

## (19) 대한민국특허청(KR)

## (12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>

C08K 13/02

C08J 9/14

(45) 공고일자 1993년09월27일

(11) 공고번호 93-009331

(21) 출원번호

특 1985-0007926

(65) 공개번호

특 1986-0003305

(22) 출원일자

1985년 10월 26일

(43) 공개일자

1986년 05월 23일

(30) 우선권주장

664914 1984년 10월 26일 미국(US)

(71) 출원인

다우 코닝 코포레이션 일본 어네스트 베이

미합중국 미시간 미들랜드

(72) 발명자

테레즈 마리 바우만

미합중국 미시간 미들랜드 엔. 사기노 로드 4512

치-롤 리

미합중국 미시간 미들랜드 브룩피ילד 1813

(74) 대리인

이병호

심사관 : 정순성 (책자공보 제3418호)(54) 실리카 및 섬유를 함유하는 비붕괴 발포성 폴리오가노실록산 조성물**요약**

내용 없음.

**영세서**

[발명의 명칭]

실리카 및 섬유를 함유하는 비붕괴 발포성 폴리오가노실록산 조성물

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 폴리오가노실록산 발포체에 관한 것이다. 특히, 본 발명은 액체 발포제를 포함하는 1성분 비붕괴 발포성 폴리오가노실록산 조성물에 관한 것이다. 본 발명의 조성물은 대기 습기 및 대기압의 존재하에서 경화시 붕괴가 최소한도로 발생하여, 유용한 저밀도 제품을 수득할 수 있는 발포체를 생성한다.

통상적으로 실온경화성(RTV) 밀봉제로서 사용되는 1성분 습기경화성 폴리오가노실록산 조성물에 압축공기와 같은 가스상 발포제를 도입시킴으로써 발포체를 제조하는 방법은 공지되어 있다. 공지된 RTV 조성물의 특징은 이를 조성물이 발포체가 자체적으로 지탱될 수 있을 정도로 경화되기 위해서는 오랜 시간이 필요하다는 것이다. 초기에 생성된 발포체의 기포구조를, 경화시키는 동안 유지시키는 하나의 방법은 유동성 RTV 폴리오가노실록산 조성물을 진공실에서 감압하에서 자체적으로 지탱되는 발포체를 수득하기에 충분한 시간동안 유지하는 것이다. 이러한 기술은 문헌에 기술되어 있다[참조 : 1983년 1월 11일 특허원 모딕(Modic) 및 부드로(Boudreau)의 미합중국 특허 제 4,368,297 호].

경화시 진공을 적용하는 것은 슬랩 소재 및 성형 발포체와 같은 기계 제조 발포체에 있어서는 실용적일 수 있지만, 경화시 발포체를 진공하에 유지시킬 수 없다. 또한, 발포체가 생성될 때 가스상 발포체를 혼합시키고자 할 경우, 혼합 및 공기혼화장치를 발포체가 설치될 위치로 이동시켜야 한다. 몇몇 응용분야, 특히 원거리의 위치들에서 비교적 소량의 발포체를 필요로 하는 경우에 있어서, 이러한 장치는 비실용적이다. 이와같은 경우에 있어서, 추가의 가공단계 또는 추가의 성분없이 발포성 조성물을 반복적으로 분무할 수 있고 적용부위로 쉽게 이송할 수 있는 용기에 포장된, 발포제를 함유하는 일성분 발포성 조성물을 사용하는 것이 훨씬 더 편리할 것이다.

RTV 폴리오가노실록산 조성물을 사용하여 제조된 부분적으로 경화된 발포체의 붕괴를 감소시키기 위한 두번째 방법은 실리카 및 탄산칼슘과 같은 충전제를 혼입시키는 것이다. 충전된 RTV 조성물은 조성물을 캔으로부터 방출시킬 뿐 아니라 발포체의 기포 구조를 생성하는데 필요한 압력을 제공하는 압축 가스와 함께 2격실 에어로졸 캔에 포장되어 있다. 1포장(one package) 발포성 조성물은 문헌에 기술되어 있다[참조 : 1980년 10월 21일 새틀리저(Sattlerger) 등에게 특허된 미합중국 특허 제 4,229,548 호 및 1980년 10월 9일 공고된 독일연방공화국 특허원 제 2,911,971 호]. 경화된 발포체는 통상적으로 비교적 품질이 낮으며 경화공정시 발포체의 기포구조로부터 경화되지 않았거나 부분적으로 경화된 액체가 방출되기 때문에 기포농도가 선형 cm당 4미만이고 밀도가 0.58 내지 0.81g/cc인 것이 특징이다. 진공을 사용하거나, 경화를 촉진시키기 위해 가열하거나, 다향의 충전제를 첨가하여 발포체의 밀도를 증가시키거나 추가의 물질 또는 가공단계를 필요로 하는 다른 방법을 사용하여 부분적으로 경화된 발포체의 유동과 붕괴를 극소화시키고자 하는 요구는 에어로졸 캔과 같은 휴대용 용기로 발포성 조성물을 포장함으로써 성취되는 장점에 의해 상쇄되지 못한다.

밀도를 0.5g/cc 이하로 감소시키기에 충분한 양의 액체 발포제를 함유하는 실리카 충전된 발포성 조성물의 단점은 당해 조성물이 수직면 또는 경사면 위에 위치할 경우, 수 cm의 거리로 유동한다는 점이다. 이러한 현상을 "붕괴"라고 한다.

본 발명은 선행기술의 RTV 발포성 폴리오가노실옥산 조성물에 액체 발포제를 혼입함으로써 야기되는 붕괴를, 조성물에 후술하는 충전제의 독창적인 배합물을 포함시킴으로써 거의 감소시키거나 제거할 수 있다는 사실에 근거한 것이다. 생성된 발포체는 저밀도, 작은 평균 기포 크기 및 높은 기포 농도의 바람직한 조합을 나타낸다.

본 발명의 비붕괴 1성분 발포성 폴리오가노실옥산 조성물은 하이드록실 말단차단된 폴리디오가노실 옥산과 습기반응성 경화제를 거의 무수상태에서 혼합하여 통상적인 RTV 탄성중합체성 조성물, 액체 발포제 및 충전제(이것은 유리섬유, 흑연섬유 또는 금속섬유 및/또는 카본 블랙과 혼합된 미분 실리카를 포함한다)를 포함한다. 카본 블랙 또는 유리나 내화성 산화물 섬유와 미분 수정의 혼합물을 함유하는 조성물에 주석 또는 황의 부재하에 백금이 존재하는 경우, 난연성이 부여된다.

