



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년03월27일  
(11) 등록번호 10-1125400  
(24) 등록일자 2012년03월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08L 83/04 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2005-7022294

(22) 출원일자(국제) 2004년05월14일

심사청구일자 2009년05월06일

(85) 번역문제출일자 2005년11월22일

(65) 공개번호 10-2006-0012644

(43) 공개일자 2006년02월08일

(86) 국제출원번호 PCT/US2004/015266

(87) 국제공개번호 WO 2004/106026

국제공개일자 2004년12월09일

(30) 우선권주장

10/444,801 2003년05월23일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

JP2000167851 A\*

JP55118959 X2\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니

미합중국 델라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시  
마켓 스트리트 1007

(72) 발명자

모페트, 로버트, 하베이

미국 19350 펜실베이니아주 랜덴버그 크로산 코트 6

(74) 대리인

김영, 장수길

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 이상우

(54) 발명의 명칭 이형 조성물 및 그의 사용 방법

(57) 요약

이형제로서 사용될 수 있는 조성물을 기재한다. 상기 조성물은 휘발성 실록산인 용매; 실리콘 수지, 검 또는 유체; 및 임의로 촉매, 공용매 또는 이 둘 모두를 포함한다. 또한 연속 박막 코팅을 주형상에 또는 주형에 도포하는 방법이 제공된다. 상기 방법은 휘발성 실록산인 용매, 실리콘 수지 또는 실리콘 검 또는 실리콘 유체, 및 임의로 촉매, 공용매 또는 이 둘 모두를 배합하여 이형 조성물을 제조하는 단계, 이형 조성물을 주형상에 또는 주형에 도포하는 단계, 및 임의로 조성물을 경화시키는 단계를 포함한다.

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

화학식  $R(R_2SiO)_xSiR_3$  또는  $(R_2SiO)_y$  (여기서, 각각의 R은 메틸기 또는 관능기로 치환된 메틸기이고, x는 1 내지 20이며, y는 3 내지 20임)를 갖는 휘발성 실록산인 용매(여기서, 용매는 조성물의 총 중량을 기준으로 조성물 중 10 내지 99%의 양으로 존재함), 폴리실세스퀴옥산인 실리콘 수지, 및 임의로 촉매, 공용매 또는 이 둘 모두를 배합하여 이형 조성물을 제조하는 단계; 상기 조성물을 주형상에 또는 주형에 도포하는 단계; 및 임의로 상기 조성물을 경화시키는 단계를 포함하는 방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 조성물을 경화시키는 단계를 더 포함하는 방법.

### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 조성물이 상기 촉매, 상기 공용매 또는 이 둘 모두를 포함하는 것인 방법.

### 청구항 4

제1항, 제2항 및 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 용매가 헥사메틸디실록산, 헥사메틸시클로트리실록산, 2,5-디클로로-1,1,3,3,5,5-헥사메틸트리실록산, 1,3-디메틸테트라메톡시디실록산, 3-(헵타플루오로프로필)트리메틸실록산, 옥타메틸트리실록산, 옥타메틸시클로테트라실록산, 데카메틸테트라실록산, 데카메틸시클로펜타실록산, 도데카메틸펜타실록산, 도데카메틸시클로헥사실록산 또는 이들의 둘 이상의 조합인 방법.

### 청구항 5

제4항에 있어서, 상기 용매가 옥타메틸트리실록산, 옥타메틸시클로테트라실록산, 데카메틸테트라실록산 또는 이들의 둘 이상의 조합인 방법.

### 청구항 6

제3항에 있어서, 상기 조성물이 상기 촉매를 포함하며, 상기 촉매가 티타늄 화합물, 디부틸틴 디아세테이트 또는 이들의 조합인 방법.

### 청구항 7

제1항에 있어서, 개질된 발연 실리카, 계면활성제, 플루오로중합체, 왁스, 지방산, 지방산염, 미세 분산된 고체, 유화제, 살생물제, 부식억제제 또는 이들의 둘 이상의 조합을 더 포함하는 것인 방법.

### 청구항 8

제1항 내지 제3항, 제6항 및 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 성형 재료를 주형내로 또는 주형으로 도입하는 단계, 상기 재료를 성형품으로 전환시키는 단계, 및 상기 성형품을 회수하는 단계를 더 포함하는 방법.

