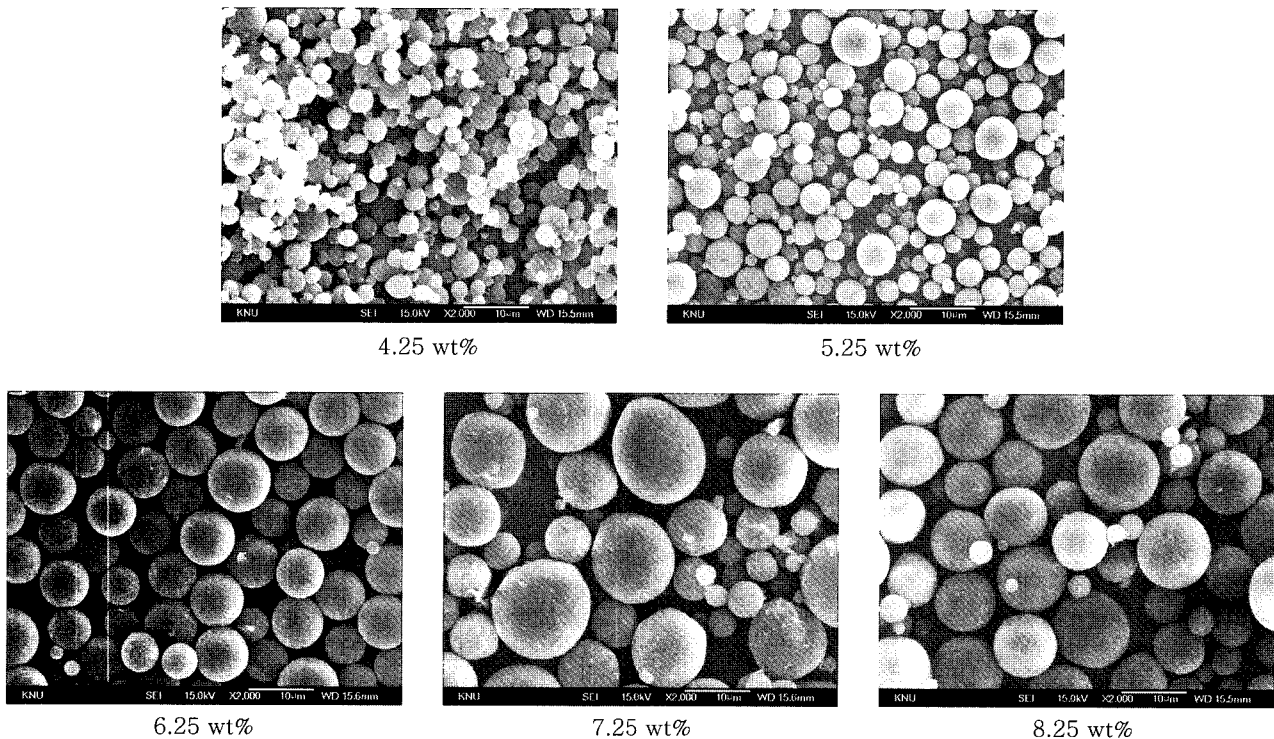


Figure 9. SEM images of prepared polyamide 6 micro-particles with different anti-coagulant (PS) concentration.

증가하면 생성되는 미세입자의 크기가 오히려 증가되는 것을 확인할 수 있었다. 본 연구에서는 같은 조건에서 반복실험을 통해 예상되는 반대되는 이러한 결과가 단순한 실험적 오류가 아니었음을 확인할 수 있었다. 실제로 4.25 wt% 이하 혹은 8.25 wt% 이상의 양에서는 분산중합 시스템의 불안정으로 입자형태의 중합물을 얻을 수 없었음이 관찰되었다. Polyamide 6 중합 시 용착방지제의 친수성부분 즉, 극성부분은 단량체로 향하고 소수성부분은 용매인 YK-D80으로 향하게 되어 결과적으로 단량체를 둘러싸 구의 형태를 유지시키는 역할을 한다. 그러나 본 연구에서 과량의 용착방지제는 친수성부분의 강력한 극성으로 인해 CL-K의 염 생성을 방해하고 반응하지 않은 K⁺이 용매에 축적되어 용매의 극성이 높아지게 된다. 이 때문에 용착방지제의 기능을 점차 잃게 되고 용매와 단량체 사이의 약해진 계면 장력으로 입자간 융합되어 그 크기가 증가하게 되는 것으로 여겨진다. 이와 반대로 적정량 이하의 용착방지제는 입자형성의 불안정을 초래하여 입자형태가 불규칙한 것을 확인할 수 있었다. 따라서 적정범위 내에서 용착방지제의 투입량을 조절함으로써 분산중합 시스템을 안정화할 수 있고 동시에 입자의 구경조절이 가능하다고 여겨진다.

