



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2011-0093821  
(43) 공개일자 2011년08월18일

(51) Int. Cl.  
C07F 9/40 (2006.01) C09K 21/12 (2006.01)  
C08G 59/30 (2006.01) C08L 63/00 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2011-7012415  
(22) 출원일자(국제출원일자) 2009년11월02일  
심사청구일자 없음  
(85) 번역문제출일자 2011년05월31일  
(86) 국제출원번호 PCT/US2009/062912  
(87) 국제공개번호 WO 2010/062709  
국제공개일자 2010년06월03일  
(30) 우선권주장  
12/263,704 2008년11월03일 미국(US)

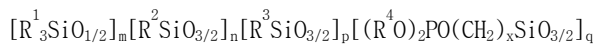
(71) 출원인  
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니  
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터  
(72) 발명자  
림 리사 에스  
미국 84094 유타주 샌디 에스. 투엘브 파인스 드라이브 7908  
편 유미  
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터  
를 조셉 디  
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터  
(74) 대리인  
양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 15 항

**(54) 난연제로서의 인-함유 실세스퀴옥산 유도체**

**(57) 요약**

인-함유 실세스퀴옥산이 하기 화학식으로 표시된다:

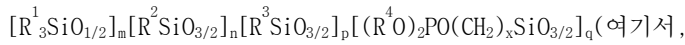


여기서, 각각의  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ , 및  $R^4$ 는 독립적으로 하이드로카르빌 기를 나타내고;  $x$ 는 1 내지 8의 정수를 나타내고;  $m$ 은 1.5 미만의 양수이고;  $n$  및  $q$ 는 0 초과 및 1 미만의 양수이고;  $p$ 는 0 이상 및 1 미만의 수이다. 또한,  $(n + p)/q$ 는 0.5 내지 99의 범위이고,  $(n + p + q) = 1$ 이다. 인-함유 실세스퀴옥산을 포함하는 경화성 조성물 및 경화된 조성물이 개시된다.

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

하기 화학식으로 표시되는 인-함유 실세스퀴옥산:



각각의  $R^1, R^2, R^3$ , 및  $R^4$ 는 독립적으로 하이드로카르빌 기를 나타내고;

$x$ 는 1 내지 8의 정수를 나타내고;

$m$ 은 1.5 미만의 양수이고;

$n$  및  $q$ 는 0 초과 및 1 미만의 양수이고;

$p$ 는 0 이상 및 1 미만의 수이며, 여기서  $(n + p)/q$ 는 0.5 내지 99의 범위이며, 또한  $(n + p + q) = 1$ 임).

**청구항 2**

제1항에 있어서, 각각의  $R^1, R^2, R^3, R^4$ 는 독립적으로 1 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기를 나타내는 인-함유 실세스퀴옥산.

**청구항 3**

제1항에 있어서, 각각의  $R^1$ 은 메틸 기를 나타내고; 각각의  $R^2$  및  $R^3$ 은 독립적으로 메틸 기, 사이클로헥실 기, 사이클로펜틸 기, 및 아이소프로필 기로 이루어진 군으로부터 선택되는 인-함유 실세스퀴옥산.

**청구항 4**

제3항에 있어서,  $x$ 는 2인 인-함유 실세스퀴옥산.

**청구항 5**

제1항에 있어서, 수평균 분자량이 500 내지 10000 g/몰의 범위인 인-함유 실세스퀴옥산.

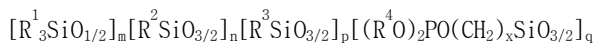
**청구항 6**

제1항에 있어서, 수평균 분자량이 1000 내지 4000 g/몰의 범위인 인-함유 실세스퀴옥산.

