



(19) 대한민국특허청(KR)
 (12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0018790
 (43) 공개일자 2009년02월23일

(51) Int. Cl.

C08L 83/04 (2006.01) *C08L 19/00* (2006.01)
C08K 7/22 (2006.01) *D06M 15/693* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-7028193

(22) 출원일자 2008년11월19일

심사청구일자 없음

번역문제출일자 2008년11월19일

(86) 국제출원번호 PCT/KR2007/002037

국제출원일자 2007년04월26일

(87) 국제공개번호 WO 2007/123379

국제공개일자 2007년11월01일

(30) 우선권주장

1020060037671 2006년04월26일 대한민국(KR)

(71) 출원인

한국다우코닝(주)

서울시 강남구 삼성동 159-1 무역회관 16층

(72) 발명자

김수홍

대전광역시 유성구 신봉동 군의교아파트 305동
 102호

(74) 대리인

장훈

전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 텍스타일 표면에 통기성 피막을 형성하기 위한 액체 실리콘고무 조성물 및 텍스타일 표면에 통기성 피막을 형성하는 방법

(57) 요 약

본 발명은 텍스타일, 특히 직포, 부직포 또는 편물 및 합성 피혁 표면에 통기성 피막을 형성하는 데 유용한 액체 실리콘 고무(LSR) 조성물 및 텍스타일 표면에 통기성 피막을 형성하는 방법에 관한 것이다. 당해 피막은 습기 투과성 및 방수성을 나타냄을 특징으로 한다.

특허청구의 범위

청구항 1

각 분자내에 2개 이상의 알케닐 라디칼을 함유하는 액체 폴리디오가노실록산(A) 100중량부,

성분(A) 중의 모든 알케닐 라디칼의 총량에 대한 당해 성분 중의 규소 결합 수소원자의 총 갯수의 몰 비가 0.5:1 내지 20:1로 되도록 하는 양의, 각 분자내에 3개 이상의 규소 결합 수소원자를 함유하는 오가노하이드로젠플리실록산(B),

성분(A), 성분(B), 성분(D) 및 성분(E)의 합계 100중량부당 0.1 내지 10중량부의 열팽창성 미세캡슐(C),

하이드로실화 촉매(D) 및

성분(A)의 양을 기준으로 하여, 0 내지 50중량부의 보강성 충진제(E)를 포함하는, 텍스타일 표면에 통기성 피막을 형성하는 데 유용한 액체 실리콘 고무(LSR) 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 텍스타일이 직포, 부직포, 편물 또는 합성 피혁인 액체 실리콘 고무 조성물.

청구항 3

제1항에 따르는 코팅 조성물을 제조하고, 당해 코팅 조성물을 텍스타일에 도포하며, 성분(C)를 경화 및 팽창시키기에 충분한 온도에서 가열하여 피막을 경화, 발포시켜 기포를 형성함을 포함하여, 텍스타일 표면에 통기성 피막을 형성하는 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 텍스타일이 직포, 부직포, 편물 또는 합성 피혁인 방법.

명세서

기술 분야

<1>

본 발명은 텍스타일, 특히 직포, 부직포 또는 편물 및 의류용 합성 피혁 표면에 통기성 피막(breathable coating film)을 형성하는 데 유용한 액체 실리콘 고무(LSR) 조성물 및 텍스타일 위에 통기성 피막을 형성하는 방법에 관한 것이다. "통기성 피막"이란, 수증기는 투과시키지만 물방울은 투과시키지 않는 피막을 의미한다.

배경 기술

<2>

액체 실리콘 고무("LSR")는 실리콘 산업 분야에 널리 공지되어 있으며, 액체 형태로 시판되고 경화 후 실리콘 엘라스토머를 형성한다. LSR은 부드러운 감촉과 세탁 내구성으로 인해 직물 분야에서 매력적으로 사용되고 있다. 따라서, LSR 피복 텍스타일, 예를 들면, 직포, 부직포 또는 편물 및 합성 피혁은 의복, 구두, 가구의 실내 장식용품, 예를 들면, 시트, 의자, 소파 등에 유용하다.

<3>

LSR 피막은 실리콘 엘라스토머 자체의 고유한 특성으로서 가스 투과성과 발수성을 갖는다. 그러나, LSR 피막의 수증기 투과성이 여전히 저조하기 때문에, LSR 피복 의류는 빗물을 방지시키는 장점은 있지만 LSR 피복 의류로는 땀으로 인한 수증기를 충분히 배출시킬 수 없었다. 따라서, 의류 시장에서 충분히 만족스럽지 못했다.

