



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년11월05일
(11) 등록번호 10-1195783
(24) 등록일자 2012년10월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08G 77/12 (2006.01) C08G 77/06 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2007-7015944
(22) 출원일자(국제) 2005년12월16일
심사청구일자 2010년11월05일
(85) 번역문제출일자 2007년07월12일
(65) 공개번호 10-2007-0099604
(43) 공개일자 2007년10월09일
(86) 국제출원번호 PCT/US2005/046320
(87) 국제공개번호 WO 2006/076137
국제공개일자 2006년07월20일
(30) 우선권주장
60/643,695 2005년01월13일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
JP2003327699 A
US04382145 A
US05493040 A

(73) 특허권자
다우 코닝 코포레이션
미국 미시간주 48686 미드랜드 웨스트 살츠버그
로드 2200
(72) 발명자
필립스 로버트 엔.
영국 카디프 씨에프64 1이케이 플래시 스트리트 페
나쓰 28
우스터 찰스 엘.
미국 인디애나주 47138 렉싱턴 사우스 캐봇 코브
레인 1947
(74) 대리인
장훈

전체 청구항 수 : 총 5 항

심사관 : 김동원

(54) 발명의 명칭 폴리실록산 가수분해산물의 중화방법

(57) 요약

폴리실록산 가수분해산물은 잔여 산성 성분을 함유하는 폴리실록산 가수분해산물을 탄소로 처리하고 중화 처리된 폴리실록산 가수분해산물로부터 분리시켜 중화시킨다. 처리 가능한 폴리실록산 가수분해산물의 몇몇 예로는, 하이드라이드 작용성 폴리실록산 가수분해산물 및 폴리디에틸실록산 가수분해산물이 있다. 특히 바람직한 탄소 중화제는 역청탄으로부터 유도된 탄소이다. 중화처리된 폴리실록산 가수분해산물로부터 플레이트 프레임 필터 프레스, 연마 필터 및 미립자 제거용 포스트 필터와 같은 고체-액체 분리 장치에 통과시켜 탄소를 제거한다.

특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

하이드라이드 작용성 폴리실록산 가수분해산물 및 폴리디알킬실록산 가수분해산물로부터 선택되고 HCl을 함유하는 폴리실록산 가수분해산물을, 코크스, 차콜, 역청탄으로부터 유도된 탄소, 무연탄으로부터 유도된 탄소, 갈탄으로부터 유도된 탄소, 목재로부터 유도된 탄소, 토탄으로부터 유도된 탄소 및 코코넛 껍질로부터 유도된 탄소로 이루어진 그룹에서 선택된 탄소로 중화처리하고, 상기 중화처리된 폴리실록산 가수분해산물에서 상기 탄소를 분리함을 포함하는, 폴리실록산 가수분해산물의 중화방법.

청구항 11

제10항에 있어서, 상기 탄소가 역청탄으로부터 유도된 탄소인, 폴리실록산 가수분해산물의 중화방법.

청구항 12

제10항에 있어서, 상기 중화 처리된 폴리실록산 가수분해산물을 플레이트 프레임 필터 프레스(plate and frame filter press)로 통과시키고, 상기 여과된 가수분해산물을 연마 필터로 통과시켜 미립자를 제거함으로써, 중화 처리된 폴리실록산 가수분해산물로부터 탄소를 제거하는, 폴리실록산 가수분해산물의 중화방법.

청구항 13

제10항에 있어서, 상기 폴리실록산 가수분해산물을 탄소 고정상으로 통과시키고 상기 중화된 폴리실록산 가수분해산물을 여과시켜 탄소 미립자를 제거하는, 폴리실록산 가수분해산물의 중화방법.

청구항 14

제10항에 있어서, 상기 폴리실록산 가수분해산물을 하나 이상의 탄소 함침된 필터로 통과시키는, 폴리실록산 가수분해산물의 중화방법.

