

## 송진변성페놀수지의 제조방법

윤철진, 김철국, 리봉수

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학자, 기술자들은 사회주의경제발전의 요구에 맞게 인민경제 모든 부문의 생산기술 공정과 생산방법, 경영활동을 새로운 과학적토대우에 올려세우는데서 나서는 과학기술적문제를 전망성있게 풀어나가야 하겠습니다.》(《김정일선집》 증보판 제11권 138페이지)

출판물의 질을 세계적수준으로 끌어올리는데서 평판인쇄잉크생산공정과 생산방법을 새로운 과학적토대우에 올려세우는것은 중요한 의의를 가진다.

최근에 인쇄공업이 부단히 발전하는데 따라 인쇄잉크제조분야에서 잉크생산기술과 잉크의 특성에 대한 요구가 더욱 높아지고있으며 인쇄잉크의 주원료의 하나인 합성수지들이 새롭게 연구개발되어 생산에 도입되고있다.[1, 2]

평판인쇄잉크는 송진변성페놀수지가 기본이고 여기에 식물유, 팜물유 및 기타 보조제를 넣어 인쇄잉크전색제를 제조하고있다. 합성수지와 그것으로 만든 전색제는 주로 인쇄잉크의 류동성, 건조성, 피막특성 등의 중요한 질지표를 결정한다.

우리는 평판인쇄물의 질을 더욱 높이기 위하여 고급평판인쇄잉크의 요구에 알맞는 점도와 연화점이 높고 용해성이 좋은 송진변성페놀수지를 합성하였다.

### 실 험 방 법

1단법에 의한 송진변성페놀수지합성방법은 다음과 같다.

송진을 녹인 다음 물을 넣어 온도를 120℃로 낮추고 페놀, 산화마그네시움과 우로트로핀을 넣고 온도를 110℃아래로 낮춘다. 환류랭각기에 랭각수를 통과시키고 천천히 포름알데히드를 넣고 100℃에서 온도를 유지하면서 4h동안 반응시킨다. 다음 약 5h동안 온도를 230℃까지 올리고 배풍기로 15min동안 배풍하여 반응기안의 물기를 뽑아내고 다시 글리세린을 넣고 1h동안 온도를 유지한다. 다시 온도를 265℃까지 올리고 에스테르화반응시킨다. 산가가 25mg/g아래로 떨어질 때 진공배기시켜 감압조건에서 모든 항목의 지표들이 합격될 때 배출랭각하여 송진변성페놀수지를 얻는다.

### 실험결과 및 해석

알킬페놀의 종류의 영향 여러가지 알킬페놀은 치환기가 다르므로 반응속도에 영향을 미칠뿐아니라 합성한 송진변성페놀수지의 특성에도 영향을 미친다. 실험으로 알킬치환체는 알릴치환체보다 수지의 용해성을 더 좋게 해준다.

또한 치환기의 위치와 종류도 수지의 건조와 점도 등에 영향을 미친다. 초기축합단계에서 반응을 조종하여 용해성이 좋은 수지를 얻으려면  $p$ -위치에 치환된 긴 탄소사슬알킬페놀을 리용하여야 한다.

수지의 특성에 미치는 알킬페놀의 종류의 영향은 표 1과 같다. 수지용액의 점도는 락구식점도계에서, 연화점은 환구법으로, 산가는 알카리적정법으로 측정하였다.

표 1. 수지의 특성에 미치는 알킬페놀의 종류의 영향

항목	알킬페놀		
	$p$ -3급부틸페놀	$p$ -3급옥틸페놀	노닐페놀
점도(25°C)/(mPa · s)	7 800	4 200	1 800
연화점/°C	120	105	75
용해성/(mL · g <sup>-1</sup> )	3.4	5.6	9.0
산가/(mg · g <sup>-1</sup> )	18.2	20.5	24.0

표 1에서 보는바와 같이  $p$ -3급부틸페놀수지로 합성한 수지의 점도, 용해성과 연화점이 모두 기술지표에 알맞는다. 또한  $p$ -옥틸페놀과 노닐페놀로 합성한 수지의 점도와 연화점은 매우 낮다. 알킬페놀의 치환기탄소사슬이 길수록, 공간위치장애가 클수록 송진과 페놀수지축합물과의 부가반응에 불리하므로 생성물의 상대분자량이 작고 점도와 연화점이 낮아진다. 따라서 우리는  $p$ -3급부틸페놀을 리용하였다.

페놀과 포름알데히드의 물질량비의 영향 될수록 많은 메티롤기로 막힌 페놀수지초기축합물을 얻으려면 반드시  $p$ -위치에 치환된 알킬페놀의 2개의  $o$ -위치가 모두 반응에 참가하여야 한다. 이론적으로 1mol의 알킬페놀과 2mol의 포름알데히드가 반응하여야 1mol의 디메티롤페놀이 생성되는데 이것은 과잉의 포름알데히드를 리용하여 알킬페놀을 완전히 전환시킬수 있다는것을 보여준다.

수지의 특성에 미치는  $p$ -3급부틸페놀과 포름알데히드의 물질량비의 영향은 표 2와 같다.