<4>

본 발명은 각 분자내에 2개 이상의 알케닐 라디칼을 함유하는 액체 폴리디오가노실록산(A), 각 분자내에 3개 이상의 규소 결합 수소원자를 함유하는 오가노하이드로젠플리실록산(B), 열팽창성 미세캡슐(C) 및 하이드로실화 촉매(D)와, 임의로, 보강성 충진제(E)를 포함하는 LSR 코팅 조성물을 제조하고, LSR 코팅 조성물을 텍스타일, 예를 들면, 직물 및 합성 피혁 위에 도포하고, LSR 코팅 조성물을 텍스타일 위에서 경화/발포시킴으로써 달성된다.

<5>

미국 특허 제5,246,973호에는, 열팽창성 중공 플라스틱 미세입자를 함유하는 LSR 조성물이 독성 및/또는 부산물인 분해 가스와 같은 문제를 일으키지 않으면서 발포될 수 있고 경량이며 탁월한 내열성과 내후성을 나타내어 광범위한 용도, 예를 들면, 자동차 부품, 실(seal), 패킹, 가스켓, O-링 등 뿐만 아니라 종래의 실리콘 고무 발포체에서 사용될 수 있는 실리콘 고무 발포 생성물을 제공하는 것으로 기재되어 있다. 당해 미국 특허는 텍스

타일 분야에서의 발포성 조성물의 사용에 대해서는 시사하고 있지 않다.

<6> 미국 특허 제6,420,037호에는 에어백용 LSR 코팅 조성물이 기재되어 있다. 에어백의 피막의 표면 접착성을 감소시키기 위해 구체 분말, 예를 들면, 중공 알루미노실리케이트 분말, 유리 구체, 실리카 구체, 중공 플라스틱 구체 등을 함유하는 조성물을 에어백 직물에 도포하는데, 이러한 경우, 에어백 속에 충전된 가스가 누출되지 않아야 한다. 그러나, 당해 미국 특허에는 보다 높은 수증기 투과성이 요구되는 직물 분야에서의 LSR 조성물의 사용에 대해서는 교시되어 있지 않다.

발명의 상세한 설명

<7> 본 발명은 텍스타일, 특히 직포, 부직포 또는 편물 및 합성 피혁 표면에 통기성 피막을 형성하는 데 유용한 액체 실리콘 고무(LSR) 조성물 및 텍스타일 표면에 통기성 피막을 제조하는 방법에 관한 것이다. 당해 피막은 습기 투과성 및 방수성을 나타냄을 특징으로 한다.

<8> 본 발명은

<9> 각 문자내에 2개 이상의 알케닐 라디칼을 함유하는 액체 폴리디오가노실록산(A) 100중량부,

<10> 성분(A) 중의 모든 알케닐 라디칼의 총량에 대한 당해 성분 중의 규소 결합 수소원자의 총 갯수의 몰 비가 0.5:1 내지 20:1로 되도록 하는 양의, 각 문자내에 3개 이상의 규소 결합 수소원자를 함유하는 오가노하이드로젠플리실록산(B),

<11> 성분(A), 성분(B), 성분(D) 및 성분(E)의 합계 100중량부당 0.1 내지 10중량부의 열팽창성 미세캡슐(C),

<12> 하이드로실화 촉매(D) 및

<13> 성분(A)의 양을 기준으로 하여, 0 내지 50중량부의 보강성 충진제(E)를 포함하는, 텍스타일, 특히 직포, 부직포 또는 편물 및 합성 피혁에 대한 통기성 피막용으로 유용한 액체 실리콘 고무(LSR) 조성물을 제공한다.

<14> 또한, 본 발명은 액체 실리콘 고무 조성물을 제조하는 단계(I), 당해 조성물을 텍스타일 표면에 도포하는 단계(II) 및 액체 실리콘 조성물을 텍스타일 표면에서 경화, 발포시키는 단계(III)를 포함함으로써, 텍스타일, 특히 직포, 부직포 또는 편물 및 합성 피혁 표면에 통기성 피막을 제조하는 방법을 제공한다.

<15> 또한, 본 발명은 LSR 코팅 조성물을 제조하고, LSR 코팅 조성물을 텍스타일에 도포하며, 성분(C)를 팽창시키고 LSR 코팅 조성물을 경화시키기에 충분한 온도에서 기재상의 LSR 코팅 조성물을 가열하여 동시에 경화, 발포시킴으로써, 텍스타일, 특히 직포, 부직포 또는 편물 및 합성 피혁 위에 통기성 피막을 제조하는 방법을 제공한다.