명세서

배경 기술

- [0001] 본 발명은 일반적으로 폴리실록산 가수분해산물 및 개선된 폴리실록산 가수분해산물의 중화 및/또는 정제방법에 관한 것이다. 특히, 하이드라이드 작용성 선형, 분지 및/또는 사이클릭 폴리실록산($\equiv\text{Si-H}$) 가수분해산물 및 선형, 분지 및/또는 사이클릭 폴리디알킬실록산 가수분해산물[예: 폴리디메틸실록산(PDMS) 가수분해산물]이 본 발명에 의해 더욱 효율적으로 중화 및 정제된다.
- [0002] 클로로실란의 가수분해는 당업계에서 공지되어있으며 미국 특허 제4,382,145호(1983년 5월 3일) 및 최신 기술을 나타내는 계류중인 미국 특허출원 제10/958,768호(출원일: 2004년 10월 5일, 표제: "클로로실란의 가수분해")를 참고로 할 수 있다. '145 특허 및 계류중인 출원은 클로로실란으로부터 폴리실록산 가수분해산물을 생성하는 일반 공정에 관한 것이다. 미국 특허 제5,493,040호(1996년 2월 20일)가 하이드라이드 작용성 폴리실록산 가수분해산물을 생성하는 가수분해 공정에 관한 것임에 반해, 미국 특허 제5,075,479호(1991년 12월 24일)는 PDMS 가수분해산물을 생성하는 가수분해 공정에 대해 기재하고 있다.
- [0003] 통상적으로, 사이클릭 및 선형 하이드라이드 작용성 폴리실록산 함유 가수분해산물은 $\text{CH}_3\text{SiHCl}_2$ 및 $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ 을 가수분해하여 수득한다. 상기 가수분해산물을 중탄산나트륨으로 중화시켜 극소량의 염소계 중, 특히 염산(HCl) 형태의 염소 이온을 제거하고, 고분자량 하이드라이드 작용성 폴리실록산 중합체의 제조에 사용한다. 사이클릭 및 선형 PDMS 함유 가수분해산물은, $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ 을 $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ 또는 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_{0-10}$ 와 같은 말단 차단 올리고머의 존재 또는 부재하에서 가수분해시켜 수득한다. 가수분해산물은 통상적으로 중탄산나트륨으로 중화시켜, HCl과 같은 극소량의 염소계 중을 제거하고 고분자량 폴리디메틸실록산 중합체의 제조에 사용한다. 미국 특허 제5,276,173호(1994년 1월 4일)에는 실록산과 분자체 물질을 접촉시켜 하이드록실 말단 실록산 화합물로부터 이온성 염소를 제거하는 방법을 기재하고 있다.
- [0004] 예기치 못하게도, 본 발명에 의해, 폴리실록산 가수분해산물의 중화 및 정제에 탄산나트륨 또는 중탄산나트륨 대신 탄소를 사용하는 경우, 당해 가수분해산물의 중화 및 정제에 통상적으로 필요한 주기를 단축시킨다는 면에서 유리하다는 것이 밝혀졌다. PDMS 가수분해산물의 경우, 생성된 PDMS 중합체의 점도 변화가 감소하는 것 또한 밝혀졌다. 이는 특히 탄소가 상기 목적에 적합하지 않다는 견해를 가진 탄소 제조업자에게는 놀라운 결과이다.

발명의 상세한 설명

- [0005] 본 발명은, 잔여 산성 성분을 함유하는 폴리실록산 가수분해산물을 탄소로 처리하고 중화 처리된 폴리실록산 가수분해산물로부터 분리시키는 것을 포함하는 폴리실록산 가수분해산물의 중화방법에 관한 것이다.
- [0006] 폴리실록산 가수분해산물은, 예를 들면, 하이드라이드 작용성 폴리실록산 가수분해산물 또는 폴리디알킬실록산 가수분해산물(예: 폴리디메틸실록산 가수분해산물)일 수 있다. 적합한 모든 탄소 중화제가 사용 가능하다. 탄소 중화제는, 예를 들면, 하나 이상의 코크스, 차콜, 활성탄, 역청탄으로부터 유도된 탄소, 무연탄으로부터 유도된 탄소, 갈탄으로부터 유도된 탄소, 목재로부터 유도된 탄소, 토탄으로부터 유도된 탄소 및 코코넛 껍질로부터 유도된 탄소를 포함하며 이로부터 바람직하게 이루어진다. 역청탄으로부터 유도된 탄소가 바람직하다.
- [0007] 탄소 중화제를 탄소를 혼합 탱크에서 가수분해산물과 혼합시키는 것과 같은 적합한 모든 방법에 의해 가수분해산물과 접촉시키고, 통상적인 모든 형태의 고체-액체 분리 장치를 통과시켜 중화 처리된 폴리실록산 가수분해산물로부터 분리시킨다. 바람직한 고체-액체 분리 장치는 플레이트 프레임 필터 프레스(plate and frame filter press)이며, 이어서 여과된 유출물은, 소위 연마 필터와 같이, 미립자(특히, 탄소)를 가수분해산물용으로 필요한 적합한 수준으로 제거하기에 적합한 임의의 수단으로 처리한다. 플레이트 프레임 필터 프레스 및 연마 필터 이외의 장치도 사용 가능하다. 예를 들면, 폴리실록산 가수분해산물을 적합한 소정의 체류시간을 사용하여 탄소 중화제의 고정상을 통과시킬 수 있는데, 여기서 가수분해산물을 다음의 필터로 통과시켜 유출물로부터 탄소 미립자를 제거시킬 수 있다. 추가적인 대체 공정으로는, 가수분해산물을 여과하기 위하여 하나 이상의 탄소 함침