### 청구항 9

화학식  $R(R_2SiO)_xSiR_3$  또는  $(R_2SiO)_y$  (여기서, 각각의 R은 메틸기 또는 관능기로 치환된 메틸기이고, x는 1 내지 20이며, y는 3 내지 20임)를 갖는 휘발성 실록산인 용매(여기서, 용매는 조성물의 총 중량을 기준으로 조성물 중 10 내지 99%의 양으로 존재함), 폴리실세스퀴옥산인 실리콘 수지, 및 임의로 촉매, 공용매 또는 이 둘 모두를 포함하는 이형 조성물이 표면에 도포된 형태-결정 주형.

### 청구항 10

제1항에 있어서, 상기 조성물을 주형상에 또는 주형에 도포한 후 상기 조성물을 경화시키는 단계, 성형 재료를 주형내로 또는 주형으로 도입하는 단계, 상기 재료를 성형품으로 전환시키는 단계, 및 상기 성형품을 회수하는 단계를 더 포함하고, 상기 용매가 헥사메틸디실록산, 헥사메틸시클로트리실록산, 2,5-디클로로-1,1,3,3,5,5-헥사메틸트리실록산, 1,3-디메틸테트라메톡시디실록산, 3-(헵타플루오로프로필)트리메틸실록산, 옥타메틸트리실록산, 옥타메틸시클로테트라실록산, 데카메틸테트라실록산, 데카메틸시클로펜타실록산, 도데카메틸펜타실록산, 도

데카메틸시클로헥사실록산 또는 이들의 둘 이상의 조합인 방법.

## 청구항 11

삭제

## 청구항 12

삭제

## 명세서

### 기술분야

[0001] 본 발명은 이형체로서 사용될 수 있는 조성물 및 상기 이형체의 연속 박막 코팅을 주형에 도포하는 방법에 관한 것이다.

### 배경기술

[0002] 상업적 작업에서, 일반적으로 중합체 또는 중합체의 조합물인 이형체는 용매중의 에멀전 또는 분산액일 수 있다. 용매 중에 분산되는 경우, 용매는 이형체가 도포되는 형태-결정 주형 표면을 습윤화하는 비히클로서 사용된다. 그러나, 이형체로서 흔히 사용되는 실리콘 수지는 통상적인 탄화수소 용매에서 분산될 경우 종종 표면을 잘 코팅하지 않는다. 실리콘 수지는 도포된 표면상에서 이들이 방울지거나 뒤섞여서 연속 박막이 얻어지지 못하게 된다.

[0003] 따라서, 주형의 표면에서 연속 박막 코팅을 형성할 수 있는 신규한 이형체를 개발해야 할 필요성이 증가하고 있다.

[0004] 발명의 요약

[0005] 휘발성 실록산인 용매; 실리콘 수지, 검 또는 유체; 및 임의로 촉매, 공용매 또는 이 둘 모두를 포함하는 조성물이 제공된다.

[0006] 또한, 휘발성 실록산인 용매, 실리콘 수지, 실리콘 검 또는 실리콘 유체, 및 임의로 촉매, 공용매 또는 이 둘 모두를 배합하여 이형 조성물을 제조하는 단계; 주형상에 또는 주형에 상기 이형 조성물을 도포하는 단계; 및 임의로 상기 조성물을 경화시키는 단계를 포함하는, 연속 박막 코팅을 주형상에 또는 주형에 도포하는 방법이 제공된다.

### 발명의 상세한 설명

[0007] 본 발명에 따르면, "주형"이라는 용어는 1개 이상의 형태-결정 표면을 의미한다. 임의의 휘발성 실록산이 본 발명의 조성물의 용매로서 사용될 수 있다. "휘발성 실록산"이라는 용어는 사용하는 온도 및 압력 하에서 빠르게 증발하는 실록산을 나타낸다. 통상적으로, 그것은 설정값이 1인 n-부틸 아세테이트에 비해 0.01초과의 증발률을 가질 수 있다.