<16> 본 발명의 LSR 조성물에 포함될 수 있는 성분에 대하여 아래에서 논의한다:

<17> (A) 액체 알케닐 함유 폴리디오가노실록산

<18> 성분(A)은 각 문자내에 2개 이상의 규소 결합 알케닐 라디칼을 함유하는 액체 폴리디오가노실록산이다. 성분(A)에 적합한 알케닐 라디칼은 탄소수가 2 내지 10이며, 이의 바람직한 종류는, 예를 들면, 비닐, 알릴 및 5-헥세닐이다. 성분(A)은 알케닐 라디칼 이외의 규소 결합 유기 그룹을 가질 수 있다. 이러한 규소 결합 유기 그룹은, 전형적으로, 바람직하게는 탄소수가 1 내지 10인 1가 포화 탄화수소 라디칼 및 바람직하게는 탄소수가 6 내지 12인 1가 방향족 탄화수소 라디칼로부터 선택되며, 이들은 치환되지 않거나, 본 발명의 조성물의 경화를 방해하지 않는 그룹, 예를 들면, 할로겐 원자로 치환된다. 규소 결합 유기 그룹의 바람직한 종류는, 예를 들면, 메틸, 에틸 및 프로필과 같은 알킬; 3,3,3-트리플루오로프로필과 같은 할로겐화 알킬; 및 페닐과 같은 아릴이다.

<19> 성분(A)의 문자 구조는 전형적으로 직쇄이지만, 문자내 3가 실록산 단위의 존재로 인해 일부 분지화될 수 있다. 본 발명의 LSR 조성물을 경화시켜 제조된 엘라스토머에서 유용한 수준의 물리적 특성을 달성하기 위해서는, 성분(A)의 분자량이 점도가 25°C에서 0.1Pa.s 이상으로 되도록 하기에 충분해야 한다. 성분(A)의 분자량 상한치는 구체적으로 한정하지 않으며, 전형적으로 본 발명의 LSR 조성물의 가공성에 의해서만 제한된다.

<20> 성분(A)의 바람직한 양태는 2개의 말단에 알케닐 라디칼을 함유하는 화학식 1의 폴리디오가노실록산이다.

