



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년03월19일
(11) 등록번호 10-1959904
(24) 등록일자 2019년03월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 3/03 (2006.01) C08L 83/04 (2006.01)
C08L 91/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-7022799
(22) 출원일자(국제) 2013년03월02일
심사청구일자 2017년02월01일
(85) 번역문제출일자 2013년08월28일
(65) 공개번호 10-2014-0020889
(43) 공개일자 2014년02월19일
(86) 국제출원번호 PCT/US2012/027448
(87) 국제공개번호 WO 2012/119062
국제공개일자 2012년09월07일
(30) 우선권주장
61/448,849 2011년03월03일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
공고특허 제1996-0011753호 (1996. 08. 30.) 1
부.*
JP평성10279685 A
JP2006002159 A
JP2006515383 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
다우 실리콘즈 코퍼레이션
미국 미시간 미들랜드 웨스트 잘츠부르크 로드
2200 (우:48686)
(72) 발명자
베케메이어, 토마스 다니엘
미국 48415 미시간 버치 런 부쉬 로드 12630
존슨, 베다니
미국 48642 미시간 미들랜드 이스트 채플 레인
518
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 남앤남

전체 청구항 수 : 총 5 항

심사관 : 최춘식

(54) 발명의 명칭 이중모드 에멀전

(57) 요약

I) A) 소수성 오일 100 중량부와, B) 적어도 하나의 계면활성제를 갖는 수성 연속 에멀전 1 내지 1000 중량부를 포함하는 혼합물을 형성하는 단계와; II) 단계 I)로부터의 혼합물에 추가의 양의 수성 연속 에멀전 및/또는 물을 혼합하여 이중모드 에멀전을 형성하는 단계를 포함하는 이중모드(bi-modal) 수성 에멀전의 제조 방법이 개시된다.

(72) 발명자

윌레스, 도날드

미국 48642 미시간 미들랜드 이스트 모킹버드 레인
2382

반도르트, 헤이디

미국 48657 미시간 샌포드 노스레이크뷰 드라이브
3051

지메르만, 브레트, 이

미국 48734 미시간 프랑켄머스 이스트게이트 코트
931

명세서

청구범위

청구항 1

이중모드 수성 연속 에멀전을 제조하는 방법으로서,

I) A) 소수성 오일 100 중량부와, B) 적어도 하나의 계면활성제를 갖는 수성 연속 에멀전 1 내지 1000 중량부를 포함하는 혼합물을 형성하는 단계와;

II) 단계 I)로부터의 혼합물에 추가의 양의 수성 연속 에멀전 및/또는 물을 혼합하여 이중모드(bi-modal) 에멀전을 형성하는 단계를 포함하고,

이중모드 에멀전은 1 중량% 미만의 사이클로실록산을 함유하는, 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 단계 I)의 혼합물은 성분 A) 및 B)로 이루어진 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 단계 II에서 단계 I로부터의 혼합물에 추가의 양의 수성 연속 에멀전 및/또는 물을 첨가하는 것을 증분식으로 행하며, 이에 의해 각각의 증분은 단계 I로부터의 혼합물 50 중량% 미만을 포함하고, 수성 연속 에멀전의 각각의 증분은 수성 연속 에멀전 및/또는 물의 이전의 증분의 분산 후 이전의 것에 연속적으로 첨가하며, 여기서 이중모드 에멀전을 형성하기에 충분한 증분의 수성 연속 에멀전 및/또는 물을 첨가하는 방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 소수성 오일은 실리콘인 방법.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 소수성 오일은 유기 오일인 방법.

청구항 6

◆청구항 6은(는) 설정등록료 납부시 포기되었습니다.◆

제1항 또는 제2항에 있어서, 수성 연속 에멀전은 실리콘 에멀전인 방법.

청구항 7

◆청구항 7은(는) 설정등록료 납부시 포기되었습니다.◆

제1항 또는 제2항에 있어서, 수성 연속 에멀전은 유기 에멀전인 방법.

청구항 8

◆청구항 8은(는) 설정등록료 납부시 포기되었습니다.◆

제1항 또는 제2항에 있어서, 혼합물에 첨가되는 수성 연속 에멀전 및/또는 물의 양은 75 중량% 이상의 성분 A) 및 B)를 함유하는 이중모드 에멀전이 제공되도록 하는 것인 방법.

청구항 9

◆청구항 9은(는) 설정등록료 납부시 포기되었습니다.◆

제1항 또는 제2항에 있어서, 이중모드 에멀전은 점도가 100,000 cP 미만인 방법.

청구항 10

◆청구항 10은(는) 설정등록료 납부시 포기되었습니다.◆

제1항 또는 제2항에 있어서, 이중모드 에멀전 중 계면활성제의 농도는 1 중량% 미만인 방법.

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

발명의 설명

기술 분야

배경 기술

[0001] 관련 출원에 대한 상호 참조

[0002] 본 출원은 2011년 3월 3일자로 출원된 미국 특허 출원 제61/448849호의 이익을 주장한다.

[0003] 에멀전 분야에서 다수의 진보가 이루어졌지만, 남아 있는 몇몇 오랜 요구가 있다. 예를 들어, 에멀전의 고형물 퍼센트가 증가함에 따라, 대부분의 에멀전에서는 점도도 증가한다. 고형물 수준이 75 중량% 초과인 에멀전들은 너무 점성으로 되어서 이들은 부을 수 없다. 이것은 이러한 점성 조성물들의 취급상의 어려움으로 인하여 많은 응용에서 이러한 에멀전 제품이 효과적으로 사용될 수 없게 한다.

[0004] 이 분야에 있어서 다른 오랜 요구는 에멀전을 최소량의 계면활성제로 안정화시키는 것이다. 이것은 에멀전이 건축용 보호 코팅과 같은 코팅의 형성에 사용될 때 특별히 요구되는 것이다. 에멀전으로부터 형성된 코팅 상의 잔류 계면활성제는 감소된 소수성 및/또는 더욱 불량한 오물 내성(dirt resistance)과 같은 코팅의 물리적 특성 프로파일에 대하여 몇몇 악영향을 줄 수 있다. 최소량의 계면활성제를 포함하는 에멀전의 사용은 또한 개인 케어 제품에서의 응용, 특히 잔류 계면활성제가 피부 자극을 야기할 수 있는 스킨 제형 및 화장품 제형에 고도로 바람직하다.

[0005] 실리콘 에멀전 중의 용매, 미반응 실록산, 촉매 잔사, 환화 중합 부산물, 및 다른 불순물의 존재의 감소는 본 기술 분야에서 진행 중인 도전이다. 이러한 불순물을 감소시킬 필요성은 다른 이유들 중에서, 이러한 불순물이 하류의 응용 (예를 들어, 의학적 응용, 화장품 응용 및 개인 케어 응용)과 양립가능하지 않을 때, 이러한 불순물의 존재가 에멀전의 안정성을 감소시킬 경우, 또는 규제 요건이 상기 불순물의 존재의 제거 또는 감소를 필요로 할 경우 생길 수 있다. 특히, 실리콘 에멀전 중 사이클로실록산, 예를 들어 옥타메틸사이클로테트라실록산 및 데카메틸사이클로펜타실록산의 존재를 감소시키는 것에 관심이 있다.

[0006] 따라서, 여전히 부을 수 있는, 고형물 함량이 높은 에멀전 생성물을 제공하는 방법을 확인할 필요성이 존재한다. 에멀전 생성물 - 특히 높은 고형물 함량의 에멀전에서 - 중 계면활성제의 농도를 감소시킬 추가의 필요성이 존재한다. 그러나, 감소된 함량의 사이클로실록산의 농도를 갖는 실리콘 에멀전을 제공할 추가의 필요성이 존재한다.

발명의 내용

[0007] 본 발명자는 다른 방법에 의해 제조된 유사한 고형물 함량의 에멀전보다 점도가 더 낮은 고 고형물 함량의 에멀전을 제공하는 방법을 발견하였다. 본 발명은 이중모드 수성 에멀전, 즉 적어도 2개의 특유한 분산 상을 함유하는 수성 연속 에멀전의 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명은 하기 단계를 포함하는 이중모드 수성 연속 에멀전의 제조 방법을 제공한다:

[0008] I) A) 소수성 오일 100 중량부와,

[0009] B) 적어도 하나의 계면활성제를 갖는 수성 연속 에멀전 1 내지 1000 중량부를 포함하는 혼합물을 형성하는 단계와;

[0010] II) 단계 I)로부터의 혼합물에 추가의 양의 수성 연속 에멀전 및/또는 물을 혼합하여 이중모드 에멀전을 형성하는 단계.

[0011] 본 발명자는, 본 발명의 방법이 고형물 함량이 높은 넓은 범위의 이중모드 에멀전을 제조하는 그의 용통성으로 인하여 유리하다고 여긴다. 개시된 본 방법을 사용하여 2개의 특유한 분산 상을 갖는 다양한 이중모드 에멀전들을 제조할 수 있다. 각각의 특유한 상은 유기 오일 또는 실리콘유 중 어느 하나를 함유할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0012] 본 발명은 하기 단계를 포함하는 이중모드 수성 연속 에멀전의 제조 방법을 제공한다:

[0013] I) A) 소수성 오일 100 중량부와,

[0014] B) 적어도 하나의 계면활성제를 갖는 수성 연속 에멀전 1 내지 1000 중량부를 포함하는 혼합물을 형성하는 단계와;

[0015] II) 단계 I)로부터의 혼합물에 추가의 양의 수성 연속 에멀전 및/또는 물을 혼합하여 이중모드 에멀전을 형성하는 단계.

[0016] 본 발명의 방법은 이중모드 에멀전을 제공한다. 본 이중모드 에멀전은 2개의 특유한 분산 상을 갖는 수성 연속 에멀전이다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "분산 상"은 에멀전의 연속 수성 상에 현탁된 수불용성 입자를 말한다. 제1 분산 상은 소수성 오일을 함유하는 반면, 독립적인 제2 분산 상은 제1 분산 상 중 소수성 오일과 동일하거나 또는 상이할 수 있는 소수성 오일을 또한 함유한다. 각각의 분산 상은 에멀전 중에서의 그 자신의 평균 입자 크기 분포에 의해 특성화될 수 있으며, 다시 말하면, 2개의 독립적인 분산 상의 평균 입자 크기는 "이중모드" 분포를 보여준다.