[0008] 적당한 용매는 화학식  $R(R_2SiO)_xSiR_3$  또는  $(R_2SiO)_y$  (여기서, 각각의 R은 동일하거나 다를 수 있으며, 바람직하게는 각 기당 1 내지 약 10, 바람직하게는 1 내지 약 8개의 탄소 원자를 갖는 알킬기, 알콕시기, 페닐기, 페녹시기 또는 이들의 둘 이상의 조합임)을 가질 수 있다. R은 또한 할로젠일 수 있다. 가장 바람직한 R은 메틸기이고, 할로젠, 아민 또는 다른 관능기로 치환될 수 있다. 아랫첨자 x는 1 내지 약 20, 바람직하게는 1 내지 약 10의 숫자일 수 있다. 아랫첨자 y는 3 내지 약 20, 바람직하게는 3 내지 약 10의 숫자일 수 있다. 바람직한 용매는 약 50 내지 약 1,000 사이 범위의 분자량을 가지며 비점은 약 300°C 미만, 바람직하게는 250°C 미만, 보다 바람직하게는 200°C 미만, 가장 바람직하게는 150°C 미만이다.

[0009] 적당한 메틸 실록산의 예는 헥사메틸디실록산, 헥사메틸시클로트리실록산, 2,5-디클로로-1,1,3,3,5,5-헥사메틸트리실록산, 1,3-디메틸테트라메톡시디실록산, 1,1,1,3,5,5,5-헵타메틸트리실록산, 3-(헵타플루오로프로필)트리메틸실록산, 옥타메틸트리실록산, 옥타메틸테트라실록산, 옥타메틸시클로테트라실록산, 데카메틸테트라실록산, 데카메틸시클로펜타실록산, 도데카메틸펜타실록산 및 도데카메틸시클로헥사실록산 및 이들의 둘 이상의 조합이 포함되지만, 이에 제한되지는 않는다.