된 필터를 사용하는 것을 포함할 수 있다. 본 발명의 상기의 특성 또는 다른 특성은 상세한 설명의 고찰에 의해 명백해질 것이다.

[0008] 도면의 간단한 설명

[0009] 도 1은 본 발명에 따르는 공정의 기능을 간단히 나타낸 것으로서, 여기서는 다양한 장치 부재를 통한 물질의 흐름 패턴을 도시하였다.

발명의 상세한 설명

[0010] 일반적으로, 가수분해용 클로로실란은 화학식 R_2SiCl_2 의 클로로실란을 함유한다. 각각의 R은 동일하거나 상이하나, 통상적으로는 동일하고 예를 들면, 수소, 또는 탄소수 1 내지 20의, 알킬 그룹, 사이클로알킬 그룹, 아릴 그룹, 알킬아릴 그룹 또는 아르알킬 그룹과 같은 탄화수소 라디칼과 같은 모든 적합한 그룹일 수 있다. 탄화수소 라디칼은 메틸, 에틸, 프로필, 이소프로필, n-부틸, 이소부틸, 3급 부틸, 2급 부틸, 펜틸, 헥실, 페닐, 톨릴, 벤질 및 베타-페닐에틸과 같은 그룹일 수 있다. 적합한 클로로실란의 몇몇 예로는, 디메틸디클로로실란 $(CH_3)_2SiCl_2$, 디에틸디클로로실란 $(C_2H_5)_2SiCl_2$, 디-n-프로필디클로로실란 $(n-C_3H_7)_2SiCl_2$, 디-i-프로필디클로로실란 $(i-C_3H_7)_2SiCl_2$, 디-n-부틸디클로로실란 $(n-C_4H_9)_2SiCl_2$, 디-i-부틸디클로로실란 $(i-C_4H_9)_2SiCl_2$, 디-t-부틸디클로로실란 $(t-C_4H_9)_2SiCl_2$, n-부틸메틸디클로로실란 $CH_3(n-C_4H_9)SiCl_2$, 옥타데실메틸디클로로실란 $CH_3(C_{18}H_{37})SiCl_2$, 디페닐디클로로실란 $(C_6H_5)_2SiCl_2$, 페닐메틸디클로로실란 $CH_3(C_6H_5)SiCl_2$, 디사이클로헥실디클로로실란 $(C_6H_{11})_2SiCl_2$ 및 메틸디클로로실란 CH_3SiHCl_2 와 같은 화합물을 포함한다. 바람직한 클로로실란은 디메틸디클로로실란 및 메틸디클로로실란 CH_3HSiCl_2 이다. 트리알킬클로로실란 R_3SiCl 이 사용될 수도 있으며, 여기서 R은 상기에 서 정의한 바와 같다. 바람직한 트리알킬클로로실란은, 예를 들면, 트리메틸클로로실란 $(CH_3)_3SiCl$ 이다.