PS의 투입량에 따라 입자분석기로 측정한 입도분포 곡선은 Figure 10과 같다. PS의 투입량이 증가함에 따라 평균입자 구경이 커지고 단분산의 분포를 보여주며 6.25~7.25 wt%일 경우 가장 단분산된 입도분포를 나타내었다. 전반적으로 PS의 투입량이 증가하면서 생성된 미세입자가 좁은 분포도를 나타내며 특히 6.25~7.25 wt% 정도의 범위에서 가장 좋은 단분산의 입도분포를 나타내는 것을 확인하였다.

한편 PS 양의 증가에 따라 6.25 wt%까지 입자의 크기와 수율이

증가하는 것을 볼 수 있었으나 수율에서는 큰 변화를 보이지 않았다. 따라서 용착방지 효과를 위해 첨가된 PS의 양이 수율에 미치는 영향은 전반적으로 그리 크지 않은 것으로 여겨진다.

중합 공정변화에 따른 영향. Polyamide 6의 미세입자를 제조함에 있어서 각종 첨가제나 개시제 투입량의 변화뿐만 아니라 공정요소의 변화는 구형의 미세입자의 크기와 형태 및 수율을 결정하는 중요한 인자이다. 그 중에서 PCl₃를 투입하는 시기와 온도 제어는 미세입자의 크기와 형태를 결정짓는 중요한 인자인 것을 알 수 있었다. 공정 변화는 CL의 개환중합을 이용한 polyamide 6의 제조와 관련된 논문⁷ 참고하여 실시하였다. PCl₃의 투입 시점에서의 온도를 75 °C로 하강시키지 않고 175 °C까지 상승시킨 후 투입한 실험과정 Figure

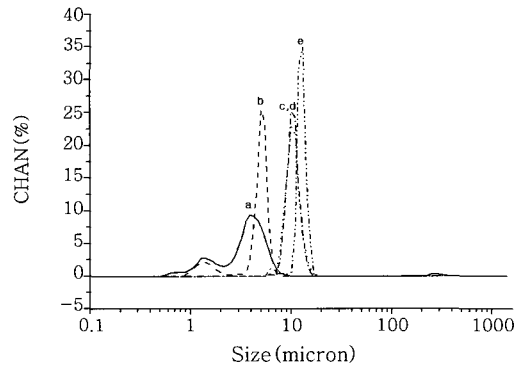


Figure 10. Size distribution of polyamide 6 particles with different anti-coagulant (PS) concentration (a : 4.25, b : 5.25, c : 6.25, d : 7.25, e : 8.25 wt%).

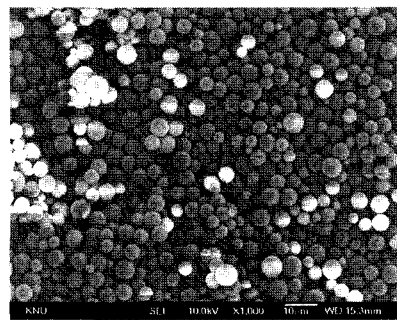
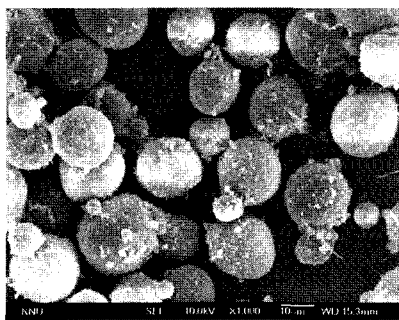
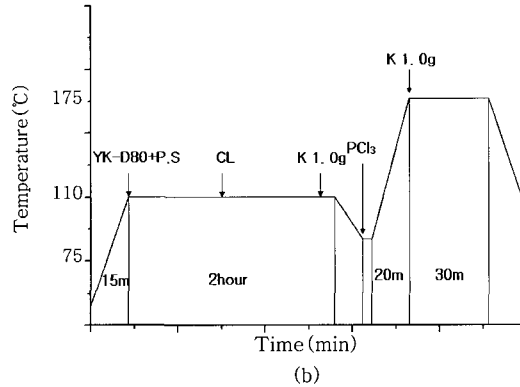
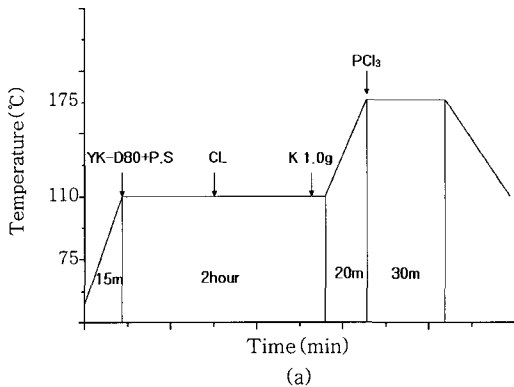


Figure 11. Polyamide 6 micro-particles, (a-1) and (b-1), prepared by different polymerization process (a) and (b).