화학식 1

- <21> $R'R''R'''SiO-(R''R'''SiO)m-SiOR''R''R'$
- <22> 위의 화학식 1에서,
- <23> R'는 각각 바람직하게는 탄소수가 2 내지 10인 알케닐 라디칼, 예를 들면, 비닐, 알릴 및 5-헥세닐이고,
- <24> R''는 에틸렌계 불포화를 함유하지 않으며, 동일하거나 상이하고, 각각 바람직하게는 탄소수 1 내지 10의 1가 포화 탄화수소 라디칼 및 바람직하게는 탄소수 6 내지 12의 1가 방향족 탄화수소 라디칼로부터 선택되며, 본 발명의 조성물의 경화를 방해하지 않는 그룹, 예를 들면, 할로겐 원자로 치환되거나 치환되지 않을 수 있고,
- <25> R'''는 R' 또는 R''이며,
- <26> m은 성분(A)의 점도가 25°C에서 0.1Pa.s 이상, 바람직하게는 0.1 내지 300Pa.s에 상응하도록 하는 중합도이다.
- <27> 바람직하게는, 화학식 1의 R'' 및 R'''는 모두 메틸이다. 또한, 화학식 1의 R''와 R''' 중의 적어도 하나 또는 R''와 R'''의 대부분이 메틸이고 나머지가 폐닐 또는 3,3,3-트리플루오로프로필인 것도 바람직하다. 이는 폴리디오가노실록산[성분(A)]을 제조하는 데 전형적으로 사용되는 반응물의 이용 가능성과 이러한 폴리디오가노실록산을 포함하는 조성물로부터 제조된 경화된 엘라스토머에 바람직한 특성에 기초한 것이다.
- <28> 말단에만 에틸렌계 불포화 탄화수소 라디칼을 함유하는 성분(A)의 대표적인 양태는 디메틸비닐실록시-말단화된 폴리디메틸실록산, 디메틸비닐실록시-말단화된 폴리메틸-3,3,3-트리플루오로프로필실록산, 디메틸비닐실록시-말단화된 디메틸실록산-3,3,3-트리플루오로프로필메틸실록산 공중합체 및 디메틸비닐실록시-말단화된 디메틸실록산/메틸페닐실록산 공중합체를 포함하지만, 이에 제한되는 것은 아니다.
- <29> 일반적으로, 성분(A)의 점도는 25°C에서 0.1Pa.s 이상, 바람직하게는 0.1 내지 300Pa.s이다.
- <30> (B) 오가노하이드로젠폴리실록산
- <31> 성분(B)는 아래에 언급된 성분(D)의 촉매 활성화에서의 당해 성분 중의 규소 결합 수소원자와 성분(A) 중의 알케닐 그룹과의 부가 반응에 의해 성분(A)를 경화시키기 위한 가교결합제로서 작용하는 오가노하이드로젠폴리실록산이다. 성분(B)는, 성분(A)를 만족스럽게 경화시키기 위해, 당해 성분의 수소원자가 성분(A)의 알케닐 라디칼과 충분히 반응하여 망상 구조를 형성하도록 통상적으로 3개 이상의 규소 결합 수소원자를 함유한다. 이러한 반응에 의해 LSR 조성물이 경화되기 때문에, 성분(A)가 3개 이상의 알케닐 라디칼을 가질 경우, 2개의 규소 결합 수소원자를 갖는 성분(B)가 여전히 가교결합제로서 작용한다는 것을 쉽게 이해할 수 있다.
- <32> 성분(B)의 분자 배치는 구체적으로 제한되지 않으며, 이는 직쇄형, 측쇄 함유 직쇄형 또는 사이클릭형일 수 있다. 당해 성분의 분자량은 구체적으로 제한되지 않지만, 성분(A)와의 우수한 혼화성을 수득하기 위해서는 점도가 25°C에서 0.001 내지 50Pa.s인 것이 바람직하다.
- <33> 성분(B)는 성분(A) 중의 모든 알케닐 라디칼의 총량에 대한 성분(B) 중의 규소 결합 수소원자의 총 갯수의 몰비가 0.5:1 내지 20:1, 바람직하게는 1:1 내지 10:1로 되도록 하는 양으로 첨가하는 것이 바람직하다. 당해 몰비가 0.5:1 미만인 경우에는 충분히 경화된 조성물이 수득되지 않을 것이다. 당해 몰비가 20:1을 초과하는 경우에는 경화된 조성물의 경도가 가열시 증가되는 경향이 있다.
- <34> 성분(B)의 예로는 다음이 포함되지만, 이에 제한되지 않는다:
- <35> (i) 트리메틸실록시-말단화된 메틸하이드로젠폴리실록산,
 - <36> (ii) 트리메틸실록시-말단화된 폴리디메틸실록산-메틸하이드로젠폴리실록산,
 - <37> (iii) 디메틸하이드로젠폴리실록시-말단화된 디메틸실록산-메틸하이드로젠폴리실록산 공중합체,
 - <38> (iv) 디메틸실록산-메틸하이드로젠폴리실록산 사이클릭 공중합체,
 - <39> (v) $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$ 단위와 $SiO_{4/2}$ 단위로 구성된 공중합체 및
 - <40> (vi) $(CH_3)_3SiO_{1/2}$ 단위, $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$ 단위 및 $SiO_{4/2}$ 단위로 구성된 공중합체.
- <41> (C) 열팽창성 미세캡슐
- <42> 성분(C)는 열가소성 수지로 이루어진 구형 셀에 매봉되어 있는 휘발 성분을 포함하며 가열시 팽창하는 열팽창성 미세캡슐이다. 당해 성분의 셀을 형성하는 열가소성 수지의 예에는 폴리에틸렌, 폴리스티렌, 폴리비닐 아세테

