



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2014년02월21일  
 (11) 등록번호 10-1365582  
 (24) 등록일자 2014년02월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*C08L 83/04* (2006.01) *C08G 77/04* (2006.01)  
*C08K 3/26* (2006.01) *C08K 9/04* (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2011-7013473  
 (22) 출원일자(국제) 2011년12월15일  
 심사청구일자 2011년06월13일  
 (85) 번역문제출일자 2011년06월13일  
 (65) 공개번호 10-2011-0091870  
 (43) 공개일자 2011년08월16일  
 (86) 국제출원번호 PCT/EP2009/067152  
 (87) 국제공개번호 WO 2010/072615  
 국제공개일자 2010년07월01일  
 (30) 우선권주장  
 10 2008 055 146.5 2008년12월23일 독일(DE)  
 (56) 선행기술조사문헌  
 DE19725501 C1  
 JP02151659 A  
 JP11012469 A  
 US05093454 A

(73) 특허권자  
**와커 헤미 아게**  
 독일연방공화국 81737 문헨 한스-사이텔-플라츠 4  
 (72) 발명자  
**쉴 우베**  
 독일 01640 코스빅 로메르스트라세 4  
**오슈텐도르프 데틀레프**  
 독일 01129 드레스덴 바인베르그슈트라세 25  
 (74) 대리인  
**유미특허법인**

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 강신건

(54) 발명의 명칭 **오르가노실리콘 화합물을 기재로 하는 가교결합성 물질**

**(57) 요약**

본 발명은, 축합 반응에 의해 가교결합될 수 있으며, (A) 2개 이상의 축합가능한 기를 가진 오르가노실리콘 화합물, (B) 식  $(R^3O)_{3-n}SiR_n^2-(CR^1_2)_m-NR^7-CO-R^8$  (I)의 오르가노실리콘 화합물 및/또는 그 가수분해물, (C) 식  $A[CR^4_2SiR^5_a(OR^6)_{3-a}]_x$  (V)의 헤테로사이클릭 화합물 및/또는 그 부분 가수분해물, 선택적으로 (D) 에폭시-작용성 오르가노실리콘 화합물, 및 선택적으로 (E) 스테아르산으로 코팅된 탄산 칼슘을 이용하여 제조될 수 있는 가교결합성 조성물에 관한 것이다 (모든 기와 문자들은 제1항에 정의된 바와 같다).

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

축합 반응에 의해 가교결합될 수 있으며, 하기 식의 화합물들을 이용하여 제조될 수 있는 가교결합성 조성물:

(A) 하기 식 (VI)으로 표시되는 유닛을 포함하는, 2개 이상의 축합가능한 기를 가진 오르가노실리콘 화합물:



상기 식에서,

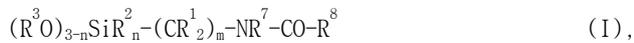
R은 동일하거나 상이할 수 있고, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 1~18개의 탄소 원자를 가진 1가의 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼이며, 여기서 상기 (폴리) 글리콜 라디칼은 옥시에틸렌, 옥시프로필렌, 또는 옥시에틸렌 및 옥시프로필렌 유닛으로 형성됨,

b는 0, 1, 2 또는 3이고,

c는 0, 1, 2 또는 3이고,

단, b+c ≤ 3 이고, 분자당 2개 이상의 축합가능한 라디칼 OH가 존재함,

(B) 하기 식(I)의 오르가노실리콘 화합물, 그 가수분해물, 또는 하기 식(I)의 오르가노실리콘 화합물 및 그 가수분해물



상기 식에서,

R<sup>1</sup>은 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 1~18개의 탄소 원자를 가진 1가의 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼이며, 여기서 상기 (폴리) 글리콜 라디칼은 옥시에틸렌, 옥시프로필렌, 또는 옥시에틸렌 및 옥시프로필렌 유닛으로 형성됨,

R<sup>2</sup>는 동일하거나 상이할 수 있고, 1가의, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 1~18개의 탄소 원자를 가진 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼이며, 여기서 (폴리)글리콜 라디칼은 옥시에틸렌, 옥시프로필렌, 또는 옥시 에틸렌 및 옥시프로필렌 유닛으로 형성됨,

R<sup>3</sup>는 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 1가의, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는 1~6개의 탄소 원자를 가진 알킬 라디칼이며,

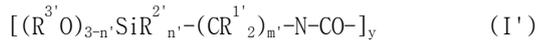
R<sup>7</sup>은 수소 원자, 또는 1가의, 카르보닐기를 통해 질소 원자가 부착될 수 있는, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 1~18개의 탄소 원자를 가진 1가의 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼, 여기서 상기 (폴리) 글리콜 라디칼은 옥시에틸렌, 옥시프로필렌, 또는 옥시에틸렌 및 옥시프로필렌 유닛으로 형성됨, 또는 하기 식 (I')의 2가 라디칼이고,

R<sup>8</sup>은 1가의, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 1~18개의 탄소 원자를 가진 1가의 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼, 여기서 상기 (폴리) 글리콜 라디칼은 옥시에틸렌, 옥시프로필렌, 또는 옥시에틸렌 및 옥시프로필렌 유닛으로 형성됨, 또는 하기 식 (I')의 2가 라디칼이고,

R<sup>7</sup> 와 R<sup>8</sup>는, 서로 환을 형성할 수 있으며,

m은 1~8의 정수이고, 및

n은 0, 1 또는 2임:



상기 식에서, R<sup>1'</sup>는 R<sup>1</sup>에 대해 전술한 정의를 가지며, R<sup>2'</sup>는 R<sup>2</sup>에 대해 전술한 정의를 가지며, R<sup>3'</sup>는 R<sup>3</sup>에 대해 전술한 정의를 가지며, m'는 m에 대해 전술한 정의를 가지며, n'는 n에 대해 전술한 정의를 가지며, y는 정수임, (C) 하기 식(V)의 헤테로사이클릭 화합물, 그 부분 가수분해물, 또는 하기 식(V)의 헤테로사이클릭 화합물 및 그 부분 가수분해물



A는, 제3족 또는 제5족에서 선택된 환 형성 원소를 하나 이상 함유하는 헤테로 사이클 AH<sub>x</sub>를 기재로 하는 라디칼이고, 여기서 x개의 수소 원자는 화학 결합에 의해 CR<sup>4</sup><sub>2</sub> 라디칼로 치환되고, 이들 결합 중 하나 이상은 제3족 또는 제5족의 환 형성 원소에 위치하고,

R<sup>4</sup>는 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 1가의, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 1~20개의 탄소 원자를 가진 탄화수소 라디칼이며,

R<sup>5</sup>는 동일하거나 상이할 수 있고, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 1~18개의 탄소 원자를 가진 1가의 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼이며, 여기서 상기 (폴리) 글리콜 라디칼은 옥시에틸렌, 옥시프로필렌, 또는 옥시에틸렌 및 옥시프로필렌 유닛으로 형성됨,

R<sup>6</sup>은 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자, 또는 1가의, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는, 1-6개의 탄소 원자를 가진 알킬 라디칼,

a는 0 또는 1이고,

x는 1, 2 또는 3이고,

단, 라디칼 A는, 이 중 결합에 의해 부착된 산소 또는 황 원자를 가지면서 식 (V)의 CR<sup>4</sup><sub>2</sub> 라디칼에 결합된 제3족 또는 5족의 환-형성 헤테로원자에 직접 결합하는 환 탄소 원자를 포함하지 않음.

**청구항 2**

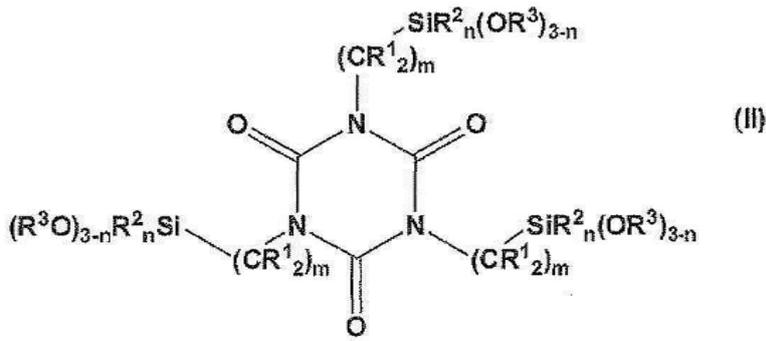
삭제

**청구항 3**

제1항에 있어서, 상기 화합물(B)는 실릴-치환된 이소시아네이트와 우레트디온, 이소시아누레이트 및 이미노옥사디아진 구조체의 다이머화, 트리머화, 또는 다이머화 및 트리머화 생성물 또는 이들의 부분 가수분해물을 포함하는 것을 특징으로 하는 가교결합성 조성물.

**청구항 4**

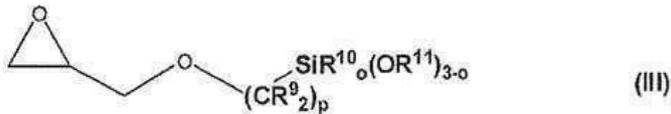
제1항에 있어서, 상기 화합물(B)는 하기 일반식의 실릴-치환된 이소시아누레이트 또는 그 부분 가수분해물인 것을 특징으로 하는 가교결합성 조성물:



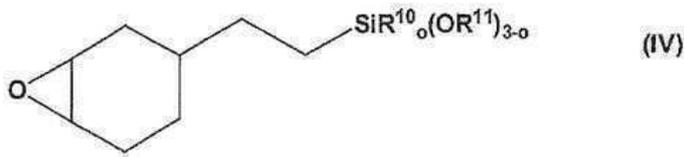
상기 식에서, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, n 및 m은 각각 동일하거나 상이하며, 전술한 정의 중의 하나를 나타냄.