[0011] 대부분의 가수분해 공정이 가수분해산물의 HCl 함량을 감소시키고자 하나, 통상적으로 제품의 안정성을 보장하기 위하여, HCl과 같은 염소계 종의 함량을 중화에 의해 추가로 감소시키는 것이 필요하다. 이는, 대부분의 조 가수분해산물에서의 가수분해성 HCl의 존재가 추가의 중합을 억제하는데 필요한 수준을 초과하며, 가수분해산물에서 선형 올리고머의 점도 증가, 즉, 점도 변화를 증가시키기 때문이다. 본 발명에 따라 탄소를 중화제로 선택하면, 중화는 더욱 효율적인 방법으로 이루어질 수 있다. 예를 들면, 중탄산나트륨염에 비하여 탄소를 사용하는 경우, 중화 주기, 및 중화 및 여과 주기는, 각각 최대 39% 및 27% 감소한다.

[0012] 여기서 중화 및 정제공정에서 사용되는 탄소는 편리한 모든 형태 및 적합한 모든 입자 크기일 수 있다. 예로는, 코크스, 차콜, 활성탄, 역청탄으로부터 유도된 탄소, 무연탄으로부터 유도된 탄소, 갈탄(brown coal)으로부터 유도된 탄소, 목재로부터 유도된 탄소, 토탄으로부터 유도된 탄소 또는 코코넛 껍질로부터 유도된 탄소를 포함한다. 역청탄으로부터 유도된 탄소가 이미 시판되고 있고 상대적으로 저렴하여 바람직하다. 본 발명의 1차 양태에서, 탄소를 폴리실록산 가수분해산물에 가하고, 혼합하고 이어서 분리시킨다. 2차 양태에서, 폴리실록산 가수분해산물을 탄소 고정상 베드에 통과시킬 수 있으며 여기서 탄소 미립자가 결과적으로 제거된다.

[0013] 본 발명의 공정에 사용되는 하나의 탄소종은 상표 BPL^R 80X270[미국 펜실베이니아주 피츠버그에 소재하는 칼곤 카본 코퍼레이션(Calgon Carbon Corporation) 제품]로 시판되는 과립의 역청탄 기반 활성탄이다. 탄소 입자로 이루어진 당해 물질은 80메쉬 체는 통과하지만 270메쉬 체에는 걸러지는 크기이다. 평균 입자 크기는 53 μm 초과 180 μm 미만이다.

[0014] 대체용으로 적합한 탄소종은 과립의 역청탄 기반 활성탄 상표 BPL^R 12X30(칼곤 카본 코퍼레이션 제품)로 시판되는 과립의 역청탄 기반 활성탄이다. 탄소 입자로 이루어진 당해 물질은 12메쉬 체는 통과하지만 30메쉬 체에는 걸러지는 크기이다. 평균 입자 크기는 550 μm 초과 1410 μm 미만이다. BPL^R 12X30은 2 내지 10%의 수분량을 지닌다.

[0015] 본 발명에 따르는 방법의 제1 양태에 대해 도시한 도면을 참고하자면, HCl과 같은 염소 함유 종을 잔여량 함유하는 조 가수분해산물 생성물이 일반적으로 미국 특허 제4,382,145호, 미국 특허출원 제10/958,768호, 미국 특허 제5,075,479호 및 미국 특허 제5,493,040호에 기재되어 있는 가수분해 공정의 일부인 가수분해 반응기로부터 취득된다. 가수분해산물을 저장 탱크로 펌핑하고, 이로부터 적합한 용량의 하나 이상의 혼합 탱크[각각의 용량: 약 1,000 내지 2,000gal(4.546 내지 9.092m³)]로 공급한다. 중화제 및 정화제, 즉 활성탄을 혼합 탱크에 공급하

여 조 가수분해산물에서 완전히 분산시켜, 잔여 염소 함유 중, 특히 HCl을 허용가능한 수준으로 중화시킨다.

[0016] 혼합 탱크로부터 중화된 가수분해산물을 적합한 여과 보조제로 예비 피복된 여과포로 싸여진 다수의 필터 판을 지나는 플레이트 프레임 필터 프레스를 통과시킨다. 중화된 가수분해산물에서 존재할 수 있는 다른 미립자 불순물 뿐만 아니라 활성탄이 제거되고 피복된 여과포에 걸러진다. 중화 및 여과된 가수분해산물을 여과되는 생성물의 필요에 따라 목적하는 수준으로 미립자를 제거하기 위해 적합한 필터를 통해 가압하에서 펌핑한다. 상기한 바와 같이, 다른 장치도 사용 가능하다. 예를 들면, 폴리실록산 가수분해산물을 탄소 중화 물질을 포함하는 고정상 베드로 통과시키고, 이어서 탄소 미립자를 적합한 미립자 미세 필터를 사용하여 중화된 가수분해산물로부터 제거할 수 있다.

