

## (19) 대한민국특허청(KR)

## (12) 특허공보(B1)

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

C08L 83/04

B01D 19/04

(21) 출원번호

(22) 출원일자

(30) 우선권주장

(71) 출원인

(45) 공고일자 1995년02월06일

(11) 공고번호 특 1995-0000994

특 1987-0002973

1987년03월31일

(65) 공개번호 특 1987-0011202

(43) 공개일자 1987년12월21일

101382 1986년05월01일 일본(JP)

신에쓰 가가꾸 고오교 가부시끼가이사 고사까 유따로

일본국 도오쿄도 지요다꾸 오오떼마찌 2쵸메 6방 1고

(72) 발명자

오까다 후미오

일본국 군마켄 안나까시 이소베 2쵸메 13방 1고 신에쓰 가가꾸 고오교  
가부시끼가이사 실리콘 덴시자이료 기쥬쓰 켕꾸쇼내  
데라에 노부고끼일본국 군마켄 안나까시 이소베 2쵸메 13방 1고 신에쓰 가가꾸 고오교  
가부시끼가이사 실리콘 덴시자이료 기쥬쓰 켕꾸쇼내  
마끼다 히데하로일본국 군마켄 안나까시 이소베 2쵸메 13방 1고 신에쓰 가가꾸 고오교  
가부시끼가이사 실리콘 덴시자이료 기쥬쓰 켕꾸쇼내  
곤도 기요히로일본국 군마켄 안나까시 이소베 2쵸메 13방 1고 신에쓰 가가꾸 고오교  
가부시끼가이사 실리콘 덴시자이료 기쥬쓰 켕꾸쇼내

(74) 대리인

장수길, 이주기, 이세진

**심사과 : 절순성 (책자공보 제13864호)****(54) 에멀젼형 실리콘 소포제****요약**

내용 없음.

**영세서**

[발명의 명칭]

에멀젼형 실리콘 소포제

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 에멀젼형 실리콘 소포제, 특히 파포성(破泡性)과 소포지속성이 모두 우수한 에멀젼형 실리콘 소포제에 관한 것이다.

에멀젼형의 실리콘 소포제가 실리콘 오일에 실리카, 이산화티탄, 산화알루미늄 등의 미분상 무기질 충전제를 분산시킨 실리콘 오일 컴파운드의 유화에 의해서 얻어지는 것은 공지되어 있고, 이것의 파포성, 소포지속성 및 산, 알칼리에 대한 내성을 주로 실리콘 오일 컴파운드의 특성에 의해서 결정되고, 이 에멀젼화는 단지 이 실리콘 오일 컴파운드를 친수화하여 분산시키기 위한 수단으로 간주되고 있다.

그리하여, 이 에멀젼형의 실리콘 소포제의 개선은 실리콘 오일 컴파운드의 개질에 중점이 지향되고, 예를들면 오르가노실리콘유와 실리카로 이루어지는 실리콘 오일 컴파운드를 질소함유 유기 규소화합물로 처리한 조성물을 에멀젼화하여 소포효과를 높인 것(일본국 특허공고(소) 제 51-35,556 호 참조), 오르가노폴리실록산에 오르가노하이드로겐폴리실록산과 실리카 및 촉매를 첨가한 조성물을 에멀젼화하여 내알칼리성 조건하에서의 소포 지속성을 좋게 한 것(일본국 특허공개(소) 제 57-48,307 호 참조), 또한 유화제를 첨가한 실리콘 오일의 혼탁액중에 실라잔 처리한 실리카계 충전제를 첨가하여 저장 안정성을 개량한 것(동 제 52-2,887 호 참조) 등이 제안되고 있지만, 이들은 어느 것도 파포성, 소포 지속성, 또는 저장 안정성 중 어느 한가지를 목적으로 하는 것이지, 이들을 동시에 향상시키는 것은 아니다.