- [0010] 상기 개시된 휘발성 실록산과 상용성인 임의의 실리콘 수지, 검 또는 유체가 사용될 수 있다. 이것은 일반적으로는 폴리오르가노실록산이다. 예를 들어, 메톡시-종결된 폴리알킬실록산 및 히드록시-종결된 폴리디메틸실록산이 사용될 수 있다. 적절한 실리콘 수지, 검, 또는 유체는 수지, 검 또는 유체일 수 있다. 적당한 폴리오르가노실록산의 예에는 폴리디메틸실록산, 폴리메틸소소실록산, 폴리실세스퀴옥산, 폴리트리메틸실록산, 폴리디메틸시클로실록산 및 이들의 둘 이상의 조합이 포함된다. 각각의 실리콘 수지는 또한 할라이드, 아민, 히드록시, 에폭시, 카르비놀, 카르복실레이트, 아세톡시, 알콕시, 아크릴레이트 및 이들의 둘 이상의 조합과 같은 관능기를 함유할 수 있다. 분자량은 약 500 내지 약 1,000,000 범위일 수 있다. 바람직한 실리콘 수지는 말단에 실리콘 결합된 히드록시기를 가진 폴리오르가노실록산이며, 이것은 잘 알려져 있으며 시판되고 있다.
- [0011] 상기 개시된 실록산 및 실리콘 수지, 검 또는 유체는 일반적으로 예를 들어, 다우 코닝 케미칼스(Dow Corning Chemicals, 미시간주 미드랜드 소재) 및 제너럴 일렉트릭(General Electric, 코네티컷주 페어필드 소재)에서 시판되고 있다.
- [0012] 조성물의 다른 성분에 대해 비활성이고, 휘발성 실록산과 상용성이며, 주형 표면에 도포될 때 빠르게 증발될 정도로 휘발성인 임의의 유기 용매, 바람직하게는 실질적으로 물이 없는 유기 용매, 예를 들어 탄화수소 또는 할로겐화된 탄화수소가 공용매로서 사용될 수 있다. 공용매는 또한 조성물의 점도를 감소시킬 수 있으며 주형으로부터 중합체의 이형을 촉진시킬 수 있다. 바람직하게, 공용매는 주형에 도포되는 이형 조성물 온도에 따라 약 300℃ 미만, 바람직하게는 200℃ 미만, 가장 바람직하게는 150℃ 미만의 표준 비점을 갖는다. 이형 조성물의 배합 온도가 낮아질수록, 용매의 비점은 낮을수록 바람직하며, 그 역도 성립한다. 적당한 공용매의 예는 옥탄, 데칸, 시클로헥산, 톨루엔, 크실렌, 메틸렌 클로라이드, 메틸렌 디클로라이드, 에틸렌 디클로라이드, 사염화탄소, 클로로포름, 퍼클로로에틸렌, 아세톤, 메틸에틸 케톤, 에틸 아세테이트, 테트라히드로푸란, 디옥산, 화이트 스피릿 (white spirit), 미네랄 스피릿 (mineral spirit), 나프타 및 이들의 둘 이상의 조합이 포함되지만, 이에 제한되지는 않는다.
- [0013] 이형 조성물은 또한 추가적인 실리콘 화합물, 예컨대 개질된 발연 실리카, 계면활성제, 플루오로중합체, 예컨대 폴리테트라플루오로에틸렌, 왁스, 지방산, 예컨대 스테아르산, 지방산염, 예컨대 금속 스테아르산염, 미세 분산된 고체, 예컨대 탈크, 유화제, 살생물제, 부식 억제제를 포함할 수 있다.
- [0014] 상기 개시된 각각의 성분들은 성형품의 적절한 이형을 수행하기 충분한 유효량으로 조성물에 존재할 수 있다. 예를 들어, 조성물의 총 중량을 기준으로, 용매는 약 10 내지 약 99% 범위에서 조성물에 존재할 수 있고, 실리콘 수지는 약 0.1 내지 약 90% 범위에서 조성물에 존재할 수 있다. 공용매는 사용된다면 용매와 공용매의 합이 약 10 내지 약 99%인 범위가 되도록 조성물에 존재할 수 있으며, 단, 용매는 약 10% 이상, 바람직하게 20% 이상으로 존재한다. 다른 성분들은 존재한다면 약 0.01 내지 약 10%의 범위일 수 있다.
- [0015] 휘발성 실록산, 실리콘 수지 및 용매를 포함하는 조성물의 경화를 촉매화 또는 강화시킬 수 있는 임의의 촉매가 본원에서 사용될 수 있다. 바람직한 촉매는 유기 티타늄 화합물이다. 본원에서 테트라알킬 티타네이트로도 언급된 티타늄 테트라히드로카르빌옥시드는 입수가 용이하며 효과적이기 때문에 가장 바람직한 유기 티타늄 화합물이다. 적절한 티타늄 화합물의 예는 화학식  $Ti(OR)_4$  (여기서, 각각의 R은 라디칼당 1 내지 약 30개, 바람직하게는 2 내지 약 18개, 가장 바람직하게는 2 내지 12개의 탄소 원자를 함유하는 알킬, 시클로알킬, 알크아릴, 히드록카르빌 라디칼로부터 개별적으로 선택되며 각각의 R은 동일하거나 다를 수 있음)로 표현되는 것들이 포함된다. 히드록카르빌기가 직쇄형 또는 분지형인 알킬 라디칼 당 2 내지 약 12개의 탄소 원자를 함유하는 티타늄 테트라히드로카르빌옥시드가 비교적 저렴하고 입수가 용이하며 조성물 경화에 효과적이기 때문에 가장 바람직하다. 적절한 티타늄 화합물은 티타늄 테트라에톡시드, 티타늄 테트라프로폭시드, 티타늄 테트라이소프로폭시드, 티타늄 테트라-n-부톡시드, 티타늄 테트라헥속시드, 티타늄 테트라 2-에틸헥속시드, 티타늄 테트라옥톡시드 및 이들의 둘 이상의 조합이 포함되지만, 이에 제한되지는 않는다.
- [0016] 다른 적당한 촉매에는 백금, 팔라듐, 철, 아연, 로듐 및 니켈과 같은 주기율표의 VIII족 화합물 또는 원소, 및 또한 주석 또는 지르코늄 화합물이 포함된다. 다른 적당한 촉매의 예는 디부틸틴 디아세테이트, 디부틸 디라우레이트, 아연 아세테이트, 아연 옥토에이트, 지르코늄 옥토에이트 및 이들의 둘 이상의 조합이 포함되지만, 이에 제한되지는 않는다. 예를 들어, 디부틸틴 디아세테이트가 단독으로 또는 티타늄 화합물과 함께 사용될 수 있다.
- [0017] 이러한 촉매들은 시판되고 있는 것으로 생각된다. 예를 들어, 이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니 (E.I. du Pont de Nemours and Company, 미국 델라웨어주 윌밍톤 소재)로부터 입수 가능한 타이조(TYZOR?) TPT 및 타이

조 TBT (각각 테트라 이소프로필 티타네이트 및 테트라 n-부틸 티타네이트)가 있다.