이트, 폴리비닐 클로라이드, 폴리비닐리텐 클로라이드, 폴리아크릴로니트릴, 폴리메틸 메타크릴레이트, 폴리부타디엔, 폴리클로로프렌, 기타 비닐 중합체 및 이의 공중합체; 나일론 6, 나일론 66 및 기타 폴리아미드; 및 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 폴리아세탈 및 이들의 블렌드가 포함된다. 열팽창성 미세캡슐에 매봉되어 있는 휘발 성분의 예에는 부탄, 이소부텐, 프로판 및 기타 탄화수소; 메탄올, 에탄올 및 기타 알콜; 디클로로에탄, 트리클로로에탄, 트리클로로에틸렌 및 기타 할로겐화 탄화수소; 및 디에틸 에테르, 이소프로필 에테르 및 기타 에테르가 포함된다. 성분(C)의 입자 직경은 팽창 전에는 바람직하게는 5 내지 50 μm , 가장 바람직하게는 5.0 내지 15 μm 이고, 팽창 후에는 바람직하게는 5 내지 200 μm , 가장 바람직하게는 5.0 내지 50.0 μm 이다. 입자 직경이 5 μm 미만이면 우수한 수증기 투과성이 수득되지 않고, 50 μm 을 초과하면 열가소성 수지 중공 입자 분말의 강도가, 액체 실리콘 고무 기재 조성물을 제조하는 동안 입자가 파괴될 정도로 약해진다. 성분(C)의 배합량은 통상적으로, 본 발명의 조성물 중의 성분(A), 성분(B), 성분(D) 및 성분(E)의 합계 100중량부당 0.1 내지 10중량부이다. 양이 0.1중량부 미만이면 우수한 수증기 투과성이 수득되지 않고, 양이 10중량부를 초과하면 액체 실리콘 고무 기재 조성물의 점도가 너무 높아져서 액체 실리콘 고무 기재 조성물을 가공할 수 없고/없거나 경화된 피막의 표면 외관이 불량해진다. 성분(C)의 양은 성분(A), 성분(B), 성분(D) 및 성분(E)의 합계 100중량부당 0.1 내지 5중량부인 것이 바람직하며, 0.5 내지 1.5중량부가 가장 바람직하다.

<43> (D) 하이드로실화 촉매

<44> 주기율표의 백금족으로부터 선택된 금속 또는 이를 금속의 화합물인 하이드로실화 촉매인 성분(D)에 의해 본 발명의 LSR 조성물의 경화가 이루어진다. 금속에는 백금, 팔라듐 및 로듐이 포함된다. 백금 및 백금 화합물이 하이드로실화 반응에서의 이를 촉매의 높은 활성 수준으로 인해 바람직하다.

<45> 바람직한 경화 촉매의 예에는 백금 블랙, 각종 고체 지지체상의 백금, 염화백금산, 염화백금산의 알콜 용액 및 염화백금산과 액체 에틸렌계 불포화 화합물(예를 들면, 에틸렌계 불포화 규소 결합 탄화수소 라디칼을 함유하는 오가노실록산 및 올레핀)과의 착물이 포함되지만, 이에 제한되지 않는다. 염화백금산과 에틸렌계 불포화 탄화수소 라디칼을 함유하는 오가노실록산과의 착물은 미국 특허 제3,419,593호에 기재되어 있다.

<46> 본 발명의 LSR 조성물 중의 성분(D)의 농도는, 성분(A)와 성분(B)를 합한 중량을 기준으로 하여, ppm당 백금족 금속 0.1 내지 500중량부인 백금족 금속 농도에 상응한다.

<47> 상기한 성분(A), 성분(B) 및 성분(D)의 혼합물은 주위 온도에서 경화를 개시할 수 있다.

<48> 본 발명의 LSR 조성물의 작용 시간 또는 가사 시간(pot life)을 연장하기 위해서는, 촉매의 활성을 저연 또는 억제하기 위해 적당한 억제제를 사용할 수 있다. 예를 들면, 미국 특허 제3,989,887호에 기재된 바와 같은 알케닐-치환된 실록산이 사용될 수 있다. 사이클릭 메틸비닐실록산이 바람직하다.

<49> 백금 촉매의 공지된 억제제의 또 다른 종류에는 미국 특허 제3,445,420호에 기재된 아세틸렌계 화합물이 포함된다. 아세틸렌계 알콜, 예를 들면, 2-메틸-3-부틴-2-올은 25°C에서 백금 함유 촉매의 활성을 억제하는 바람직한 억제제류를 구성한다. 이러한 억제제를 함유하는 조성물은 실용적인 속도로 경화시키기 위해 일반적으로 70°C 이상의 온도에서 가열할 필요가 있다.

<50> 억제제 농도가 금속 1몰당 억제제 1몰 정도로 낮을 경우 만족스러운 저장 안정성과 경화 속도가 제공될 것이다. 또 다른 경우에는 금속 1몰당 억제제 500몰 이하의 억제제 농도가 요구된다. 주어진 조성물에서의 소정의 억제제에 대한 최적 농도는 통상의 실험에 의해 용이하게 결정된다.