[0017] 본 발명의 방법에서 제1 단계는 하기로 구성되거나, 하기로 본질적으로 이루어지거나, 또는 하기로 이루어진 혼합물을 형성하는 것이다:

[0018] A) 소수성 오일 100 중량부와,

[0019] B) 적어도 하나의 계면활성제를 갖는 수성 연속 에멀전 1 내지 1000 중량부.

[0020] A) 소수성 오일

[0021] 본 발명의 에멀전의 성분 A)는 소수성 오일을 함유한다. 소수성 오일은 a) 유기 오일, b) 실리콘, 또는 그 조합으로부터 선택될 수 있다.

[0022] 소수성 오일은 다양한 유기 화합물 또는 유기 중합체로부터 선택될 수 있다. 이 실시 형태에서, 소수성 오일 상은 유기 오일 상인 것으로 간주되며, 이는 대다수의 이 분산 상이 유기 화합물 또는 유기 중합체를 포함함을 의미한다. 유기 오일은 탄화수소류, 천연 유지류로부터 유래된 오일, 유기 중합체 또는 그 혼합물로부터 선택될 수 있다.

[0023] 적합한 유기 오일 성분은 천연 오일류, 예를 들어 코코넛유; 탄화수소류, 예를 들어 광유 및 수소화 폴리사이소부텐; 지방 알코올류, 예를 들어 옥틸도데칸올; 에스테르류, 예를 들어 C12 -C15 알킬 벤조에이트; 다이에스테르류, 예를 들어 프로필렌 다이펠라르가네이트; 및 트라이에스테르류, 예를 들어 글리세릴 트라이옥타노에이트를 포함하지만, 이에 한정되지 않는다.

[0024] 유기 오일 조성물은 하기 구조:

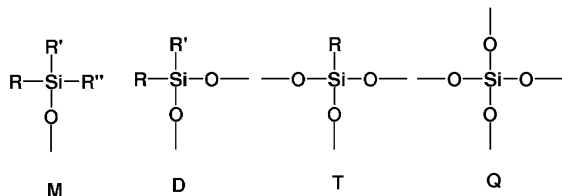
[0025] RCO-OR'

[0026] 를 갖는 에스테르류로부터 선택될 수 있으며, 여기서, RCO는 카르복실산 라디칼을 나타내고, OR'는 알코올 잔기이다. 이들 에스테르 유기 오일의 예에는 아이소트라이데실 아이소노나노에이트, PEG-4 다이헵타노에이트, 아이소스테아릴 네오펜타노에이트, 트라이데실 네오펜타노에이트, 세틸 옥타노에이트, 세틸 팔미테이트, 세틸 리시놀레에이트, 세틸 스테아레이트, 세틸 미리스테이트, 코코-다이카프릴레이트/카프레이트, 데실 아이소스테아레이트, 아이소데실 올레에이트, 아이소데실 네오펜타노에이트, 아이소헥실 네오펜타노에이트, 옥틸 팔미테이트, 다이옥틸 말레이트, 트라이데실 옥타노에이트, 미리스틸 미리스테이트, 옥토도데칸올, 또는 옥틸도데칸올, 아세틸화 라놀린 알코올, 세틸 아세테이트, 아이소도데칸올, 폴리글리세릴-3-다이아이소스테아레이트의 혼합물, 또는 이들의 혼합물이 포함된다.

[0027] 적합한 천연 오일은 피마자유, 라놀린유 및 라놀린 유도체, 트라이아이소세틸 시트레이트, 소르비탄 세스퀴올레이트, C10-18 트라이글리세라이드류, 카프릴릭/카프릭/트라이글리세라이드류, 코코넛유, 옥수수유, 면실유, 글리세릴 트라이아세틸 하이드록시스테아레이트, 글리세릴 트라이아세틸 리시놀레이트, 글리세릴 트라이옥타노에이트, 수소화 피마자유, 아마인유, 밍크유, 올리브유, 야자유, 피마자유, 일립프 버터(illipe butter), 팽지씨유, 대두유, 해바라기 종자유, 송유, 텔로우(tallow), 트라이카프린, 트라이하이드록시스테아린, 트라이아이소스테아린, 트라이라우린, 트라이리놀레인, 트라이미리스틴, 트라이올레인, 트라이팔미틴, 트라이스테아린, 호두유, 맥아유, 콜레스테롤, 또는 그 혼합물을 포함한다.

[0028] 일 실시 형태에서, 유기 오일은 유기 중합체, 예를 들어 폴리부텐류 또는 폴리아이소부틸렌류, 폴리아크릴레이트류, 폴리스티렌류, 폴리부타다이엔류, 폴리아미드류, 폴리에스테르류, 폴리아크릴레이트류, 폴리우레탄류, 폴리설폰류, 폴리설파이드류와, 이들 유기 중합체를 함유하는 공중합체 또는 삼원공중합체, 및 이들 중 임의의 것의 혼합물을 함유한다. 본 발명의 방법에서 성분 A)로 사용하기에 적합한 유기 중합체의 대표적인 비제한적 예에는 아이엔이오에스 올리고머즈(INEOS Oligomers)에 의해 상표명 인도폴(Indopol)(등록상표) 및 파날란(Panalane)(등록상표) (미국 텍사스주 리그 시티 소재의 아이엔이오에스 올리고머즈)으로 판매되는 폴리부텐류가 포함된다.

[0029] 소수성 오일은 다양한 실리콘 중합체로부터 선택될 수 있다. 이 실시 형태에서, 소수성 오일 상은 실리콘 오일 상인 것으로 간주되며, 이는 대다수의 이 분산 상이 실리콘 중합체를 포함함을 의미한다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "실리콘"은 적어도 하나의 유기폴리실록산을 함유하는 조성물을 말한다. 유기폴리실록산은 $(R_3SiO_{1/2})$, $(R_2SiO_{2/2})$, $(RSiO_{3/2})$, 또는 $(SiO_{4/2})$ 실록시 단위로부터 독립적으로 선택되는 실록시 단위를 함유하는 중합체이며, 여기서, R은 임의의 유기 기일 수 있거나, 대안적으로 R은 1 내지 30개의 탄소를 함유하는 탄화수소 기이거나, 대안적으로 R은 1 내지 12개의 탄소 원자를 함유하는 알킬 기이거나, 또는 대안적으로 R은 메틸 또는 페닐이다. 이들 실록시 단위는 일반적으로 각각 M, D, T 및 Q 단위로 칭해진다. 이들의 분자 구조는 하기에 열거되어 있다:



[0030] 이들 실록시 단위는 다양한 방식으로 조합되어 환형, 선형 또는 분지형 구조를 형성할 수 있다. 생성된 중합체 구조의 화학적 특성 및 물리적 특성은 유기폴리실록산 중 실록시 단위의 개수 및 유형에 따라 변한다.

[0032] 실리콘 조성물은 단일 유기폴리실록산, 또는 다양한 유기폴리실록산들의 혼합물을 함유할 수 있다. 실리콘 조성물은 실리콘 유체, 실리콘 겔, 실리콘 고무, 실리콘 탄성중합체, 실리콘 수지, 또는 그의 임의의 조합을 함유할 수 있다.

[0033] 일 실시 형태에서, 유기폴리실록산은 폴리다이메틸실록산으로부터 선택된다. 폴리다이메틸실록산은 트라이메톡시 또는 하이드록시 $(SiOH)$ 종결된 폴리다이메틸실록산일 수 있다. 트라이메톡시 말단 차단 폴리다이메틸실록산은 화학식 $Me_3SiO(Me_2SiO_{2/2})_{dp}Si Me_3$ 을 가지며, 여기서, 중합도(degree of polymerization; dp)는 1 초과이거나, 또는 대안적으로 dp는 25°C에서 1 내지 1,000,000 mm²/s, 또는 대안적으로 25°C에서 100 내지 600,000 mm²/s, 또는 대안적으로 25°C에서 1000 내지 600,000 mm²/s의 범위일 수 있는 동점도를 제공하기에 충분하다. 대표적인 상업적 폴리다이메틸실록산은 25°C에서 1 내지 600,000 mm²/s의 다양한 점도로 입수가 가능한 다우 코닝(Dow Corning) 200 플루이드(Fluid)(등록상표) (미국 미시간주 미들랜드 소재의 다우 코닝 코퍼레이션(Dow Corning Corporation))를 포함한다.

[0034] 다른 실시 형태에서, 실리콘 조성물은 서로와 반응하여 더욱 높은 분자량의 유기폴리실록산을 형성할 수 있는 유기폴리실록산의 혼합물을 함유한다. 더욱 높은 분자량의 유기폴리실록산을 형성하는 반응은 유기폴리실록산의 축합 또는 하이드로실릴화에 의해 초래될 수 있다.