**청구항 7**

열경화성 수지; 및

하기 화학식으로 표시되는 인-함유 실세스퀴옥산을 포함하는 경화성 조성물:



(여기서,

각각의  $R^1, R^2, R^3$ , 및  $R^4$ 는 독립적으로 하이드로카르빌 기를 나타내고;

$x$ 는 1 내지 8의 정수를 나타내고;

$m$ 은 1.5 미만의 양수이고;

$n$  및  $q$ 는 0 초과 및 1 미만의 양수이고;

$p$ 는 0 이상 및 1 미만의 수이며, 여기서  $(n + p)/q$ 는 0.5 내지 99의 범위이며, 또한  $(n + p + q) = 1$ 임).

**청구항 8**

제7항에 있어서, 열경화성 수지에 대하여 유효한 양의 경화제를 추가로 포함하는 경화성 조성물.

**청구항 9**

제7항에 있어서, 열경화성 수지는 경화성 에폭시 수지를 포함하는 경화성 조성물.

**청구항 10**

제7항에 있어서, 각각의 R<sup>1</sup>은 메틸 기를 나타내고; 각각의 R<sup>2</sup> 및 R<sup>3</sup>은 독립적으로 메틸 기, 사이클로헥실 기, 사이클로펜틸 기, 및 아이소프로필 기로 이루어진 군으로부터 선택되고; x는 2인 경화성 조성물.

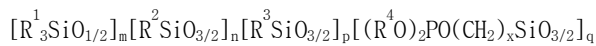
**청구항 11**

제7항에 있어서, 인-함유 실세스퀴옥산은 수평균 분자량이 500 내지 10000 g/몰의 범위인 경화성 조성물.

**청구항 12**

열경화된 수지; 및

하기 화학식으로 표시되는 인-함유 실세스퀴옥산을 포함하는 경화된 조성물:



(여기서,

각각의 R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, 및 R<sup>4</sup>는 독립적으로 하이드로카르빌 기를 나타내고;

x는 1 내지 8의 정수를 나타내고;

m은 1.5 미만의 양수이고;

n 및 q는 0 초과 및 1 미만의 양수이고;

p는 0 이상 및 1 미만의 수이며, 여기서 (n + p)/q는 0.5 내지 99의 범위이며, 또한 (n + p + q) = 1임).

**청구항 13**

제12항에 있어서, 열경화성 수지는 경화성 에폭시 수지를 포함하는 경화성 조성물.

**청구항 14**

제12항에 있어서, 각각의 R<sup>1</sup>은 메틸 기를 나타내고; 각각의 R<sup>2</sup> 및 R<sup>3</sup>은 독립적으로 메틸 기, 사이클로헥실 기, 사이클로펜틸 기, 및 아이소프로필 기로 이루어진 군으로부터 선택되고; x는 2인 경화된 조성물.

**청구항 15**

제12항에 있어서, 인-함유 실세스퀴옥산은 수평균 분자량이 500 내지 10000 g/몰의 범위인 경화된 조성물.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 대체로 난연제 및 에폭시 수지에서의 그의 사용에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 에폭시 수지에 사용되는 현재의 난연제는 다수의 문제점을 갖고 있다. 예를 들어, 브롬화 및 다른 할로젠-함유 난연제는 전형적으로 독성 및 부식성 연소 생성물을 생성한다. 전형적으로 분해되어 물을 생성하는 무기 수화물은 전형적으로 에폭시 수지의 물리적 특성을 손상시킬 정도의 다량으로 사용되어야 한다. 게다가, 할로젠계 방화제는 다양한 환경 규제에 관심 대상이 되어 왔다.