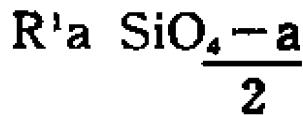
또한, 종래 이 에멀젼형 실리콘 소포제는 그의 유화제 양을 조절하여 에멀젼의 안정성을 개질시키는 것도 행해지고 있지만, 유화제를 많게 하면 에멀젼 입자의 체적 평균 입경이 작아지게 되므로 에멀젼은 안정화하지만, 초기 소포성 및 파포성이 나빠지는 결점이 있고, 유화제의 양을 될 수 있는 대로 적게하여 상 전이시키면 에멀젼 입자가 거칠게 되기 때문에 초기 소포성 및 파포성은 좋게 되지만, 에멀젼 입자가 응집하기 위하여 소포 효과가 지속되지 않는 결점이 생긴다. 또한, 이 유화제 양을 최적량으로 콘트롤하여 형성시킨 에멀젼도 예를 들면 여름과 겨울로는 기온차, 수온차가 있는

것, 또한 상 전이 수량이나 상 전이 온도가 적절하지 않는 점에서 입경이 일정하지 않고, 따라서 그 성상이 특정화되지 않는 결점이 있다.

본 발명은 이와같은 결점을 해결한 에멀젼형 실리콘 소포제에 관한 것이고, 이것은 오르가노폴리실록산과 미분말 실리카를 주성분으로 하는 조성물과 유화제 및 물로 이루어지는 에멀젼에 있어서, 이 에멀젼이 체적 평균 입경  $6\mu\text{m}$  이상,  $18\mu\text{m}$  이하의 입자가 체적 분포 비율로 40% 이상의 것임을 특징으로 하는 것이다.

즉, 본 발명자는 안정하고 파포성, 소포 지속성이 모두 우수한 에멀젼형 실리콘 소포제에 대해서 여러가지로 검토한 결과, 실리콘 오일 컴파운드를 유화제를 사용해서 얻은 에멀젼으로 하지만, 이 에멀젼을 체적 평균 입경이 6 내지  $18\mu\text{m}$ 인 입자의 것이 전체의 40% 이상이 되도록 하면, 파포성과 소포 지속성의 밸런스가 극히 우수한 실리콘 소포제가 얻어지고, 이것은 어떠한 발포에 대해서도 포막에 접근하여 이것을 흡착하고, 이에 침입하여 파포하며, 또한 그 효력이 길게 지속되는 것을 발견하고 본 발명을 완성시켰다.

본 발명의 에멀젼형 실리콘 소포제를 구성하는 오르가노폴리실록산은 다음 일반식



로 표시되며, 식중  $\text{R}'^1$ 은 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기 등의 알킬기, 비닐기, 알릴기 등의 알케닐기, 페닐기, 툴릴기 등의 아릴기, 이를 기의 탄소원자에 결합한 수소원자의 일부 또는 전부가 할로겐원자, 시아노기 등으로 치환된 클로로메틸기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 시아노프로필기 등과 같은 서로 같거나 또는 상이한 탄소원자수 1 내지 20의 비치환 또는 치환 1가 탄화수소기이고,  $\text{a}$ 는 그 평균치가 1.9 내지 2.1인 것으로 되지만, 이 예로서는 디메틸폴리실록산,

디에틸폴리실록산, 메틸페닐폴리실록산, 폴리디메틸-폴리디페닐실록산 코폴리머, 폴리에틸-3,3,3-트리플루오로프로필실록산, 폴리디메틸-클로로프로필메틸실록산 등을 예시할 수 있다.

또한, 이 디오르가노폴리실록산에 첨가되는 미분말 실리카는 종래부터 실리카계 충전제로서 공자의 건식 실리카, 습식 실리카 중 어느 것이라도 좋고, 그 예로서는 침강 실리카, 실리카 크세로겔, 흄드 실리카 및 이들의 표면을 유기 실릴기로 처리한 처리 실리카 등을 열거할 수 있고, 구체적인 예로서는 에어로실(낫봉 대구사사 제품, 상품명), 니프실(낫봉 실리카사 제품, 상품명), 캐보실(미합중국 캐보트사 제품, 상품명), 산토셀(미합중국 몬산트케미칼사 제품, 상품명) 등을 예시할 수 있다. 이 미분말 실리카는 BET법에 의한 비표면적이  $50\text{m}^2/\text{g}$  이상인 것으로 하는 것이 좋고, 이것은 상기한 디오르가노폴리실록산 100중량부에 대해서, 1중량부 이하에서는 그 성능이 충분히 발휘되지 않고, 40중량부 이상으로 하면 기유(基油)의 점도가 증대하여 작업성이 나빠지고, 취급이 곤란하게 되므로 1 내지 40중량부로 할 필요가 있고, 바람직하기로는 3 내지 20중량부로 한다.