본 발명은 습기 부재하에 초대기압으로 유지되는 용기에 담겨있을 때에는 안정하나, 대기압하의 영역에 방출될 때에는 비붕괴 습기경화성 발포제를 생성하는 폴리오가노실옥산 조성물을 제공하며, 이러한 본 발명의 조성물은 필수적으로 (A) 습기 경화성 RTV 탄성 중합체성 조성물, (B) 조성물의 총 중량을 기준으로 하여 2 내지 30%의 미분 실리카, (C) 조성물의 총 중량을 기준으로 하여 10 내지 50%의 액체 발포제 및 (D) 유리섬유, 금속섬유, 흑연섬유 및 카본 블랙으로부터 선택되는 적어도 1 종의 충전제(여기서, 충전제의 총 양은 대기압하 및 25°C에서 조성물의 붕괴를 방지하기에 충분해야 하며, 섬유의 농도는 3 내지 30%이고, 카본 블랙의 농도는 5 내지 30%이다)를 거의 무수조건 및 초대기압하에서 혼합하여 수득된 생성물로 이루어진다.

본 발명의 발포성 조성물을 특징짓고 선행기술의 조성물과 구분짓는 특징은 비교적 다량의 카본 블랙 또는 상술한 범위의 양의 유리섬유, 금속섬유 또는 흑연섬유와 미분 실리카의 혼합이다. 이들 물질은 액체 발포제 및 습기 경화성 RTV 탄성중합체성 폴리오가노실옥산 조성물과 함께 균일한 조성을로서 에어로졸 캔 또는 다른 내압성 용기로 포장된다.

이후부터 (A)로서 지칭할 RTV 탄성중합체성 조성물은 일반적으로 습기반응성 가교결합제 및 이의 존재하에 경화될 수 있는 폴리디오가노실옥산을 혼합시켜 제조되는 공지된 종류의 물질이다. 이들 성분은 통상적으로 대기 습기를 배제한 조건하에서 혼합된다. 임의의 성분, 예를 들면, 경화촉매, 충전제, 접착 촉진제, 안료 및 난연제가 존재할 수도 있다.

(A)에 사용하기에 적합한 디오가노실옥산 중합체는 단독중합체 및 적어도 20몰%의 디오가노실옥산 단위를 함유하는 그래크트 공중합체를 포함한다. 또한, 중합체는 중합체의 분자의 말단위치 각각에 하나의 실리콘 결합 하이드록실 그룹 또는 적어도 2개의 실리콘 결합 가수분해성 그룹, 예를 들면, 알콕시를 함유한다. 습기 경화성 RTV 탄성중합체조성 조성물은 선행기술에 충분히 기술되어 있으며 이들 물질에 대한 상세한 기술은 본 명세서에는 필요하지 않다.

본 발명의 목적을 위해, (A)에 사용하기에 적합한 하이드록실 말단차단된 폴리디오가노실옥산은 조정된 조건하에서 염기 촉매 가수분해 및 사이클릭 디오가노실옥산의 중합체에 의해 제조되어 바람직한 분자량을 갖는 중합체를 제조할 수 있다.

디오가노실옥산 중합체에서 실리콘 원자에 존재하는 유기그룹은 탄소수 1 내지 20이상의 탄화수소 라디칼을 포함한다. 탄소원자는 수소원자 또는 다른 원자(예 : 할로겐) 또는 본 발명의 발포성 조성물의 저장 안정성 또는 경화에 영향을 끼치지 않는 원자들의 그룹에 결합된다.

디오가노실옥산 중합체에서 실리콘 결합 탄화수소 라디칼은 바람직하게는 메틸, 비닐, 페닐 또는 3, 3, 3-트리플루오로프로필이다. 이러한 선호성은 이들 중합체의 제조에 사용되는 중간체의 구입 용이성에 근거한 것이다.

단독중합체 또는 공중합체의 디오가노실옥산 단위는 1개 이상의 전술한 실리콘 결합 탄화수소 라디칼을 반복단위 형태로 함유할 수 있으며, 예를 들면, 디메틸실옥산, 디페닐실옥산, 메틸페닐실옥산 및 메틸-3, 3, 3-트리플루오로프로필실옥산이다. 가장 바람직하게는 (A)는 일반식

$\text{HO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_m\text{H}$  (여기서, m은 60 내지 약 6000이하의 평균값이다)인 폴리디메틸실옥산을 적어도 1개 포함한다.

중합체의 오가노실옥산 부위는 디오가노실옥산 단위 이외에 모노오가노실옥시, 트리오가노실옥시 및  $\text{SiO}_{4/2}$  단위를 소량, 통상적으로 0.5중량% 이하로 함유할 수 있다. 이러한 추가의 단위는 중합체의 제조에 사용된 출발물질 또는 중간체에 존재하는 불순물로부터 생성된다. 실리콘에 대한 탄화수소 라디칼의 몰 비율은 바람직하게 1.98 내지 2.01이다.

단독으로 또는 폴리디오가노실옥산과의 혼합물로서 (A)에 사용하기에 적합한 공중합체는 실란을 말단차단된 그래프트 공중합체이며 다메틸실옥산 단위를 적어도 20몰% 함유한다. 공중합체의 그래프트 공중합체는 다수의 중합체 화학 교재에 충분히 기술되어 있다[참조 : Macromolecules by Hans George Elias(Plenum Publishing Corporation, New York, N.Y. 1977) 및 the Encyclopedia of Polymer Science and Technology(Wiley-Interscience, New York, 1964)].

적합한 디오가노실옥산 그래프트 공중합체의 한가지 형태는 액체 하이드록실 말단차단된 폴리디오가노실옥산의 존재하에 에틸렌성 불포화 유기 화합물을 과산화물 촉매 중합시켜 제조할 수 있다. 그래프트 공중합체의 바람직한 그룹은 문헌에 기술되어 있다.[참조 : 1971년 1월 12일 제이. 씨. 케트슨 (J.C. Getson)에게 특허된 미합중국 특허 제 3,555,109 호]. 당해 특허는 적합한 디오가노실옥산 그래프트 공중합체에 대해 기술하고 있다.

케트슨에 의해 기술된 그래프트 공중합체의 특징은 길이가 5 내지 500μm인 봉상 입자가 존재하는 것

이다. 공중합체는 25°C에서 점도가 6Pa.s 이하인 1종의 거의 선형인 하이드록실 말단차단된 폴리디오가노실옥산을 1종 이상의 올레핀성 불포화 유기 단량체(예 : 스티렌, 에틸렌 및 아크릴산 에스테르 및 메타크릴산 에스테르)와 반응시켜 제조한다. 반응물을 유기 과산화물을 촉매와 혼합하고 생성된 혼합물을 바람직한 크기의 봉상 입자가 생성되기에 충분한 속도로 교반한다. 입자크기와 전단속도의 관계에 대해 이 특허에 기술되어 있다. 이러한 형태의 공중합체의 예로는 SWS 실리콘 코포레이션이 실간®(Silgan) ® H-622로서 시판하고 있는 그래프트화 하이드록실 말단화 폴리디메틸실옥산이다. 당해 그래프트 공중합체는 고농도에서 경화된 발포체가 나타내는 몇몇 바람직한 특성, 예를 들면, 내후성 및 난연성에 역영향을 미치기 때문에, 그래프트 공중합체의 농도는 (A)의 디오가노실 옥산 중합체의 약 40중량%를 초과하지 않는 것이 바람직하다.