**청구항 5**

제1항에 있어서, 상기 가교결합성 조성물이 하기 식으로 표시되는 에폭시-작용성 오르가노실리콘 화합물(D)를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 가교결합성 조성물.



또는



상기 식에서,

o는 동일하거나 상이할 수 있고, 0, 1 또는 2이고,

p는 1~8의 정수이고,

R<sup>9</sup>은 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 1~18개의 탄소 원자를 가진 1가의 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼이며, 여기서 상기 (폴리) 글리콜 라디칼은 옥시에틸렌, 옥시프로필렌, 또는 옥시에틸렌 및 옥시프로필렌 유닛으로 형성됨,

R<sup>10</sup>은 동일하거나 상이할 수 있고, 1가의, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 1~18개의 탄소 원자를 가진 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼이며, 여기서 (폴리)글리콜 라디칼은 옥시에틸렌, 옥시프로필렌, 또는 옥시 에틸렌 및 옥시프로필렌 유닛으로 형성됨,

R<sup>11</sup>은 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 1가의, 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캡토기, 시아노기에 의해 치환되거나 치환되지 않은, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는 1~6개의 탄소 원자를 가진 알킬 라디칼임.

**청구항 6**

제1항에 있어서, 하기 성분들을 사용하여 대기 습도하에서 축합 반응을 통해 가교될 수 있는 것을 특징으로 하

는 가교결합성 조성물:

(A) 식(VI)의 유닛을 포함하는, 2개 이상의 축합가능한 기를 가진 오르가노실리콘 화합물,

(B) 식(I)의 오르가노실리콘 화합물, 그 부분 가수분해물, 또는 식(I)의 오르가노실리콘 화합물 및 그 부분 가수분해물

(C) 식(V)의 헤테로사이클릭 화합물, 그 부분 가수분해물, 또는 식(V)의 헤테로사이클릭 화합물 및 그 부분 가수분해물.

**청구항 7**

삭제

**청구항 8**

제1항에 있어서, 성분(E) 스테아르산으로 코팅된 탄산 칼슘을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 가교결합성 조성물.

**청구항 9**

제1항 또는 제3항 내지 제6항 또는 제8항 중 어느 한 항에 기재된 조성물을 제조하는 방법으로서, 물을 배제한 상태에서, 상기 모든 성분들을 서로 혼합하는 것을 특징으로 하는 방법.

**청구항 10**

제1항 또는 제3항 내지 제6항 또는 제8항 중 어느 한 항에 기재된 조성물을 가교결합시킴으로써 제조되는 성형체.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 헤테로사이클 치환체를 함유하는, 오르가노실리콘 화합물을 기재로 하는 가교결합 가능한 물질, 그의 제조 방법 및 용도에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 물이 없는 상태에서 저장가능하고 가황시 실온에서 물을 흡수하여 탄성체를 형성하는 1성분 밀봉 컴파운드(sealing compound)(RTV-1)는 오래전부터 알려져 있다. 이들 제품들은, 예를 들면, 건축 산업에서 대량으로 사용된다. 이러한 혼합물은 OH기와 같은 반응성 치환체를 가진 실릴기, 또는 예컨대 알콕시기와 같은 가수분해 가능한 기를 말단에 가진 폴리머를 기재로 한다. 특히 중요한 전문적인 응용분야는 다량의 충전제를 포함하는 중성적으로 가교되는 밀봉체인데, 그 이유는 이러한 종류의 조성물은 특히 양호한 가공성을 가지고 있기 때문이다. 이러한 목적에서 특히 관심을 끄는 것은 소위 알콕시-가교성 밀봉체인데, 그 이유는 경화 과정에서 이러한 밀봉체들은 건강 측면에서 해가 되는 분해 산물을 발생시키기 때문이다.

[0003] 이러한 밀봉체들에 대해서는, 수많은 상이한 기재에 대한 이들의 접착성 면에서 특히 엄격한 요건이 적용된다. 이러한 기능은 통상적으로 접착 촉진제로서 오르가노작용성 실란을 부가함으로써 해결된다. 이와 관련하여, 특히 US-A 5,093,454를 참고하면, 이 특허문헌은 실릴-치환된 이소시아누레이트와 에폭시-작용성 실란으로 구성된 접착 촉진제 조성물에 대해 기재하고 있다. 이 문헌에 기재된 알콕시-작용성 실란을 이용한 조성물은 보관 시 안정하지 않지만 폴리머 성분이 가교결합제와 혼합되면 짧은 시간 내에 완전히 경화된다. 이러한 조성물은 건축 분야에서의 용도로는 관심을 끌지 못한다.

[0004] 양호한 기관 접착력 뿐만 아니라, 건축 분야용 밀봉체들은 낮은 100% 신장 변형(extension strain), 통상 모듈러스를 가져야 한다. 그러한 저-모듈러스 밀봉체에 대한 100% 신장 변형은 일반적으로 0.4 MPa 미만이어야 한다. 또한, 그 생성물들이 반드시 매우 양호한 보관 안정성을 가져야 할 필요가 있는데, 그들의 보장된 보관 수명의 종료 시점에서도 무결점의 기능성을 여전히 나타낼 정도로 안정해야 한다. 그 밖에도 양호한 가공성을 위해서는 조성물이 성형가능해야 하는데, 이것은 일반적으로는 다량의 충전제를 부가함으로써 달성된다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

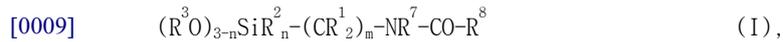
[0005] 본 발명의 목적은 접착성과 가공성이 양호한 오르가노실리콘 화합물 기재의 가교결합 가능한 물질, 그의 제조 방법 및 용도를 제공하는 것이다.

**과제의 해결 수단**

[0006] 본 발명은, 축합 반응에 의해 가교결합될 수 있으며, 하기 식의 화합물들을 이용하여 제조될 수 있는 조성물을 제공한다:

[0007] (A) 2개 이상의 축합가능한 기를 가진 오르가노실리콘 화합물,

[0008] (B) 하기 식의 오르가노실리콘 화합물 및/또는 그 가수분해물



[0010] 상기 식에서,

[0011]  $R^1$ 은 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 1가의, 선택적으로 치환된, 탄화수소 라디칼이고,

[0012]  $R^2$ 는 동일하거나 상이할 수 있고, 1가의, 선택적으로 치환된, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는 탄화수소 라디칼이고,

[0013]  $R^3$ 는 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 1가의, 선택적으로 치환된, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는 탄화수소 라디칼이고,

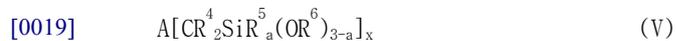
[0014]  $R^7$ 은 수소 원자, 또는 1가의, 선택적으로 치환된, 카르보닐기를 통해 질소 원자가 부착될 수 있는, 탄화수소 라디칼, 또는 브릿지성 유기 라디칼의 일부이고,

[0015]  $R^8$ 은 1가의, 선택적으로 치환된 탄화수소 라디칼, 또는 브릿지성 유기 라디칼의 일부이고,  $R^7$ 와  $R^8$ 는 서로 환을 형성할 수 있으며,

[0016]  $m$ 은 1~8의 정수, 더욱 바람직하기로는 1 또는 3이고

[0017]  $n$ 은 0, 1 또는 2, 바람직하게는 0 또는 1이고, 더욱 바람직하기로는 0이고,

[0018] (C) 하기 식의 헤테로사이클릭 화합물 및/또는 그 부분 가수분해물



[0020] A는, 제3족 및/또는 제5족의 환 형성 원소를 하나 이상 함유하는 헤테로 사이클  $AH_x$ 를 기재로 하는 라디칼이고, 여기서  $x$ 개의 수소 원자는 화학 결합에 의해  $CR^4_2$  라디칼로 치환되고, 이들 결합 중 하나 이상은 제3족 또는 제5족의 환 형성 원소에 위치하고,

[0021]  $R^4$ 는 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 1가의, 선택적으로 치환된, 탄화수소 라디칼이고,

[0022]  $R^5$ 는 동일하거나 상이할 수 있고, 1가의, 선택적으로 치환된, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는 탄화수소 라디칼이고,

[0023]  $R^6$ 은 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자, 또는 1가의, 선택적으로 치환된, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는 탄화수소 라디칼이고,