- [0018] 상기 개시된 각각의 촉매는 조성물에서 실리콘 중합체에 대해 약 0.01 내지 약 10 중량% 범위로 사용될 수 있다.
- [0019] 조성물은 예를 들어, 상기 개시된 각각의 성분들을 혼합하는 것과 같이 당 업자에게 알려진 임의의 방법에 의해 제조될 수 있다. 촉매는 실리콘 수지, 용매 및 임의의 공용매가 배합된 이후에 도입되는 것이 바람직하다.
- [0020] 연속 박막 코팅을 주형상에 또는 주형에 도포하는 방법은 (1) 용매, 실리콘 수지 또는 실리콘 겔 또는 실리콘 유체 및 임의로 공용매, 촉매 또는 이 둘 모두를 배합하여 이형 조성물을 제조하는 단계, (2) 상기 이형 조성물을 주형상에 또는 주형에 도포하는 단계, 및 임의로 (3) 상기 이형 조성물을 경화시키는 단계를 포함한다. 이형 조성물은 상기 논의된 조성물과 동일할 수 있다. 이형 조성물의 도포는 예를 들어, 분무, 브러싱, 와이핑, 침지 및 이들의 둘 이상의 조합과 같이 당 업자에게 알려진 임의의 방법에 의해서 수행될 수 있다. 임의의 형태-결정 주형 표면이 이형 조성물로 도포될 수 있다. 경화는 약 25℃ 내지 약 200℃와 같은 상온에서 상기 온도 범위를 수용하는 압력, 예컨대 대기압하에서 약 1초 내지 약 2시간 동안 경화시키는 것과 같이 당업자에게 알려진 임의의 방법에 의해 수행될 수 있다. 일반적으로, 경화는 성형이 수행되는 온도 및 압력에서 수행된다.
- [0021] 성형품을 제조하기 위하여 성형 재료 또는 성형될 재료는 예를 들어, 펄핑, 압출, 블렌딩 또는 당업자에게 알려진 다른 적당한 방법과 같이 당업자에게 알려진 임의의 방법에 의해 주형내로 또는 주형으로 도입될 수 있다. 그 후, 성형품이 제조되며, 이것은 당업자에게 알려진 임의의 방법에 의해 주형으로부터 제거되거나 이형될 수 있다. 성형품을 제조하는 방법은 당업자들에게 잘 알려져 있기 때문에, 이것에 대한 기재는 간결함을 위하여 본원에서는 생략하였다.
- [0022] 성형 재료는 플라스틱, 중합체, 유리, 세라믹 및 금속을 비롯하여, 성형될 수 있는 임의의 재료일 수 있지만, 이에 제한되지는 않는다. 중합체의 예에는 열경화성 수지 또는 열가소성 수지가 포함된다. 구체적인 예로는 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌, 아크릴로니트릴-염소화 폴리에틸렌-스티렌, 아크릴-스티렌-아크릴로니트릴, 폴리아세탈 단독중합체 및 공중합체, 아크릴, 셀룰로오스, 플루오로중합체, 폴리아미드, 폴리아크릴레이트, 폴리부틸렌, 폴리카르보네이트, 폴리에스테르, 폴리에틸렌, 에틸렌산 공중합체, 에틸렌-에틸 아크릴레이트, 에틸렌-메틸 아크릴레이트, 폴리메틸 아크릴레이트, 폴리메틸 메타크릴레이트, 폴리부틸 메타크릴레이트, 에틸렌-비닐 아세테이트, 에틸렌 비닐 알콜 공중합체, 이오노머, 폴리메틸헥센, 폴리페닐렌 옥시드, 폴리프로필렌, 에틸렌-프로필렌 공중합체, 폴리프로필렌 임팩트 공중합체, 폴리프로필렌 랜덤 공중합체, 폴리스티렌, 스티렌-아크릴로니트릴, 스티렌-부타디엔 공중합체, 스티렌-에틸렌/부틸렌-스티렌, 스티렌-말레산 무수물 공중합체, 폴리비닐 클로라이드, 비닐리덴 클로라이드 단독중합체 및 공중합체, 스티렌 블록 공중합체, 폴리올레핀 블렌드, 엘라스토머성 합금, 열가소성 우레탄, 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 폴리부틸렌 테레프탈레이트, 열가소성 코폴리에스테르, 폴리에테르, 열가소성 폴리아미드, 폴리에테르-폴리아미드 블록 공중합체, 알릴 성형 화합물, 비스-말레이미드, 에폭시 수지, 페놀 수지, 폴리에스테르, EPDM 고무와 같은 에틸렌-프로필렌 디엔 삼원공중합체, 폴리이미드, 이오노머, 폴리우레탄, 세그먼트형 폴리우레아/우레탄, 반응 동반 사출 성형된 폴리우레탄, 실리콘, 우레아-멜라민 포름알데히드 수지, 폴리아세탈, 폴리에스테르, 폴리아미드, 이오노머 및 이들의 둘 이상의 조합이 포함된다. 이러한 중합체는 당업자들에게 잘 알려져 있다.