성분(A)은 2종 이상의 상술한 디오가노실옥산 단독중합체 또는 그래프트 공중합체 또는 상술한 단독 중합체와 공중합체의 혼합물을 함유할 수 있다.

(A)의 디오가노실옥산 중합체 성분은 바람직하게는 25°C에서의 점도가 0.1 내지 100Pa.s이다. 이런 바람직한 범위는 0.5 내지 15Pa.s이다. 이러한 바람직한 범위내에서 조성물의 실용적인 분산속도와 경화시 발포체의 양호한 안정성의 최적 조합이 달성된다.

(A)의 디오가노실옥산 중합체 성분은 통상적으로 (A), 실리카 및 후술하는 기타의 충전제의 혼합 중량의 10 내지 90%이나, 바람직하게는 이 값은 15 내지 75%이다.

(A)의 습기반응성 가교결합제 성분은 대기 습기의 존재하에서 실온에서 하이드록실 함유 폴리디오가노실옥산과 반응하여 경화 조성물을 생성할 수 있는 어떤 다작용성 오가노실리콘 물질일 수 있다. 적합한 가교결합제외 한가지 그룹은 일반식이  $R^1_n SiX_{4-n}$  (여기서,  $R^1$ 은 1가 탄화수소 라디칼이고, X는 가수분해성 그룹이며, n의 평균 값은 0 이상 2 이하이다)인 실란을 포함한다. X는 아실옥시(예 : 아세톡시), 알콕시 (예 : 메톡시), 일반식이  $-ON=CR^2_2$  여기서, R<sup>2</sup>은 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 4의 알킬, 바람직하게는 메틸 또는 에틸이다)인 케톡시모 ; 일반식이  $-ONR^2_2$  인 아민옥시, 또는 일반식이  $-N(R^3)C(O)R^2$  (여기서, R<sup>3</sup>은 수소 또는 R<sup>2</sup>이다)인 아미도일 수 있다.

(A)의 가교결합제와 디오가노실옥산 중합체 성분 사이의 상용성을 확고하게 하기 위해 중합체의 디오가노실옥산 단위가 디메틸실옥산 단위일 경우 R<sup>1</sup>은 바람직하게는 비닐 또는 저급 알킬 라디칼이다.

가교결합제는 전술한 실란 대신에 또는 실란이외에, 1분자당 적어도 3개의 실리콘 결합 X그룹을 함유하는 상기의 실란 또는 실옥산의 부분적으로 가수분해된 생성물을 포함할 수 있다

(A)에 사용하기에 바람직한 가교결합제는 R<sup>1</sup>이 메틸 또는 비닐이고 X가  $-OC(O)CH_3$ ,  $-ON(C_2H_5)_2$ ,  $-ON=C(CH_3)(C_2H_5)$  또는  $-OCH_3$ 인 실란이다.

선행기술은 RTV 조성물에 대한 각종 가교결합제의 상대적인 반응성 및 반응성을 향상시키기 위해 사용할 수 있는 촉매에 대해 기술하고 있다. 필요시, 적합한 가교결합제와 촉매의 선택은 당해 기술분야의 숙련가가 임수 가능한 정보를 사용하여 최소한의 실험으로 수득할 수 있다.

가교결합제는 신속하게 경화 발포체를 생성시키는 것이어야 한다. 가교결합제의 농도는 저장 안정성이 있는 조성물을 제공하기에 충분해야만 한다. 저장 안정성을 성취하기 위해서는 발포성 조성을 제조에 사용되는 성분중에 존재하는 하이드록실 그룹에 대한 가교결합제에 존재하는 전술한 일반식에서 X로 나타낸 가수분해성 그룹의 몰 비율은 2 : 1이상이어야 한다. 몰 비율은 적어도 3 : 1이상이 바람직하다.

전술한 바람직한 가교결합제는 통상적으로 (A)의 오가노실옥산 중합체 성분 100중량부당 약 0.1 내지 약 10중량부의 농도로 사용한다.

몇몇 RTV 가교결합제에 의해 나타나는 반응성은 비교적 소량의 촉매가 존재함으로써 상당히 향상될 수 있다. 유용한 촉매는 무기 및 유기 주석 화합물(예 : 옥토산 제 1 주석 및 디부틸 디라우레이트) 및 티타늄 화합물을 포함한다. (1) 가수분해성 그룹으로서 일반식 ( $ONR^2_2$ ) (여기서, R<sup>2</sup>는 전술한 바와 같다)의 아민옥시 그룹을 함유하는 경화제는 통상적으로 촉매를 필요로 하지 않으며, (2) 티타늄 화합물, 특히 퀄레이트화티타늄 화합물은 대개 습기의 존재하에서 실리콘 결합 하이드록실 그룹과 실리콘 결합 알콕시 그룹의 반응을 효과적으로 촉매한다는 것이 공지되어 있다.

알콕시실란이 가교결합제로서 사용될 경우 본 발명의 조성물은 문헌에 기술된 공지된 하이드록실 그룹 포착제를 임의로 함유할 수 있다[참조 : 1984년 1월 3일에 정 (Chung)에게 특허된 미합중국 특허 제 4, 395, 526 호].

본 발명의 발포성 조성물은 적어도 2중량%의 미분 실리카를 함유한다. 후술하는 충전제와 혼합된 실라카는 발포체가 자체적으로 지탱하기에 충분하도록 경화될 때까지 기포구조를 유지한다. 실리카 및 충전제로 인해서 발포성 조성물의 비붕괴 특성이 존재한다. 본 명세서에서 사용하는 용어 "비붕괴"란 거의 수직인 표면에 도포할 경우 경화되지 않았거나 부분적으로 경화된 발포체 조성물이 약 1.5cm 이상 유동하지 않음을 의미한다.

유용한 실리카 형태는 표면적이 약  $100m^2/g$  이상인 열분해법 실리카 및 침강 실리카이다. 실리카는 발포성 조성물을 기준으로 하여 2 내지 약 50중량%로 존재할 수 있다. 바람직하게는, 실리카는 발포성 조성물을 중량의 10 내지 약 20%를 구성한다. 본 발명의 다른 충전제와 혼합된 열분해법 실리카는 본 발명의 조성물에 비붕괴 특성을 제공하는데 특히 효과적이다.