[0024]  $a$ 는 0 또는 1, 바람직하기로는 0이고,

[0025]  $x$ 는 1, 2 또는 3, 바람직하게는 1 또는 2이고, 더욱 바람직하기로는 1이고,

- [0026] 단, 라디칼 A는, 이중 결합에 의해 부착된 산소 또는 황 원자를 가지면서 식 (V)의 CR<sub>2</sub><sup>4</sup> 라디칼에 결합된 제3족 또는 5족의 환-형성 헤테로원자에 직접 결합하는 환 탄소 원자를 포함하지 않으며,
- [0027] 선택적으로 (D) 에폭시-작용성 오르가노실리콘 화합물, 및
- [0028] 선택적으로 (E) 스테아르산으로 코팅된 탄산 칼슘.
- [0029] "부분 가수분해물"이라는 용어는 본 발명의 목적상 가수분해 및/또는 축합을 통해 발생하는 생성물을 의미한다.
- [0030] 본 발명에 따라 사용되는 오르가노실리콘 화합물(A)는 축합 반응에 의해 가교결합될 수 있는 조성물에 있어서 지금까지 사용되어 온, 2개 이상의 축합성 기를 가진 임의의 모든 오르가노실리콘 화합물이다.
- [0031] 본 발명에 따라 사용되는 오르가노실리콘 화합물(A)는 바람직하기로는 하기 식으로 표시되는 유닛을 포함하는 화합물이다:
- [0032] 
$$R_b(OH)_cSiO_{(4-b-c)/2} \quad (VI)$$
- [0033] 상기 식에서,
- [0034] R은 동일하거나 상이할 수 있고, 1개의, 선택적으로 치환된, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는 탄화수소 라디칼이고,
- [0035] b는 0, 1, 2 또는 3, 바람직하기로는 2이고,
- [0036] c는 0, 1, 2 또는 3, 바람직하게는 0 또는 1이고,
- [0037] 단, b+c ≤ 3 이고, 분자당 2개 이상의 축합가능한 라디칼 OH가 존재한다.
- [0038] 라디칼 R은 바람직하게는, 선택적으로 할로겐 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머크랍토기, 시아노기에 의해 치환된, 1~18개의 탄소 원자를 가진 1개의 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼을 포함하며, 후자는 옥시에틸렌 및/또는 옥시프로필렌 유닛으로 형성된 것이며, 더욱 바람직하기로는 1-12개의 탄소 원자를 가진 알킬 라디칼, 특히 메틸 라디칼을 포함한다.
- [0039] 라디칼 R의 예는, 메틸, 에틸, n-프로필, 이소프로필, 1-n-부틸, 2-n-부틸, 이소부틸, tert-부틸, n-펜틸, 이소펜틸, 네오펜틸, 및 tert-펜틸 라디칼과 같은 알킬 라디칼; n-헥실 라디칼과 같은 n-헥실 라디칼; n-헵틸 라디칼과 같은 헵틸 라디칼; n-옥틸 라디칼과 같은 옥틸 라디칼 및 2,2,4-트리메틸헵틸 라디칼과 같은 이소옥틸 라디칼; n-노닐 라디칼과 같은 노닐 라디칼; n-데실 라디칼과 같은 데실 라디칼; n-도데실 라디칼과 같은 도데실 라디칼; n-옥타데실 라디칼과 같은 옥타데실 라디칼; 시클로헵틸, 시클로헥실 및 시클로헵틸 라디칼, 및 메틸시클로헥실 라디칼과 같은 시클로알킬 라디칼; 비닐 라디칼, 1-프로페닐 라디칼 및 2-프로페닐 라디칼과 같은 알케닐 라디칼; 페닐, 나프틸, 안트릴 및 페난트릴 라디칼과 같은 아릴 라디칼; o-, m- 및 p-톨릴 라디칼과 같은 알카릴 라디칼; 크실릴 라디칼 및 에틸페닐 라디칼; 및 벤질 라디칼, α- 및 β-페닐에틸 라디칼과 같은 아랄킬 라디칼이다.
- [0040] 치환된 라디칼 R의 예는, 3,3,3-트리플루오로프로프-1-일 라디칼, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오로프로프-2-일 라디칼, 및 헵타플루오로프로프-2-일 라디칼과 같은 할로알킬 라디칼, o-, m- 및 p-클로로페닐 라디칼과 같은 할로아릴 라디칼, 및 2-메톡시에틸 라디칼, 2-메톡시프로프-1-일 라디칼 및 2-(2-메톡시에톡시)에틸 라디칼이다.
- [0041] 오르가노실리콘 화합물(A)의 예는 Me가 메틸 라디칼인 식 (HO)Me<sub>2</sub>SiO[SiMe<sub>2</sub>O]<sub>30-2000</sub>SiMe<sub>2</sub>(OH)로 표시되는 화합물들이다.
- [0042] 본 발명에 따라 사용되는 오르가노실리콘 화합물(A)는 바람직하기로는 선형, OH- 말단 오르가노폴리실록산, 더욱 바람직하기로는 α, ω-디하이드록시폴리디오르가노실록산, 더욱 바람직하기로는 α, ω-디하이드록시폴리디메틸실록산이다. 전술한 선형 실록산에 있어서, 제조 결과, 모든 유닛의 0.1%까지는 예를 들어 MeSiO<sub>3/2</sub> or SiO<sub>4/2</sub> 유닛에서와 같은 분지를 가질 수 있다.
- [0043] 본 발명에 따라 사용되는 오르가노실리콘 화합물(A)는 25°C에서 바람직하기로는 100~10<sup>6</sup> mPas의 점도, 더욱 바

람직하기로는  $10^3 \sim 350,000$  mPas의 점도를 가진다.

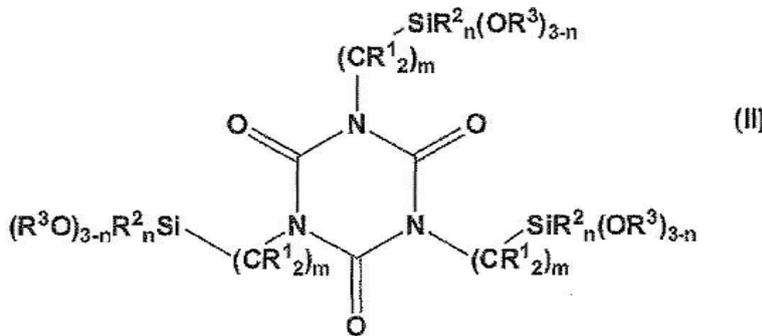
- [0044] 오르가노실리콘 화합물(A)는 상업적으로 입수가 가능한 제품 및/또는 실리콘 화학 분야에서 통상의 방법에 의해 제조될 수 있다.
- [0045] 선택적으로 치환된 탄화수소 라디칼  $R^1$ 의 예는, R에 대해 전술한 라디칼들이다.
- [0046] 라디칼  $R^1$ 은 바람직하게는 수소 원자 또는 알킬 라디칼이고, 특히 바람직하기로는 수소 원자이다.
- [0047] 라디칼  $R^2$ 의 예는, R에 관해서 전술한 라디칼들이다.
- [0048] 라디칼  $R^2$ 는 바람직하게는, 선택적으로 할로젠 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 머르캅토기, 시아노기에 의해 치환된, 1~20개의 탄소 원자를 가진 1가의 탄화수소 라디칼, 또는 (폴리)글리콜 라디칼을 포함하며, 후자는 옥시에틸렌 및/또는 옥시프로필렌 유닛으로 형성된 것이며, 더욱 바람직하기로는 1-12개의 탄소 원자를 가진 알킬 라디칼, 특히 메틸 라디칼을 포함한다.
- [0049] 선택적으로 치환된 탄화수소 라디칼  $R^3$ 의 예는, R에 대해 전술한 라디칼들이다.
- [0050] 라디칼  $R^3$ 는 바람직하게는 수소 원자 및 1~6개의 탄소 원자를 가진 알킬 라디칼, 특히 바람직하게는 메틸 및 에틸 라디칼을 포함한다.
- [0051] 선택적으로 치환된 탄화수소 라디칼  $R^7$ 의 예는, 식(I)의 화합물을 기재로 하는 라디칼 R에 대해 전술한 라디칼로서, 식(I)에서  $R^8$ 은 화학 결합, 2가의, 선택적으로 치환된, 예를 들어 n-프로필렌 및 n-부틸렌 라디칼과 같은 탄화수소 라디칼, 및 식(I)의 화합물을 기재로 하는 2가의 라디칼 및 이들의 다이머 또는 폴리머이며, 하나의  $R^7$ 과 하나의  $R^8$ 은 각각 화학 결합에 의해 치환된 것이다.
- [0052]  $R^7$ 은 바람직하기로는 수소 원자, 또는 1가의, 선택적으로 치환된, 카르보닐기를 통해 질소 원자가 부착될 수 있는, 탄화수소 라디칼, 또는 식(I)의 화합물로부터 유래된 2가의 라디칼이며, 따라서 식(I)에서 질소 원자는 이러한 2가의 라디칼을 통해 카르보닐 탄소 원자와 환을 형성할 수 있다.
- [0053]  $R^7$ 은 더욱 바람직하기로는 식(I)의 화합물로부터 유래된 2가의 라디칼이며, 따라서 식(I)에서 질소 원자는 이러한 2가의 라디칼을 통해 카르보닐 탄소 원자와 환을 형성할 수 있다.
- [0054] 라디칼  $R^8$ 의 예는,  $R^7$ 에 대해 전술한 라디칼들이다.
- [0055]  $R^8$ 은 바람직하기로는 1가의, 선택적으로 치환된 탄화수소 라디칼, 또는 식(I)의 화합물로부터 유래된 2가의 라디칼이며, 따라서 식(I)에서 카르보닐 탄소 원자는 이러한 2가의 라디칼을 통해 질소 원자와 환을 형성할 수 있다.
- [0056]  $R^8$ 은 더욱 바람직하기로는 식(I)의 화합물로부터 유래된 2가의 라디칼이며, 따라서 식(I)에서 카르보닐 탄소 원자는 이러한 2가의 라디칼을 통해 질소 원자와 환을 형성할 수 있다.
- [0057] 라디칼  $R^7$ 과  $R^8$ 은 더욱 바람직하기로는 식(I)에서 질소 원자와 카르보닐 탄소 원자와 결합하여 환을 형성하는 2가의 라디칼이다. 이 라디칼은 더욱 바람직하기로는 하기 식의 2가 라디칼이다:
- [0058] 
$$[(R^{3'}O)_{3-n}SiR^{2'}_n-(CR^{1'}_2)_m-N-CO-]_y \quad (I')$$
- [0059] 상기 식에서,  $R^{1'}$ 은  $R^1$ 에 대해 전술한 정의를 가지며,  $R^{2'}$ 은  $R^2$ 에 대해 전술한 정의를 가지며,  $R^{3'}$ 은  $R^3$ 에 대해 전술한 정의를 가지며, m'는 m에 대해 전술한 정의를 가지며, n'는 n에 대해 전술한 정의를 가지며, y는 정수, 바람직하기로는 1 또는 2, 더욱 바람직하기로는 2이다.
- [0060] 본 발명에 따라 사용되는 오르가노실리콘 화합물(B)의 예는 N-1-(트리에톡시실릴)에틸피롤리드-2온, N-1-(트리에톡시실릴)에틸-N-메틸아세트아미드, N-1-(트리에톡시실릴)에틸숙신아미드, N-1-(트리에톡시실릴)에틸프탈아미드, N,N'-비스(3-(트리메톡시실릴)프로필)우레트디온, 1,3,5-트리스(3-트리메톡시실릴프로필)이소시아누레이트,