실시예

[0017] 다음 실시예들은 본 발명을 더욱 상세하게 설명하기 위한 것이다.

[0018] 실시예 1 - 하이드라이드 작용성 폴리실록산 가수분해산물의 처리방법

[0019] 본 실시예에서, 일반적으로 도 1에 도시된 장치를 사용하여 일련의 5회 공정을 수행하였다. 각각의 공정에서, 주위온도에서 가수분해산물 배치 17,500lb(7938kg)를 처리하였다. 활성탄 약 20lb(10.872kg)를 각각의 공정의 각각의 혼합 탱크에 공급하였다. 혼합 탱크는 대기압에서 유지시켰다. 활성탄은 과립의 역청탄 기반 활성탄, BPL^R 80X270(칼콘 카본 코포레이션 제품)이다. 가수분해산물 및 활성탄의 슬러리를 4시간 동안 교반시켰다. HCl의 중화도 측정치로서 이의 산가를 측정하기 위하여 생성물을 분석하였다. 사용된 분석 방법은 시험 방법 D 664 및 D 974에 기재된 것과 일반적으로 동일한 방법이다. 당해 방법은 유기화합물 또는 유기 규소 화합물에서 산성 성분의 농도를 측정하기 위하여 고안되었다. 종말점을 측정하기 위하여 브로모크레졸 퍼플(BCP)과 같은 지시약 또는 분압기 측정법을 사용하였다. 샘플을 적정 용기에서 교반시키고, 용액을 중성 색상으로 전환시키는 데 필요한 표준 수산화칼륨(KOH)으로 적정시켰다. 결과를, KOH mg/생성물 1g으로 표시되는 산가로 나타내었다. 당해 공정의 결과를 표 1에 나타내었다.

표 1

상대적 산가 (KOH 중량(mg)/생성물 1g)			
실시예 1	조 가수분해산물의 산가	중탄산나트륨을 사용한 산가	활성탄을 사용한 산가
호류 1	0.0035	0.0017	0.0000
호류 2	0.0035	0.0026	0.0000
호류 3	0.0035	0.0024	0.0000
호류 4	0.0035	0.0012	0.0000
호류 5	0.0035	0.0027	0.0000

[0020]

[0021] 표 1에서, 가수분해산물을 활성탄으로 중화시키는 것이 중탄산나트륨염으로 중화시키는 것에 비해 현저히 효과적임을 알 수 있다. 별도의 측정시, 각각의 중화 주기를 종료하는데 소요된 평균시간이, 중탄산나트륨염을 사용하는 경우 약 7.75시간이었고, 활성탄을 사용하는 경우 약 4.75시간이어서, 활성탄을 사용하는 경우 주기가 약 39% 감소되는 것으로 밝혀졌다. 각각의 중화 주기 및 여과 주기를 종료하는데 필요한 평균 시간은, 중탄산나트륨염을 사용하는 경우 약 11시간, 활성탄을 사용하는 경우 약 8시간이어서, 활성탄을 사용하는 경우 주기가 약 27% 감소되었다.

[0022] 실시예 2

[0023] 각각의 고체 중화제/흡수제 20g을 점도가 30mm²/s인 비중화 트리메틸실록시 말단 메틸 수소 실록산 40g에 가하였다. 생성된 혼합물을 오비탈 교반기에서 15분 동안 진탕시키고, 이어서 30분 동안 침강시킨 후, 유리섬유 아크로디스크 젤리난(Glass Fibre Acrodisc Gelinan) No. 4253 1μm을 함유하는 예비필터로 통과시키고, 이어서 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 왓맨(Whatman) 1μm TF 소수성 필터(i) 또는 폴리실론(PS) 왓맨 1μm AS 친수성 필터(ii)를 사용하여 여과시켰다. 생성된 중화 및 여과된 트리메틸실록시 말단 메틸하이드로겐 실록산 샘플을 잔여 염산의 존재를 측정하기 위해 이온 크로마토그래피로 분석하였다. 본 실시예에서 사용된 탄소는 선행 실시예에서 사용되었던 과립의 역청탄 기반 활성탄 BPL^R 80X270(칼콘 카본 코포레이션 제품)이다. 상이한 고체

중화제의 효율상의 차이를 보이는 결과를 표 2에 나타내었다.