미분 실리카 총전제는 통상적으로 당해 기술분야에서 폴리오가노실옥산 조성물의 "그레이프 경화(crepe hardening)"로 지칭되는 현상을 방지하기 위해서 비교적 저분자량의 액체 하이드록실 함유 유기 화합물 또는 오가노실리콘 화합물을 처리한다. 총전제 입자는 조성물에 첨가하기 전에 처리할 수 있거나, 적당한 처리물질을 조성물의 한 성분으로서 존재하게 함으로써 동일 반응계 내에서 입자를 격리할 수 있다. 공지된 총전제 처리제는 하이드록실 함유 폴리디오가노실옥산을 포함하며, 여기서 실리콘에 존재하는 탄화수소 그룹은 저금 알킬, 예를 들면, 메틸 또는 비닐이며, 페닐 및 3, 3-트리플루오로프로필 그룹을 포함할 수 있다. 전술한 폴리디오가노실옥산에 존재하는 하이드록실 그룹은 실리콘 또는 1개 이상의 탄화수소 치환체에 결합될 수 있다. 일본국 특허공보 제 110662/78 호에는, 실리콘에 결합된 하이드록시알킬 또는 카복시알킬 그룹 함유 액체 폴리오가노실옥산이 실리카 처리제로서 유용하다고 기술되어 있다.

본 발명의 총전제 조성물에 유용한 섬유는 바람직하게는 길이가 1.0cm 이하이고 직경이 15 $\mu\text{m}$ 이하인 절단된 플록(flock) 섬유를 포함한다. 섬유는 유리, 흑연 또는 금속(예 : 알루미늄, 강철 또는 니켈)으로 제조한다. 용어 "금속섬유"는 니켈과 같은 금속으로 피복된 흑연과 같은 비금속 섬유를 포함한다. 섬유는 발포성 조성물의 중량을 기준으로 하여 3 내지 30중량%의 농도로 사용된다. 특정 형태의 섬유에 대한 바람직한 농도범위는 섬유의 첨가량이 본 발명의 발포성 조성물에 균일하게 분산될 수 있는 용이성의 함수라고 생각된다. 섬유가 응집체 또는 집괴를 형성하는 경향이 강할 경우, 어떤 통상적인 에어로졸 값을 통해 연속적으로 방출될 수 있는 발포성 조성물에 섬유를 약 15중량% 이상으로 혼입시키기는 어렵다. 상술한 칫수 범위의 특정한 형태의 섬유에 대한 최적 농도 범위는 수반하는 실시예에 기술하는 조성물을 주성분으로 사용하여 최소한의 통상적인 실험을 함으로써 쉽게 결정할 수 있다.

유리섬유는 유리섬유가 존재할 경우, 상기의 (A) 성분 및 유일한 총전제로서 실리카를 함유하는 비붕괴 제형의 액화 발포제의 양을 존재할 수 있는 최대량 이상으로 상당히 증가시킬 수 있기 때문에 특히 바람직하다. 발포제의 농도가 증가하면 유리섬유를 포함하지 않는 비붕괴 제형으로 제조된 발포체에 비해 밀도가 50% 이상 감소될 수 있다.

카본 블랙을 미분 실리카와 혼합하여 사용해서 본 발명의 총전제 조성물을 수득할 경우, 시판되고 있는 어떠한 형태의 미분 카본 블랙도 이 목적에 적합하다. 카본 블랙으로서 분류되는 물질은 램프 블랙(lamp black), 퍼니스 블랙(furnace black), 채널 블랙(channel black), 아세틸렌 블랙(acetylene black) 및 써멀 카본 블랙(thermal carbon black)을 포함하지만 이에 한정되지는 않는다.

통상적으로, 카본 블랙은 발포성 조성물의 총 중량의 5 내지 30%를 구성한다. 30% 이상이면, 발포성 조성물에 추가의 유용한 특성을 제공하지 않음이 명백하며 불필요하게 비용이 추가된다. 약 5% 미만이면, 미분 실리카와 혼합되어 바람직한 비붕괴 특성을 제공하지 못한다. 바람직한 조성물이 되기 위한 카본 블랙의 농도는 5 내지 15중량%이다.

본 발명의 영역에 속하는 몇몇 형태의 총전제를 함유하는 경화 발포체의 신장율을 감소시키는 것을 피하고자 할 경우, 카본 블랙을 총전제로서 선택할 수 있다. 몇몇 경우에 있어서는, 섬유를 포함하지 않는 다른 동일한 조성물의 신장율의 80%까지 감소될 수 있다.

본 발명의 조성물에 미분 실리카가 전술한 형태의 섬유 또는 카본 블랙과 혼합되어 존재하는 경우, 기타의 발포체 안정화 첨가제 없이 유용한 발포체를 제조할 수 있다. 액체 또는 가스 발포제를 함유하고 에어로졸 용기에 포장된 폴리디메틸실옥산 조성물에 대한 발포 안정화제로서 유용한 오가노실옥산 공중합체가 문헌에 기술되어 있다[참조 : 씨. 엘. 리(C. L. Lee) 및 제이. 에스. 라베(J. S. Rabe)에게 1985년 5월 21일 특허된 미합중국 특허 제 4,518,716 호].

주석 및 황 함유 화합물의 부재하에, 카본 블랙 또는 15 내지 50중량%의 수정을 함유하는 발포성 조성물에 소량의 백금 함유 물질을 첨가함으로써 난연성을 부여할 수 있다. 통상적으로 필요한 백금 농도는 발포성 조성물 100만중량부당 1 내지 150중량부이다. 백금 함유 물질은 백금 금속 또는 백금 화합물, 예를 들면, 염화백금산일 수 있다. RTV 폴리오가노실옥산 조성물에 대한 난연제로서 백금을 카본 블랙과 혼합하여 사용하는 것이 문헌에 기술되어 있다[참조 : 1973년 5월 22일 알. 쟁글데커(R. Shingledecker)에게 특허된 미합중국 특허 제 3, 734, 881 호].

이 특허에는 일반식  $\text{CH}_2=\text{CHSiX}_3$ (여기서, X는 아세톡시 또는 케톡시모 그룹이다)의 가교결합제를 함유하는 자소성 RTV 오가노실옥산 탄성중합체 조성물이 기술되어 있다.

본 발명의 발포성 폴리오가노실옥산 조성물은 발포제 (c)의 작용에 의해 발포체로 전환된다. 발포제는 주위 조건하에서는 가스이지만 발포성 조성물을 포장 또는 저장하기 위해 사용되는 초대기압하에서는 액화된다. 조성물이 저장용기로부터 방출될 때, 발포제는 휘발되어 거품으로 전환된다. 수분 내지 수기간 후에 대기 습기 존재하에 거품이 고체 탄성 중합체성 발포체로 경화된다.

성분(c)은 대기압하 25°C 이하에서 비등하고, 본 발명의 조성물을 저장하기 위해 사용되는 압력하에서 액화될 수 있으며, 액화될 경우, 언급한 조성물과 혼화되고 반응하지 않는 어떤 물질일 수 있다. 적합한 액화성 발포제는 탄소수 3 또는 4의 지방족 탄화수소를 포함한다. 부탄, 이소부탄 및 이소부탄과 프로판의 혼합물이 가격 및 구입용이성을 근거로 할 때 특히 바람직하다. 트리플루오로클로로메탄과 같은 클로로플루오로탄소는 발포제로서 작용하지만, 몇몇 나라에서 생태학적 이유로 바람직하지 않은 것으로 간주된다.