1,3,5-트리스(3-트리에톡시실릴프로필)이소시아누레이트, N,N',N''-트리스(3-트리메톡시실릴)프로필)-2-이미노-3H,5H-1,3,5-옥사디아진-4,6-디온, 1,3,5-트리스[3-(트리메톡시실릴)프로필]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리온, 1,3,5-트리스[3-(트리에톡시실릴)프로필]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리온, 1,3,5-트리스[트리메톡시실릴메틸]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리온, 1,3,5-트리스[트리에톡시실릴메틸]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리디온, 1,3,5-트리스[3-(디메톡시메틸실릴)프로필]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리디온, 1,3,5-트리스[3-(디에톡시메틸실릴)프로필]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리디온, 1,3,5-트리스[디메톡시메틸실릴메틸]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리디온, 1,3,5-트리스[디에톡시메틸실릴메틸]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리디온, 및 실릴-치환된 이소시아네이트와 우레트디온, 이소시아누레이트 및 이미노옥사디아진 구조체의 다이머화 및/또는 트리머화 생성물 및/또는 이들의 부분 가수분해물이다.

[0061] 오르가노실리콘 화합물(B)의 또 다른 예는 트리에톡시실릴 라디칼 또는 트리메톡시실릴 라디칼이 디에톡시메톡시실릴 라디칼 또는 에톡시디메톡시실릴 라디칼로 치환된 전술한 모든 화합물 및 디에톡시메틸실릴 라디칼 또는 디메톡시메틸실릴 라디칼이 에톡시메톡시메틸실릴 라디칼로 치환된 전술한 모든 화합물이다.

[0062] 본 발명에 따라 사용되는 화합물(B)는 실릴-치환된 이소시아네이트와 우레트디온, 이소시아누레이트 및 이미노옥사디아진 구조체의 다이머화 및/또는 트리머화 생성물 및/또는 이들의 부분 가수분해물을 포함한다.

[0063] 본 발명에 따라 사용되는 화합물(B)는 더욱 바람직하기로는 하기 일반식의 실릴-치환된 이소시아누레이트 및/또는 그 부분 가수분해물이다.



[0064] 상기 식에서, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, n 및 m은 각각 동일하거나 상이하며, 전술한 정의 중의 하나를 나타내며, 더욱 바람직하기로는 1,3,5-트리스[3-(트리메톡시실릴)프로필]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리디온, 1,3,5-트리스(3-트리메톡시실릴프로필)이소시아누레이트, 1,3,5-트리스(3-트리에톡시실릴프로필)이소시아누레이트, 및 1,3,5-트리스[3-(트리에톡시메틸실릴)프로필]-1H,3H,5H-1,3,5-트리아진-2,4,6-트리디온이다.

[0066] 식(I)의 화합물의 부분 가수분해물은 부분 호모-가수분해물일 수도 있고 부분 코-가수분해물일 수도 있다. 본 발명에 따라 사용되는 성분(B)가 식(I)의 화합물의 부분 가수분해물을 포함하는 경우에는, 이러한 경우는 바람직하지는 않지만 실제로 회피하기는 곤란한데, 5개 이하의 Si-O-Si 결합을 가진 것이 바람직하다.

[0067] 성분(B)는 상업적으로 입수가 가능한 제품 및/또는 통상적인 화학 반응에 의해 제조될 수 있는데, 이러한 반응으로는 실릴-치환된 할로하이드로카본과 무기 시아네이트, 예를 들어 3-클로로프로필트리메톡시실란과 시안산칼륨의 반응을 예로 들 수 있다.

[0068] 본 발명의 조성물은 각각의 경우에 가교성 조성물 100 중량부를 기준으로 성분(B)를, 바람직하게는 0.05~2 중량부, 특히 바람직하게는 0.1~1.5 중량부, 특히 0.5~1.2 중량부의 양으로 포함한다.

[0069] 선택적으로 치환된 탄화수소 라디칼 R<sup>4</sup>의 예는 R에 대해 전술한 라디칼들이다.

[0070] 라디칼 R<sup>4</sup>는 바람직하기로는 수소 원자, 또는 1~20개의 탄소 원자를 가진 탄화수소 라디칼, 더욱 바람직하게는 수소 원자이다.

[0071] 라디칼 R<sup>5</sup>의 예는 라디칼 R에 대해 전술한 라디칼들이다.

[0072] 라디칼 R<sup>5</sup>는 선택적으로 할로겐 원자, 아미노기, 에테르기, 에스테르기, 에폭시기, 메르캅토기, 시아노기에 의해

치환된, 1~18개의 탄소 원자를 가진 1가의 탄화수소 라디칼이고, 또는 (폴리)글리콜 라디칼이며, 후자는 옥시 에틸렌 및/또는 옥시프로필렌 단위로 구성되고, 더욱 바람직하기로는 1~12개의 탄소 원자를 가진 알킬 라디칼, 특히 메틸 라디칼을 포함한다.

[0073] 선택적으로 치환된 탄화수소 라디칼 R<sup>6</sup>의 예는 라디칼 R<sup>3</sup>에 대해 전순한 라디칼들이다.

[0074] 라디칼 R<sup>6</sup>는 바람직하기로는, 1-6개의 탄소 원자를 가진 알킬 라디칼, 더욱 바람직하기로는 메틸 및 에틸 라디칼, 특히 에틸 라디칼을 포함한다.

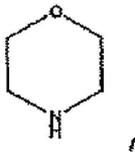
[0075] 라디칼 A는 2개 이상의 상이한 원소인 환 형성 원소를 가진 사이클릭 화합물이며, 단 하나 이상의 환 형성 원소는 식(V)에서 라디칼 -CR<sub>2</sub><sup>4</sup>-의 탄소 원자에 대한 결합 자리를 가진, 제3족 및/또는 제5족의 원소이고, 또한 라디칼 A는, 이중 결합을 통해 부착되는 산소 또는 황 원자를 가지면서 식(V)의 -CR<sub>2</sub><sup>4</sup> 라디칼에 부착되는 제3족 또는 5족의 환 형성 헤테로원자에 직접 결합하는, 어떠한 환 탄소 원자도 함유하지 않는다.

[0076] 라디칼 A는 바람직하기로는 환 구조가 탄소 원자 뿐 아니라 하나 이상의 제3족 및/또는 5족의 원소, 더욱 바람직하기로는 하나 이상의 추가 헤테로원자를 가진 사이클릭 유기 화합물을 포함한다.

[0077] 후술하는 명세서에서, "헤테로원자"라는 용어는 탄소 이외의 모든 환-형성 원자를 의미하는 것으로 사용된다.

[0078] 라디칼 A는 바람직하기로는 환-형성 원자로서 탄소 뿐만 아니라 헤테로원자로서 질소 및/또는 산소 및/또는 황을 가지고 있는 6-원 헤테로사이클을 포함하며, 단 하나 이상의 환-형성 원자는 질소이며 여기에 다른 환들이 융합되어 있을 수도 있다.

[0079] 라디칼 A를 베이스로 하는 헤테로사이클의 예는 하기 식의 피롤리딘, 테트라하이드로-1,4-옥사진이며,



[0080]

[0081] 바람직하기로는, 테트라하이드로-1,4-티아진, 테트라하이드로-1,4-디아진 및 1-메틸테트라하이드로-1,4-디아진이며, 더욱 바람직하기로는 테트라하이드로-1,4-옥사진이다.

[0082] 식(V)의 화합물의 부분 가수분해물은 부분 호모-가수분해물일 수도 있고, 부분 코-가수분해물일 수도 있다. 본 발명에 따라 사용되는 성분 (C)가 식(V)의 화합물의 부분 가수분해물을 포함하는 경우에는, 이러한 경우는 바람직하지는 않지만 실제로 회피하기는 곤란한데, 10개 이하의 Si-O-Si 결합을 가진 것이 바람직하다.

[0083] 헤테로 사이클릭 화합물(C)의 예는 1-(트리메톡시실릴메틸)피롤리딘, 1-(트리메톡시실릴메틸)피페리딘, 4-(트리메톡시실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진, 1-(트리메톡시실릴메틸)테트라하이드로-1,4-디아진-3-온, 1-(트리메톡시실릴메틸)피롤리딘, 1-(트리메톡시실릴메틸)피페리딘, 4-(트리메톡시실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진, 1-(디메톡시메틸실릴메틸)피롤리딘, 1-(디메톡시메틸실릴메틸)피페리딘, 4-(디메톡시메틸실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진, 1-(디메톡시메틸실릴메틸)피롤리딘, 1-(디메톡시메틸실릴메틸)피페리딘, 및 4-(디메톡시메틸실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진을 포함한다.