<51> (E) 보강성 충진제

<52> 본 발명의 LSR 조성물을 사용하여 제조할 수 있는 몇 가지 유형의 경화된 엘라스토머를 특징짓는 높은 수준의 물리적 특성을 달성하기 위해서는, 미분 실리카와 같은 보강성 충진제를 임의로 포함시키는 것이 바람직할 수 있다. 실리카 및 기타의 보강성 충진제는, 종종 경화성 조성물을 가공하는 동안 "크레이핑(creping)" 또는 "크레이프 경화(crepe hardening)"라고 불리우는 현상을 방지하기 위해 하나 이상의 공지된 충진제 처리제로 처리한다.

<53> 실리카의 미분된 형태가 보강성 충진제로서 바람직하다. 콜로이드성 실리카가 전형적으로 50m³/g 이상의 비교적 높은 표면적으로 인해 특히 바람직하다. 표면적이 200m³/g 이상인 충진제가 본 발명에서 사용하기에 바람직하다. 콜로이드성 실리카는 침강형 또는 발연형일 수 있다. 두 가지 실리카 유형 모두 시판되고 있다.

<54> 본 발명의 LSR 조성물에 사용되는 미분 실리카 또는 기타의 보강성 충진제의 양은 적어도 부분적으로는 경화된 엘라스토머에서 요구되는 물리적 특성에 의해 결정된다. 본 발명의 LSR 조성물은 전형적으로, 폴리디오가노실

록산[성분(A)] 100중량부당 보강성 충진제(예를 들면, 실리카) 0 내지 50중량부를 포함한다. 실리카 또는 기타 충진제의 양은 본 발명의 LSR 조성물의 점도를 300Pa.s 이상으로 증가시키는 양을 초과해서는 안된다.

<55> 충진제 처리제는 가공하는 동안 폴리디오가노실록산 조성물의 크레이핑을 방지하기 위해 적용 가능한 기술분야에 기재되어 있는 어떠한 저분자량 유기 규소 화합물이라도 가능하다.

<56> 처리제로는 각 분자내에 디오가노실록산의 반복 단위를 평균 2 내지 20개 함유하는 액체 하이드록실-말단화된 폴리디오가노실록산, 헥사오가노디실록산, 헥사오가노디실라잔 등이 예시되지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 헥사오가노디실라잔은 충진제를 처리하는 데 사용되는 조건하에서 가수분해되어 하이드록실 그룹을 갖는 유기 규소 화합물을 형성한다. 바람직하게는, 처리제에 존재하는 규소 결합 탄화수소 라디칼의 적어도 일부는 성분(A)과 성분(B)에 존재하는 대부분의 탄화수소 라디칼과 동일하다. 소량의 물을 가공 조제로서 실리카 처리제(들)와 함께 첨가할 수 있다.

<57> 처리제는 실리카 또는 기타 충진제 입자의 표면에 존재하는 규소 결합 하이드록실 그룹과 반응하여 이를 입자간의 상호작용을 감소시킴으로써 역할을 한다.

<58> 충진제는 제조하기 전에 처리제로 표면 처리할 수 있으며, 처리된 충진제가 시판되고 있다.

<59> 처리되지 않은 실리카가 충진제로서 사용되는 경우, 충진제가 완전히 처리되어 균질한 물질로 균일하게 분산될 때까지 본 발명의 LSR 조성물의 기타 성분들과 함께 블렌딩시킴으로써 본 발명의 LSR 조성물의 기타 성분들의 적어도 일부의 존재하에서 처리제로 처리하는 것이 바람직하다. 바람직하게는, 처리되지 않은 실리카를 성분(A)의 존재하에서 처리제로 처리한다.

<60> 추가로, 본 발명의 LSR 조성물은 이러한 조성물에 통상적으로 사용되는 각종 임의 성분, 예를 들면, 안료 및/또는 염료를 함유할 수 있다. 실리콘 엘라스토머 또는 피막에 적용 가능하지만 하이드로실화 경화 반응형의 부가 반응을 억제하지 않는 어떠한 안료 및 염료라도 본 발명에서 사용할 수 있다. 안료 및 염료에는 카본 블랙, 이산화티탄, 산화크롬, 산화비스무트바나듐 등이 포함되지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 본 발명의 바람직한 양태에서, 안료 및 염료는 25:75 내지 70:30의 비율로 저점도 폴리디오가노실록산[성분(A)]에 분산되어 이루어진 안료 마스터배치의 형태로 사용된다.

<61> 또 다른 임의 성분에는, 예를 들면, 비보강성 충진제, 예를 들면, 규조토, 석영 분말, 알루미나 및 탄산칼슘; 난연제; 및 열 및/또는 자외선 광 안정화제가 포함된다.