[0035] 일 실시 형태에서, 실리콘 조성물은 하이드로실릴화를 통하여 반응할 수 있는 유기폴리실록산 성분들을 함유한다. 이 실시 형태에서, 실리콘 성분은 하기를 함유한다:

- [0036] b^1) 분자당 2개 이상의 규소-결합된 알케닐 기를 갖는 유기폴리실록산,
- [0037] b^2) 분자당 2개 이상의 SiH 기를 갖는 유기하이드로젠실록산, 및
- [0038] b^3) 하이드로실릴화 촉매.
- [0039] 분자당 2개 이상의 규소-결합된 알케닐 기를 갖는 유기폴리실록산은 화학식 $R^2 R_m SiO_{(4-m)/2}$ 로 나타낸 2개 이상의 실록시 단위를 포함하며, 여기서, R은 1 내지 30개의 탄소 원자를 함유하는 탄화수소 기이고, R^2 는 2 내지 12개의 탄소 원자를 함유하는 알케닐 기이며, m은 0 내지 2이다. 성분 b^1)의 R^2 알케닐 기는 비닐, 알릴, 3-부테닐, 4-펜테닐, 5-헥세닐, 6-헵테닐, 7-옥테닐, 8-노네닐, 9-데세닐, 10-운데세닐, 4,7-옥타다이에닐, 5,8-노나다이에닐, 5,9-데카다이에닐, 6, 11-도데카다이에닐 및 4,8-노나다이에닐로 예시된다.
- [0040] R^2 알케닐 기는 예를 들어 유기폴리실록산 중의 임의의 모노, 다이 또는 트라이 실록시 단위; ($R^2 R_2 SiO_{1/2}$), ($R^2 R SiO_{2/2}$), 또는 ($R^2 SiO_{3/2}$); 이외에도, R^2 치환체를 함유하지 않는 다른 실록시 단위, 예를 들어 ($R_3 SiO_{1/2}$), ($R_2 SiO_{2/2}$), ($R SiO_{3/2}$), 또는 ($SiO_{4/2}$) 실록시 단위 - 여기서, R은 1 내지 20개의 탄소를 함유하는 탄화수소, 대안적으로 1 내지 12개의 탄소를 함유하는 알킬 기, 대안적으로 1 내지 6개의 탄소를 함유하는 알킬 기, 또는 대안적으로 메틸임 - 와 조합되어 존재할 수 있으며; 단, 유기폴리실록산 내에는 2개 이상의 R^2 치환체가 있다. 탄소 원자수가 1 내지 20인 1가 탄화수소 기 R은 알킬 기, 예를 들어 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 헥실, 옥틸, 및 데실; 지환족 기, 예를 들어 사이클로헥실; 아릴 기, 예를 들어 페닐, 톨릴, 및 자일릴; 및 아르알킬 기, 예를 들어 벤질 및 페닐에틸로 예시된다. 성분 b^1)은 트라이메틸실록시-종결된 폴리다이메틸실록산-폴리메틸비닐실록산 공중합체, 비닐다이메틸실록시-종결된 폴리다이메틸실록산-폴리메틸비닐실록산 공중합체, 트라이메틸실록시-종결된 폴리다이메틸실록산-폴리메틸헥세닐실록산 공중합체, 헥세닐다이메틸실록시-종결된 폴리다이메틸실록산-폴리메틸헥세닐실록산 공중합체, 트라이메틸실록시-종결된 폴리메틸비닐실록산 중합체, 트라이메틸실록시-종결된 폴리메틸헥세닐실록산 중합체, 비닐다이메틸실록시-종결된 폴리다이메틸실록산 중합체, 헥세닐다이메틸실록시-종결된 폴리다이메틸실록산 중합체, 또는 그 조합 - 각각은 중합도가 10 내지 300이거나, 또는 대안적으로 25°C에서 점도가 10 내지 1000 mPa · s임 - 으로부터 선택될 수 있다.
- [0041] 성분 b^2)는 분자당 평균 2개 초과 규소-결합된 수소 원자를 갖는 유기하이드로젠실록산이다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 유기하이드로젠실록산은 규소-결합된 수소 원자(SiH)를 함유하는 임의의 유기폴리실록산이다.
- [0042] 유기하이드로젠실록산은 적어도 하나의 SiH 함유 실록시 단위를 갖는 유기폴리실록산이며, 즉 유기폴리실록산 중 적어도 하나의 실록시 단위는 화학식 ($R_2 HSiO_{1/2}$), ($RHSiO_{2/2}$), 또는 ($HSiO_{3/2}$)를 갖는다. 따라서, 본 발명에서 유용한 유기하이드로젠실록산은 많은 ($R_3 SiO_{1/2}$), ($R_2 SiO_{2/2}$), ($R SiO_{3/2}$), ($R_2 HSiO_{1/2}$), ($RHSiO_{2/2}$), ($HSiO_{3/2}$) 또는 ($SiO_{4/2}$) 실록시 단위를 포함할 수 있으며, 단, 분자 내에 평균 2개 이상의 SiH 실록시 단위가 있다. 성분 b^2)는 단일한 선형 또는 분지형 유기하이드로젠실록산 또는 하기 특성들 중 적어도 하나가 상이한 2가지 이상의 선형 또는 분지형 유기하이드로젠실록산을 포함하는 조합물일 수 있다: 구조, 점도, 평균 분자량, 실록산 단위, 및 시퀀스(sequence). 유기하이드로젠실록산의 분자량에 대하여 특별한 제한은 없지만, 전형적으로 25°C에서의 유기하이드로젠실록산의 점도는 3 내지 10,000 mPa · s, 대안적으로 3 내지 1,000 mPa · s, 또는 대안적으로 10 내지 500 mPa · s이다.
- [0043] 유기하이드로젠실록산에 존재하는 SiH 단위의 양은 다양할 수 있으며, 단, 유기하이드로젠실록산 분자당 2개 이상의 SiH 단위가 있다. 유기하이드로젠실록산에 존재하는 SiH 단위의 양은 본 명세서에서 %SiH로 표현되며, 이는 유기하이드로젠실록산 중 수소의 중량%이다. 전형적으로, %SiH는 0.01 내지 10%, 대안적으로 0.1 내지 5%, 또는 대안적으로 .5 내지 2%로 다양하다.
- [0044] 유기하이드로젠실록산은 하기 평균식의 화합물을 포함할 수 있다:
- [0045] ($R^3 SiO_{1/2}$)_a($R^4 SiO_{2/2}$)_b($R^4 HSiO_{2/2}$)_c

- [0046] 여기서, R^3 은 수소 또는 R^4 이며,
- [0047] R^4 는 탄소 원자수 1 내지 10의 1가 탄화수소 기이고,
- [0048] $a \geq 2$ 이며,
- [0049] $b \geq 0$, 대안적으로 $b = 1$ 내지 500, 대안적으로 $b = 1$ 내지 200이고,
- [0050] $c \geq 2$, 대안적으로 $c = 2$ 내지 200, 대안적으로 $c = 2$ 내지 100이다.
- [0051] R^4 는 치환 또는 비치환 지방족 또는 방향족 하이드로카르빌일 수 있다. 1가 비치환 지방족 하이드로카르빌은 알킬 기, 예를 들어 메틸, 에틸, 프로필, 펜틸, 옥틸, 운데실, 및 옥타데실 및 사이클로알킬 기, 예를 들어 사이클로헥실로 예시되지만, 이에 한정되지 않는다. 1가 치환 지방족 하이드로카르빌은 할로겐화 알킬 기, 예를 들어 클로로메틸, 3-클로로프로필, 및 3,3,3-트라이플루오로프로필로 예시되지만, 이에 한정되지 않는다. 방향족 탄화수소 기는 페닐, 톨릴, 자일릴, 벤질, 스티릴, 및 2-페닐에틸로 예시되지만, 이에 한정되지 않는다.
- [0052] 사용되는 성분 b^1) 및 b^2)의 양은 다양할 수 있지만, 전형적으로 성분 b^1) 및 b^2)의 양은 1보다 큰 조성물 중 SiH에 대한 알케닐 기의 몰비가 제공되도록 선택된다.
- [0053] 성분 b^3)은 하이드로실릴화 촉매이다. 하이드로실릴화 촉매는 백금, 로듐, 이리듐, 팔라듐 또는 루테튬으로부터 선택되는 임의의 적합한 VIII족 금속 기반 촉매일 수 있다. 본 발명의 조성물의 경화를 촉매하는 데 유용한 VIII족 금속 함유 촉매는 규소-결합된 수소 원자와 규소-결합된 불포화 탄화수소 기의 반응을 촉매하는 것으로 공지된 것들 중 임의의 것일 수 있다. 하이드로실릴화에 의해 본 발명의 조성물의 경화를 초래하는 촉매로 사용하기에 바람직한 VIII족 금속은 백금 기반 촉매이다. 본 발명의 조성물의 경화용으로 바람직한 일부 백금 기반 하이드로실릴화 촉매로는 백금 금속, 백금 화합물 및 백금 착물이 있다. 적합한 백금 촉매가 미국 특허 제 2,823,218호 (일반적으로 "스파이어 촉매(Speier's catalyst)로 칭해짐) 및 미국 특허 제3,923,705호에 기재되어 있다. 백금 촉매는 "카스테트 촉매"(Karstedt's catalyst)일 수 있으며, 이는 카스테트의 미국 특허 제 3,715,334호 및 미국 특허 제3,814,730호에 기재되어 있다. 카스테트 촉매는 용매, 예를 들어 톨루엔 중 약 1 중량%의 백금을 전형적으로 함유하는 백금 다이비닐 테트라메틸 다이실록산 착물이다. 대안적으로 백금 촉매는 염화백금산과, 말단 지방족 불포화체를 함유하는 유기규소 화합물의 반응 생성물일 수 있으며, 이는 미국 특허 제3,419,593호에 기재된 바와 같다. 대안적으로, 하이드로실릴화 촉매는 염화백금과 다이비닐 테트라메틸 다이실록산의 중화된 착물이며, 이는 미국 특허 제5,175,325호에 기재된 바와 같다.
- [0054] 사용되는 촉매 b^3)의 양은 다양할 수 있지만, 전형적으로 하이드로실릴화 반응이 초래되도록 하는 소정의 양이 사용된다. 촉매가 Pt 화합물일 때, 전형적으로 실리콘 조성물 중 2 내지 500 ppm의 Pt를 제공하기에 충분한 양의 화합물이 첨가된다.
- [0055] 추가의 성분들이 하이드로실릴화 반응에 첨가될 수 있다. 예를 들어, 헵타메틸트라이실록시실란을 말단차단제로서 첨가하여 유기폴리실록산 생성물의 분자량을 제어할 수 있다.
- [0056] 일 실시 형태에서, 실리콘 조성물은 축합을 통하여 반응할 수 있는 유기폴리실록산 성분들을 함유한다. 이 실시 형태에서, 실리콘 조성물은 축합을 통하여 반응할 수 있는 치환체를 갖는 2개 이상의 실록시 단위를 갖는 유기폴리실록산을 함유한다. 유기폴리실록산의 실록시 단위 상의 적합한 치환체는 실라놀, 알콕시, 아세톡시, 옥심 작용기를 포함한다. 이 실시 형태에서, 실리콘 조성물은 유기폴리실록산의 축합 경화를 향상시키는, 본 기술 분야에 공지된 촉매, 예를 들어 주석 또는 티타늄 촉매를 추가로 함유할 것이다. 추가의 실시 형태에서, 유기폴리실록산은 동점도가 25°C에서 1 내지 100,000 mPa·s, 또는 대안적으로 25°C에서 1 내지 10,000 mPa·s의 범위일 수 있는, 실라놀 말단차단 폴리다이메틸실록산이다. 대표적인 상업적 실라놀 말단차단 폴리다이메틸실록산은 하기를 포함한다: 지아미터(XIAMETER)(등록상표) OHX-4000 2000cs, 지아미터(등록상표) OHX-4010 4000cs, 지아미터(등록상표) OHX-4012 6000cs, 지아미터(등록상표) OHX-4040 14000cs, 지아미터(등록상표) PMX-0930 실라놀 유체, 다우 코닝(등록상표) 3-0133 폴리머(Polymer), 다우 코닝(등록상표) 3-0213 폴리머, 다우 코닝(등록상표) 3-0113 폴리머, 다우 코닝(등록상표) 3-0084 폴리머 및 다우 코닝(등록상표) 2-1273 플루이드.
- [0057] 일 실시 형태에서, 실리콘 조성물은 유기작용기로 치환된 적어도 하나의 실록시 단위를 갖는 유기폴리실록산을 함유한다. 본 발명의 방법에서 유용한 유기작용성 유기폴리실록산은 화학식 $R_nSiO_{(4-n)/2}$ 중 R 기들 중 적어도 하나가 유기작용기인 것을 특징으로 한다. 대표적인 비제한적 유기작용기는 하기를 포함한다: 아미노, 아미도,