표 2

중화제/흡수제	필터	HCl (ppm)
비합유	비합유	1.230
탄소	PTFE	0.000
탄소	PS	0.017
실리카겔	PTFE	0.061
실리카겔	PS	0.045
CaCO ₃ (미세입자)	PTFE	0.088
CaCO ₃ (미세입자)	PS	0.032
CaCO ₃ (플랜트)	PTFE	0.025
CaCO ₃ (플랜트)	PS	0.023
Na ₂ CO ₃	PTFE	0.042
Na ₂ CO ₃	PS	0.019
MgO	PTFE	0.028
MgO	PS	0.024

표 2의 결과로 부터, 다른 중화제/흡수제에 비해 중화제/흡수제로서의 탄소 및 PTFE 필터를 사용하는 것이 현저히 우수하다는 것을 알 수 있을 것이다.

실시예 3

탄소가 최고의 중화제/흡수제임을 확인하기 위하여, 실시예 1에 기재된 시험방법을 이용하여 유사한 시험을 실시하였다(단, 이 경우, 결과는 HCl ppm으로 나타내었다). 각각의 고체 중화제/흡수제 20g을 점도 30mm²/s의 비중화 트리메틸실록시 말단 메틸하이드로겐 실록산 60g에 가하였다. 생성된 혼합물을 오비탈 교반기에서 2분 동안 진탕시키고, 10분 동안 침강시킨 후, 유리섬유 아크로디스크 겔리난 No. 4253 1μm AS 친수성 필터(GF)로 통과시키고, 및/또는 이후 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 와트맨 1μm TF 소수성 필터(i)를 사용하여 여과시켰다. 생성된 중화 및 여과된 트리메틸실록시 말단 메틸하이드로겐 실록산의 샘플을 BCP 시약을 사용하여 분석하여 적정의 종말점을 측정하였다. 상이한 고체 중화제의 효율상의 차이를 나타낸 결과를 표 3에서 비교하였다.

표 3

중화제/흡수제	필터	HCl (ppm)
비합유	TF	12.3
비합유	GF	9.9
탄소	GF/TF	0.9
CaCO ₃	TF	5.1
CaCO ₃	GF	3.8
Na ₂ CO ₃	TF	1.0
MgO	TF	2.3

탄산나트륨은 사용되는 탄소와 효율면에서 유사하나, 당해 결과로부터 명백하지 않은 부정적인 결과를 나타내기도 한다. 예를 들면, 탄산나트륨의 중화 효과는 실록산 중의 염화칼슘 오염물을 형성시키는 화학반응을 이용하여 수행한다. 탄소는, 실질적으로 흡수에 의해 작용하며, 혼합 공정이 종료된 후 여과에 의해 실록산으로부터 용이하게 분리됨으로써 오염도를 최소화할 수 있는 것으로 간주된다.

다음의 실시예는 PDMS 가수분해산물을 탄소처리하여 HCl 함량을 감소시키고, 통상적으로 PDMS에 존재하는 흡수량을 감소시키는 것에 관한 것이다. 예를 들면, HCl의 존재에 의해 발생하는 축합반응에 의해 물이 형성되고, 그 결과 시간에 대한 PDMS의 점도, 즉, 소위 점도 변화가 증가하는 것으로 공지되어 있다. PDMS의 HCl 함량이 이러한 불필요한 축합반응을 야기하는 것으로 알려진다.

실시예 4

본 실시예에서, 물 함유 PDMS로부터 소량(ppm)의 HCl을 제거하였다. 탄소처리 후, 가수분해성 HCl이 감소하는 것이 관찰되었는데, 이는 예상치 못한 현상이었다. 본 실시예에서 사용된 중화제는 과립의 역청탄 기반 활성탄(상표 BPL[®] 12X30, 칼콘 카본 코포레이션 제품)이다. 당해 물질은 12메쉬 체는 통과하나 30메쉬 체에 걸러지는

크기의 탄소입자로 이루어져 있다. 평균 입자 크기는 $550\mu\text{m}$ 이상이며 $1410\mu\text{m}$ 미만이다. BPL^R 12X30은 습도가 약 2 내지 10%이다. 탄소 10g을 PDMS 300g에 가하였다. 슬러리를 2시간 동안 병굴림(bottle roll)하여 침강시키고, 슬러리로부터 PDMS를 경사분리시켰다. 상기 공정을 무수 탄소 10g을 사용하여 반복하였다. 함수 탄소 및 무수 탄소 모두가 가수분해성 HCl을 0.23ppm 내지 0.03ppm만큼 제거하는 것이 측정되었다.