**발명의 내용**

- [0003] 본 발명은 하기 화학식으로 표시되는 인-함유 실세스퀴옥산을 제공한다:
- [0004]  $[R^1_3SiO_{1/2}]_m[R^2SiO_{3/2}]_n[R^3SiO_{3/2}]_p[(R^4O)_2PO(CH_2)_xSiO_{3/2}]_q$
- [0005] (여기서,
- [0006] 각각의  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ , 및  $R^4$ 는 독립적으로 하이드로카르빌 기를 나타내고;
- [0007] x는 1 내지 8의 정수를 나타내고;
- [0008] m은 1.5 미만의 양수이고;
- [0009] n 및 q는 0 초과 및 1 미만의 양수이고;
- [0010] p는 0 이상 및 1 미만의 수이며, 여기서  $(n + p)/q$ 는 0.5 내지 99의 범위이며, 또한  $(n + p + q) = 1$ 임).
- [0011] 일부 실시 형태에서, 각각의  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ , 및  $R^4$ 는 독립적으로 1 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기를 나타낸다. 일부 실시 형태에서, 각각의  $R^1$ 은 메틸 기를 나타내고, 각각의  $R^2$  및  $R^3$ 은 독립적으로 메틸 기, 사이클로헥실 기, 사이클로펜틸 기, 및 아이소프로필 기로 이루어진 군으로부터 선택된다. 일부 실시 형태에서, x는 2이다. 일부 실시 형태에서, 인-함유 실세스퀴옥산은 수평균 분자량이 500 내지 10000 g/몰의 범위이다. 일부 실시 형태에서, 인-함유 실세스퀴옥산은 수평균 분자량이 1000 내지 4000 g/몰의 범위이다.
- [0012] 본 발명에 따른 실세스퀴옥산은, 예를 들어 난연제로서 유용하며, 비할로겐 난연제와 조합시에 특히 유용하다.
- [0013] 따라서, 다른 태양에서, 본 발명은 에폭시 수지, 폴리에폭사이드에 대하여 유효한 양의 경화제, 및 본 발명에 따른 인-함유 실세스퀴옥산을 포함하는 경화성 조성물을 제공한다.
- [0014] 일부 실시 형태에서, 경화성 조성물은 열경화성 수지에 대하여 유효한 양의 경화제를 추가로 포함한다. 일부 실시 형태에서, 열경화성 수지는 경화성 에폭시 수지를 포함한다.
- [0015] 그리고 또 다른 태양에서, 본 발명은 열경화된 수지 및 본 발명에 따른 인-함유 실세스퀴옥산을 포함하는 경화된 조성물을 제공한다.
- [0016] 본 명세서에 사용되는 바와 같이:
- [0017] "하이드로카르빌 기"는 탄화수소로부터 수소 원자를 제거하여 형성된 1가 기(univalent group)를 말하며;
- [0018] "비할로겐화"는 할로겐 원자가 없음을 의미하며;
- [0019] "열경화성"은 화학적으로 가교결합될 수 있음을 의미하며; "열경화된"은 용융 유동을 나타내지 않을 정도로 충분히 화학적으로 가교결합됨을 의미한다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0020] 실세스퀴옥산은 Si-O-Si 연결로 형성되는 프레임워크를 갖는다. 그것은 하나 이상의 유기실란(예를 들어, 트라이알콕시실란 유도체)의 축합에 의해 통상 형성된다.
- [0021] 본 발명에 따른 실세스퀴옥산은 하기 화학식으로 표시된다:
- [0022]  $[R^1_3SiO_{1/2}]_m[R^2SiO_{3/2}]_n[R^3SiO_{3/2}]_p[(R^4O)_2PO(CH_2)_xSiO_{3/2}]_q$ .
- [0023] 각각의  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ , 및  $R^4$ 는 독립적으로 하이드로카르빌 기를 나타낸다. 유용한 하이드로카르빌 기에는 지방족 기(예를 들어, 선형, 환형, 및/또는 분지형 알킬 기) 및 방향족 기(예를 들어, 아릴, 아르알킬, 또는 알크아릴 기)가 포함된다. 예시적인 하이드로카르빌 기에는 1 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기, 예를 들어 메틸, 에틸, 프로필, 아이소프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 아이소옥틸, 사이클로헥실, 메틸사이클로헥실, 및 사이클로펜틸 기; 아릴 기, 예를 들어 페닐; 아르알킬 기, 예를 들어 메틸페닐 및 에틸페닐 기; 및 아르알킬 기, 예를 들어 페닐에틸 및 페닐메틸 기가 포함된다.  $R^1$ 이 메틸 기인 이들 실시 형태가 전형적으로 바람직하다. 유사하게,

$R^2$  및  $R^3$ 이 독립적으로 메틸 기(들), 사이클로헥실 기(들), 사이클로펜틸 기(들), 및 아이소프로필 기(들)를 나타내는 실시 형태가 전형적으로 바람직하며, 이와 함께  $R^1$ 이 메틸 기일 때 특히 바람직하다.