성분(c)은 본 발명의 발포성 조성물의 총 중량을 기준으로 하여 약 10 내지 약 57%를 구성한다. 최적 농도 범위는 다수의 변수에 의해 달라지며 이들 변수중 가장 유력한 것은 발포성 조성물의 점도

라고 생각된다. 다시 말하면, (A)의 정도 및 실리카 및 존재하는 다른 충전제 (들)의 양에 크게 의존하는 것으로 생각된다.

(C)의 최적 농도는 경화시 거품의 안정성, 조성물이 저장된 용기로부터의 조성물의 충분히 신속한 방출 속도 및 경화 발포체의 비교적 저밀도 사이의 가장 좋은 균형을 제공하는 농도이다.

발포제를 과량 사용할 경우 "붕괴"발포체가 생성된다. 점성 조성물중의 발포제의 농도가 너무 낮은 경우에는 통상적으로 고밀도 발포체가 생성될 것이다. 하기에 예시하는 바와 같은 바람직한 발포성 조성물에 있어서, 발포제의 농도는 바람직하게는, 발포성 조성물 전체의 중량을 기준으로 하여 10 내지 30%이다.

본 발명의 발포성 조성물은 발포제의 부재하에서는 통상적으로 농도가 진한 반죽형태의 물질이다. 이러한 이유 때문에, 본 발명의 발포성 조성물은 2격실 용기로 포장하는 것히 바람직하며, 이 것은 단지 하나의 격실에만 벨브가 장치되고 발포성 조성물 및 액화 발포제가 함유된다. 제 2 격실은 피스톤 또는 유연한 용기에 의해 제 1격실로부터 분리되며 발포제와 동일한 조성물 또는 보다 휘발성인 물질일 수 있는 액체 발포제로 충전된다. 액체 발포제는 조성물을 본 발명의 영역에 속하는 발포체를 생성시키는 속도로 용기부터 방출하는데 필요한 추가의 압력을 제공한다. 2격실에어로졸 캔은 당해 기술 분야에 공지되어 있으며, 공지된 형태의 어떤 에어로졸 벨브를 장치할 수 있다.

본 발명의 발포성 조성물은 모든 성분들을 거의 무수 상태하에서, 사용하는 액체 발포제 및 특정 액체 발포제에 의해 발생하는 압력을 견딜 수 있는 습기 차단용기, 예를들면, 2격실 에어로졸에 포장함으로써 제조할 수 있다.

이러한 제조방법의 하나로서, (A)의 종합체, 실리카, 섬유 및 임의 첨가제 (예 : 안료, 접착 촉진제 및 난연제)를 균일하게 혼합한 후에 이들 성분과 대기 습기 사이의 접촉을 피하는 조건하에서 (A)의 가교결합제 및 특정 경화촉매와 배합 및 혼합시킨다.

섬유의 과다 손상을 방지하기 위해서는 혼합(blend) 조작시 조성물의 전단량을 최소화시켜야 한다. 바람직하게는, 성분을 반죽물에 대해 통상적으로 사용하는 혼합기로 혼합한다. 이후에, 생성된 균일한 조성물을 분무 벨브가 장치된 가압 용기에 전달한다. 이후에, 바람직한 양의 발포제(C)를 적당한 장치, 통상적으로 분산 벨브를 통해 용기에 도입시키고 용기를 진탕시켜 발포제를 조성을 전체에 균일하게 분무한다. 가압 용기에 이소부탄과 같은 액체 발포제와 습기 민감성 물질을 포장하는 방법 및 장치는 당해 기술분야에 익히 공지되어 있으며 본 발명의 일부를 구성하지 않는다.

발포성 조성물을 포장하기 위해 사용하는 가압 용기에는 벨브가 장치되며, 조성물이 흘러나오는 통로는 유용한 발포체를 생성시키기에 충분한 빠른 속도로 조성물을 방출시키기에 충분한 직경을 갖는다. 조성물을 수일 또는 수주일에 걸쳐 조금씩 분무할 경우, 대기 습기중에 노출되는 벨브 및 스프레이 헤드(Spray head)내의 통로는 대기 습기와의 접촉 및 이 결과로서 초래되는 통로속에 잔존하는 발포성 조성물의 경화를 최소화하도록 밀봉될 수 있어야 한다. 통로는 직경이 통로속에서 경화된 이미 분산된 잔류물질이 제거되기에 용이하게 충분한 것이 바람직하다.

바람직하게는 벨브는 생크림과 같은 비교적 점성이 발포성 물질을 분산시킴에 있어서 추천되는 토클(toggle)형태이다. 가장 바람직하게는 방출관과 벨브 몸체는 탄성종합체성 벨브 시트(seat)에 의해 제자리에 유지되는 단일 구조로 결합된다. 벨브 몸체중의 1개 이상의 개구부는 통상적으로 시트와 접촉함으로써 폐쇄된다. 지압에 의한 방출관의 전위는 벨브 몸체의 개구부(들)를 시트로부터 멀리 이동시키고 이에 의해 가압 용기의 내용물이 벨브 몸체속으로 흘러서 방출관을 통해 흐르게 된다.

벨브 몸체와 스프레이 헤드가 분리된 유니트이고, 벨브에 스프링 하중 피스톤이 장치된 에어로졸 벨브도 본 발명의 발포성 조성물의 분산에 적당하다.

상술한 바와 같이, 본 발명의 바람직한 발포성 조성물은 대기 습기를 배제시킨 2격실 내압 용기에 저장할 경우 6개월 이상 안정하다.

본 발명의 조성물을 사용하여 제조된 경화된 발포체는 통상적으로 독립 기포 형태이다. 발포체의 기포 크기는 통상적으로 직경이 4mm미만일 것이다. 바람직하게는 기포는 직경의 범위가 0.2 내지 2mm일 것이며 기포농도는 통상적으로 4개/직선 cm이상이다.

본 발명의 조성물로부터 제조된 경화된 발포체는 저밀도, 비붕괴 물질인 습기경화성 폴리오가노실육산의 독특한 성질을 사용하는 것이 바람직한 다수의 응용에 사용될 수 있다. 대응되는 비기포 탄성종합체에 비해 밀도가 더 낮은 발포체는 동일한 중량의 물질로 더 넓은 영역을 피복시킬 수 있다. 추가의 장점은 발포체의 독립 기포 구조에 의해 제공되는 절연성이다.

본 발명의 발포성 조성물의 가압 용기 속에서 안정하게 유지되는 능력은 에어로졸 용기와 같은 단일 휴대용 패키지 속에 습기경화성 발포체를 생성시키는데 필요한 모든 성분을 혼합할 수 있게 한다. 이후에 각각의 성분을 발포체를 도포할 위치로 수송하는 것이 아니라 패키지를 수송하여 발포체가 생성되기 전에 필요량의 각각의 성분을 배합하고 균질된 조성물로 혼합할 수 있다. 이는 특히 비교적 장기간에 걸쳐 비교적 소량의 발포체를 분산시키는 경우에 유리하다.