## 실시예

- [0023] 하기 실시예는 본 발명을 예시한 것이며, 본 발명의 범주를 부당하게 제한하는 것으로 해석되어서는 안된다.
- [0024] 대조예 1
- [0025] 본 대조예는 석유 에테르를 사용할 때보다 휘발성 메틸 실록산을 사용할 때 더욱 얇은 연속 실리콘 수지 코팅이 제조될 수 있음을 증명한다.
- [0026] 80% 용매 (석유 에테르 또는 옥타메틸시클로테트라실록산(휘발성 메틸)), 20% 실리콘 수지 및 유체, 및 약 0.2% 촉매(용매 및 수지 및 유체의 총 양을 기준으로 함; 타이조 TBT 및 디부틸틴 디아세테이트)를 포함하는 이형제 조성물을 미리 칭량된, 65℃로 가열된 1인치 × 3인치(2.54 cm × 7.62 cm) 유리 현미경 슬라이드에 하기 표에 제시된 양으로 분무시켰다. 충분한 시간 동안 용매를 후드에서 증발시킨 후, 이형제를 2분 동안 65℃에서 경화시켰다. 이후 슬라이드 무게를 재측정하고, 슬라이드 표면에 대한 실리콘 수지의 도포율을 측정하기 위해 현미경으로 육안 검사하였다. 결과는 표 1에 나타난다.



표 1

[0027]

코팅 중량 (mg)	석유 에테르	메틸 실록산
0.7		100% 도포율
0.9	20% 도포율	
1.9	40%	
2.8	65%	100%
3.1	70%	
3.5		100%
8.4	95%	
19.4	98%	
38.2	100%	

[0028]

용매로서 석유 에테르를 사용하여 코팅된 슬라이드에서는 코팅이 매우 불규칙적이며 거칠었다. 용매로서 메틸 실록산을 사용한 코팅은 매우 평활하였다. 석유 에테르를 미네랄 스피릿으로 대체하였더니 유리 표면에서의 실리콘 수지의 방울짐(beading)이 악화되었다.

[0029]

실시예 2

[0030]

본 실시예는 다양한 휘발성 메틸 실록산 용매의 사용이 승온에서 도포되는 다양한 실리콘 수지, 유체 및 관능성 유체의 평활하고 연속적인 코팅 형성을 어떻게 촉진하는지를 증명한다.

[0031]

실리콘 수지, 유체 및 관능성 유체를 다양한 탄화수소 용매 및 휘발성 메틸 실록산에 5 중량% 중합체 고형분 및 95 중량% 용매의 농도로 분산시켰다. 실리콘 중합체 및 용매를 프레발 (Preval) 에어로졸 분무기를 사용하여 미리 칭량된, 65℃로 가열된 1" × 3" (2.54 cm × 7.62 cm) 유리 현미경 슬라이드에 분무시켰다. 용매가 증발된 후, 표 2에 제시된 것과 같이, 슬라이드 중량을 재측정하여 코팅 중량을 결정하고, 코팅의 평활도와 도포율을 육안 검사하였다.