- [0024] 변수  $x$ 는 1 내지 8의 정수, 예를 들어 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 또는 8을 나타낸다.  $x$ 가 2인 이들 실시 형태가 전형적으로 바람직하다.
- [0025] 변수  $m$ 은 1.5 미만의 양수(즉, 0보다 큰 임의의 수), 예를 들어 0.001, 0.01, 0.1, 0.3, 0.5, 0.75, 1, 1.25, 또는 1.49를 나타낸다.
- [0026] 변수  $n$  및  $q$ 는 0 초과 및 1 미만의 양수, 예를 들어 0.01, 0.1, 0.3, 또는 0.5를 나타낸다.
- [0027] 변수  $p$ 는 0 이상 및 1 미만의 수, 예를 들어 0, 0.01, 0.1, 0.3, 0.5, 0.75, 또는 0.99이다.
- [0028] 변수  $x$ ,  $m$ ,  $n$ ,  $p$  및  $q$ 는 하기의 2가지 제한 하에서 임의의 조합으로 사용될 수 있다:
- [0029] (1) 값  $(n + p)/q$ 는 0.5 내지 99의 범위이고;
- [0030] (2) 값  $(n + p + q) = 1$ 이다.
- [0031] 인-함유 실세스퀴옥산은 상기에 언급된 기준을 충족시키는 임의의 분자량을 가질 수 있다. 실세스퀴옥산에 대하여 전형적인 것과 같이, 이는 단일 화합물로서 또는 상이한 분자량을 갖는 실세스퀴옥산들의 혼합물로서 존재할 수 있다. 그러한 경우에, 평균 분자량(예를 들어, 수평균 분자량)을 언급하는 것이 당업계의 일반적인 관행이다. 수평균 분자량이 500 내지 10000 g/몰(예를 들어, 1000 내지 4000 g/몰)의 범위인 실세스퀴옥산이 전형적으로 열경화성 수지에서 난연제로서 사용하기에 특히 적합하다.
- [0032] 본 발명에 따른 실세스퀴옥산은, 예를 들어 공지된 방법에 따라 제조될 수 있거나 또는 상업적 공급원으로부터 구매할 수 있는 상응하는 트라이알콕시실란의 축합에 의해 제조될 수 있다. 대표적인 합성에서, 트라이알콕시실란 유도체가 포름산과 조합되고, 트라이알콕시실란의 축합에 의해 생성되는 알코올성 부산물을 제거하기에 충분한 승온(예를 들어, 약 80°C)에서 가열되어 상응하는 실세스퀴옥산을 형성한다. 임의의 실라놀 잔기는, 예를 들어 헥사메틸다이실라잔 또는 헥사메틸다이실록산의 첨가에 의해  $(CH_3)_3Si-$  기로 캡핑될(capped) 수 있다. 진공 하에서 가열함으로써 (임의의 미반응된 출발 물질을 포함한) 휘발성 물질이 제거될 수 있다.
- [0033]  $n$ ,  $p$ , 및  $q$ 의 각각의 양은 상응하는 트라이알콕시실란의 양을 제어함으로써 제어될 수 있다.