저장 안정성이 불필요한 대규모의 발포체 제조에 있어서, 발포제를 제외한 발포성 조성물의 모든 성분을 함유한 혼합물은 하나의 용기로부터 계량되며 이소부탄과 같은 액체화 발포제는 가압성 용기로부터 통상적인 배출구 속으로 계량되어 적당한 혼합 헤드속으로 유입된다. 생성된 조성물은 바람직한 위치에서 발포제로서 혼합 헤드로부터 분산된다. 이 방법은 슬랩스톡(Slab Stock) 발포제 제조에 유용하다.

하기 실시에는 본 발명의 발포성 조성물의 바람직한 태양을 기술하며 첨부되는 특허청구의 범위를 제한하는 것으로 이해되어서는 안된다. 특별한 언급이 없는 한 모든 부 및 %는 중량부 및 중량%이다.

### [실시예 1]

본 실시예는 발포성 조성물 속에 존재하는 실리카, 섬유 및 발포제의 양과 수직으로 배향된 흄에 도포될 경우에 조성물이 붕괴되는 정도 사이의 관계를 나타낸다.

균일 혼합물은 (1) 25°C에서 14Pa·s의 점도를 나타내는 하이드록실 말단 폴리디메틸실록산 100부, (2) 열분해법 실리카[캡-오-실 코포레이션(Cab-O-Sil Corporation)의 MS-7], (3) 실리콘결합된 하이드록실 그룹을 4.5% 함유하는 하이드록실 말단 폴리메틸페닐실록산 및 (4) 길이가 0.1 내지 8mm이고 직경이 2.6 내지 3.8μm인 유리 필라멘트를 혼합함으로써 제조된다. 필라멘트는 존즈-만빌 코포레이션(Johns-Manville Corporation)이 템프스트란® 코드 Tempstran® code 112 유리섬유로서 시판하고 있다.

생성된 혼합물은 셈 키트® (sem kit®) 튜브에 도입하여 부분 진공을 적용시켜 탈기시킨다. 셈 키트 튜브는 캘리포니아 글렌달에 소재하는 프로덕츠리서치 앤드 캐미칼 컴파니의 계열사인 셈코 인코포레이티드에 의해 시판되고 있다. 이 장치는 폴리에틸렌으로 제조된 실린더이며 성분 첨가 및 습기 부재하에 관의 내용물을 교반을 위한 부재가 혼입되어 있다. 탈기된 혼합물에 가교결합제로서 (5)  $\text{CH}_2\text{Si}[\text{ON}=\text{C}(\text{CH}_3)(\text{C}_2\text{H}_5)]_3$  를 경화촉매로서 디부틸주석 디라우레이트 0.2부와 함께 첨가한다. 생성된 조성을 컨티넨탈 그룹, 인코포레이티드가 시판하고 있는 세프로®(Sepro®)에어로졸 캔의 유연한 내부 용기속으로 이송한 후 3분동안 혼합한다. 유연한 용기에 접근을 제공하는 토글형 밸브 조립 부품을 크림핑시켜 캔에 부착시키며 내부용기의 내용물을 탈기 시킨다. 특별한 조성물의 점도에 따라, 80%의 이소부탄과 20%의 프로판을 함유하는 액화 가스 3 내지 12부를 캔의 외부 격실에 도입하고 충전제를 포함한 발포성 조성물의 총 중량을 기준으로하여 18%의 액화 이소부탄을 발포제로서 밸브를 통해 내부 용기 속에 도입한다. 이후에, 캔을 자동 진탕기 상에서 약 16시간 동안 진탕시켜 이소부탄을 발포성 조성을 전체에 분산시킨다.

실리카를 함유하고 유리 필라멘트를 함유하지 않는 조성물을 대조군으로서 사용한다. 폴리메틸페닐 실록산(3)과 가교결합제(5)의 농도는 하기의 중량비율에 따르는 실리카의 함량을 기준으로 한다.

실리카 부	3·외 부	5·외 부
3	0.9	6
11	3.45	8
20	6	10

발포체는 각각의 에어로졸 캔의 내용물의 분취량을 폭이 0.6cm이고 높이가 0.6cm인 수직으로 배향된 흄에 방출시켜 길이 5cm의 비드를 생성시킴으로서 제조한다. 흄의 벽과 바닥은 알루미늄이다. 조성물이 5분후에 유동하는 거리를 통과시켜 기록한다. 발포체 각각의 밀도도 측정한다.

하기표 1A, 1B 및 1C의 데이터는 실리카를 높은 농도로 사용하면서 섬유를 사용하지 않거나 또는 최소량의 발포제를 사용하여 비붕괴 발포체를 제조할 수 있지만 유리섬유가 발포제의 양을 증가시키고 실리카 함량을 감소시킴으로써 경화된 발포체의 밀도를 상당히 감소시켜 비교적 저밀도의 비붕괴 발포체를 제조할 수 있게 함을 나타낸다. 이는 발포체가 절연물질로서 사용될 경우에 특히 바람직하다.

발포제의 농도는 발포성 조성물의 총 중량을 기준으로 하는 중량%로 나타낸다.

### [실시예 2]

본 실시예는 바람직한 유리 섬유를 사용하여 성취할 수 있는 저기포밀도 및 바람직한 인장 성질을 나타낸다.

발포성 조성물은 접착 증진제로서 부분적으로 가수분해된  $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{H})\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$  를 1.75부 첨가하여, 전술한 실시예 1에 기술된 방법 및 성분을 사용하여 제조 및 포장한다. 또한, 조성물은 실시예 1의 폴리디메틸실록산 100부, 7.4중량%에 해당하는 실리카 13부, 실시예 1의 폴리메틸페닐실록산 3.25부, 유리섬유 5부, 실시예 1의 가교결합제 10부, 디부틸주석 디라우레이트 0.24부 및 발포제로서 발포성 조성물의 중량을 기준으로 하여 24.5%의 이소부탄을 함유한다.

2경실 에어로졸 캔 속에 포장시킨 후, 실시예 1에서 기술한 조건하에서 조성물을 비붕괴 발포체로 제조한다.

경화된 발포체의 인강강도, 신도 및 모듈러스 측정용 견본은 발포성 조성물의 인접하게 약간 겹친 "비드"를 평평한 알루미늄 판넬 위에 방출시키고 생성된 발포제 층을 적어도 4일 동안 경화시킴으로써 제조한다. 경화된 층은 두께가 0.5 내지 0.8cm이다. 상기의 층으로부터 가장 좁은 폭이 0.63cm인 아령형 바(bar)를 절단하고 인스트론®(Instron®)시험기로 평가한다. 크로스헤드(crosshead) 속도는 12.7cm/min.이다. 각각의 형태의 발포체의 3종의 샘플을 시험하며 편차를 구한다.

인강강도(kPa)	신도(%)	모듈러스(kPa)	밀도(g/cc)
276+7	61+8	159+14	0.35

밀도값은 실시예 1의 표 1에 보고된 어떤 값보다 훨씬 작다.