다음으로, 이 소포제를 형성하기 위한 유화제로서는 비이온계, 양이온계, 음이온계의 어느 것이라도 사용할 수 있지만, 이것은 소포제, 분산 효과의 면에서 비이온계로 하는 것이 바람직하고, 또한 바람직하기로는 친수성 계면활성제와 친유성 계면활성제를 병용하는 것이 좋으나, 이것에는 HLB가 3 이하에서는 분산 안정제로서의 역할을 하지 않고, HLB가 19 이상에서는 소포성이 저하하므로 HLB가 8 내지 20의 친수성 계면활성제와 HLB가 2 내지 7의 친유성 계면활성제를 그 HLB가 3 내지 19의 범위가 되도록 혼합한 것이 적합하게 된다. 이와 같은 계면활성제로서는 소르비탄 지방산에스테를, 글리세린 지방산에스테르, 자당 지방산에스테르, 폴리옥시에틸렌 화합물의 고급 지방산에스테르류, 고급 알코올에스테르류, 알킬페놀 축합물류, 알킬 제4급 암모늄염, 고급 알킬솔폰산염 등이 예시되지만, 바람직하기로는 탄소원자수 12 내지 18의 지방산의 소르비탄 에스테르, 글리세린에스테르, 프로필렌글리콜에스테르 또는 폴리프로필렌글리콜 등과 같은 친유성 계면 활성제로 하는 것이 좋으며, 이와 같은 활성제로서는 소르비탄모노스테아레이트, 소르비탄세스퀴올레이트, 모노글리세린모노올레이트, 트리글리세린디스테아레이트, 프로필렌글리콜모노라우레이트, 스테아린산, 올레인산 등이 예시된다. 또한, 이 계면 활성제로서는 탄소 원자수 12 내지 18의 지방산의 폴리옥시에틸렌에스테르, 폴리옥시에틸렌소르비탄에스테르, 폴리옥시에틸렌지방산알코올에테르, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르, 폴리옥시에틸렌-폴리옥시프로필렌 블록 공중합체, 폴리옥시에틸렌 피마자유에스테르 등과 같은 친수성 계면 활성제로 하는 것이 좋으며, 이 예로서는 폴리옥시에틸렌모노스테아레이트, 폴리옥시에틸렌소르비탄모노라우레이트, 폴리옥시에틸렌소르비탄디스테아레이트, 폴리옥시에틸렌글리세린모노올레이트, 폴리옥시에틸렌세틸에텔, 자당 모노스테아레이트, 폴리옥시에틸렌노닐페닐에테르, 폴리옥시에틸렌트리데실에테르 등이 예시된다.

또한, 이 유화제의 첨가량은 상기 실리콘 오일 컴파운드를 에멀젼으로 하기에 충분한 양으로 할 필요가 있으며, 이것은 통상적으로 1 내지 60중량%의 범위이고, 바람직한 범위는 2 내지 30중량%이다.

또한, 본 발명의 소포제에는 필요에 따라서 증점제를 첨가하여도 좋고, 이 예로서는 카르복시메틸셀룰로오스, 카르복시에틸셀룰로오스 등의 섬유소 에테르, 부분 비누화 폴리비닐알코올, 결정성 셀룰로오스, 알긴산 나트륨 등이 예시되지만, 이들은 상기한 디오르가노폴리실록산 100중량부에 대해서 통상적으로 5중량% 이하로 사용한다.

또한, 이 소포제에 방부의 목적으로 소량의 살균제를 임의로 첨가해도 좋고, 이 살균제로서는 차아염소산 나트륨, 소르빈산 등이 유효하게 되지만, 이 첨가량은 디메틸폴리실록산에 대해서 0.05 내지 0.5%의 범위로 한다.