제조방법

<63> 본 발명의 LSR 조성물은 모든 성분을 가하고 주위 온도에서 균일하게 혼합함으로써 용이하게 제조할 수 있다. 이를 위해 선행 기술분야에 기재된 어떠한 혼합 기법 및 장치라도 사용할 수 있다. 사용되는 특정 장치는 성분의 점도 및 최종 경화성 코팅 조성물에 의해 결정될 것이다. 적합한 혼합기에는 패들형 혼합기, 혼련기형 혼합기 및 혼련 압출기가 포함되지만, 이에 제한되지 않는다. 조성물의 조기 경화를 피하기 위해서는 성분을 혼합하는 동안 냉각시키는 것이 바람직할 수 있다.

<64> 성분의 혼합 순서는 본 발명에서 아주 중요하지는 않다. 바람직하게는, 본 발명의 LSR 조성을 2파트로 제조하는 것이 바람직하며, 여기서 제1 파트는 성분(A), 성분(D) 및 성분(E)를 포함하고, 나머지 파트는 성분(B), 성분(E) 및, 필요에 따라, 하이드로실화 촉매용 억제제를 포함하며, 이때 성분(C)은 어느 파트에라도 첨가할 수 있다. 그후, 2파트를 실온에서 혼합하여 본 발명의 LSR 조성을 형성한다.

<65> LSR 조성물의 점도는 중요하지 않다. 스크린 코팅의 경우, 점도 범위는 25°C에서 20 내지 150Pa.s이다. 점도가 3Pa.s인 조성물은 그라비어 코팅에 허용 가능하며, 점도가 200Pa.s인 조성물은 나이프 코팅으로 피복시킬 수 있다.

<66> 본 발명의 LSR 조성물은 나이프 코팅, 핵침 코팅, 그라비어 코팅, 스크린 프린팅, 라미네이팅 등과 같은 통상의 도포방법으로 직포, 부직포 또는 편물(예를 들면, 면, 폴리에스테르, 나일론 등) 및 합성 피혁과 같은 텍스타일에 피복시킬 수 있다. 라미네이팅에 의해서는 50 내지 300 μm 의 두꺼운 필름이 얹어지고, 나이프 코팅은 1 내지 100 μm 의 두께를 제공한다.

<67> 피막을 110 내지 180°C의 온도에서 10초 내지 5.0분 동안 가열한다. 이러한 가열에 의해 LSR 코팅 조성을 경화, 발포시켜 연속 기포를 형성한다.

실시예

- <68> 본 발명의 코팅 조성물은 다음과 같은 2개의 파트 A와 파트 B의 형태로 제조하였다:
- <69> 파트 A로서, Vi-실록산 1, 발연 실리카, 실라잔, 실라잔 2 및 물을 고전단력 혼합기(예: Turello)에서 1.0 내지 2.0시간 동안 혼합한 다음, 진공하에 180°C에서 스트리핑하여 균질한 혼합물을 형성하였다. 혼합물을 실온으로 냉각시켰다. 열팽창성 미세캡슐을 혼합물과 혼합하고, 이어서 백금 촉매를 첨가하였다. 혼합물을 여과하여 파트 A 조성물을 수득하였다. 파트 B는 Vi-실록산 1, Vi-실록산 2, 발연 실리카, 실라잔 및 물을 고전단력 혼합기(예: Turello)에서 1.0 내지 2.0시간 동안 혼합한 다음, 진공하에 180°C에서 스트리핑하고, 이어서 실온으로 냉각시켜 균질한 혼합물을 형성함으로써 제조하였다. H-실록산과 억제제를 균질한 혼합물과 혼합한 다음, 혼합물을 여과하여 파트 B 조성물을 수득하였다.
- <70> 이들 성분 및 성분의 양이 하기 표 1에 제시되어 있다. 열팽창성 미세캡슐(이의 형태는 표 2에 제시되어 있다)을, 파트 A 조성물(열팽창성 미세캡슐 포함하지 않음) 50중량부와 파트 B 조성물 50중량부를 합한 100중량부당 0.5중량부의 양으로 첨가하여 본 발명의 코팅 조성물을 제조하였다.