### [실시예 3]

본 실시예는 카본 블랙 또는 미분된 수정과 혼합된 백금 또는 백금 화합물을 함유하는 본 발명의 발

포성 조성물에 의해 나타나는 난연성 수준을 나타낸다.

발포성 조성물은 전술한 실시예 2에서 기술한 성분과 방법을 사용하여 제조한다. 실시예 2에서 상술한 성분의 양 및 형태 이외에, 조성물(I)중의 하나는 발포성 조성을 100만부당 백금 123중량부에 해당하는 양의 염화백금산 및 평균 입자 크기가  $5\mu\text{m}$ 인 미분된 수정 25부를 함유한다. 제 2 조성물(I)은 (I)의 디부틸주석 디라우레이트 경화촉매를 함유하지 않으며 가교결합제  $\text{CH}_3\text{Si}[\text{ON}=\text{C}(\text{CH}_3)(\text{C}_2\text{H}_5)]_3$ 가 동일한 중량의  $\text{CH}_2=\text{CHSi}[\text{ON}=\text{C}(\text{CH}_3)(\text{C}_2\text{H}_5)]_3$ 로 교체된다. 제 3 조성물(III)은 (I)의 디부틸주석 디 라우레이트를 함유하지 않으며 수정 대신에 램프 블랙 (lamp black) 20부 및 발포성 조성을 100만부당 백금 30중량부에 해당하는 양의 염화백금산을 함유한다. 모든 경우에 있어서, 염화백금산은 이소프로판올중의 용액으로서 첨가된다. 조성물(I), (II) 및 (III) 모두는 대기습기의 존재하에 경화되는 비붕괴 발포체를 생성시킨다.

발포체 샘플은 조성물(I), (II) 및 (III)으로부터 제조되며 UL 94로서 표시되는 언더라이터스 래보러터리(Underwriters Laboratory) 기연성 시험에 따라 수직 연소시험한다. 샘플은 길이  $12.7\text{cm} \times 폭 1.3\text{cm} \times 두께 0.7\text{cm}$ 의 스트립 형태이다. 샘플을 각각 매회 10초 간격으로 2회 분센 버너(Bunsen burner)의  $1.3\text{cm}$  높이의 불꽃 속에 넣고 각각의 노출 후에 불꽃이 자체적으로 소화되는데 필요한 시간 간격 ( $t_1$  및  $t_2$ )을 측정하여 하기 표 2에 기록한다. 각각의 시간은 5개의 샘플의 평균값이다. 또한, 시험 중에 손실된 샘플의 조기중량의 %를 기록한다.

표 2에 기재된 자소성 (self-extinguishing) 시간(SET) 이외에, 샘플 II는 하기의 것을 포함한 UL 94수직 연소시험의 모든 기준을 충족시킨다.

- 일련의 5개의 견본에 10개의 불꽃을 적용함에 있어서 총 연소시간이 50초를 초과하지 않음.
- 어떠한 견본도 쥐고 있는 집게로 까지 타오르거나 작열하면서 연소되어 타지 않음
- 어떠한 견본도 시험 견본 아래  $30.5\text{cm}$ 에 위치한 건조된 외과용 흡수성 무명을 발화시키는, 불꽃이 타오르는 입자를 떨어뜨리지 않음.
- 어떠한 견본도 시험 불꽃의 2차 제거 후 30초 이상 지속적으로 작열하면서 연소되지 않음.

샘플 I 및 III은 전술한 모든 기준을 충족시키지 않는다. 샘플 II는 5개의 샘플의 총 연소시간이 20.9초이다.

#### [실시예 4]

본 실시예는 템프스트란<sup>®</sup> (Tempstran<sup>®</sup>) 유리 필라멘트를 함유하는 발포성 조성물을 가공하는 동안 전단응력이 당해 조성물로 제조한 경화 발포체의 인장특성과 밀도에 대해 미치는 영향을 설명한다.

두개의 발포성 조성물은 전술한 실시예 2에서 상술한 형태 및 양의 오가노실록산 중합체, 가교결합제, 경화촉매, 점착 증진제, 실리카 및 발포제를 사용하여 제조한다. 조성물은 또한 직경이 0.2 내지  $0.5\mu\text{m}$ 인 템프스트란<sup>®</sup> (Tempstran<sup>®</sup>) 유리 필라멘트 20중량부를 함유한다. 실시예 1에 기술한 쎈 키트<sup>®</sup> (Sem kit<sup>®</sup>) 튜브에 도입하기 전에 조성물(IV)중의 하나와 유리 필라멘트를 수동 혼합한 다음, 3를 밀(three-roll mill)을 통해 5회 또는 6회 통과시킨다. 발포제를 제외한 모든 성분을 반죽 혼합기 속에서 혼합하고 생성된 혼합물을 3를 밀로 7회 통과시켜 제 2 조성물(V)를 제조한다. 조성물을 쎈 키트<sup>®</sup> (Sem kit<sup>®</sup>) 튜브 속으로 이동 시킨 후, 경화제, 점착 증진제 및 경화촉매를 첨가한다.

조성물(V)는 조성물(IV)보다 전단응력을 상당히 약하게 받으며, 경화된 발포체는 조성물(IV)을 사용하여 제조한 발포체보다 인장강도가 높고, 신도가 낮으며, 밀도가 약간 높다.

발포제의 양 및 형태, 발포성 조성물을 세프로<sup>®</sup> (Sepro<sup>®</sup>) 캔 속에 포장하는 방법 및 물리적 성질을 측정하는 방법은 실시예 1에 기술되어 있다.

#### [실시예 5]

본 실시예는 흑연, 알루미늄 및 세라믹 섬유가 습기경화성 폴리오가노실록산 조성물을 사용하여 제조한 발포체의 붕괴를 감소시키는 효과를 설명한다. 유리섬유를 제외한 실시예 2에 기술된 성분 및 방법을 사용하여 3개의 발포성 조성물을 제조 및 포장한다. 각 성분의 농도는 반응 혼합물의 18중량 %를 구성하는 이소부탄 및 0.4부의 농도로 사용되는 디부틸주석 디라우레이트를 제외하고 실시예 2와 동일하다. 발포성 조성물은 8% 실리카, 18% 이소부탄 및 하기 3개의 섬유 후보중의 1개를 3.1% 함유한다 : (a) 길이가  $0.3\text{cm}$ 이고 직경이  $8\mu\text{m}$  미만인 알루미늄 섬유, (b) 길이가  $0.3\text{cm}$ 이고 직경이  $8\mu\text{m}$ 인 흑연섬유 및 (c) 카보런덤 코포레이션이 파이버프랙스<sup>®</sup> (Fiberfrax<sup>®</sup>)로 시판하고 있는 알루미나와 실리카로 제조된 세라믹 섬유, 이들 섬유는 본 발명의 범위에 속하지 않으며 대조군으로 사용된다.