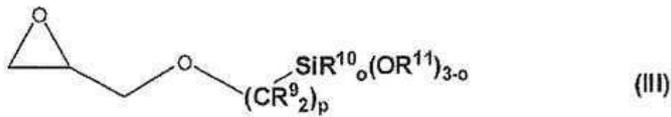
[0084] 헤테로 사이클릭 화합물(C)의 또 다른 예는 트리메톡시실릴 라디칼 또는 트리메톡시실릴 라디칼이 디메톡시메톡시실릴 라디칼 또는 에톡시디메톡시실릴 라디칼로 치환된 전순한 모든 화합물 및 디메톡시메틸실릴 라디칼 또는 디메톡시메틸실릴 라디칼이 에톡시메톡시메틸실릴 라디칼로 치환된 전순한 모든 화합물이다.

[0085] 본 발명에 따라 사용되는 성분(C)는 바람직하기로는 4-(트리메톡시실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진이다.

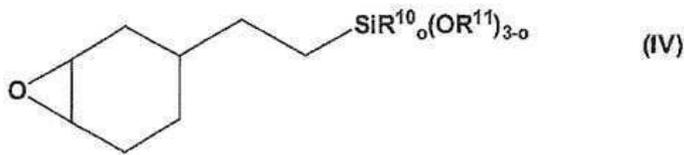
[0086] 본 발명에 따라 사용되는 헤테로사이클릭 화합물(C)는 상업적으로 입수가 가능한 화합물 및/또는 화학 분야에서 통상적인 방법에 의해 제조될 수 있다.

[0087] 본 발명의 조성물은 각각의 경우에 가교성 조성물 100 중량부를 기준으로 성분 (C)를, 바람직하게는 0.5~10 중량부, 특히 바람직하게는 0.5~2.0 중량부의 양으로 포함한다.

[0088] 선택적으로 사용되는 에폭시-작용성 화합물(D)는 바람직하기로는 하기 식의 화합물들이다.



또는



- [0089]
- [0090] 상기 식에서,
- [0091] o는 동일하거나 상이할 수 있고, 0, 1 또는 2, 바람직하기로는 0 또는 1, 더욱 바람직하기로는 0이고,
- [0092] p는 1~8의 정수이고, 더욱 바람직하게는 1 또는 3이고,
- [0093] R<sup>9</sup>은 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 1가의, 선택적으로 치환된 탄화수소 라디칼이고,
- [0094] R<sup>10</sup>은 동일하거나 상이할 수 있고, 1가의, 선택적으로 치환된, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는 탄화수소 라디칼이고,
- [0095] R<sup>11</sup>은 동일하거나 상이할 수 있고, 수소 원자 또는 1가의, 선택적으로 치환된, 산소 원자가 개재되어 있을 수 있는 탄화수소 라디칼이다.
- [0096] R<sup>9</sup>의 예 및 바람직한 범위는 라디칼 R<sup>1</sup>에 대해 전술한 바와 같다.
- [0097] R<sup>10</sup>의 예 및 바람직한 범위는 라디칼 R<sup>2</sup>에 대해 전술한 바와 같다.
- [0098] R<sup>11</sup>의 예 및 바람직한 범위는 라디칼 R<sup>3</sup>에 대해 전술한 바와 같다.
- [0099] 식(III)의 성분(D)의 예는 3-글리시딜옥시프로필트리메톡시 실란, 3-글리시딜옥시프로필트리에톡시 실란, 3-글리시딜옥시프로필디메톡시메틸 실란이며, 바람직하기로는 3-글리시딜옥시프로필트리메톡시 실란 및 3-글리시딜옥시프로필트리에톡시 실란이다.
- [0100] 식(IV)의 성분(D)의 바람직한 예는 2-(3,4-에폭시시클로헥실)에틸트리에톡시 실란이다.
- [0101] 선택적으로 사용되는 성분(D)는 바람직하기로는 식(III)의 화합물을 포함하며, 더욱 바람직하기로는 3-글리시딜옥시프로필트리에톡시 실란 및 3-글리시딜옥시프로필트리메톡시 실란을 포함한다.
- [0102] 성분(D)는 상업적으로 입수가능한 제품 및/또는 실리콘 화학 분야에서 통상적인 방법에 따라 제조될 수 있다.
- [0103] 본 발명의 조성물이 성분(D)를 포함하는 경우, 그 양은 각각의 경우에 가교성 조성물 100 중량부를 기준으로 바람직하게는 0.05~2 중량부, 더욱 바람직하게는 0.1~1.5 중량부, 특히 바람직하게는 0.5~1.5 중량부이다.
- [0104] 선택적으로 사용되는 성분(E)는 바람직하기로는 탄산 칼슘, 더욱 바람직하기로는 석회석이나 대리석과 같은 천연 자원으로부터 연마된 탄산 칼슘이다. 모든 경우에 있어서, 탄산 칼슘은 처리될 탄산 칼슘의 양을 기준으로, 바람직하기로는 0.1~4.0 중량%의 양의 스테아르산으로 공지의 방법에 따라 처리된다. 스테아르산은 바람직하기로는 천연 자원으로부터 유래된 것이며, 일반적으로는 스테아르산 외에도 14~22개의 탄소 원자를 가진 다른 장쇄 카르복시산을 포함한다.
- [0105] 본 발명의 조성물에 선택적으로 사용되는 성분(E)는 평균 입경이(D50)이 바람직하기로는 0.1~10 μm, 더욱 바람직하기로는 1~6 μm 이다.

- [0106] 본 발명의 조성물에 선택적으로 사용되는 성분(E)는 바람직하기로는 0.5~1.0 중량%, 더욱 바람직하기로는 0.7~0.9 중량%, 특히 바람직하기로는 약 0.8 중량%의 스테아르산 분율을 가진다.
- [0107] 본 발명의 조성물에 선택적으로 사용되는 성분(E)는 바람직하기로는, 1013 hPa의 압력하에서 110℃에서의 건조시의 중량 손실에 의해 측정된 값으로서, 0.5 중량% 미만의 수분 함량을 가진다.
- [0108] 성분(E)의 예로는 OMYA 사(D-Cologne 소재)의 제품으로서 OMYACARB BLR3, OMYABOND 520-FL 및 OMYACARB 5T-NJ를 들 수 있으며, OMYABOND 520-FL 제품이 특히 바람직하다.
- [0109] 본 발명의 조성물이 성분(E)를 포함하는 경우, 그 양은 각각의 경우에 가교성 조성물 100 중량부를 기준으로 바람직하게는 10~60 중량부, 더욱 바람직하게는 30~55 중량부, 특히 바람직하게는 40~55 중량부이다. 바람직하기로는, 본 발명의 조성물은 성분(E)를 포함한다.
- [0110] 전술한 성분(A), (B), (C), 선택적인 성분(D), 선택적인 성분(E) 외에도, 본 발명의 조성물은 축합 반응에 의해 가교가능한 조성물에 오늘날까지 사용되어 온 모든 물질을 더 포함할 수 있으며, 그 예로는 (F) 추가적인 경화제, (G) 촉매, (H) 추가적인 충전제, (I) 추가적인 접착 촉진제, (K) 가소제, 및 (L) 첨가제 등을 들 수 있다.
- [0111] 본 발명의 조성물에 선택적으로 사용되는 추가적인 가교결합제(F)는 성분(B), (C), 및 (D) 와는 상이한 3개 이상의 오르가닐옥시기를 가진 실란 등과 같은, 3개 이상의 축합가능한 라디칼을 가지고 있는, 현재까지 공지된 임의의 모든 가교결합제일 수 있다.
- [0112] 본 발명의 조성물에 선택적으로 사용되는 추가적인 가교결합제(F)는 더욱 바람직하기로는 실란 가교결합제이며, 그 예로는 테트라메톡시실란, 테트라에톡시실란, 테트라프로폭시실란, 테트라부톡시실란, 메틸트리메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 페닐트리에톡시실란, 3-시아노프로필트리메톡시실란, 3-시아노프로필트리에톡시실란, 시클로헥실아미노메틸트리에톡시실란, N-(트리메톡시실릴메틸)-O-메틸카르바메이트, N,N-디부틸아미노메틸트리에톡시실란 및 트리에톡시실릴메틸 메타크릴레이트 등이 있으며, 이들의 가수분해물도 가능하다.
- [0113] 본 발명의 조성물에 선택적으로 사용되는 성분(F)는 상업적으로 입수가능한 제품 및/또는 실리콘 화학 분야에서 통상적인 방법에 따라 제조될 수 있다.
- [0114] 본 발명의 조성물이 추가적인 가교결합제(F)를 포함하는 경우, 그 양은 각각의 경우에 가교성 조성물 100 중량부를 기준으로 바람직하게는 0.1~10 중량부, 더욱 바람직하게는 0.1~5 중량부, 특히 바람직하게는 0.1~4 중량부이다. 바람직하기로는, 본 발명의 조성물은 추가적인 가교결합제(F)를 포함한다.
- [0115] 촉매(G)의 예는, 테트라이소프로폭시 티타네이트와 같은 이제까지 이미 알려져 있는 티타늄 화합물, 지르코늄 및 hafnium 화합물, 아연 (2-에틸헥소에이트)와 같은 아연 화합물, 및 디-n-부틸틴 디라우레이트와 디-n-부틸틴 디아세테이트, 디-n-부틸틴 옥사이드, 디옥틸틴 디아세테이트, 디옥틸틴 디라우레이트, 디옥틸틴 옥사이드와 같은 유기 주석 화합물, 이들 화합물과 알콕시실란의 반응 생성물, 예컨대 테트라에톡시실란, 바람직하기로는, 테트라에틸 실리케이트 가수분해물 중의 디-n-옥틸틴 옥사이드 용액, 50중량%의 메틸트리에톡시실란 가수분해물과 50중량%의 3-아미노프로필트리에톡시실란의 혼합물 중의 디-n-옥틸틴 옥사이드 용액, 및 테트라이소프로필 실리케이트 중의 디-n-옥틸틴 옥사이드 용액, 특히 바람직하기로는, 인산 에스테르 및 포스폰산과 테트라에틸 실리케이트 가수분해물 중의 디-n-옥틸틴 옥사이드의 반응 생성물, 인산 에스테르 및 포스폰산과, 50중량%의 메틸트리에톡시실란 가수분해물과 50중량%의 3-아미노프로필트리에톡시실란의 혼합물 중의 디-n-옥틸틴 옥사이드 용액과의 반응 생성물, 및 인산 에스테르 및 포스폰산과, 테트라이소프로필 실리케이트 중의 디-n-옥틸틴 옥사이드와의 반응 생성물이다.
- [0116] 본 발명의 조성물이 촉매(G)를 포함하는 경우, 그 양은 각각의 경우에 가교성 조성물 100 중량부를 기준으로 바람직하게는 0.0001~2 중량부, 더욱 바람직하게는 0.001~1 중량부이다. 바람직하기로는, 본 발명의 조성물은 촉매(G)를 포함한다.
- [0117] 본 발명의 조성물에 선택적으로 사용되는 추가적인 충전제(H)는 성분(E)와는 상이한 것으로서 지금까지 공지된 임의의 모든 충전제일 수 있다.
- [0118] 추가적인 충전제(H)의 예는 비보강성(non-reinforcing) 충전제, 즉 BET 표면적이 50m<sup>2</sup>/g 이하인 충전제, 예컨대 석영, 규조토, 칼슘 실리케이트, 지르코늄 실리케이트, 제올라이트, 금속 산화물 분말, 예컨대 알루미늄, 티타늄, 철 또는 아연의 산화물 또는 이것들의 혼합 산화물, 바륨 셀레이트, 칼슘 카보네이트, 석고, 실리콘 니트라이드, 실리콘 카바이드, 보론 니트라이드, 유리 분말 및 플라스틱 분말, 예컨대 폴리아크릴로니트릴 분말; 보강