본 발명의 에멀젼형 실리콘 소포제는 상기한 각 성분의 소정량을 혼합하고, 균일하게 교반함으로써 얻을 수 있지만, 이 에멀젼은 그 에멀젼 입자의 체적 평균 입경이 6 내지  $18\mu\text{m}$ 이고, 또한 그 체적

분포 비율을 40% 이상의 것으로 하는 것이 필수적으로 된다. 이와 같은 예를 들면 i) 오르가노폴리실록산 조성물과 유화제를 균일하게 혼합 분산시키고, ii) 증점제를 물에 용해시키고, iii) 공정 i)에서 얻어진 혼합물 중에 상 전이에 필요한 물과 ii)에서 얻어진 증점된 물의 소정량을 첨가하고, 호모믹서, 호모게나이저, 콜로이드밀 등의 미분쇄기에 의해서 균질인 에멀젼으로 만들고, 이어서 iv) 상기 에멀젼을 물 또는 ii)에서 얻어진 증점된 물과 혼합함으로써 얻을 수 있다.

그러나, 이 공정 i)에 있어서, 오르가노폴리실록산 조성물과 유화제와의 혼합은 유화제/오르가노폴리실록산 조성물의 비를 0.1 이하로 하면 생성하는 에멀젼중에 있어서 에멀젼 입자의 체적 평균 입경이 거칠게 되어서 본 발명이 목적으로 하는 범위로부터 벗어나서 이 소포제의 소포 지속성이 나빠지게 되며, 에멀젼 자체의 안정성도 대단히 나빠지게 되어, 시간의 경과에 따라서 에멀젼 입자가 침강하거나, 실리콘 오일 컴파운드가 분리하여 부상하기도 하며, 이 비를 2.0 이상으로 하면 생성한 에멀젼 중의 에멀젼 입자의 체적 평균 입경이 작게 되어서 6 $\mu\text{m}$  이상이라고 하는 본 발명의 범위에서 벗어나서, 이 소포제의 초기 소포성이 나쁜 것으로 되고, 포막의 두께가 큰 소포에 대한 파포효과가 작은 것으로 되므로, 이 비가 0.1 내지 2.0의 범위가 되도록 하는 것이 좋다.

또한, 이 iv)공정에 있어서 유화에 대해서는 오르가노폴리실록산 조성물과 유화제와의 혼합물을 필요에 따라서 가온시켜도 좋으며, 이 분산액에 첨가하는 수분도 5 내지 50°C의 것으로 하여 유화시의 온도를 30 내지 70°C로 제어하는 것이 좋고, 이와 같이 상 전이시의 온도를 제어하면 상기한 입경 분포를 유지하는 에멀젼을 재현성 좋게 얻을 수 있지만, 이미 입경 분포가 판명되어 있는 것을 조정하여 본 발명의 범위의 것으로 하는 방법도 유효한 방법이다.

또한, 상기한 iii)공정에 있어서의 상 전이에 필요한 물의 양은 통상적으로 에멀젼이 w/o에서 o/w로 변화하는 데 필요한 양으로 되지만, 이 상 전이 수량에 의해서도 입경 분포를 제어할 수 있으며, 또한 상 전이시의 분산방법, 즉 막서장치의 종류 및 교반조건에 의해서도 입경 분포를 제어할 수 있다.

상기한 방법으로 만들어진 본 발명의 에멀젼형 실리콘 소포제는 파포성과 소포 지속성이 특히 우수하고, 표면 막 두께가 큰 소포에 대한 파포효과도 좋으며, 에멀젼 자체도 안정하므로, 이것은 특히 식품, 발효, 펄프, 제지공정 및 배수처리공정의 수계(水系) 소포용으로서 유용하다.

다음에 본 발명의 실시예를 기재하였으며, 이 실시예에 있어서 부는 중량부를, 점도는 25°C에서의 측정치를 나타낸 것이고, 음이온성 및 비이온성 발포액에 의한 소포 테스트는 다음 방법에 의한 시험결과를 나타낸 것이다.