에폭시, 메르캅토, 폴리에테르 (폴리옥시알킬렌) 기 및 임의의 그 조합. 유기작용기는 R 치환체를 갖는 임의의 실록시 단위 상에 존재할 수 있으며, 즉 이것은 임의의 ($R_3SiO_{0.5}$), (R_2SiO), 또는 ($RSiO_{1.5}$) 단위 상에 존재할 수 있다.

[0058] 추가의 실시 형태에서, 유기작용기는 아미노 기이다. 본 명세서에서 아미노-작용기는 화학식에서 R^N 으로 표기될 수 있으며, 하기 화학식: $-R^1NHR^2$, $-R^1NR_2^2$, 또는 $-R^1NHR^1NHR^2$ 를 갖는 기로 예시되고, 여기서, 각각의 R^1 은 독립적으로 탄소 원자수가 2 이상인 2가 탄화수소 기이며, R_2 는 수소 또는 알킬 기이다. 전형적으로 각각의 R_1 은 탄소 원자수 2 내지 20의 알킬렌 기이다. 적합한 아미노-작용성 탄화수소 기의 일부 예로는 $-CH_2CH_2NH_2$, $-CH_2CH_2CH_2NH_2$, $-CH_2CHCH_3NH_2$, $-CH_2CH_2CH_2CH_2NH_2$, $-CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2NH_2$, $-CH_2CH_2NHCH_3$, $-CH_2CH_2CH_2NHCH_3$, $-CH_2(CH_3)CHCH_2NHCH_3$, $-CH_2CH_2CH_2CH_2NHCH_3$, $-CH_2CH_2NHCH_2CH_2NH_2$, $-CH_2CH_2CH_2NHCH_2CH_2NH_2$, $-CH_2CH_2CH_2NHCH_2CH_2CH_2NH_2$, $-CH_2CH_2CH_2CH_2NHCH_2CH_2CH_2NH_2$, $-CH_2H_2NHCH_2CH_2NHCH_3$, $-CH_2CH_2CH_2NHCH_2CH_2CH_2NHCH_3$, $-CH_2CH_2CH_2CH_2NHCH_2CH_2CH_2NHCH_3$, 및 $-CH_2CH_2NHCH_2CH_2NHCH_2CH_2CH_2CH_3$ 이 있다.

[0059] 대표적인 상업적 아미노작용성 유기폴리실록산은 지아미터(등록상표) OFX-8040 플루이드, 지아미터(등록상표) OHX-8600 플루이드, 지아미터(등록상표) OHX-8630 플루이드, 지아미터(등록상표) OHX-8803 플루이드, 다우 코닝(등록상표) AP-8087 플루이드, 다우 코닝(등록상표) 2-8040 폴리머, 다우 코닝(등록상표) 8566 폴리머, 다우 코닝(등록상표) 8600 하이드로필릭 소프트너(HYDROPHILIC SOFTENER), 및 다우 코닝(등록상표) 8803 폴리머를 포함한다.

[0060] B) 수성 연속 에멀전

[0061] 본 발명의 방법에서 성분 B)는 수성 연속 에멀전이다. 성분 B)는 단일 수성 연속 에멀전, 또는 수성 연속 에멀전들의 조합물일 수 있다.

[0062] 본 발명의 방법에서 성분 B)로 유용한 수성 연속 에멀전(들)은 적어도 하나의 계면활성제를 함유한다. 계면활성제는 다양할 수 있지만, 전형적으로 수성 연속 에멀전의 형성을 향상시키는 계면활성제로부터 선택된다. 계면활성제는 음이온성 계면활성제, 양이온성 계면활성제, 비이온성 계면활성제, 양쪽성 계면활성제, 또는 이들 계면활성제들 중 임의의 것의 혼합물일 수 있다.

[0063] 적합한 음이온성 계면활성제의 대표적인 예에는 고급 지방산의 알칼리 금속 염, 아민 염, 또는 암모늄 염, 알킬 아릴 설포네이트류, 예를 들어 소듐 도데실 벤젠 설포네이트, 장쇄 지방 알코올 설페이트류, 올레핀 설페이트류 및 올레핀 설포네이트류, 설페이트화(sulfated) 모노글리세라이드류, 설페이트화 에스테르류, 설포네이트화 에톡실화(sulfonated ethoxylated) 알코올류, 설포석시네이트류, 알칸 설포네이트류, 포스페이트 에스테르류, 알킬 이세티오네이트류, 알킬 타우레이트류, 및 알킬 사르코시네이트류가 포함된다.

[0064] 적합한 양이온성 계면활성제의 대표적인 예에는 알킬아민 염, 4차 암모늄 염, 설포늄 염, 및 포스포늄 염이 포함된다. 적합한 비이온성 계면활성제의 대표적인 예에는 에틸렌 옥사이드와 장쇄 지방 알코올 또는 지방산, 예를 들어 C12-16 알코올의 축합물, 에틸렌 옥사이드와 아민 또는 아미드의 축합물, 에틸렌과 프로필렌 옥사이드의 축합 생성물, 지방 아민 옥사이드, 플루오로-계면활성제, 수크로스 에스테르, 지방산 알킬올 아미드, 소르비톨, 수크로스 및 글리세롤의 에스테르가 포함된다. 적합한 양쪽성 계면활성제의 대표적인 예에는 이미다졸린 화합물, 알킬아미노산 염 및 베타인이 포함된다.

[0065] 적합한 구매가능한 비이온성 계면활성제의 대표적인 예에는 상표명 브리즈(BRIJ)(등록상표)로 미국 텔라웨어주 윌밍턴 소재의 크로다(Croda) (아이씨아이 서팩턴츠(ICI Surfactants))에 의해 판매되는 폴리옥시에틸렌 지방 알코올이 포함된다. 일부 예로는 폴리옥시에틸렌 (23) 라우릴 에테르로 공지된 에톡실화 알코올인 브리즈(등록상표) 35 리퀴드(Liquid), 및 폴리옥시에틸렌 (4) 라우릴 에테르로 공지된 다른 에톡실화 알코올인 브리즈(등록상표) 30이 있다. 일부 추가의 비이온성 계면활성제는 상표명 테르기톨(TERGITOL)(등록상표)로 미국 미시간주 미들랜드 소재의 더 다우 케미칼 컴퍼니(The Dow Chemical Company)에 의해 판매되는 에톡실화 알코올을 포함한다. 일부 예로는 에톡실화 트라이메틸노난올로 공지된 에톡실화 알코올인 테르기톨(등록상표) TMN-6; 및 다양한 에톡실화 알코올류, 즉 상표명 테르기톨(등록상표) 15-S-5, 테르기톨(등록상표) 15-S-12, 테르기톨(등록상표) 15-S-15, 및 테르기톨(등록상표) 15-S-40으로 판매되는 C12-C14 이차 알코올 에톡실레이트류가 있다. 에톡실화, C10-구에르베트(Guerbet) 알코올로 공지된 루텐솔(Lutensol) XP 및 에톡실화, 아이소-C13 알코올로 공지된 루텐솔 TO의 시리즈 형태의, 바스프(BASF)에 의해 공급되는 루텐솔(등록상표)이 또한 사용

될 수 있다.