[0033] 상기 결과를, 검출용 전도도 검출기 및 정량분석용 외부 표준준금을 사용하여, 수성 샘플에서 음이온과 양이온을 분리시키는 데 통상적으로 사용하는 이온 크로마토그래피식 방법에 의해 분석적으로 측정하였다. 억제 또는 비억제된 검출 한계 전도도 모드의 공정을 전도도 검출로 특성화하였다. 결과를 중량/중량 기준으로 백만분의 부(ppm) 또는 10억분의 부(ppb)로 나타내었다.

[0034] 실시예 5

[0035] PDMS를 동일한 탄소 중화제의 30mm 충전층에 잔류시간 6분으로 통과시키는 것을 제외하고는 실시예 4를 반복하였다. 제공된 PDMS의 HCl 함량은 0.28ppm이었다. 3시간 후, 처리된 PDMS가 존재하는 상은 HCl을 평균 0.05ppm 함유하였다. 당해 공정을 잔류 시간 40분으로 반복하였더니, PDMS의 평균 HCl 함량이 9시간 후 0.15ppm에서 0.03ppm으로 감소하였다.

[0036] 실시예 6

[0037] 실시예 5의 공정을 사용하여, 몇몇 상이한 미디어를 15분의 잔류시간으로 평가하고 각각의 미디어를 통해 PDMS를 통과시켜 평균 HCl 감소율을 6시간 주기로 측정하였다. 상기 평가 결과를 하기한 표 4에 나타내었다. 표 4에서 알 수 있는 바와 같이 탄소가 가장 효과적이다. 앰버리스트(Amberlyst)^R A26은 4급 암모늄 작용기 및 소결-직경 $400\text{--}700\times 10^{-10}\text{m}$ 을 지나는 강염기성 거대망상 음이온 수지[미국 펜실베이니아주 필라델피아에 소재하는 롬 앤 하스 캄파니(Rohm & Haas Company) 제품]이다. 앰버리스트^R A21은 아미노 작용기 및 평균 소결크기 $900\text{ 내지 }1300\times 10^{-10}\text{m}$ 를 지나는 약염기성 거대망상 음이온 수지이다. 분자체(Molecular Sieve) $\times 13$ 은 $\text{Na}_{86}[(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106}]\text{XH}_2\text{O}$ 에 상응하는 화학식을 지니며, 이는 벌크 농도 $600\text{--}700\text{kgm}^{-3}$ 의 통상 소결크기 $10\times 10^{-10}\text{m}$ [미국 일리노이주 데스 플레인즈에 소재하는 유오피 엘엘씨(UOP LLC) 제품]이다.

표 4

중화제/흡수제	제거된 HCl(%)
분자체 X13	48
MgO	64
앰버리스트® A26	72
탄소	81
앰버리스트® A21	89

[0038]

[0039] 실시예 6 및 표 4에서는 앰버리스트^R A21이 탄소에 비해 HCl을 조금 더 제거시키지만, 본 발명에서 탄소가 더욱 적합한 이유를 나타내었다. 예를 들면, 탄소는 더욱 저렴한 초기 장치 비용, 사용시 오염물의 불침가 및 PDMS 스트림으로부터 황과 같은 불순물을 제거할 수 있음을 들 수 있다.

[0040] 앰버리스트^R A21은 또한 초기 적용시 약간의 악취를 지녀 가수분해산물을 오염시킨다.

[0041] 본 발명의 필수적 특징을 벗어나지 않는 본 명세서에 기재된 화합물, 조성물 및 방법의 다른 변형이 있을 수 있다. 특히 여기에서 설명한 본 발명의 양태는 단지 예시용일 뿐이며 첨부된 청구의 범위에서 정의한 것을 제외하고는 발명의 범주를 제한하려는 것은 아니다.

도면

도면1