#### [음이온성 발포액에 의한 소포 테스트]

내용적 1,000ml의 메스실린더에 0.2%의 올레인산 소오다의 이온교환 수용액 100g를 칭량해서 넣고, 여기에 소정량의 소포제를 첨가한 후, 유리 보울 필터를 통해서 1리터/분의 비율로 공기를 연속적으로 도입했을 때의 기포량의 시간경과에 따른 변화를 조사하였다.

#### [비이온성 발포액에 의한 소포 테스트]

내용적 1,000ml의 메스실린더에 0.3%의 폴리옥시에틸렌노닐페닐에테르(HLB=11.0) 수 100g를 칭량해서 넣고, 소정량의 소포제를 첨가한 후, 상기와 같은 방법으로 기포량의 시간경과에 따른 변화를 조사하였다.

#### [실시예 1]

분자쇄 양 말단이 트리메틸실릴기로 봉쇄되고, 점도가 1,000cS인 디메틸폴리실록산 94부와, 실리카 총전체, 에어로실-300[닛뽕 에어로실(주) 제품, 상품명] 6부를 2리터의 용기중에서 혼합하여 실리콘 오일 컴파운드 A를 만들고, 이어서 여기에 친유성 유화제 소르비탄모노스테아레이트, 레오돌 SS-10[하나오션켐(주) 제품, 상품명] 40부, 친수성 유화제 폴리옥시에틸렌소르비탄모노올레이트, 레오돌 T0-120[동사 제품, 상품명] 40부를 넣고, 이들을 70 내지 80°C의 온도로 유지하면서 15분동안 교반하여 분산시켰다.

다음에, 이 예비혼합물을 60°C의 온도로 조정한 후, 여기에 20°C의 물 200부를 첨가하여 얻어진 혼합물을 호모믹서로 5분간 분산시킨 후, 20°C의 물 618부를 첨가하고, 다시 15분간 교반시킨 후 최종 생성물을 여포로 여과한 결과, 안정한 에멀젼(이하 이것을 에멀젼 A라고 약칭함)을 얻고, 이 에멀젼 입자의 체적 입경 분포를 코迩터 카운터로 조사한 바, 표 1에 나타난 바와 같은 결과를 얻는다.

#### [표 1]

체적 평균 입경	12.1 $\mu\text{m}$
6 $\mu\text{m}$ 이하의 입경 분포	13.0%
6 내지 18 $\mu\text{m}$ 의 입경 분포	78.0%
18 $\mu\text{m}$ 이하의 입경 분포	9.0%

#### [실시예 2, 비교예 1]

분자쇄 양 말단이 모노히드록시디메틸실릴기로 봉쇄하고, 점도가 10,000cS인 디메틸폴리실록산 94부와, 실리카 미분말, 니프실 VN-3[닛뽕 실리카(주) 제품, 상품명] 6부를 2리터의 용기 중에서 혼합하여 실리콘 오일 컴파운드 B를 만들고, 이어서 여기에 폴리프로필렌글리콜, 유니올 D-1,000[닛뽕 유시(주) 제품, 상품명], 친유성 유화제, 레오돌 SS-10[상기 낫뽕 유시(주) 제품, 상품명]과 친수성 유화제, 레오돌 T0-120[상기 낫뽕 유시(주) 제품, 상품명]을 표 2에 나타낸 양으로 첨가하고, 이것을 70 내지 80°C로 15분동안 교반하여 예비 혼합액을 만들고, 60°C로 조정하였다.

또한, 이것과는 별도의 용기에 물 800부와 중점제로서의 카르복시메틸셀룰로오스, 셀로겐 WS-C[다이이찌고오교세이야꾸(주) 제품, 상품명] 10부를 첨가하여 중점수를 만들고, 20°C로 조정한 후, 이것을 상기에서 얻은 예비혼합물 중에 서서히 첨가하여, 막서로 고속 교반하여 유화시키고, 이것을 호모게나이저로 미분쇄한 후, 여과하여 에멀젼 B-H를 만들고, 이들 에멀젼 중의 입자의 체적 입자계 분포를 조사한 바, 표 2에 나타낸 바와 같은 결과를 얻었다.