- [0066] 비이온성 계면활성제들을 함유하는 혼합물들이 사용될 때, 하나의 비이온성 계면활성제는 낮은 친수성-친유성 균형(Hydrophile-Lipophile Balance; HLB)을 가질 수 있으며, 다른 하나의 비이온성 계면활성제는 높은 HLB를 가질 수 있어서, 2가지의 비이온성 계면활성제는 11 내지 15의 합해진 HLB, 대안적으로 12.5 내지 14.5의 합해진 HLB를 갖게 된다.
- [0067] 수성 연속 에멀전은 본 기술 분야에서 "마크로" 또는 "마이크로" 에멀전인 것으로 간주되는 것들로부터 선택될 수 있다. 다시 말하면, 수성 연속 에멀전의 평균 입자 크기는 0.001 내지 1000 μm , 대안적으로 0.01 내지 20 μm , 또는 대안적으로 0.02 내지 10 μm 로 다양할 수 있다.
- [0068] 특정한 일 실시 형태에서, 수성 연속 에멀전은 평균 입자 크기가 100 nm 미만인 마이크로에멀전이다.
- [0069] 일 실시 형태에서, 수성 연속 에멀전은 "기계적 에멀전"으로부터 선택될 수 있다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 기계적 에멀전은 본 기술 분야에서 기계 에너지 (예를 들어 고 전단력으로부터의 것)의 사용에 의해 생성되는 것을 말한다. 기계적 에멀전은 유기 에멀전 또는 실리콘 에멀전 중 어느 하나일 수 있다.
- [0070] 일 실시 형태에서, 수성 연속 에멀전은 "유화 중합체", 다시 말하면, 유화 중합 기술에 의해 형성된 에멀전으로 간주될 수 있다. 유화 중합체는 유기 중합체 또는 실리콘 중합체 중 어느 하나일 수 있다.
- [0071] 추가의 실시 형태에서, 유기 에멀전은 본 기술 분야에서 "라텍스"인 것으로 간주되는 에멀전으로부터 선택될 수 있다. 라텍스는 중합체의 안정한 에멀전 또는 중합체들의 혼합물의 안정한 에멀전인데, 이는 천연 또는 합성 중 어느 하나일 수 있다. 라텍스는 유기 라텍스 또는 실리콘 라텍스일 수 있다.
- [0072] 일 실시 형태에서, 수성 연속 에멀전은 유기 에멀전이다. 이 실시 형태에서, 에멀전 중 분산 상은 적어도 하나의 유기 오일, 예를 들어 성분 A)로서 상기에 기재된 것들을 함유한다.
- [0073] 추가의 실시 형태에서, 유기 에멀전은 라텍스로부터 선택될 수 있다. 대표적인 적합한 비제한적 합성 유기 라텍스는 하기를 포함한다: 스티렌, 스티렌-부타다이엔, 아크릴로니트릴, 아크릴로니트릴-부타다이엔, 아크릴, 폴리비닐 아세테이트, 폴리아크릴레이트, 폴리우레탄, 에폭시 및 알키드. 본 발명의 방법에서 수성 연속 에멀전으로서 유용한 구매가능한 라텍스의 대표적인 비제한적 예에는 바스프(BASF)에 의해 존크릴(Joncryl)(등록상표)의 상표명으로 판매되는 라텍스 시리즈, 예를 들어 존크릴(등록상표) 77 (바스프)이 포함된다.
- [0074] 다른 실시 형태에서, 유기 에멀전은 천연 오일, 예를 들어 송유(송유)의 에멀전이다. 본 발명의 방법에서 수성 연속 에멀전으로서 유용한 구매가능한 천연 오일 에멀전의 대표적인 비제한적 예에는 파인솔(Pinesol)(등록상표)이 포함된다. 유기 에멀전은 또한 왁스의 에멀전, 예를 들어 미캠(Michem)(등록상표) 왁스 에멀전(Wax Emulsion)일 수 있다. 유기 에멀전은 또한 PTFE 분산물일 수 있다.
- [0075] 일 실시 형태에서, 수성 연속 에멀전은 실리콘 에멀전이다. 이 실시 형태에서, 상기 에멀전 중 분산 상은 적어도 하나의 유기폴리실록산, 예를 들어 성분 A)로서의 사용에 대하여 상기에 기재된 유기폴리실록산을 함유한다.
- [0076] 추가의 실시 형태에서, 실리콘 에멀전은 기계적 에멀전이다. 기계적 기술에 의해 생성된 적합한 실리콘 에멀전의 대표적인 적합한 비제한적 예가 미국 특허 제6,395,790호에 교시되어 있으며, 이는 본 명세서에 참고로 포함된다.
- [0077] 추가의 실시 형태에서, 유화 중합체는 실리콘 유화 중합체이다. 실리콘 유화 중합체. 본 발명의 방법에서 사용하기에 적합한 유화 중합 기술에 의해 생성된 적합한 실리콘 에멀전의 대표적인, 적합한 비제한적 예가 미국 특허 제2,891,920호, 미국 특허 제3,294,725호, 미국 특허 제5,661,215호, 미국 특허 제5,817,714호 및 미국 특허 제6,316,541호에 교시되어 있으며, 이들은 본 명세서에 참고로 포함된다. 유화 중합 기술에 의해 생성된 실리콘 에멀전으로서 적합한 대표적인 비제한적 상품에는 다우 코닝(등록상표) HV-490, 다우 코닝(등록상표) 929, 다우 코닝(등록상표) 939, 다우 코닝(등록상표) 949, 다우 코닝(등록상표) 1391, 다우 코닝(등록상표) 2-1865, 다우 코닝(등록상표) 2-1870, 다우 코닝(등록상표) 2-1938, DC 2-8194, 및 다우 코닝(등록상표) 2-8194 (미국 미시간주 미들랜드 소재의 다우 코닝 코포레이션)가 포함된다.
- [0078] 일 실시 형태에서, 수성 연속 에멀전은 현탁 중합 기술을 이용하여 제조될 수 있다. 현탁 에멀전은 유기 에멀전 또는 실리콘 에멀전 중 어느 하나일 수 있다.
- [0079] 추가의 실시 형태에서, 현탁 중합 기술을 이용하여 제조된 수성 연속 에멀전은 실리콘 유화 중합체이다. 본 발

명의 방법에서 사용하기에 적합한 현탁 중합 기술에 의해 생성된 적합한 실리콘 에멀전의 대표적인 비제한적 예가 미국 특허 제4,618,645호, 미국 특허 제6,248,855호 및 미국 특허 제6,395,790호에 교시되어 있다. 현탁 중합 기술에 의해 생성된 실리콘 에멀전으로서 적합한 대표적인 비제한적 상품에는 다우 코닝(등록상표) 1997, 다우 코닝(등록상표) HMW 2220, 지아미터(등록상표) MEM 1785 에멀전, 다우 코닝(등록상표) 1788 에멀전 (미국 미시간주 미들랜드 소재의 다우 코닝 코포레이션)이 포함된다.

- [0080] 단계 (I)에서의 혼합은 고점도 물질의 혼합을 초래하는 본 기술 분야에 공지된 임의의 방법에 의해 달성될 수 있다. 혼합은 배치식, 반연속식 또는 연속식 공정 중 어느 하나로 일어날 수 있다. 혼합은 예를 들어 중/저전단을 갖는 배치식 혼합 장비를 사용하여 일어날 수 있으며, 이는 환통(change-can) 혼합기, 이중-유성 혼합기, 원뿔형-스크류 혼합기, 리본 블렌더, 이중-아암(arm) 또는 시그마-블레이드(sigma-blade) 혼합기를 포함하고; 고전단 및 고속 분산기를 갖춘 배치식 장비는 찰스 로스 앤드 선즈(Charles Ross & Sons; 미국 뉴욕주 소재), 호크마이어 이큅먼트 코포레이션(Hockmeyer Equipment Corp.; 미국 뉴저지주 소재)에 의해 제조된 것들을 포함하며; 고 전단 작용을 갖는 배치식 장비는 밴버리형(Banbury-type) (미국 뉴저지주 소재의 씨더블유 브라벤더 인스트루먼트 인크.(CW Brabender Instruments Inc.) 및 헨셀형(Henschel type) (미국 텍사스주 소재의 헨셀 믹서스 아메리카(Henschel mixers America))을 포함한다. 연속 혼합기/배합기의 예시적인 예에는 일축 압출기, 이축 압출기, 및 다축 압출기, 동방향 회전 압출기, 예를 들어 크루프 베르너 앤드 플라이더러 코포레이션(Krupp Werner & Pfleiderer Corp; 미국 뉴저지주 램지 소재) 및 라이스트리츠(Leistritz; 미국 뉴저지주 소재)에 의해 제조되는 것들; 이축 역회전 압출기, 2-스테이지(two-stage) 압출기, 이중-로터 연속 혼합기, 동적 또는 정적 혼합기 또는 이들 장비들의 조합이 포함된다.
- [0081] 단계 I의 혼합이 일어나는 온도 및 압력은 결정적인 것은 아니지만, 일반적으로 주위 온도 및 압력에서 행해진다. 전형적으로, 혼합물의 온도는 이러한 고점도 물질을 전단시킬 때 결부된 기계 에너지로 인하여 혼합 공정 동안 증가할 것이다.
- [0082] 전형적으로 1 내지 1000 중량부의 수성 연속 에멀전을 단계 I의 혼합물 중 성분 A) 100 중량부마다 혼합하며, 대안적으로 단계 I의 혼합물 중 성분 A) 100 중량부당 5 내지 500 중량부, 또는 대안적으로 단계 I의 혼합물 중 성분 A) 100 중량부당 5 내지 100 중량부로 혼합된다.
- [0083] 본 발명의 방법의 일 실시 형태에서, 단계 I은
- [0084] A) 소수성 오일 100 중량부와,
- [0085] B) 적어도 하나의 계면활성제를 갖는 수성 연속 에멀전 1 내지 1000 중량부로 본질적으로 이루어진 혼합물을 형성하는 것을 포함한다. 이 실시 형태에서, 단계 I)에서 형성된 혼합물에는 성분 A) 및 B) 이외의 임의의 다른 계면활성제 화합물 또는 성분이 "본질적으로 없다". 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "본질적으로 없는"은 B) 수성 연속 에멀전에 존재하는 계면활성제(들) 이외에는 어떠한 다른 계면활성제 화합물도 단계 I)에서 형성된 혼합물에 첨가되지 않음을 의미한다.
- [0086] 본 방법의 단계 II)는 추가의 양의 수성 연속 에멀전 및/또는 물을 단계 I)로부터의 혼합물에 혼합시켜 이중모드 에멀전을 형성하는 것을 포함한다.
- [0087] 단계 II)에서 사용되는 추가의 양의 수성 연속 에멀전 및/또는 물의 양은 성분 A) 및 B)의 선택에 따라 달라질 수 있다. 전형적으로, 본 발명의 방법의 단계 II)에서 혼합되는 추가의 수성 연속 에멀전 및/또는 물의 양은 단계 I의 혼합물의 1 내지 1000 중량부, 대안적으로 100 중량부당 5 내지 500 중량부, 또는 대안적으로 100 중량부당 5 내지 100 중량부로 다양할 수 있다.
- [0088] 본 발명의 방법의 단계 II)에서, 추가의 양의 수성 연속 에멀전은 단독으로 사용될 수 있거나, 또는 대안적으로 다양한 양의 물과 조합될 수 있다. 대안적으로, 어떠한 추가의 양의 수성 연속 에멀전도 이용하지 않고서, 추가의 양의 물이 단독으로 첨가될 수 있다. 추가의 양의 수성 연속 에멀전을 단독으로 사용하거나, 다양한 양의 물과 조합하여 사용하거나 또는 물을 단독으로 사용하는 것의 선택은 수성 연속 에멀전 및 생성된 이중모드 에멀전의 원하는 물리적 특성의 처음 선택에 따라 달라질 것이다. 예를 들어, 고 고형물 이중모드 에멀전은 단지 수성 연속 에멀전의 첨가에 의해 제조될 수 있다. 역으로, 저 고형물 이중모드 에멀전은 물의 첨가를 또한 필요로 할 수 있다.
- [0089] 수성 연속 에멀전 및/또는 물은 추가의 혼합에 의해 단계 I의 혼합물의 에멀전을 형성하도록 하는 그러한 속도로 단계 I로부터의 혼합물에 첨가된다. 단계 I로부터의 혼합물에 첨가되는 수성 연속 에멀전은 증분식으로 행해질 수 있으며, 이에 의해 각각의 증분은 50 중량% 미만의 단계 I로부터의 혼합물, 대안적으로 25 중량%의 단