9(a)와 온도를 개시제의 비점 이하인 75 °C로 하강하여 투입하고 또한 K를 두 번에 나누어 넣은 실험과정 Figure 11(b)로 각각의 중합 반응 조건을 달리하여 중합하였다.

각각 두 과정으로부터 얻어진 미세입자 결과물의 SEM 사진, Figure 11(a-1)과 Figure 11(b-1)을 통해 입자의 형태와 크기를 비교한 결과 얻어진 미세입자의 온도를 낮추어 개시제를 투입하고 K를 두 번에 나누어 넣은 (a) 과정이 비교적 균일한 구형입자를 형성하고 작은 직경과 좁은 입도 분포를 나타내는 것을 확인할 수 있었다. 즉 PCl_3 의 비점 근처로 온도를 내리는 방법을 적용함으로써 개시제의 기화를 억제하여 활발한 반응을 유도하고 결과적으로 개시효율이 상승되는 효과를 가져와 안정된 구형의 미세입자를 제조할 수 있다는 것을 알 수 있었다.

결 론

ϵ -Caprolactam(CL)의 음이온 개환중합을 통해 micron 크기의 구형 polyamide 6 미세입자를 제조하는 연구로부터 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 개시제로 사용된 PCl_3 의 양을 단량체 양의 0.97~1.17 wt% 정도 투입하였을 경우 가장 높은 수율이 얻어지는 것을 확인하였다.
- 2) 구형의 micron 크기를 갖는 polyamide 6 미세입자는 촉매인 K의 양이 증가함에 따라 수율이 뚜렷하게 증가하는 것을 확인하였다. 그러나 제조된 미세입자의 형태는 K가 단량체 양의 1.3~1.4 wt% 정도 투입되었을 경우 가장 안정된 구형의 미세입자가 제조되는 것을 알 수 있었다.
- 3) 촉매인 K는 단량체인 CL와 반응하여 CL-K염을 생성하고 개시제는 그 염과 반응하여 개환을 일으키기 때문에 K와 PCl_3 를 적절한 비율로 투입해야 높은 수율의 안정된 구형의 미세입자를 제조할 수 있다고 여겨진다.

4) 용매에 CL을 투입 후 질소를 용매에 주입하고, 110 °C에서 일정시간의 간격을 두어 수분을 충분히 제거해야 활발한 반응을 유도할 수 있다고 여겨진다.

5) 촉매인 K를 각기 다른 시점에서 2회 분할 투입함으로써 수율을 높일 수 있을 뿐만 아니라 뚜렷한 구형의 모습을 갖춘 폴리amide 미세입자를 얻을 수 있었다. 또한 추가로 투입된 촉매로 인한 반응의 촉진이 중합시간을 단축시켜 결과적으로 생산비 절감 효과를 가져올 것으로 기대된다.

6) 생성 미세입자의 용착방지를 목적으로 첨가되는 PS는 평균입자 크기와 분산성을 결정하는 중요한 인자로서 첨가량이 4.25~8.25 wt%의 일정 범위 내에 있을 경우 첨가량이 증가할수록 미세입자의 크기가 증가하였다. 따라서 용착 방지제의 양을 조절하여 입자크기의 조절이 가능함을 알 수 있었다. 하지만 수율과는 뚜렷한 관계를 나타내지 않았다.

참 고 문 헌

1. A. Degussa, Kor. Unex. Pub. Pat., 0051255 (2003).
2. Sinto Fine, Kor. Pub. Pat., 0017361 (2002).
3. H. J. Seo and J. H. Ahn, *Polymer(Korea)*, **1**, 861 (1998).
4. E. Y. Kim, Kor. Unex. Pub. Pat., 0000965 (1996).
5. R. J. Young and P. A. Lovell, *Introduction to Polymers*, 2nd Ed., Chapman & Hall, London, p.105-107 (1991).
6. D. W. Chang, Y. T. Oh, and Y. T. Park, *Polymer(Korea)*, **25**, 1 (2001).
7. M. S. Koo and S. K. Choi, *J. of the Korea Chem. Soc.*, **21**, 440 (1977).
8. Charles J. Pouchert, *The Aldrich Library of FT-IR Spectra*, 1st Ed., Aldrich Chem. Co. Inc, vol. 2, p. 1198 (1985).
9. J. Brandrup, et. al., *Polymer Handbook*, 4th Ed., John Wiley & Sons, VI-159, New York, 1999.