- [0034] 본 발명에 따른 실세스퀴옥산은, 예를 들어 난연제로서 유용하며, 비할로겐화 난연제와 조합시에 특히 유용한데, 여기서는 난연성에 대한 산업 표준 시험을 통과하는 데 필요한, 예를 들어 (미국 일리노이주 노스브룩 소재의 언더라이터즈 래버러토리즈(Underwriters Laboratories)에 의해 발행된 시험 방법 UL 94 "장치 및 기기 내의 부품용 플라스틱 물질의 인화성에 대한 시험을 위한 표준(Standard for Tests for Flammability of Plastic Materials for Parts in Devices and Appliances)", 섹션 8, 20 mm 수직 연소 시험(Vertical Burning Test)(2001년 5월 22일자로 업데이트됨)에 따라) 열경화된 수지의 UL94-V0 등급을 얻는 데 필요한 난연제의 전체 중량을 낮출 수 있다. 비할로겐화 난연제의 예에는 (예를 들어, 미국 노스 캐롤라이나주 샬롯 소재의 클라리언트 코퍼레이션(Clariant Corp.)으로부터 입수가 가능한 엑소리트(EXOLIT) OP1230 및 엑소리트 OP930으로서) 오가노포스피네이트, 오가노포스파이트, 오가노포스페이트, 오가노보레이트, 및 보에마이트가 포함된다.
- [0035] 본 발명은 또한 열경화성 수지, 선택적으로 열경화성 수지에 대하여 유효한 양의 경화제, 및 본 발명에 따른 인-함유 실세스퀴옥산을 포함하는 경화성 조성물을 제공한다. 열경화성 수지의 예에는 에폭시 수지(1액형(one-part) 및/또는 2액형(two-part)), 우레탄 수지(1액형 및/또는 2액형), 시아네이트 수지, 페놀계 수지, 및 아크릴 수지가 포함된다. 바람직하게는, 전자기기 응용을 위한 열경화성 수지는 전자 등급(electronic grade)이다.
- [0036] 예시적인 열경화성 수지에는 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니(3M Company)로부터 쓰리엠 스카치캐스트 일렉트릭얼 인슐레이팅 수지 4(3M SCOTCHCAST ELECTRICAL INSULATING RESIN 4)로서 입수가 가능한 2액형 에폭시 수지가 포함된다. 유용한 에폭시 수지의 예에는 2,2-비스[4-(2,3-에폭시프로폭시)페닐]프로판(비스페놀 A의 다이글리시딜 에테르) 및 셸 케미칼 컴퍼니(Shell Chemical Co.)로부터 구매가능한 에폰(EPON) 828, 에폰 1004, 및 에폰 1001F, 다우 케미칼 컴퍼니(Dow Chemical Co.)로부터 구매가능한 DER-331, DER- 332 및 DER-334로서 입수가 가능한 물질이 포함된다. 다른 적합한 에폭시 수지에는 페놀 포름알데히드 노볼락의 글리시딜 에테르(예를 들어, 다우 케미칼 컴퍼니로부터 구매가능한 DEN-43 및 DEN-428)가 포함된다.
- [0037] 선택적으로, 열경화성 수지는 하나 이상의 경질화제(hardener), 개시제 및/또는 촉매(본 명세서에서는 "경화