계 I로부터의 혼합물을 포함하고, 수성 연속 에멀전의 각각의 증분은 수성 연속 에멀전의 이전의 증분의 분산 후 이전의 것에 연속적으로 첨가되며, 여기서, 이중모드 에멀전을 형성하기에 충분한 증분의 수성 연속 에멀전이 첨가된다.

- [0090] 단계 I로부터의 혼합물에 첨가되는 수성 연속 에멀전 및/또는 물의 증분의 수는 다양할 수 있지만, 전형적으로 2개 이상, 대안적으로 3개 이상의 증분이 첨가된다.
- [0091] 단계 (II)에서의 혼합은 고점도 물질의 혼합을 초래하는 및/또는 에멀전의 형성을 초래하는 것으로 본 기술 분야에 공지된 임의의 방법에 의해 달성될 수 있다. 혼합은 배치식, 반연속식 또는 연속식 공정 중 어느 하나로 일어날 수 있다. 단계 (II)에서 혼합을 초래하기 위하여 단계 (I)에 대하여 기재된 임의의 혼합 방법이 사용될 수 있다. 대안적으로, 단계 (II)에서의 혼합은 또한 본 기술 분야에서 고 전단 혼합을 제공하여 에멀전의 형성을 초래하는 것으로 공지된 기술을 통하여 일어날 수 있다. 대표적인 이러한 고 전단 혼합 기술은 고속 교반기, 균질화기, 소놀레이터(Sonolator)(등록상표), 마이크로플루이다이저(microfluidizer), 로스(Ross) 혼합기, 에펜바흐(Eppenbach) 콜로이드 밀, 플락텍 스피드믹서(Flacktek Speedmixer), 및 다른 유사한 전단 장치를 포함한다.
- [0092] 선택적으로, 단계 (II)에서 형성된 에멀전을 단계 (III)에 따라 추가로 전단시켜 입자 크기를 감소시키고/시키거나 장기간 보관 안정성을 향상시킬 수 있다. 전단은 상기에 논의된 혼합 기술들 중 임의의 것에 의해 일어날 수 있다.
- [0093] 본 발명은 추가로 본 발명의 방법을 이용하여 수득된 이중모드 수성 연속 에멀전에 관한 것이다.
- [0094] 본 발명의 방법에 의해 제조된 수성 연속 에멀전은 그의 이중모드 입자 크기 분포를 특징으로 할 수 있다. 입자 크기는 에멀전의 레이저 회절에 의해 결정될 수 있다. 적합한 레이저 회절 기술은 본 기술 분야에 잘 알려져 있다. 입자 크기는 입자 크기 분포(particle size distribution; PSD)로부터 수득된다. PSD는 부피, 표면, 길이 기준으로 결정될 수 있다. 부피 입자 크기는 주어진 입자와 동일한 부피를 갖는 구체의 직경과 동일하다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 D_v 는 분산된 입자의 평균 부피 입자 크기를 나타낸다. $D_v 50$ 은 누적 입자 집단의 50%에 상응하는 부피에서 측정되는 입자 크기이다. 다시 말하면, $D_v 50 = 10 \mu\text{m}$ 일 경우, 입자의 50%는 $10 \mu\text{m}$ 미만의 평균 부피 입자 크기를 가지며 입자의 50%는 $10 \mu\text{m}$ 초과와 부피 평균 입자 크기를 갖는다. $D_v 90$ 은 누적 입자 집단의 90%에 상응하는 부피에서 측정되는 입자 크기이다. 모드 1은 이중모드 입자 분포 내에서의 제1 입자 집단의 분포의 중간값이며, 모드 2는 제2 입자 집단의 중간값이다.
- [0095] 일부 예에서, 특히 생성된 이중모드 에멀전의 입자 크기 분포가 크기에 있어서 넓은 변화를 나타낼 때, 입자 크기의 2회의 별도의 평가를 행하는 것이 필요할 수 있다. 이들 예에서, 맬번-마스터사이저(Malvern-Mastersizer)(등록상표) 2000을 사용하여 0.5 내지 $1000 \mu\text{m}$ 의 범위의 입자 크기 분포를 수득할 수 있는 반면, 마이크로트랙-나노트랙(Microtrac-Nanotrak)(등록상표)을 사용하여 $0.5 \mu\text{m}$ 미만의 범위의 입자 크기 분포를 측정할 수 있다.
- [0096] 오일/물 에멀전 중 분산 입자의 평균 부피 입자 크기는 $0.001 \mu\text{m}$ 내지 $1000 \mu\text{m}$; 또는 $0.01 \mu\text{m}$ 내지 $20 \mu\text{m}$; 또는 $0.02 \mu\text{m}$ 내지 $10 \mu\text{m}$ 이다.
- [0097] 대안적으로, 독특한 분산 상들(즉, 제1 분산 상 및 제2 분산 상) 각각의 평균 부피 입자 크기가 보고될 수 있다. 오일/물 에멀전 중 제1 분산 입자의 평균 부피 입자 크기는 $0.1 \mu\text{m}$ 내지 $500 \mu\text{m}$; 또는 $0.1 \mu\text{m}$ 내지 $100 \mu\text{m}$; 또는 $0.2 \mu\text{m}$ 내지 $30 \mu\text{m}$ 이다. 오일/물 에멀전 중 제2 분산 입자의 평균 부피 입자 크기는 $0.1 \mu\text{m}$ 내지 $500 \mu\text{m}$; 또는 $0.1 \mu\text{m}$ 내지 $100 \mu\text{m}$; 또는 $0.2 \mu\text{m}$ 내지 $30 \mu\text{m}$ 이다.
- [0098] 임의의 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, 본 발명자는 제1 분산 상의 입자 크기 분포는 소수성 오일의 유화에서 생기는 반면, 제2 분산 상의 입자 크기 분포는 본 발명의 방법에서 사용되는 수성 연속 에멀전에서 비롯되는 입자에서 생기는 것으로 여긴다. 그러나, 이중모드 분포가 상기에 기재된 입자 크기 결정 기술을 사용해서는 관찰될 수 없도록 상기 두 가지가 충분히 중첩되는 소정의 경우가 있을 수 있다.
- [0099] 이중모드 입자 크기 분포가 광학 현미경 검사 기술을 이용하여 또한 관찰될 수 있다.
- [0100] 다른 실시 형태에서, 이중모드 에멀전은 "고 고형물" 에멀전으로 간주될 수 있으며, 여기서, 이중모드 에멀전은 75 중량% 이상의 성분 A) 및 B)를 함유하며, 대안적으로 이중모드 에멀전은 80 중량% 이상의 성분 A) 및 B)를 함유하고, 대안적으로 이중모드 에멀전은 85 중량% 이상의 성분 A) 및 B)를 함유하며, 대안적으로 이중모드 에멀전은 90 중량% 이상의 성분 A) 및 B)를 함유한다.