[표 2]

항 목	예 번호 에멀젼 번호	실 시 예 2				비교 예 1		
		B	C	D	E	F	G	H
조 성 (부)	컴파운드 B	100	100	100	100	100	100	100
	유니울 D-1,000	30	45	30	30	2	60	30
	레오돌 SS-10	30	45	30	30	3	80	30
	레오돌 TO-120	40	60	40	40	3	80	40
	물	800	800	800	800	800	800	800
	셀로겐 WS-C	10	10	10	10	10	10	10
상 전이 온도(°C)		51	52	42	35	49	53	75
입 자 체 적	평균 입경(μm)	13.2	8.8	11.1	6.2	19.8	3.7	25.0
	6μm 이하의 입경 분포(%)	10.9	24.7	14.1	52.1	7.2	87.5	1.6
	6-18μm의 입경 분포(%)	58.3	66.8	66.5	46.4	26.8	11.8	24.2
	18μm 이상의 입경 분포(%)	30.8	8.5	19.4	1.5	66.0	0.7	74.2

[실시예 3, 비교예 2]

물 10부를 세척한 용기에 넣고, 약 60 내지 70°C로 가열하고, 여기에 상기 친유성 유화제, 레오돌 SS-10부 1부와 상기 친수성 유화제 레오돌 TO-120 1부를 교반하면서 첨가하고, 온도를 60°C로 하면서 15분간 더 교반하였다.

이어서, 이것을 60°C의 온도로 보존하면서 여기에 실시예 1에서 만든 실리콘 오일 컴파운드 A 10부를 첨가하여 15분동안 교반한 후, 콜로이드밀로 4 내지 6밀로 미분쇄하여 프리믹스를 만들었다.

또한, 이것을 별도로 물 48.2부에 상기 증점제, 셀로겐 WS-C 0.8부를 첨가하여 용해시키고, 여기에 55 내지 60°C로 조정한 상기 프리믹스를 첨가하여 약 20분간 혼합 교반하고, 여기에 28.8부의 희석수를 첨가한 후, 이 혼합물을 맨튼-가울린형 호모게나이저에 300kg/cm<sup>2</sup>의 압력하에 1회 통과시켜서 미분쇄한 후, 여과시켜 에멀젼을 만들었지만, 이 경우 프리믹스의 조성, 증점수 및 희석수의 첨가량을 표 3에 나타낸 바와 같이 변경해서 4종의 에멀젼 I-L을 만들고, 이들 체적 입자계 분포를 조사한 바, 표 3에 나타난 바와 같은 결과를 얻었다.

[표 3]

항 목	예 번호 에멀젼 번호	실 시 예 3		비교 예 2	
		I	J	K	L
프 리 미 크 스	물(70-80°C)	10.0	10.0	27.0	13.0
	레오돌 SS-10	1.0	1.0	6.5	1.5
	레오돌 TO-120	1.0	1.0	4.5	2.0
	유니울 D-1,000	-	-	-	3.5
	실리콘 오일 컴파운드 A	1.0	-	10.0	10.0
	실리콘 오일 컴파운드 B	-	10.0	-	-
증 점 수	물	48.2	48.2	51.0	49.0
	셀로겐 WS-C	0.8	0.8	0.8	1.0
희석수(20-30°C)		30.0	30.0	-	20.0
체 적 입 경	평균 입경(μm)	10.3	11.1	4.7	21.1
	6μm 이하의 입경 분포(%)	21.0	22.5	76.5	9.4
	6-18μm의 입경 분포(%)	59.5	48.2	22.2	24.1
	18μm 이상의 입경 분포(%)	19.5	29.3	1.3	66.5

[실시예 4]

실시예 2,3에서 제조된 에멀젼 B-L을 표 4에 나타낸 배합으로 혼합하여 에멀젼 M, N, O, P를 만든

결과, 이들 에멀젼 입자의 체적 입경 분포는 표 4에 병기한 바와 같고, 실시예 3, 비교예 2에서 얻어진 에멀젼 I-N 및 각각에서 얻어진 에멀젼 M-P의 음이온 발포액 또는 비이온 발포액에 의한 소포 테스트 결과는 표 5, 표 6에 나타낸 바와 같다.