알루미늄 및 흑연섬유를 함유하는 조성물로부터 수득된 발포체는 실시예 1에서 기술된 수직 흡 속에 투입될 경우 붕괴되지 않는다. 세라믹 섬유를 함유하는 발포체는 조성물 투입 후 5분 동안 흡 하부로  $1.5\text{cm}$  이상 유동하므로 비붕괴로 분류될 수 없다.

알루미늄, 흑연 및 세라믹 섬유를 함유하는 경화된 발포제의 밀도, 평균 기포 크기, 기포 크기의 범위 및 기포 농도는 하기 표 4에 기재한다.

이들 자료는 본 발명의 조성물을 특징짓는 비붕괴성을 획득함에 있어서 발포성 조성을 속에 존재하는 섬유의 형태가 중요함을 나타낸다. 세라믹 섬유를 함유하는 발포체는 경화되기 전에 조성물이 심하게 유동하기 때문에 밀도가 측정되지 않는다.

[표 1A]

## 섬유 및 발포제 함량의 변화 효과

실리카(부)	유리섬유(부)	발포제(중량%)	밀도(g/cc)	봉과(cm.)
3(대조군 a)	0	19	1.0	7.6
3(대조군 b)	12.5	41	1.0	7.6
3	12.5	11	0.62	0
3	25	20	1.1	0.4
20(대조군 c)	0	20	0.61	0
20	12.5	11	0.88	0
20	25	19	0.53	0

대조군 b는 발포제의 농도가 혼합된 실리카와 섬유를 단지 15.5부 함유하는 조성물에 비해 매우 높음을 나타낸다.

대조군 c는 실리카 농도가 충분히 높을 경우, 섬유 부재하에 비붕괴 발포체를 수득할 수 있음을 나타낸다.

[표 1B]

## 실리카 및 발포제 함량의 변화 효과

유리섬유(부)	실리카(부)	발포제(중량%)	밀도(g/cc)	봉과(cm.)
12.5	20	38	0.51	7.6
12.5	11.5	14	0.51	0
12.5	3	11	0.62	0.1
25	3	20	1.1	0.4
25	11.8	13	0.64	0
25	11.5	38	0.54	0
0(대조군 d)	11.5	13	0.50	0.2
0(대조군 e)	3	19	1.0	7.6
0(대조군 f)	11.5	38	0.56	7.6

대조군 d는 발포제 함량이 비교적 낮은 이유로 최소의 봉과를 나타낸다.

[표 1C]

## 실리카 및 섬유 함량의 변화 효과

발포제(중량%)	실리카(부)	섬유(부)	밀도(g/cc)	봉과(cm.)
10.9	20	12.5	0.88	0
10.9	3	12.5	0.62	0.25
19.2	20	25	0.53	0
19.8	11.5	12.5	0.58	0.1
37.9(대조군 g)	20	12.5	0.51	7.6
38.1	11.5	25	0.54	0
40.7(대조군 h)	3	12.5	1.0	7.6

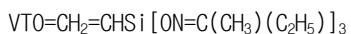
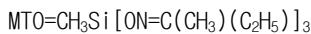
대조군 g 및 h는 발포제의 농도가 높을 경우, 비붕괴성을 성취하기 위해 유리섬유 및/또는 실리카의 농도가 더 높아야함을 나타낸다.

[표 2]

샘플 번호	가교결합제	램프 블랙 (부)	수정 (부)	액체 (PPM)	SET(sec.)		중량 손실 (%)
					$t_1$	$t_2$	
I	MTO	0	25	123	136	N.D.	20
II	VTO	0	25	123	1~3.5	1.5~4	0.3~0.9
III	MTO	20	0	30	(a) 10 (b) 11	16 67	0.7 4.2

SET=자소시간

샘플 1은 제 2 불꽃 적용 후 완전히 소실된다.

 $t_2$ 에 대한 값은 측정할 수 없다.

샘플 III은 (a) 및 (b)로 표시되는 2개의 샘플만을 사용하여 난연성에 대한 시험을 한다.

[표 3]

발포성 조성물	밀도 (g/cc)	인장강도 (kPa)	신도 (%)
IV	0.62	345·7	30·8
V	0.70	545·70	25·1

[표 4]

섬유	평균 기포 크기 mm	기포 크기 범위 mm	기포 농도 cells/cm. <sup>2</sup>	밀도 (g/cc)
알루미늄	0.3	0.1~1	10	0.51
흑연	0.5	0.2~1.5	10	0.67
세라믹 대조물	0.8	0.3~2	8	N.D.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1

습기 부재하에 초대기압으로 유지되는 용기에 담겨 있을 때에는 안정하나, 대기압하의 영역에 방출될 때에는 비붕괴 습기경화성 발포체를 생성하는 폴리오가노실록산 조성물로서 필수적으로 (A) 습기 경화성 RTV 탄성중합체성 조성물, (B) 조성물의 총 중량을 기준으로 하여 2 내지 30%의 미분 실리카, (C) 조성물의 총 중량을 기준으로 하여 10 내지 50%의 액체 발포제 및 (D) 유리섬유, 금속 섬유, 흑연섬유 및 카본 블랙으로부터 선택되는 적어도 1종의 충전제 (여기서, 충전제의 총 양은 대기압하 및 25°C에서 조성물의 붕괴를 방지하기에 충분해야 하며, 섬유의 농도는 조성물의 중량을 기준으로 하여 3 내지 30%이고, 카본 블랙의 농도는 조성물의 중량을 기준으로 하여 5 내지 30%)를 거의 무수조건 및 초대기압하에서 혼합하여 수득된 생성물로 이루어지는 폴리오가노실록산 조성물.

#### 청구항 2

제 1 항에 있어서, 습기경화성 RTV 탄성중합체성 조성물이 (a) 적어도 1종의 하이드록실 말단 차단된 디오가노실록산 단독중합체 또는 크래프트 공중합체와 (b) 대기 습기의 존재하에 성분(a)를 경화시키기기에 충분한 양의 습기반응성 가교결합제를 거의 무수 조건하에서 혼합하여 수득된 생성물을 포함하는 조성물.

#### 청구항 3

제 1 항에 있어서, 조성물이 유효량이 경화 촉매를 함유하는 조성물.

#### 청구항 4

제 3 항에 있어서, 촉매가 유기 또는 무기 주석 화합물 또는 티타늄 화합물인 조성물.

#### 청구항 5

폴리오가노실록산 탄성중합체를 기준으로 하여 5 내지 50중량%의 미분된 실리카, 유리, 금속 또는 흑연으로부터 제조된 길이가 1cm 이하이고 직경이 15μm 이하인 섬유 5 내지 50중량% 및 카본 블랙 5

내지 30중량%로 이루어진 그룹으로 부터 선택된 적어도 1종의 성분이 균일하게 분산되어 함유된 습기 경화된 폴리오가노실옥산 탄성중합체를 포함하는 독립 기포 폴리오가노실옥산 발포체.