표 1

		파트 A	파트 B
Vi-실록산 1	점도가 25°C에서 55Pa.s인 비닐-말단화된 폴리디메틸실록산	67.3	54.3
Vi-실록산 2	비닐 라디칼 1.2몰%를 갖고 점도가 25°C에서 0.35Pa.s인 디메틸비닐실록시-말단화된 폴리디메틸비닐실록산	6.6	6.2
H-실록산	규소 결합 수소원자 0.12중량%를 갖고 점도가 25°C에서 0.005Pa.s인 트리메틸실록시-말단화된 폴리디메틸-메틸하이드로겐실록산		11.0
발연 실리카	표면적이 160m ² /g인 발연 실리카	20.0	21.2
실라잔	헥사메틸디실라잔	4.1	4.1
백금 촉매	미국 특허 제5,175,325호에 기재된 방법에 따라 백금 디클로라이드 및 1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산으로부터 제조된 비닐실록산-백금 착물 2.3중량%; 점도가 25°C에서 0.45Pa.s인 비닐디메틸실록시-말단화된 폴리디메틸실록산 91.9중량%; 및 1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산 5.8중량%로 이루어진 백금 착물을 제조한 다음, 백금 착물을 용액 15중량%를 Vi-실록산 2 85중량%로 희석시킴으로써 수득됨. 당해 촉매 조성물은 백금을 780ppm의 양으로 함유함.	2.0	
억제제	Vi-실록산 2 97중량%와 1-에티닐-1-사이클로헥산을 3중량%		3.2
물	물	0.8	0.8
총		100.8	100.8

표 2

	열팽창성 미세캡슐 1	열팽창성 미세캡슐 2	열팽창성 미세캡슐 3
셀 재료	아크릴로니트릴 공중합체	아크릴로니트릴 공중합체	아크릴로니트릴 공중합체
발포제	이소-펜탄	이소-펜탄	이소-펜탄
최대 팽창비 (용적 기준)(배)	30	10	80
입자 크기(μm)	5 ~ 8	25 ~ 45	25 ~ 35
발포 온도, 개시(°C)	145 ~ 150	130 ~ 140	100 ~ 110

- <73> 이어서, 파트 A 조성물과 파트 B 조성물을 혼합하여 폴리에스테르 직물을 코팅시켰다. 코팅시키기 전에, 폴리에스테르 직물을 110°C에서 10초 동안 예열하고, 플라스틱 시트 위에 코팅된 코팅 조성물의 미경화된 피막 위에 적층시킨 다음, 150°C에서 2분 동안 가열하여, 코팅 조성물을 경화, 발포시켰다. 폴리에스테르 직물 위의 피막의 두께는 표 3에 코팅 중량(g/m²)으로서 제시되어 있다.

<74> 코팅된 폴리에스테르 직물의 시험 결과가 표 3에 제시되어 있다.

표 3

<75>

	비교예	실시예 1	실시예 2	실시예 3
제형				
LSR 기재*	100	100	100	100
열팽창성 미세캡슐 1	-	0.5	-	-
열팽창성 미세캡슐 2	-	-	0.5	-
열팽창성 미세캡슐 3	-	-	-	0.5
결과				
외관	양호	양호**	거대 기포	거대 기포
코팅 중량(gsm)	71.0	70.5	71.5	71.7
기포 크기, 평균(μm)	0	45	100	130
수증기 투과도 (ASTM E96 BW) (gm/24hr)	300	2,000	3,100	5,000
방수도 (ISO 811) (mmbar)	> 10,000	> 10,000	> 10,000	> 10,000

· LSR 기재는 파트 A와 파트 B로 구성된 것이며, 여기서 100중량부는 열팽창성 미세캡슐의 양을 함유하지 않는다.
 · 양의 단위는 중량부이다.
 ** 우수한 외관이란 "육안으로 보이지 않을 정도의 기포(Invisible Cell)"를 의미한다.

<76>

상기한 LSR 기재를 상기한 다양한 양의 열팽창성 미세캡슐 1과 혼합하여 코팅 조성물을 제조하였다. 코팅 조성물을 나이프 코팅에 의해 나일론 6 직물 위에 코팅하여 150°C의 온도에서 2.0분 동안 경화, 발포시켰다. 피막 두께가 하기 표 4에 코팅 중량으로서 제시되어 있다.

<77>

코팅된 나일론 6 직물을 상기한 바와 동일한 시험으로 평가하였으며, 시험 결과가 표 4에 제시되어 있다.

표 4

<78>

	비교예 2	실시예 4	실시예 5	실시예 6
제형				
LSR 기재	100	100	100	100
열팽창성 미세캡슐 1	0	0.5	1.0	1.5
코팅 중량(gsm)	30	28	17	12
방수도(mmbar)	2800	400	520	300
수증기 투과도 (gm/24hr / m ²)	678	848	3138	5258

산업상 이용 가능성

<79> 본 발명에 따르는 방법으로 제조된 피막은 습기 투과성이 탁월하다.