제"로서 총칭됨)를, 전형적으로 열경화성 수지를 화학적으로 가교결합시키기에 유효한 양으로 (즉, 유효한 양의 경화제를) 함유할 수 있다. 경화제 및 사용량의 선택은 전형적으로 선택되는 열경화성 수지의 유형에 좌우될 것이며, 당업자에게 잘 알려져 있을 것이다. 에폭시 수지를 위한 예시적인 경화제에는 아민(이미다졸을 포함함), 메르캡탄, 및 루이스 산이 포함된다.

[0038] 인-함유 실세스퀴옥산은 본 발명에 따른 경화성 및/또는 경화된 조성물 내에 임의의 양으로 사용될 수 있다. 예를 들어, 인-함유 실세스퀴옥산은 경화성 및/또는 경화된 조성물의 총 중량을 기준으로, 1 내지 20 중량%, 전형적으로는 4 내지 10 중량%, 그리고 더 전형적으로는 4 내지 8 중량% 범위의 양으로 존재할 수 있다.

[0039] 경화성 조성물은 단순 혼합에 의해 형성될 수 있지만; 일반적으로 균일한 분산을 형성할 수 있는 기술을 사용하는 것이 바람직하다. 하나의 기술에서, 난연제 및/또는 인-함유 실세스퀴옥산이, 예를 들어 미국 사우스 캐롤라이나주 랜드럼 소재의 플랙테크, 인크.(FlackTek, Inc.)로부터 스피드믹서(SPEEDMIXER) DAC 150FVZ로서 입수 가능한 고속 혼합기와 같은 고전단 혼합기를 사용하여 열경화성 수지 내로 혼합된다.

[0040] 경화성 조성물은, 예를 들어 혼합(2액형 열경화성 수지의 경우), 가열, 화학 방사선 또는 열 방사선에 대한 노출, 또는 경화된 조성물을 생성하는 그의 임의의 조합을 비롯한 당업계에 잘 알려진 통상적인 방법에 의해 경화될 수 있다.

[0041] 본 발명의 목적 및 이점은 하기의 비제한적인 실시예에 의해 추가로 예시되지만, 이들 실시예에 인용된 특정 물질 및 그 양뿐만 아니라 기타 조건이나 상세 사항은 본 발명을 부당하게 제한하는 것으로 해석되어서는 안 된다.

[0042] 실시예

[0043] 달리 언급되지 않는다면, 실시예 및 본 명세서의 나머지 부분의 모든 부, 백분율, 비 등은 중량 기준이다.

[0044] 실시예에 사용되는 재료가 표 1(하기)에 열거되어 있다.

[0045] [표 1]

<p>헥실트라이메톡시실란은 미국 오레곤주 포틀랜드 소재의 티씨아이 아메리카(TCI America)로부터 입수하였다.</p>
<p>메틸트라이메톡시실란은 미국 위스콘신주 밀워키 소재의 알드리치 케미칼 컴퍼니(Aldrich Chemical Co.)로부터 입수하였다.</p>
<p>헥사메틸다이실록산, 헥사메틸다이실라잔, 및 포르산은 미국 매사추세츠주 워드 힐 소재의 알파-에이사 컴퍼니(Alfa-Aesar Co.)로부터 입수하였다.</p>
<p>다이에틸포스파토에틸트라이메톡시실란은 미국 펜실베이니아주 모리스빌 소재의 젤레스트 인크.(Gelest Inc.)로부터 입수하였다.</p>
<p>SC4는 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니로부터 입수된 2액형 에폭시 수지인 쓰리엠 스카치캐스트 일렉트릭얼 인슐레이팅 레진 4를 말한다.</p>
<p>OP1230은 미국 노스 캐롤라이나주 샬럿 소재의 클라리언트 코퍼레이션(Clariant Corp.)으로부터 입수된 금속 오가노포스페이트 염을 기재로 한 난연제인 엑소리트 OP1230을 말한다.</p>

[0046]

[0047] UL94 20 mm 수직 연소 시험

[0048] 단지 나타낸 수의 복제물을 시험한 것을 제외하고는, 미국 일리노이주 노스브룩 소재의 언더라이터즈 래버러토리즈에 의해 발행된 UL 94 "장치 및 기기 내의 부품용 플라스틱 물질의 인화성에 대한 시험을 위한 표준", 섹션 8, 20 mm 수직 연소 시험(2000년 6월 8일자 업데이트됨)을 사용하였다. 시험에 대한 요약된 기준이 표 2(하기)에 주어지 있다.

[0049] [표 2]

기준 조건	94 V-0	94 V-1	94 V-2
화염 시간, T1 또는 T2	10 초 이하	30 초 이하	30 초 이하
화염 시간, T1 + T2	50 초 이하	250 초 이하	250 초 이하
글로우(glow) 시간, T3	30 초 이하	60 초 이하	60 초 이하
시편이 홀딩 클램프까지 연소되었는가? (예/아니오)	아니오	아니오	아니오
시편이 코튼 인디케이터(cotton indicator)를 점화시키는 화염 입자를 적하하였는가? (예/아니오)	아니오	아니오	예

[0050]

[0051] (상기) 표 2에서, T<sub>1</sub>은 첫 번째 화염 적용 후의 잔염(afterflame) 시간을 말한다. T<sub>2</sub>는 두 번째 화염 적용 시간 후의 잔염 시간을 말한다. T<sub>3</sub>는 두 번째 화염 적용 후의 잔광(afterglow) 시간을 말한다.