- [0101] 추가의 실시 형태에서, "고 고형물" 이중모드 에멀전은 여전히 부을 수 있다. 따라서, 이중모드 에멀전은 25℃에서 측정할 때 점도가 600,000 cP 미만, 대안적으로 200,000 cP 미만, 또는 대안적으로 100,000 cP 미만일 수 있다.
- [0102] 다른 실시 형태에서, 이중모드 에멀전 중 전체 계면활성제 농도는 4.0 중량% 미만, 대안적으로 1.0 중량% 미만, 또는 대안적으로 0.2 중량% 미만이다.
- [0103] 다른 실시 형태에서, 본 발명의 방법에 의해 제조된 이중모드 실리콘 에멀전은 1.0 중량% 미만의 사이클로실록산을 함유하거나, 또는 대안적으로 0.5 중량% 미만의 사이클로실록산을 함유하거나, 또는 대안적으로 0.1 중량% 미만의 사이클로실록산을 함유한다.
- [0104] 본 발명의 이중모드 에멀전은 고형물 함량이 높은, 부을 수 있는 수계 유기 또는 실리콘 물질을 제공하는 것이 바람직할 경우의 다양한 응용에서 유용하다. 이러한 응용은 다양한 코팅 응용을 포함한다. 본 발명의 에멀전은 개인 케어 응용에서 또한 유익할 수 있다.
- [0105] 실시예
- [0106] 하기 실시예를 본 발명의 바람직한 실시 형태들을 보여주기 위하여 포함시킨다. 당업자라면, 하기 실시예에 개시되는 기술이 본 발명의 실시에서 잘 기능하는, 본 발명자에 의해 발견된 기술을 대표하며, 따라서 그 실시예 바람직한 양식을 구성하는 것으로 간주될 수 있음을 알아야 한다. 그러나, 당업자라면, 본 발명의 개시 내용을 고려하여, 많은 변화가 개시된 특정 실시 형태에서 이루어질 수 있으며, 이는 본 발명의 사상 및 범주에서 벗어나지 않고서 유사하거나 또는 비슷한 결과를 여전히 얻을 수 있음을 알아야 한다. 모든 백분율은 중량% 단위이다. 모든 측정은 달리 지시되지 않으면 23℃에서 행하였다.
- [0107] 실시예 1: 949 에멀전을 이용한 100K PDMS의 유화
- [0108] 폴리다이메틸실록산(PDMS) 유체인 0.1 m²/s (100,000 센티스토크(cSt)) 다우 코닝(등록상표) 200 플루이드 20 g, 이어서 35% 실리콘 아미노작용성 중합체를 함유하는 수성 에멀전인 다우 코닝(등록상표) 949 양이온성 에멀전 2.5 g을 맥스(Max) 40 컵 내에 칭량하여 넣었다. 상기 컵을 닫고, DAC-150 스피드믹서(등록상표) 내에 넣고, 컵을 최대 속도(3450 RPM)에서 30초 동안 스팀하였다. 상기 컵을 열고, 컵의 벽을 스패툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스팀하였다. 3 g의 949 양이온성 에멀전을 컵 내에 칭량하여 넣고, 컵을 대략 2500 RPM에서 30초 동안 스팀하였다. 4.5 g의 949 양이온성 에멀전을 첨가하고, 컵을 대략 2500 RPM에서 30초 동안 다시 스팀하였다. 생성된 에멀전은 전체 실리콘 함량이 대략 78.3%인 실리콘 중합체의 수성 수중유(o/w) 에멀전으로 이루어졌다. 건조물 기준으로, 이 에멀전은 대략적으로 85%의 PDMS 및 15%의 아미노-작용성 PDMS를 함유하였다. 에멀전의 입자 크기를 펄벵 마스터사이저(등록상표) 2000 및 마이크로트랙 나노트랙(등록상표)을 이용하여 측정하였으며, 그 결과는 다음과 같았다:
- [0109] Dv50 = 22.24 μm, Dv90 = 54.27 μm, 모드 1 = 0.122 μm, 모드 2 = 22.24 μm.
- [0110] 실시예 2: 8170 마이크로에멀전을 이용한 600K PDMS의 유화
- [0111] 폴리(다이메틸실록산) 유체인 0.1 m²/s (100,000 cSt) 다우 코닝(등록상표) 200 플루이드 43.1 g, 이어서 20%의 실리콘 아미노작용성 중합체를 함유하는 수성 에멀전인 다우 코닝(등록상표) CE-8170 AF 마이크로에멀전 6.99 g을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣었다. 상기 컵을 닫고, DAC-150 스피드믹서(등록상표) 내에 넣고, 컵을 최대 속도(3450 RPM)에서 30초 동안 스팀하였다. 상기 컵을 열고, 컵의 벽을 스패툴라로 긁어냈다. 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스팀하였다. 6.59 g의 8170 양이온성 에멀전을 컵 내에 칭량하여 넣고, 컵을 대략 2500 RPM에서 30초 동안 스팀하였다. 생성된 에멀전은 전체 실리콘 함량이 대략 80.78%인 실리콘 중합체의 수성 수중유(o/w) 에멀전으로 이루어졌다. 건조물 기준으로, 이 에멀전은 대략적으로 91%의 PDMS 및 9%의 아미노-작용성 PDMS를 함유하였다. 에멀전의 입자 크기를 펄벵 마스터사이저(등록상표) 2000 및 마이크로트랙 나노트랙(등록상표)을 이용하여 측정하였으며, 그 결과는 다음과 같았다:
- [0112] Dv50 = 22.894 μm, Dv90 = 52.195 μm, 모드 1 = 0.0941 μm, 모드 2 = 22.984 μm.
- [0113] 실시예 3: 1785 에멀전을 이용한 100K PDMS의 유화
- [0114] 폴리다이메틸실록산(PDMS) 유체인 0.1 m²/s (100,000 cSt) 다우 코닝(등록상표) 200 플루이드 20 g, 이어서 고분자량 OH 작용성 폴리(다이메틸실록산)의 60% 수성 에멀전인 지아미터(등록상표) MEM 1785 에멀전 5 g을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣었다. 상기 컵을 닫고, DAC-150 스피드믹서(등록상표) 내에 넣고, 컵을 최대 속도(3450

RPM)에서 30초 동안 스핀하였다. 상기 컵을 열고, 컵의 벽을 스페툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스핀하였다. 3 g의 1785 에멀전을 컵 내에 칭량하여 넣고, 컵을 대략 2500 RPM에서 30초 동안 스핀하였다. 4.5 g의 1785 에멀전을 첨가하고, 컵을 대략 2500 RPM에서 30초 동안 다시 스핀하였다. 생성된 에멀전은 전체 실리콘 함량이 대략 86.7%인 실리콘 중합체의 수성 수중유(o/w) 에멀전으로 이루어졌다. 건조물 기준으로, 이 에멀전은 대략적으로 77%의 0.1 m²/s (100,000 cSt) PDMS를 큰 입자로서, 그리고 23%의 고 분자량, OH 작용성 PDMS를 더욱 작은 입자로서 함유하였다. 에멀전의 입자 크기를 뮌헨 마스터사izer(등록상표)를 이용하여 측정하였다. 입자 크기 곡선은 2개의 특유한 피크를 나타냈으며, 하나는 6.5 μm가 중앙이었고 다른 것은 35 μm가 중앙이었다. 상기 기기로 계산할 경우 입자 크기는 다음과 같았다: Dv50 = 21.66 μm, Dv90 = 85.31 μm, 모드 1 = 0.67 μm, 모드 2 = 33.877 μm.

[0115] 실시예 4: 939 에멀전을 이용한 촉차 유화 중합

[0116] 동점도가 대략 0.055 m²/s (55,000 cSt)인 다이메틸비닐-말단 폴리다이메틸실록산 중합체 20.0 g을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣고, 이어서 0.729 g의 헵타메틸트라이실록산을 24.721 g의 트라이메틸실록시-말단 다이메틸 - 메틸하이드로젠 폴리실록산 공중합체 - 규소-결합된 수소의 함량이 0.18 중량%이고 동점도가 대략 1E-5 m²/s (10 cSt)임 - 에 첨가함으로써 만든 혼합물 0.41 g을 상기 컵 내에 칭량하여 넣었다. 이것에 이어서 작은 피펫 으로부터의 1 드롭 (대략 0.1 g)의 실로프(Sylloff)(등록상표) 4000 촉매(Pt 촉매)를 첨가하였다. 상기 컵을 닫고, 컵을 DAC-150 스피드믹서(등록상표)에서 최대 속도에서 20초 동안 스핀하였다. 다음, 2.0 g의 다우 코닝 (등록상표) 939 양이온성 에멀전을 첨가하고, 컵을 닫고, 최대 속도에서 30초 동안 스핀하였다. 컵의 벽을 스페툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스핀하였다. 5.0 g의 물을 2개의 동일 증분으로 첨가 하였으며, 이때 상기 컵은 각각의 증분의 첨가 후 최대 속도에서 25초 동안 스핀하였다. 입자 크기를 뮌헨 마스터사izer(등록상표) 2000 및 마이크로트랙 나노트랙(등록상표)으로 측정하였다. 상기 기기로 계산할 경우 입자 크기는 다음과 같았다:

[0117] Dv50 = 13.39 μm, Dv90 = 25.70 μm, 모드 1 = 0.301 μm, 모드 2 = 11.314 μm.

[0118] 이 조성물은 대략 77%의 실리콘 수성 에멀전으로 이루어졌다. 이 에멀전 중 실리콘 상은 대략적으로 97%의 고 점도 폴리다이메틸실록산 (큰 입자) 및 3%의 아미노작용성 폴리다이메틸실록산 (더욱 작은 입자)으로 구성되었다.

[0119] 실시예 5: 939 에멀전을 이용한 촉차 유화 중합

[0120] 동점도가 대략 0.055 m²/s (55,000 cSt)인 다이메틸비닐-말단 폴리다이메틸실록산 중합체 20.0 g을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣고, 이어서 0.729 g의 헵타메틸트라이실록산을 24.721 g의 트라이메틸실록시-말단 다이메틸 - 메틸하이드로젠 폴리실록산 공중합체 - 규소-결합된 수소의 함량이 0.18 중량%이고 동점도가 대략 1E-5 m²/s (10 cSt)임 - 에 첨가함으로써 만든 혼합물 0.41 g을 상기 컵 내에 칭량하여 넣었다. 이것에 이어서 작은 피펫 으로부터의 1 드롭 (대략 0.1 g)의 실로프(Sylloff)(등록상표) 4000 촉매(Pt 촉매)를 첨가하였다. 상기 컵을 닫고, 컵을 DAC-150 스피드믹서(등록상표)에서 최대 속도에서 20초 동안 스핀하였다. 다음, 1.0 g의 다우 코닝 (등록상표) 939 양이온성 에멀전을 첨가하고, 컵을 닫고, 최대 속도에서 30초 동안 스핀하였다. 컵의 내용물의 검사에 의하면 조성물이 역전되지 않았음이 나타났다. 다시 말하면, 실리콘 중합체는 연속 상이었다. 1.0 g의 추가의 다우 코닝(등록상표) 939 양이온성 에멀전을 첨가하고, 컵을 닫고, 최대 속도에서 30초 동안 스핀하였다. 컵 내의 조성물은 이 단계에서 워터아웃 에멀전(water-out emulsion)으로 역전되었다. 컵의 벽을 스페툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스핀하였다. 8.0 g의 다우 코닝(등록상표) 939 에멀전을 3개의 동일 증분으로 첨가하였으며, 이때 상기 컵은 각각의 증분의 첨가 후 최대 속도에서 25초 동안 스핀 하였다. 입자 크기를 뮌헨 마스터사izer(등록상표) 2000 및 마이크로트랙 나노트랙(등록상표)으로 측정하였다. 상기 기기로 계산할 경우 입자 크기는 다음과 같았다: Dv50 = 10.94 μm, Dv90 = 19.61 μm, 모드 1 = 0.30 μm, 모드 2 = 10.41 μm.