표 2. 수지의 특성에 미치는  $p$ -3급부틸페놀과 포름알데히드의 물질량비의 영향

항목	페놀과 포름알데히드의 물질량비			
	1 : 1.4	1 : 1.6	1 : 1.8	1 : 2.0
점도(25°C)/(mPa · s)	6 000	8 500	11 500	13 000
연화점/°C	105	120	126	140
용해성/(mL · g <sup>-1</sup> )	4.1	3.2	2.1	1.8
산가/(mg · g <sup>-1</sup> )	24.5	23.2	21.1	20.5

표 2에서 보는바와 같이 합성한 수지의 점도는 물질량비가 커지는데 따라 높아진다. 포름알데히드첨가량이 많아지는데 따라 수지의 점도와 연화점이 높아지지만 용해성은 낮아진다. 여러가지 성질들을 종합적으로 고려할 때 물질량비를 1 : 1.6으로 하는것이 좋다.

에스테르화반응단계에서 산가와 반응시간사이의 관계 에스테르화반응단계에서 반응시간에 따르는 산가변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 반응초기에 수지의 산가는 크고 반응시간이 길어짐에 따라 산가는 감소하며 2h후에는 산가변화가 안정해지면서 에스테르화는 거의 끝난다.

송진변성 $p$ -3급부틸페놀수지의 적외선흡수스펙트르 송진변성 $p$ -3급부틸페놀수지의 적외선흡수스펙트르는 그림 2와 같다.

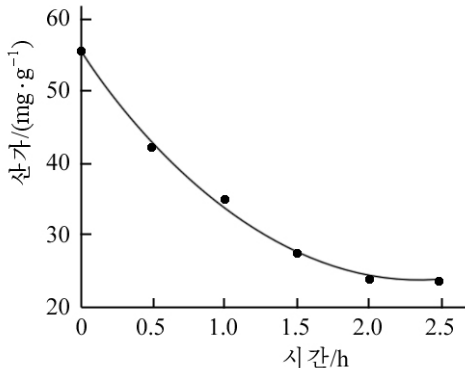


그림 1. 반응시간에 따르는 산가변화

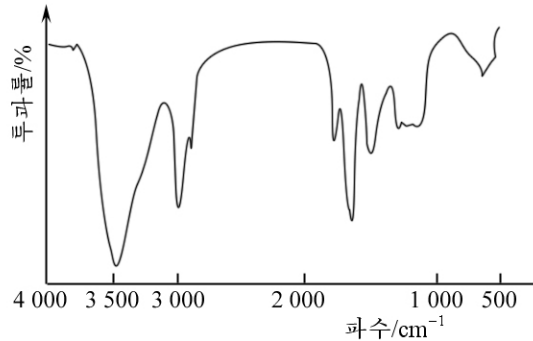


그림 2. 송진변성 $p$ -3급부틸페놀수지의 적외선흡수스펙트르

그림 2에서 보는바와 같이  $3449\text{cm}^{-1}$ 에서 유리OH기의 신축진동흡수띠가,  $2930\text{cm}^{-1}$ 에서  $-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2-$ 의 대칭신축진동과 비대칭신축진동흡수띠가,  $1729\text{cm}^{-1}$ 에서 에스테르 카르복실기의 신축진동에 해당하는 흡수띠가,  $1600\sim 1463\text{cm}^{-1}$ 에서 벤졸고리2중결합골격진동에 해당하는 흡수띠가,  $1390\text{cm}^{-1}$ 에서  $-\text{CH}_3$ 대칭변형진동흡수띠가,  $1240\sim 1140\text{cm}^{-1}$ 에서 에스테르의  $-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$ 결합의 대칭, 비대칭신축진동에 해당하는 흡수띠가 나타났다.

송진변성 $p$ -3급부틸페놀수지의 특성 여러가지 수지로 평판인쇄잉크를 제조하여 특성을 측정한 결과는 표 3과 같다.

표 3. 여러가지 수지로 제조한 평판인쇄잉크의 특성

특성지표	송진변성 $p$ -3급 부틸페놀수지	송진변성비스 페놀수지	표준
광택/%	75	75	70이상
고착시간/min	6	13	10이하
점착력	9.8	13.5	9~11
안정성*	합격	합격	합격

\*  $110^\circ\text{C}$ 에서 48h동안 가열하였을 때의 안정성

표 3에서 보는바와 같이 합성한 송진변성 $p$ -3급부틸페놀수지는 평판인쇄잉크로서의 특성이 좋았다.

## 맺 는 말

송진변성 $p$ -3급부틸페놀수지를 합성하고 반응에 미치는 페놀의 종류와 페놀과 포름알데히드의 물질량비, 반응시간의 영향을 검토하였다.

$p$ -3급부틸페놀과 포름알데히드의 물질량비가 1 : 1.6일 때 합성한 송진변성 $p$ -3급부틸페놀수지의 특성이 제일 좋았다.

## 참 고 문 헌

- [1] 汪丽震; 矿产保护与利用, 1, 29, 2005.
- [2] 吴小琴; 南昌航空工业学院学报(自然科学版), 19, 1, 49, 2005.

주체104(2015)년 4월 5일 원고접수

## **Manufacturing Method of Rosin Modified Phenol Resin**

*Yun Chol Jin, Kim Chol Guk and Ri Pong Su*

We established the manufacturing method of rosin modified *p*-tert butyl phenol resin that can be used for printing ink. When the molar ratio of *p*-tert butyl phenol and formaldehyde is 1 : 1.6, the property of rosin modified *p*-tert butyl phenol resin is the best.

Key words: rosin modification, resin, printing ink