[0052] 콘 열량계(Cone Calorimeter) 연소 시험

[0053] ASTM E1354-08, "산소 소비 열량계를 사용한 재료 및 제품에 대한 열 및 가시 연기의 방출 속도에 대한 표준 시험 방법(Standard Test Method for Heat and Visible Smoke Release Rates for Materials and Products Using an Oxygen Consumption Calorimeter)" (2008)에 따라 콘 열량계 연소 시험을 행하였다. ASTM E1354-08에 포함되지 않는 화재 성장 속도(Fire Growth Rate, FIGRA)를 피크 열 방출 속도를 피크 열 방출까지의 시간으로 나눈 것으로서 계산하였다. 시험 시편과 같은 날 시험된 대조 시편을 사용하여 FIGRA의 퍼센트 감소를 측정하였다.

[0054] 비교예 A

[0055] 메틸트라이메톡시실란(100 g, 0.73 몰), 헥실트라이메톡시실란(151.5 g, 0.73 몰), 및 포름산(202.7 g, 4.40 몰)을 자기 교반(magnetic stirring)하면서 1 리터의 둥근바닥 플라스크 내에 넣었다. 플라스크를 35분 동안 70℃ 오일 배쓰 내에서 가열하여 증류시키면서 휘발성 부산물을 수집하였다. 이어서, 헥사메틸다이실록산(96 g, 0.59 몰)을 첨가하고, 용액을 50분 동안 환류에서 65℃ 오일 배쓰 내에서 가열하였다. 이어서, 휘발성 부산물을 진공 하에서 제거하였다. 헥산(200 mL) 및 헥사메틸다이실라잔(97 g, 0.60 몰)을 첨가하고, 용액을 흡인 여과하였다. 여과액의 휘발성 성분을, 먼저 실온에서 그리고 이어서 90℃ 오일 배쓰 내에서 가열하면서, 진공 하에서 제거하였다. 얻어진 생성물, 즉 비교용 실세스퀴옥산 A는 점성의 무색 액체였다. <sup>1</sup>H NMR 분석은 하기 식과 일치하였다:



[0057] 수평균 분자량은 폴리스티렌 표준물에 대한 GPC에 의해 680 g/몰로 측정되었다.

[0058] 실시예 1

[0059] 메틸트라이메톡시실란(15 g, 0.110 몰), 헥실트라이메톡시실란(22.7 g, 0.110 몰), 다이에틸포스포에틸트라이메톡시실란(11.9 g, 0.036 몰) 및 포름산(35.4 g, 0.770 몰)을 250 밀리리터의 둥근바닥 플라스크 내에서 조합하고, 25분에 걸쳐 휘발성 부산물을 증류시키면서 80℃ 오일 배쓰 내에서 자기 교반하였다. 헥사메틸다이실록산(32 g, 0.197 몰)을 첨가하고, 혼합물을 80℃ 오일 배쓰 내에서 추가 65분 동안 교반하였다. 휘발성 부산물을 진공 하에서 제거하였다. 이어서, 헥산(25 g) 및 헥사메틸다이실라잔(25 g, 0.155 몰)을 첨가하고, 용액을 35분 동안 교반하였다. 휘발성 부산물을 진공 하에서 제거하여 점성의 무색 액체로서 실세스퀴옥산 1을 제공하였다. <sup>1</sup>H NMR 분석은 하기 식과 일치하였다:



[0060] 수평균 분자량은 폴리스티렌 표준물에 대한 GPC에 의해 1600 g/몰로 측정되었다.