표 2

[0032]

		코팅					코팅		
SP <sup>1</sup>	용매 <sup>2</sup>	중량 (mg)	설명	도포율	SP <sup>1</sup>	용매 <sup>2</sup>	중량 (mg)	설명	도포율
A	톨루엔	1.8	반점이 있음	불완전함	A	OMS	0.8	평활함	완전함
B	PE	2.7	거침	불완전함	B	DMS	4.1	평활함	완전함
B	MS	1.6	방울짐	불완전함	B	---			
B	아세톤	3.0	거침	불완전함	B	---			
C	MS	3.3	방울짐	불완전함	C	OMS	2.6	평활함	완전함
C					C	DMS	3.2	평활함	완전함
D	S	1.2	방울짐	불완전함	D	OMS	1.7	평활함	완전함
D					D	OMTS	3.5	평활함	완전함

<sup>1</sup> SP는 실리콘 중합체를 의미한다. 중합체 A는 히드록시 종결된 메틸 실세스퀴옥산-디메틸 실록산 공중합체, 중합체 B는 메톡시 종결된 메틸 실세스퀴옥산-디메틸 실록산 공중합체, 중합체 C는 14,000 CSt(센치스톡)의 히드록시 종결된 폴리디메틸 실록산, 중합체 D는 60,000 CSt의 폴리디메틸 실록산이다.

<sup>2</sup> PE는 석유에테르, MS는 미네랄 스피릿, S는 스토다드 (Stoddard) 용매이다. OMS는 옥타메틸시클로테트라실록산, DMS는 데카메틸테트라실록산 및 OMTS는 옥타메틸트리실록산을 의미한다.

[0033]

결과는, VMS 유체에서 분산된 실리콘 중합체는 평활하고 연속적인 필름을 제조한 반면, 탄화수소 용매에 분산된 동일한 실리콘 중합체는 거칠고 불완전한 필름을 제조했음을 나타낸다.

[0034]

대조예 3

[0035]

본 대조예는 휘발성 메틸 실록산 용매의 사용이 상온에서 도포될 때 평활하고 연속적인 실리콘 중합체 코팅 형성을 어떻게 촉진하는 지를 증명한다.

[0036] 5 중량% 중합체 고형분 및 95 중량% 용매의 농도로 실리콘 검 샘플을 석유 에테르에 분산시키고 동시에 동일한 실리콘 검 제2 샘플을 VMS 유체에 분산시켰다. 실리콘 중합체 및 용매를 프레발 에어로졸 분무기를 사용하여 미리 칭량된, 상온의 1" × 3" (2.54 cm × 7.62 cm) 유리 현미경 슬라이드에 분무시켰다. 용매가 증발된 후, 표 3에 나타난 것과 같이, 슬라이드 중량을 재측정하여 코팅 중량을 결정하고 코팅의 평활도와 도포율을 육안 검사하였다.

표 3

SP <sup>1</sup>	용매 <sup>2</sup>	코팅			SP <sup>1</sup>	용매 <sup>2</sup>	코팅		
		중량 (mg)	설명	도포율			중량 (mg)	설명	도포율
D	PE	4.1	거침	불완전함	D	75/25 중량% OMS/OMTS	2.5	평활함	완전함

<sup>1</sup> SP는 실리콘 중합체를 나타낸다, 중합체 D는 60,000 CSt의 폴리디메틸 실록산이다.  
<sup>2</sup> PE는 석유 에테르, OMS는 옥타메틸시클로테트라실록산 및 OMTS는 옥타메틸트리실록산을 나타낸다.

[0038] 결과는, 상온에서 도포되었을 때, VMS 유체에서 분산된 실리콘 중합체는 평활하고 연속적인 필름을 제조한 반면, 탄화수소 용매에서 분산된 동일한 실리콘 중합체는 거칠고 불완전한 필름을 제조했음을 나타낸다.

[0039] 대조예 4

[0040] 본 대조예는 휘발성 메틸 실록산 용매의 사용이 완전히 제형된 실리콘 이형제의 평활하고 얇은 코팅 형성을 어떻게 촉진하는지를 증명한다.