성(reinforcing) 충전제, 즉 BET 표면적이 50m<sup>2</sup>/g보다 큰 충전제, 예컨대 흡드 실리카, 침전된 실리카, 침전된 칼슘 카보네이트, 카본 블랙, 예컨대 퍼니스 블랙(furnace black) 및 아세틸렌 블랙, 및 BET 표면적이 큰 실리 콘-알루미늄 혼합 산화물; 섬유상 충전제, 예컨대 석면 및 플라스틱 섬유이다. 상기 충전제는, 예를 들면, 오르가노실란 및/또는 오르가노실록산을 사용한 처리 또는 알콕시기를 형성하기 위한 하이드록시기의 에테르화에 의해 소수성처리된 것일 수 있다. 충전제(H)가 사용될 경우에, 충전제(H)는 바람직하게는 친수성 흡드 실리카이다.

- [0119] 본 발명의 조성물이 성분(H)를 함유할 경우, 그 양은 각각의 경우에 본 발명의 조성물 100중량부를 기준으로, 바람직하게는 1~80중량부, 특히 바람직하게는 5~65중량부이다. 바람직하게는, 본 발명의 조성물은 성분(H)를 포함한다.
- [0120] 본 발명에서 선택적으로 사용되는 추가적인 접착 촉진제(I)는, 성분(D)와는 상이한 것으로서 지금까지 공지된 임의의 모든 접착 촉진제를 포함할 수 있다.
- [0121] 본 발명에서 선택적으로 사용되는 추가적인 접착 촉진제(I)의 예는, 예를 들어 아미노프로필, 아미노에틸아민 프로필, 우레이도프로필 또는 메타크릴로일옥시프로필 라디칼 등의 작용기를 가진 실란 및 오르가노폴리실록산을 포함한다.
- [0122] 본 발명의 조성물이 성분(I)를 포함하는 경우, 그 양은 각각의 경우에, 본 발명의 조성물 100중량부를 기준으로, 바람직하게는 0.01~2.5중량부, 특히 바람직하게는 0.1~1.05중량부이다. 바람직하게는, 본 발명의 조성물은 성분(I)를 포함한다.
- [0123] 가소제(K)의 예는, 실온에서 액체이고 트리메틸실록시기에 의해 말단이 블로킹되고, 특히 25℃에서 5~1000 mPas 범위의 점도를 가진 디메틸폴리실록산, 및 예를 들어 나프텐 단위 및 파라핀 단위로 구성된 액체 파라핀 또는 광물유와 같은 고비점 탄화수소이다.
- [0124] 본 발명의 조성물이 성분(K)를 포함하는 경우, 그 양은 각각의 경우에 본 발명의 조성물 100중량부를 기준으로, 바람직하게는 1~50중량부, 특히 바람직하게는 5~25중량부이다. 바람직하게는, 본 발명의 조성물은 성분(K)를 포함한다.
- [0125] 첨가제(L)의 예로는, 안료, 염료, 향료, 산화방지제, 도전성 카본 블랙과 같은 전기적 성질에 영향을 주는 제제, 난연제, 광 안정화제 및 피막 형성 시간을 연장시키는 제제, 예컨대 SiC-결합된 메르캅토알킬 라디칼을 가진 실란, 셀-생성 제제, 예컨대 아조디카르보아미드, 열 안정화제 및 요변성제, 예컨대 폴리에테르, 및 알킬 방향족과 같은 유기 용매, 곰팡이 제거제, 살균제, 진드기 구제제와 같은 살생물제, 및 말단 OH기를 가진 폴리 디메틸실록산과 같은 모듈러스(modulus) 조절용 제제가 있다.
- [0126] 본 발명의 조성물 성분(L)을 포함하는 경우, 그 양은 각각의 경우에 본 발명의 조성물 100중량부를 기준으로, 바람직하게는 0.0001~10중량부, 특히 바람직하게는 0.001~10중량부이다.
- [0127] 특히 바람직하기로는, 본 발명의 조성물은 하기 성분들을 사용하여 대기 습도하에서 축합 반응을 통해 가교될 수 있는 조성물이다:
- [0128] (A) 2개 이상의 축합가능한 기를 가진 오르가노실리콘 화합물,
- [0129] (B) 식(I)의 오르가노실리콘 화합물 및/또는 그 부분 가수분해물,
- [0130] (C) 식(V)의 헤테로사이클릭 화합물 및/또는 그 부분 가수분해물,
- [0131] 선택적으로,
- [0132] (D) 에폭시-작용성 오르가노실리콘 화합물,
- [0133] 선택적으로,
- [0134] (E) 스테아르산으로 코팅된 탄산 칼슘,
- [0135] 선택적으로,
- [0136] (F) 추가적인 가교결합제,
- [0137] 선택적으로,

- [0138] (G) 촉매,
- [0139] 선택적으로,
- [0140] (H) 추가적인 충전제,
- [0141] 선택적으로,
- [0142] (I) 집착 촉진제,
- [0143] 선택적으로,
- [0144] (K) 가소제, 및
- [0145] 선택적으로,
- [0146] (L) 첨가제.
- [0147] 특히, 본 발명의 조성물을 제조하기 위해 상기 (A)~(L) 이외의 또 다른 성분들은 사용되지 않는다.
- [0148] 본 발명의 조성물의 개별 성분들은 각각의 경우에 상기 성분들 중 한 성분의 단일 형태이거나 또는 상기 성분들 중 2종 이상의 상이한 성분들의 혼합물일 수 있다
- [0149] 본 발명의 조성물은, 예를 들어 1성분 또는 2성분 실온-가황성 유기 폴리실록산 조성물과 같은 오르가노실리콘 화합물을 기재로 하는 현존하는 유형의 임의의 가교가능한 조성물일 수 있다. 바람직하기로는, 본 발명의 조성물은 가교가능한 1성분 조성물이다.
- [0150] 본 발명의 조성물을 제공하기 위해서는, 원칙적으로 상기 모든 성분들이 임의의 순서로 혼합될 수 있다.
- [0151] 상기 성분들의 혼합은 실온에서 주위 분위기, 즉 약 900~1100 hPa, 또는 약 20~800 hPa의 감압 하에서 수행될 수 있다. 그러나 필요한 경우에, 이 혼합 공정은 보다 높은 온도, 예를 들면 35~135℃ 범위의 온도에서 수행될 수도 있다. 필요한 경우에, 가열이나 냉각을 실시할 수 있다.
- [0152] 본 발명에 따른 각 성분들의 혼합 공정은 주위 분위기로부터 실질적으로 물을 배제한 채 수행되는 것이 바람직하고, 이것은 예를 들면 건조 공기를 사용하여 블랭킷(blanket) 처리함으로써 이루어질 수 있다.
- [0153] 본 발명의 가교성 조성물을 제조하기 위한 본 발명의 공정에 대한 바람직한 일 구현예에 있어서, 오르가노실리콘 화합물이 먼저 선택적으로 가소제(K) 및 첨가제(L)와 혼합되고, 그 다음에 성분(C) 및(B), 및 선택적으로 성분 (D), (F), 및 (I)가 부가되고 혼합된다. 필요하다면, 스테아르산으로 코팅된 탄산 칼슘(E) 및 추가적인 충전제(H)가 부가되고, 그 혼합물을 균질화시킨 다음, 마지막으로 선택적으로 촉매(G)가 부가된다.
- [0154] 본 발명의 공정의 또 다른 바람직한 일 구현예에 있어서, 성분(A) 및 (B)와는 분리하여, 공정 조건하에서 액체인 모든 성분들을 먼저 혼합한 다음 성분(A)를부가한다. 통상 소량의 촉매의 경우에는 성분(F), (I) 또는 (K)의 일부에 프리믹스로서 촉매를 부가하는 것이 유리하다.
- [0155] 필요한 모든 성분들을 혼합한 다음, 바람직하기로는 탈기처리 및 수밀 용기에 분배한다.
- [0156] 본 발명에 따른 가교결합성 조성물의 제조공정은 배치식 및 연속식 중 어느 방식으로나 수행될 수 있다.
- [0157] 공기 중의 전형적인 수분 함량은 본 발명의 조성물을 가교결합시키기에 충분하다. 본 발명의 조성물은 실온에서 가교결합되는 바람직하다. 필요한 경우, 이러한 가교결합은 실온보다 높거나 또는 낮은 온도, 예를 들어 -5℃~15℃ 또는 30℃~50℃의 온도에서, 및/또는 공기 중의 정상적 수분 함량보다 높은 수분 농도를 이용하여 수행될 수도 있다.
- [0158] 바람직하게는, 상기 가교결합은 100~1100 hPa의 압력, 특히 주위 분위기의 압력에서 수행된다.
- [0159] 본 발명은 또한 본 발명의 조성물의 가교결합에 의해 제조되는 성형체에 관한 것이다.
- [0160] 본 발명의 조성물, 수분 부재 상태에서 저장가능하고, 실온에서 수분을 흡수하면 가교결합되어 탄성체를 형성할 수 있는 조성물을 사용할 수 있었던, 임의의 모든 용도에 사용될 수 있다.
- [0161] 따라서, 본 발명의 조성물은, 예를 들면, 수직 접합부(joint)를 포함하는 접합부용, 및 예를 들면 건물, 토지 및 수상 운송수단 및 항공기의, 예컨대 10~40 mm의 간극을 가진 유사한 캐비티용의 밀봉체로서, 또는 창호 건축 또는 수족관이나 쇼케이스의 제조시, 그리고 예를 들면 담수나 해수의 연속적 작용에 노출되는 표면을 보호