[0061] 난연성 시험

[0062] 나타난 난연제(들)를 표 3 및 표 4(하기)에 나타난 양으로 SC4 에폭시 수지 내에 조합함으로써 다양한 열경화성

조성물을 제조하고 UL94, 20 mm 수직 연소 시험에 따라 시험하였다. (하기) 표 3에 열거된 모든 조성물은 상기의 UL 94에서와 같이 T3 = 0초였으며, 홀딩 클램프까지 연소하지 않았으며, 코튼을 점화시키지 않았다. 표 4의 모든 파라미터는 FIGRA(표 4의 제7 열)를 제외하고는 ASTM E1354-08에 정의된 바와 같다. FIGRA는 화재 성장 속도이며 피크 열 방출 속도(표 4의 제5 열)를 피크 열 방출 속도까지의 시간(표 4의 제6 열)으로 나눈 것으로서 계산된다. 표 4의 FIGRA의 감소는 대조군인 100부의 SC4(제1 행)와 비교하여 각각의 행에 대한 FIGRA의 백분율 차이이다. 표 4에서, MJ = 메가줄; m<sup>2</sup> = 제곱미터; 그리고 kW = 킬로와트이다. 콘 열량계 계기 측정값은 +/- 10% 정도의 알려진 오차를 갖는다.

[0063] [표 3]

실시예	열경화성 조성물	복제물	UL94 20 mm 수직 연소 시험	
			적합?	합격/불합격 V0-V2
비교예 B1	94 부의 SC4, 6 부의 OP1230	1	없음	불합격
		2	없음	불합격
		3	없음	불합격
		4	없음	불합격
비교예 B2	93 부의 SC4, 7 부의 OP1230	1	없음	불합격
		2	없음	V1
비교예 B3	92 부의 SC4, 8 부의 OP1230	1	없음	V1
		2	없음	V1
비교예 C	93 부의 SC4, 6 부의 OP1230, 1 부의 비교용 실세스퀴옥산 A	1	없음	V1
		2	없음	V0
실시예 2	93 부의 SC4, 6 부의 OP1230, 1 부의 실세스퀴옥산 2	1	없음	V0
		2	없음	V0
실시예 3	99 부의 SC4, 1 부의 실세스퀴옥산 2	1	없음	불합격
		2	없음	불합격
실시예 4	93 부의 SC4, 7 부의 실세스퀴옥산 2	1	없음	불합격
		2	없음	V1

[0064]

[0065] [표 4]

실시예	열경화성 조성물	총 열 방출, MJ/m <sup>2</sup>	평균 열 방출 속도, kW/m <sup>2</sup>	피크 열 방출 속도, kW/m <sup>2</sup>	피크 시간, 초	FIGRA	FIGRA의 퍼센트 감소
비교예 D	100 부의 SC4	175	920	2006	145	13.83	0.0
비교예 B1	94 부의 SC4, 6 부의 OP1230	150	484	707	205	3.45	75.6
비교예 B2	93 부의 SC4, 7 부의 OP1230	133	408	852	215	3.96	71.6
비교예 B3	92 부의 SC4, 8 부의 OP1230	129	389	710	230	3.09	77.8
비교예 C	93 부의 SC4, 6 부의 OP1230, 1 부의 비교용 실세스퀴옥산 A	150	698	1379	155	8.90	37.1
실시예 2	93 부의 SC4, 6 부의 OP1230, 1 부의 실세스퀴옥산 2 1% S-2	145	425	639	210	3.04	78.0
실시예 3	99 부의 SC4, 1 부의 실세스퀴옥산 2	162	662	1515	165	9.18	34.1
실시예 4	93 부의 SC4, 7 부의 실세스퀴옥산 2	155	378	613	110	5.57	60.0

[0066]

[0067] 본 명세서에서 언급된 모든 특허 및 간행물은 인용함으로써 그 전체 내용이 본 명세서에 포함된다. 본 개시 내용의 다양한 수정 및 변경이 본 개시 내용의 정신 및 범위를 벗어나지 않고 당업자에 의해 행해질 수 있으며,

본 개시 내용이 본 명세서에 기술된 예시적인 실시 형태로 부당하게 제한되지 않는다는 것을 잘 알 것이다.