[0041] 플라스틱, 접착제 및 엘라스토머성 제품을 위한 시판 이형제를 구입했다. 제조자는 이 제품을 트리메틸화된 실리카 및 테트라 (트리메틸실록시) 실란을 포함하는 50% 활성 물질 함량을 가지며 스토다드 용매, 크실렌 및 에틸벤젠으로 구성된 탄화수소 용매 혼합물을 이용하는 것으로 기재한다. 제조자의 소책자에서는 표면 습윤 개선을 위해 이형제 10부를 이소프로판올 80부 및 톨루엔 10부로 희석할 것을 추천한다. 제조자의 추천에 따라, 이형 코팅제를 이형제, 이소프로판올 및 톨루엔의 10/80/10 중량% 혼합물을 이용하여 5 중량%의 중합체 고형분으로 희석하였다. 이후 이형 코팅제를 프레발 에어로졸 분무기를 사용하여 미리 칭량된, 65℃로 가열된 1" × 3" (2.54 cm × 7.62 cm) 유리 현미경 슬라이드에 도포하였다. 용매가 증발된 후, 슬라이드 중량을 재측정하여 코팅 중량을 결정하고, 코팅의 평활도 및 도포율을 육안 검사하였다. 비교를 위해, 이형제를 옥타메틸트리실록산(OMTS)으로, 마찬가지로 5 중량%의 중합체 고형분으로 희석하고, 상기 기재된 방법을 이용하여 유리 슬라이드에 도포시켰다. 결과는, 제조자가 추천한 탄화수소 용매는 반점이 많고 불완전한 코팅을 얻게 한 반면, VMS 용매를 사용하였더니 평활하고 연속적인 코팅이 제조되었음이 나타났다. 결과를 표 4에 제시하였으며, 여기서 IPA는 이소프로필 알콜이다.

표 4

		코팅					코팅		
용매		중량 (mg)	설명	도포율	용매		중량 (mg)	설명	도포율
80/10 IPA/톨루엔		3.0	반점이 있음	불완전함	OMTS		3.3	평활함	완전함

[0042] 실시예 5

[0044] 본 실시예는 평활하고 연속적인 코팅 형성이 어떻게 이형제의 성능을 개선하는지를 증명한다.

[0045] 메틸 실세스퀴옥산-디메틸 실록산 공중합체 및 폴리디메틸 실록산 유체를 이용한 이형 코팅제를 다양한 용매에 5 중량%의 고형분 농도로 분산시켰다. 코팅제를 프레발 에어로졸 분무기를 사용하여 미리 칭량된, 65℃로 가열된 9" × 12" × 3" (22.86 cm × 30.48 cm × 7.62 cm) 알루미늄 상자 주형에 도포하였다. 용매가 증발된 후 주형을 실온으로 냉각시켜 중량을 재측정하였다. 상기 주형을 이후 재가열하였고 톨루엔 디이소시아네이트

계 폴리우레탄 기요성 발포 수지로 충전시켰다. 주형 뚜껑을 고정시키고, 오븐에서 65℃를 유지시키면서 팽창한 발포체는 6분 동안 경화되도록 했다. 이후 주형으로부터 발포체를 손으로 꺼냈다. 발포체가 찢어지지 않고 주형으로부터 성공적으로 제거되었을 경우, 이형제로 주형을 재코팅하지 않고 다시 폴리우레탄 수지를 주형에 재충전시켰다. 이러한 사이클을 발포체의 찢어짐이 관찰될 때까지 반복하였다. 결과는 표 5에 나타냈으며, 이때 약어는 상기 표 2와 동일하다.

표 5

용매 <sup>1</sup>	경화된 코팅의 중량	발포체가 찢어지기 전의 이형 횟수
OMS	0.12 g	14
50/50 중량% 믹스 OMTS/DMS	0.12 g	10
10/20/10/60 중량% 믹스, OMS/OMTS/DMS/MS	0.14 g	12
미네랄 스피릿	0.13 g	1
<sup>1</sup> 용매 약어는 상기 표 2를 참조.		

결과는, 탄화수소 용매만을 사용한 것에 비해 VMS 유체 또는 VMS와 탄화수소 용매의 배합물에서 분산된 이형 코팅제가 상당히 개선된 성능을 제공한다는 것을 보여준다.