하기 위한 코팅 등의 보호 코팅, 또는 미끄럼 방지 코팅의 제조시, 또는 고무-탄성 성형체의 제조시 접착제 또는 퍼티 및 전기 또는 전자 장치의 절연용 접착제 또는 퍼티(putty)로서 매우 적합하다.

**발명의 효과**

[0162] 본 발명의 조성물의 장점은 보관시 안정하다는 점과 낮은 모듈러스를 가지고 있다는 점이다.

[0163] 본 발명의 조성물의 또 다른 장점은, 미경화된 조성물에 의한 늘어지는 현상(stringing)의 정도가 매우 낮기 때문에, 가공성이 양호하고 평탄화성(smoothability)이 양호하다는 것이다. 이 조성물은 콘크리트, 유리 및 철, 스테인레스 스틸, 구리, 황동 및 알루미늄과 같은 금속 및 합금 등의 수많은 기재에 대한 접착성이 양호하고 또한 PVC 및 폴리카보네이트 등의 수많은 플라스틱 및 분말-코팅된 표면에 대한 접착성도 양호하다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0164] 이하에 기재되는 실시예에서, 모든 점도 데이터는 25℃의 온도를 기준으로 한다. 달리 언급되지 않는 한, 이하의 실시예는 주위 분위기의 압력, 즉 약 1000 hPa의 압력, 및 실온, 즉 약 23℃, 또는 추가로 가열이나 냉각을 하지 않고 실온에서 반응제들을 혼합했을 때 얻어지는 온도, 및 약 50%의 상대습도에서 수행된다. 또한, 기재된 모든 부 및 퍼센트 수치는 달리 언급되지 않는 한, 중량 기준이다.

[0165] Shore A 경도는 DIN(독일 산업 표준) 53505-87에 따라 결정된다.

[0166] 인장 강도는 DIN 53504-85 S2에 따라 결정된다.

[0167] 파단 연신율(elongation at break)은 DIN 53504-85 S2에 따라 결정된다.

[0168] 모듈러스는 100% 신장시 변형율(strain)이다.

**실시예 1**

[0170] 80,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -디하이드록시폴리디메틸실록산 350g, 1,000 mPa·s의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -트리메틸실록시폴리디메틸실록산 150g, 4-(트리에톡시실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진 13.6g, 비닐트리에톡시실란 20g, 테트라에톡시실란 12g, 1,3,5-트리스(3-트리메톡시실릴프로필)이소시아네이트 4.43g, 1분자당 평균 10개의 Si 원자를 가진 메틸트리메톡시실란 가수분해물 올리고머 1중량부와 3-아미노프로필트리에톡시실란 1중량부의 혼합물 4.43g, 및 3-글리시딜옥시프로필트리에톡시실란 4.43g을 유성 용해기(planetary dissolver)에서 15분간 균일하게 혼합했다. 그 후, 150 m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가진 친수성 흡수 실리카 45g(독일 뮌헨 소재, Wacker Chemie AG의 제품명 HDK<sup>®</sup> V15로서 상업적으로 입수가가능함)을 부가하고, 추가로 15분간 혼합했다. 이어서 징크 비스(2-에틸헥사노에이트) 0.36g 및 비스(2-에틸헥사노에이트-0- $\mu$ -옥소디징크 0.24g의 혼합물을 부가하였다. 혼합물의 탈기를 위해, 약 200 hPa의 감압을 적용하고, 다시 5분간 혼합을 실시했다. 그 후, 제조된 혼합물을 상업적으로 입수가가능한 표준 폴리에틸렌 카트리지에 분배하였다. ISO 7390에 따르는 새김 저항성(sag-resistant) 조성물이 얻어졌다. 즉, 이것은 이 조성물이 수직으로 매달린 U자형 알루미늄 프로파일로부터 유출되지 않았다는 것을 의미한다.

[0171] 진술한 바와 같이 하여 제조된 생성물의 샘플들에 대해 그 특성을 평가하기에 앞서서, 이들을 23℃에서 24시간 동안 기밀 및 수밀 밀봉 방식의 카트리지에 보관하였다. 이들 샘플 중에서, 하나의 샘플은 다시 추가로 7일 동안 70℃에서 기밀 및 수밀 카트리지에 보관하였다. 이렇게 미리 전처리된 혼합물로 된 2mm 두께의 시트를 폴리에틸렌 필름 상에 캐스팅하고, 1일간 경화시킨 후 필름으로부터 떼어내고, 모든 측면으로부터 공기가 흡수될 수 있도록 추가로 6일간 매달아서 도합 7일간 샘플을 경화시켰다. 이 때 상대습도는 50%로 설정되었고, 온도는 23℃로 조절했다. 이어서, 이들 시트로부터 DIN 53504-85에 따라 S2 형태의 시험편을 펀칭(punching)하고, 기계적 특성을 측정했다. 경도의 측정을 위해서, 6mm 두께의 시험편을 제조하고, 마찬가지로 방식으로, 50%의 상대습도와 23℃의 온도에서 7일간에 걸쳐 주위 분위기 습도와 반응시킴으로써 경화시켰다.

[0172] 또한, 피막 형성 시간 및 표면이 점착성을 띠지 않게 된 시간인 택-프리 타임(tack-free time)을 측정했으며, 그 각각의 경우에 역시 50%의 상대습도와 23℃에서 수행되었다. 피막 형성 시간의 측정 방법은 새로 캐스팅된 조성물의 표면을 3분의 시간 간격으로 연필의 선단에 가볍게 접촉시키는 방식으로 이루어졌다. 조성물이 더이상 연필의 선단에 부착된 상태로 잔류하지 않을 때를 피막 형성 시간에 도달한 것으로 하였다. 택-프리 상태는 30분의 시간 간격으로 손가락에 의한 감촉에 의해 확인된다. 표면 점착이 더이상 검출되지 않을 때 택-프리가 달성된 것으로 한다.

[0173] 그 결과는 표 1에 나타나 있다.

[0174] **실시예 2**

[0175] 80,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -디하이드록시폴리디메틸실록산 350g, 1,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -트리메틸실록시폴리디메틸실록산 200g, 4-(트리메톡시실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진 22g, 비닐트리메톡시실란 15g, 1,3,5-트리스(3-트리메톡시실릴프로필)이소시아네이트 10.0g, 및 3-글리시딜옥시프로필트리메톡시실란 11.0g을 유성 용해기에서 15분간 균일하게 혼합했다. 그 후, 150m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가진 친수성 흡드 실리카(독일 뮌헨 소재, Wacker Chemie AG의 제품명 HDK<sup>®</sup> V15로서 상업적으로 입수가가능함) 36g 및 스테아르산으로 코팅되고 약 5.0  $\mu$ m의 평균 입경(D50%)을 가진 미세하게 분쇄된 대리석(독일 콜론 소재의OMYA로부터 "OMYABOND 520 FL"라는 상품명으로서 입수가가능함) 616g을 부가하고, 추가로 20분간 혼합했다. 그 후, 테트라이소프로폭시실란 중의 디옥틸턴 옥사이드(독일 만하임 소재의 TIB Chemicals AG로부터 "TK217"이라는 상품명으로 입수가가능함) 0.46g과 메틸트리메톡시실란 중의 옥틸포스폰산 50% 용액 3.0g의 혼합물을 부가하였다. 혼합물의 탈기를 위해, 약 200 hPa의 감압을 적용하고, 다시 5분간 혼합을 실시했다. 그 후, 제조된 혼합물을 상업적으로 입수가가능한 표준 폴리에틸렌 카트리지에 분배하였다. ISO 7390에 따르는 새깅 저항성 조성물이 얻어졌다. 즉, 이것은 이 조성물이 수직으로 매달린 U자형 알루미늄 프로파일로부터 유출되지 않았다는 것을 의미한다.

[0176] 그 이후의 절차는 실시예 1에 기재되어 있다. 결과는 표 1에 나타나 있다.