[표 4]

에멀젼 번호	혼합 에멀젼 번호	실 시 예		비 교 예	
		M	N	O	P
조 성 (부)	B	-	-	50	-
	C	50	--	-	-
	E	-	-	-	50
	F	50	-	-	-
	G	-	-	50	-
	I	-	50	-	-
체 적 입 경	평균 입경 ( $\mu\text{m}$ )	14.1	15.7	8.5	13.7
	6 $\mu\text{m}$ 이하의 입경 분포 (%)	16.0	15.2	49.5	30.7
	6-18 $\mu\text{m}$ 의 입경 분포 (%)	46.5	42.6	34.7	35.9
	18 $\mu\text{m}$ 이상의 입경 분포 (%)	37.5	32.2	15.8	33.4

[표 5]

음이온 발포액에 의한 소포 테스트

시료 번호	소포 성	소포제 첨가량(ppm)	기 포 량 (ml)				
			5분	10분	15분	20분	25분
실 시 예	에멀젼 J	1,000	170	180	200	220	240
	에멀젼 J	1,000	180	200	220	280	335
	에멀젼 M	1,000	210	275	330	410	460
	에멀젼 N	1,000	190	240	295	350	410
비 교 예	에멀젼 K	1,000	480	800	11분에서 1,000ml 이상		
	에멀젼 L	1,000	180	300	14분 20초에서 1,000ml 이상		
	에멀젼 O	1,000	260	330	480	600	810
	에멀젼 P	1,000	300	350	510	750	920

[표 6]

비이온 발포액에 의한 소포 테스트

시료 번호	소포 성	소포제 첨가량(ppm)	기 포 량 (ml)				
			5분	10분	15분	20분	25분
실 시 예	에멀젼 I	500	175	185	190	195	200
	에멀젼 J	500	170	175	180	190	195
	에멀젼 M	500	160	190	240	280	310
	에멀젼 N	500	165	190	220	270	300
비 교 예	에멀젼 K	500	190	340	800	16분에서 1,000ml 이상	
	에멀젼 L	500	180	400	14분 30초에서 1,000ml 이상		
	에멀젼 O	500	160	195	345	715	980
	에멀젼 P	500	185	280	440	905	990

[실시예 5]

분자쇄 양 말단이 트리메틸실릴기로 봉쇄되고 정도가 600cS인 디메틸폴리실록산 27부와, 실리카 총 전제 R-927[낫봉 에어로실사 제품, 상품명] 3부를 혼합해서 얻은 실리콘 오일 컴파운드에 상기 친유성 유화제, 레오돌 SS-10 3부와 상기 친수성 유화제, 레오돌 T0-120 2부, 상기 글리세린 지방산에스테르, 액셀 200 5부를 첨가하여 60°C로 3시간동안 가열 교반하여 예비혼합물을 만들고, 이어서 이것

을 를 60부 중에 서서히 첨가하여 분산시키고, 전량 첨가후에 호모믹서로 교반하여 에멀젼으로 하고, 이 에멀젼 입자의 체적입경과 그 소포성을 조사한 바, 호모믹서에 의한 교반시간에 의해서, 표 7에 나타낸 바와 같은 결과를 얻었다.

[표 7]

호모 믹서 교반 시간(분)		0	5	10	15	60
항	목					
체	평균 입경( $\mu\text{m}$ )	34.2	16.5	12.3	9.8	21.5
적	6 $\mu\text{m}$ 이하의 입경 분포(%)	4.3	20.4	21.0	27.7	7.7
입	6-18 $\mu\text{m}$ 의 평균 입경(%)	16.7	40.8	62.9	68.1	34.7
경	18 $\mu\text{m}$ 이상의 평균 입경(%)	79.0	38.8	16.1	4.2	57.6
	소포성 초기(ml)	150	180	170	170	180
	소포성 25분 후(ml)	1,000<	360	190	180	1,000<

## (57) 청구의 범위

## 청구항 1

오르가노폴리실록산과 미분발 실리카를 주성분으로 하는 조성물과 유화제 및 물로 이루어지는 에멀젼에 있어서, 이 에멀젼이 체적 평균 입경 6 $\mu\text{m}$  이상, 18 $\mu\text{m}$  이하의 입자가 체적 분포 비율로 40% 이상의 것임을 특징으로 하는 에멀젼형 실리콘 소포제.