[0121] 이 조성물은 대략 78%의 실리콘 수성 에멀전으로 이루어졌다. 이 에멀전 중 실리콘 상은 대략적으로 85%의 고 점도 폴리다이메틸실록산 (큰 입자) 및 15%의 아미노작용성 폴리다이메틸실록산 (더욱 작은 입자)으로 구성되었다.

[0122] 실시예 6: 1788 에멀전을 이용한 촉차 유화 중합

[0123] 동점도가 대략 0.055 m²/s (55,000 cSt)인 다이메틸비닐-말단 폴리다이메틸실록산 중합체 20.0 g을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣고, 이어서 0.729 g의 헵타메틸트라이실록산을 24.721 g의 트라이메틸실록시-말단 다이메틸 -

메틸하이드로젠 폴리실록산 공중합체 - 규소-결합된 수소의 함량이 0.18 중량%이고 동점도가 대략 $1E-5$ m²/s (10 cSt)임 - 에 첨가함으로써 만든 혼합물 0.40 g을 상기 컵 내에 칭량하여 넣었다. 이것에 이어서 작은 피펫 으로부터의 1 드롭 (대략 0.1 g)의 실로프(등록상표) 4000 촉매(Pt 촉매)를 첨가하였다. 상기 컵을 닫고, 컵을 DAC-150 스피드믹서(등록상표)에서 최대 속도에서 20초 동안 스펀하였다. 2.0 g의 다우 코닝(등록상표) 1788 에멀전 (고점도 OH 작용성 폴리다이메틸실록산의 49% 에멀전)을 다음에 첨가하고, 컵을 닫고, 최대 속도에서 30 초 동안 스펀하였다. 컵의 벽을 스페툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스펀하였다. 8.0 g의 다우 코닝(등록상표) 1788 에멀전을 2개의 동일 증분으로 첨가하였으며, 이때 상기 컵은 각각의 증분의 첨가 후 최대 속도에서 25초 동안 스펀하였다. 입자 크기를 맬번 마스터사이저(등록상표) 2000 및 마이크로트랙 나 노트랙(등록상표)으로 측정하였다. 상기 기기로 계산할 경우 입자 크기는 다음과 같았다: Dv50 = 16.87 μ m, Dv90 = 32.21 μ m, 모드 1 = 0.30 μ m, 모드 2 = 11.01 μ m.

[0124] 이 조성물은 대략 83%의 실리콘 수성 에멀전으로 이루어졌다. 이 에멀전 중 실리콘 상은 대략적으로 큰 입자의 형태의 고점도 폴리다이메틸실록산 81% 및 더욱 작은 입자의 형태의 고점도 폴리다이메틸실록산 19%로 구성되었다.

[0125] 실시예 7: 1785 실리콘 에멀전을 포함하는 유기 오일

[0126] 동점도가 0.00063 m²/s (630 cSt) (100C)인 인도폴(등록상표) H-300 폴리부텐 20.0 g, 이어서 고 분자량 OH 작용성 폴리다이메틸실록산의 60% 수성 에멀전인 지아미터(등록상표) MEM 1785 에멀전 2 g을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣었다.

[0127] 상기 컵을 닫고, DAC-150 스피드믹서(등록상표) 내에 넣고, 컵을 최대 속도(3500 RPM)에서 30초 동안 스펀하였다. 상기 컵을 열고, 컵의 벽을 스페툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스펀하였다. 4 g의 1785 에멀전을 컵 내에 칭량하여 넣고, 컵을 대략 2500 RPM에서 30초 동안 스펀하였다. 추가의 4 g의 1785 에멀전을 첨가하고, 컵을 대략 2500 RPM에서 30초 동안 다시 스펀하였다. 생성된 에멀전은 전체 중합체 함량이 대략 86.7%인 고점도 폴리다이메틸실록산 및 폴리부텐의 수성 수중유(o/w) 에멀전으로 이루어졌다. 건조물 기준으로, 이 에멀전은 대략적으로 더욱 큰 입자 형태의 77%의 폴리부텐 및 더욱 작은 입자 형태의 23%의 고 분자량, OH 작용성 PDMS를 함유하였다. 에멀전의 입자 크기를 맬번 마스터사이저(등록상표) 2000을 이용하여 측정 하였다. 입자 크기 곡선은 2개의 특유한 피크를 나타냈으며, 하나는 약 0.7 μ m가 중앙이었고 다른 것은 10 μ m가 중앙이었다. 상기 기기로 계산할 경우 입자 크기는 다음과 같았다: Dv50 = 5.57 μ m, Dv90 = 18.02 μ m, 모드 1 = 0.768 μ m, 모드 2 = 11.601 μ m.

[0128] 실시예 8: 파인줄(등록상표) 유기 오일 에멀전을 포함하는 실리콘 오일

[0129] 점도가 50,000 mPa-sec인 OH 작용성 폴리다이메틸실록산 중합체 20 g, 이어서 계면활성제 및 다른 성분을 포함 하는 물 중 8.7% 송유의 마이크로에멀전인 파인줄(등록상표) 클리너(Cleaner) 0.5 g을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣었다. 상기 컵을 닫고, DAC-150 스피드믹서(등록상표) 내에 넣고, 컵을 최대 속도(3450 RPM)에서 30초 동안 스펀하였다. 상기 컵을 열고, 컵의 벽을 스페툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스펀하였다. 생성된 에멀전을 2개의 2.5 g 증분으로 추가의 파인줄(등록상표) 클리너로 희석시키는 한편, 상기 컵을 각각의 희석 후 최대 속도에서 20초 동안 스펀하였다. 이 에멀전은 대략 80%의, 실리콘 및 송유의 분산 상을 함유하였다. 상기 분산 상은 대략적으로 98%의 실리콘 중합체 및 2%의 송유로 구성되었다. 에멀전의 입자 크기를 맬번 마스터사이저(등록상표) 2000 및 마이크로트랙 나 노트랙(등록상표)을 이용하여 측정하였다. 상기 기기로 계산할 경우 입자 크기는 다음과 같았다:

[0130] Dv50 = 3.03 μ m, Dv90 = 4.29 μ m, 모드 1 = 0.102 μ m, 모드 2 = 3.02 μ m.

[0131] 실시예 9: 600K PDMS 및 존크릴(등록상표) 77의 유화

[0132] 폴리다이메틸실록산(PDMS) 유체인 0.6 m²/s(600,000 cSt) 다우 코닝(등록상표) 200 플루이드 42.83 g, 이어서 비휘발성 내용물이 46 중량%인 수성 아크릴 에멀전인 존크릴(등록상표) 77 (바스프) 8.60 g을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣었다. 상기 컵을 닫고, DAC-150 스피드믹서(등록상표) 내에 넣고, 컵을 최대 속도(3450 RPM)에서 45초 동안 스펀하였다. 상기 컵을 열고, 컵의 벽을 스페툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 45초 동안 다시 스펀하였다. 추가의 8.60 g의 존크릴(등록상표) 77 케이션릭 에멀전(Cationic Emulsion)을 상기 컵 내에 칭량 하여 넣고, 상기 컵을 대략 3450 RPM에서 45초 동안 스펀하였다. 컵의 벽을 스페툴라로 긁어내고, 컵을 대략 3450 RPM에서 45초 동안 다시 스펀하였다. 생성된 에멀전은 전체 실리콘 및 아크릴 함량이 각각 대략 71% 및 13%인 실리콘 및 아크릴 중합체의 수성 수중유(o/w) 이중모드 에멀전으로 이루어졌다. 건조물 기준으로, 이 에

멀전은 대략적으로 84%의 PDMS 및 16%의 아크릴 중합체를 함유하였다. 에멀전의 입자 크기를 맬번 마스터사이저(등록상표)를 이용하여 측정하였으며, 그 결과는 다음과 같았다:

[0133] $Dv50 = 10.917 \mu\text{m}$, $Dv90 = 26.833 \mu\text{m}$, 모드 1 = $.0751 \mu\text{m}$, 모드 2 = $10.226 \mu\text{m}$.

[0134] 실시예 10: 88% Si의 이중모드 에멀전 - 1785 에멀전을 이용한 600K PDMS의 유화

[0135] 폴리(다이메틸실록산) 유체인 $0.6 \text{ m}^2/\text{s}$ (600,000 cSt) 다우 코닝(등록상표) 200 플루이드 42.87 g, 이어서 고 분자량 OH 작용성 폴리(다이메틸실록산)의 60% 수성 에멀전인 지아미터(등록상표) MEM 1785 에멀전 8.55 g을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣었다. 상기 컵을 닫고, DAC-150 스피드믹서(등록상표) 내에 넣고, 컵을 최대 속도(3450 RPM)에서 30초 동안 스펀하였다. 상기 컵을 열고, 컵의 벽을 스패툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스펀하였다. 8.57 g의 1785 에멀전을 컵 내에 칭량하여 넣고, 컵을 대략 2500 RPM에서 30초 동안 스펀하였다. 생성된 에멀전은 전체 실리콘 함량이 대략 88.6%인 실리콘 중합체의 수성 수중유(o/w) 에멀전으로 이루어졌다. 생성된 에멀전은 치과용 컵에서 혼합 후 자유 유동 불투명 물질이었다.

[0136] 비교예 1: 88% 실리콘의 단일모드 에멀전

[0137] 폴리(다이메틸실록산) 유체인 $0.1 \text{ m}^2/\text{s}$ (100,000 cSt) 다우 코닝(등록상표) 200 플루이드 53.22 g, 이어서 1.2 g의 브리즈 30, 1.45 g의 브리즈 35L, 및 4.26 g의 물 (증분식으로 첨가)을 맥스 40 컵 내에 칭량하여 넣었다. 상기 컵을 닫고, DAC-150 스피드믹서(등록상표) 내에 넣고, 컵을 최대 속도(3450 RPM)에서 30초 동안 스펀하였다. 상기 컵을 열고, 컵의 벽을 스패툴라로 긁어내고, 컵을 최대 속도에서 30초 동안 다시 스펀하였다. 생성된 에멀전은 전체 실리콘 함량이 대략 88%인 실리콘 중합체의 수성 수중유(o/w) 에멀전으로 이루어졌다. 생성된 에멀전은 겔과 유사하였으며, 치과용 컵에서 혼합 후 증실 원추형의 물질을 형성하였다.