[0177] **실시예 3**

[0178] 80,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -디하이드록시폴리디메틸실록산 350g, 1,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -트리메틸실록시폴리디메틸실록산 200g, 4-(트리메톡시실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진 22.0g, 비닐트리메톡시실란 15g, 및 1,3,5-트리스(3-트리메톡시실릴프로필)이소시아네이트 11.0g을 유성 용해기에서 15분간 균일하게 혼합했다. 그 후, 150m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가진 친수성 흡드 실리카(독일 뮌헨 소재, Wacker Chemie AG의 제품명 HDK<sup>®</sup> V15로서 상업적으로 입수가가능함) 45g을 부가하고, 및 스테아르산으로 코팅되고 약 5.0  $\mu$ m의 평균 입경(D50%)을 가진 미세하게 분쇄된 석회석(독일 콜론 소재, OMYA로부터 "OMYA BLR 3"라는 상품명으로서 입수가가능함) 616g을 부가하고, 추가로 20분간 혼합했다. 그 후, 테트라이소프로폭시실란 중의 디옥틸턴 옥사이드(독일 만하임 소재, TIB Chemicals AG)로부터 "TK217"이라는 상품명으로 입수가가능함) 0.46g과 메틸트리메톡시실란 중의 옥틸포스폰산 50% 용액 3.0g의 혼합물을 부가하였다. 혼합물의 탈기를 위해, 약 200 hPa의 감압을 적용하고, 다시 5분간 혼합을 실시했다. 그 후, 제조된 혼합물을 상업적으로 입수가가능한 표준 폴리에틸렌 카트리지에 분배하였다. ISO 7390에 따르는 새깅 저항성 조성물이 얻어졌다. 즉, 이것은 이 조성물이 수직으로 매달린 U자형 알루미늄 프로파일로부터 유출되지 않았다는 것을 의미한다.

[0179] 그 이후의 절차는 실시예 1에 기재되어 있다. 결과는 표 1에 나타나 있다.

[0180] **비교 실시예 1 (US 5 093 454에 따름)**

[0181] 80,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -디하이드록시폴리디메틸실록산 350g, 1,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -트리메틸실록시폴리디메틸실록산 200g, 비닐트리메톡시실란 30.9g, 1,3,5-트리스(3-트리메톡시실릴프로필)이소시아네이트 10g, 및 3-글리시딜옥시프로필트리메톡시실란 11.0g을 유성 용해기에서 15분간 균일하게 혼합했다. 그 후, 150m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가진 친수성 흡드 실리카(독일 뮌헨 소재, Wacker Chemie AG의 제품명 HDK<sup>®</sup> V15로서 상업적으로 입수가가능함) 36g을 부가하고 15분간 혼합했다. 이 혼합물에, 테트라이소프로폭시실란 중의 디옥틸턴 옥사이드(독일 만하임 소재, TIB Chemicals AG로부터 "TK217"이라는 상품명으로 입수가가능함) 0.39g과 메틸트리메톡시실란 중의 옥틸포스폰산 50% 용액 3.0g의 혼합물을 부가하였다. 혼합물의 탈기를 위해, 약 200 hPa의 감압을 적용하고, 다시 5분간 혼합을 실시했다. 그 후, 제조된 혼합물을 상업적으로 입수가가능한 표준 폴리에틸렌 카트리지에 분배하였다. ISO 7390에 따르는 새깅 저항성 조성물이 얻어졌다. 즉, 이것은 이 조성물이 수직으로 매달린 U자형 알루미늄 프로파일로부터 유출되지 않았다는 것을 의미한다.

[0182] 생성물의 샘플에 대해 그 특성을 평가하기 전에 기밀 및 수밀 밀봉방식의 카트리지에서 24시간 동안 23℃에서 보관되었다. 이 생성물은 이미 경화되어 더 이상 카트리지로부터 압출되어 나올 수 없었기 때문에 추가적인 평가가 불가능하였다.

[0183] **비교 실시예 2**

[0184] 80,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -디하이드록시폴리디메틸실록산 350g, 1,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha, \omega$ -트리메

틸실록시폴리디메틸실록산 200g, 4-(트리에톡시실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진 22.0g, 비닐트리에톡시실란 15g, 및 1분자당 평균 10개의 Si 원자를 가진 메틸트리메톡시실란 가수분해물 올리고머 1중량부와 3-아미노프로필트리에톡시실란 1중량부의 혼합물(독일 뮌헨 소재, Wacker Chemie AG의 제품명 Haftvermittler AMS 70이라는 상품명으로 입수가능함) 11g을 유성 용해기에서 15분간 균일하게 혼합했다. 그 후, 150m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가진 친수성 흡드 실리카 45g(독일 뮌헨 소재, Wacker Chemie AG의 제품명 HDK<sup>®</sup> V15로서 상업적으로 입수가능함) 및 스테아르산으로 코팅된, 중간 입경(D50%)이 약 5.0 $\mu$ m인 미세하게 분쇄된 석회석(독일 콜론 소재, OMYA사의 상품명 "OMYA BLR 3" 라는 상품명으로 입수가능함)을 부가하고, 추가로 15분간 혼합했다. 이 혼합물에, 테트라이소프로폭시실란 중의 디옥틸틴 옥사이드(독일 만하임 소재, TIB Chemicals AG로부터 "TK217"이라는 상품명으로 입수가능함) 0.46g과 메틸트리메톡시실란 중의 옥틸포스폰산 50% 용액 3.0g의 혼합물을 부가하였다. 혼합물의 탈기를 위해, 약 200 hPa의 감압을 적용하고, 다시 5분간 혼합을 실시했다. 그 후, 제조된 혼합물을 상업적으로 입수가능한 표준 폴리에틸렌 카트리지에 분배하였다. ISO 7390에 따르는 새깅 저항성 조성물이 얻어졌다. 즉, 이것은 이 조성물이 수직으로 매달린 U자형 알루미늄 프로파일로부터 유출되지 않았다는 것을 의미한다.

[0185] 이 혼합물의 특성에 대해 실시예 1에서와 동일한 방식으로 측정하였으며, 그 결과가 표 1에 나타나 있다.

[0186] **비교 실시예 3**

[0187] 80,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha$ ,  $\omega$ -디하이드록시폴리디메틸실록산 350g, 1,000 mPas의 점도를 가진  $\alpha$ ,  $\omega$ -트리메틸실록시폴리디메틸실록산 200g, 4-(트리에톡시실릴메틸)테트라하이드로-1,4-옥사진 22.0g, 비닐트리에톡시실란 15g, 및 3- $\gamma$ -글리시딜옥시프로필트리메톡시실란 11.0g을 유성 용해기에서 15분간 균일하게 혼합했다. 그 후, 150m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가진 친수성 흡드 실리카(독일 뮌헨 소재, Wacker Chemie AG의 제품명 HDK<sup>®</sup> V15로서 상업적으로 입수가능함) 37g을 부가하고, 및 스테아르산으로 코팅되고 약 5.0  $\mu$ m의 평균 입경(D50%)을 가진 미세하게 분쇄된 대리석(독일 콜론 소재, OMYA로부터 "OMYABOND 520 FL"이라는 상품명으로서 입수가능함) 616g을 부가하고, 추가로 20분간 혼합했다. 그 후, 테트라이소프로폭시실란 중의 디옥틸틴 옥사이드(독일 만하임 소재, TIB Chemicals AG)로부터 "TK217"이라는 상품명으로 입수가능함) 0.46g과 메틸트리메톡시실란 중의 옥틸포스폰산 50% 용액 3.0g의 혼합물을 부가하였다. 혼합물의 탈기를 위해, 약 200 hPa의 감압을 적용하고, 다시 5분간 혼합을 실시했다. 그 후, 제조된 혼합물을 상업적으로 입수가능한 표준 폴리에틸렌 카트리지에 분배하였다. ISO 7390에 따르는 새깅 저항성 조성물이 얻어졌다. 즉, 이것은 이 조성물이 수직으로 매달린 U자형 알루미늄 프로파일로부터 유출되지 않았다는 것을 의미한다.

[0188] 그 이후의 절차는 실시예 1에 기재되어 있다. 결과는 표 1에 나타나 있다.

[0189] 이 혼합물의 특성을 실시예 1과 동일한 방법으로 측정하여 그 결과를 표 1에 수록한다.

**표 1**

[0190]

실시예	예비 보관	피막 형성 시간 [min]	택-프리 시간 [h]	경도 [ShA]	인장 강도 [MPa]	모듈러스 [MPa]	파단 신장율 [%]
1	24 h, 23 $^{\circ}$ C	40	4	15	1.76	0.27	800
1	24 h, 23 $^{\circ}$ C 7 d, 70 $^{\circ}$ C	60	8	14	1.40	0.25	820
2	24 h, 23 $^{\circ}$ C	15	2	19	1.42	0.30	930
2	24 h, 23 $^{\circ}$ C+ 7 d, 70 $^{\circ}$ C	90	8	20	1.06	0.36	730
3	24 h, 23 $^{\circ}$ C	20	2	20	1.12	0.25	950
3	24 h, 23 $^{\circ}$ C+ 7 d, 70 $^{\circ}$ C	30	8	18	0.92	0.20	700
C1	24 h, 23 $^{\circ}$ C	평가 불가					
C2	24 h, 23 $^{\circ}$ C	60	24	25	1.36	0.40	940
C2	24 h, 23 $^{\circ}$ C+ 7 d, 70 $^{\circ}$ C	평가 불가					
C3	24 h, 23 $^{\circ}$ C	25	24	22	1.91	0.34	1030

C3	24 h, 23℃ 7 d, 70℃	평가 불가
----	-----------------------	-------