(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3607404号
(P3607404)
(45)発行日　平成17年1月5日(2005.1.5)　(24)登録日　平成16年10月15日(2004.10.15)

(51)Int.Cl.[7]　F I
C08L 83/04　C08L 83/04
C08K 3/36　C08K 3/36

請求項の数 7　(全 10 頁)

(21)出願番号　特願平8-80769
(22)出願日　平成8年3月8日(1996.3.8)
(65)公開番号　特開平9-241511
(43)公開日　平成9年9月16日(1997.9.16)
審査請求日　平成14年12月12日(2002.12.12)

(73)特許権者　000110077
東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社
東京都千代田区丸の内一丁目１番３号
(72)発明者　森田　好次
千葉県市原市千種海岸２番２　東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社　研究開発本部内
(72)発明者　佐々木　淳
千葉県市原市千種海岸２番２　東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社　研究開発本部内

審査官　前田　孝泰

最終頁に続く

(54)【発明の名称】シリコーンゴムサスペンジョンおよびその製造方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
(Ａ)(ｉ)平均粒子径が０．１～１，０００μｍであるシリコーンゴム粉末の表面に、(ｉｉ)表面のシラノール基密度が２個／１００Å^{2}以上であり、かつ平均粒子径が１μｍ以下である非晶質シリカ微粉末を固着してなるシリコーンゴム粉末、(Ｂ)界面活性剤、および(Ｃ)水からなるシリコーンゴムサスペンジョン。
【請求項２】
(Ａ)成分が、(ｉ)成分と(ｉｉ)成分の水分散液を加熱した後、この水分散液から水を除去することにより調製されたシリコーンゴム粉末であることを特徴とする、請求項１記載のシリコーンゴムサスペンジョン。
【請求項３】
(ｉｉ)成分が、(ｉ)成分１００重量部に対して０．１～３０重量部であることを特徴とする、請求項１記載のシリコーンゴムサスペンジョン。
【請求項４】
(Ａ)成分１００重量部に対して、(Ｂ)成分が０．１～１００重量部であり、(Ｃ)成分が、(Ａ)成分のサスペンジョンを形成し得る任意量であることを特徴とする、請求項１記載のシリコーンゴムサスペンジョン。
【請求項５】
(ｉ)平均粒子径が０．１～１，０００μｍであるシリコーンゴム粉末と(ｉｉ)表面のシラノール基密度が２個／１００Å^{2}以上であり、かつ平均粒子径が１μｍ以下である非晶質

シリカ微粉末の水分散液を加熱した後、該水分散液から水を除去することにより、(Ａ)前記(ｉ)成分の表面に前記(ｉｉ)成分を固着してなるシリコーンゴム粉末を調製し、次いで該(Ａ)成分を、(Ｂ)界面活性剤、および(Ｃ)水により分散させることを特徴とするシリコーンゴムサスペンジョンの製造方法。

【請求項６】

(ｉｉ)成分が、(ｉ)成分１００重量部に対して０．１～３０重量部であることを特徴とする、請求項５記載のシリコーンゴムサスペンジョンの製造方法。

【請求項７】

(Ａ)成分１００重量部に対して、(Ｂ)成分が０．１～１００重量部であり、(Ｃ)成分が、(Ａ)成分のサスペンジョンを形成し得る任意量であることを特徴とする、請求項５記載のシリコーンゴムサスペンジョンの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明はシリコーンゴムサスペンジョンおよびその製造方法に関し、詳しくは、優れた保存安定性、希釈安定性、および再分散性を有するシリコーンゴムサスペンジョン、およびその製造方法に関する。

【０００２】

【従来の技術】

シリコーンゴムサスペンジョンは、液状シリコーンゴム組成物を水または界面活性剤水溶液中に均一に分散させた後、このシリコーンゴム組成物を硬化させることにより調製されるが（特公昭５８－１７２２６号公報、特開昭６２－２４３６２１号公報、および特開平１－３０６４７１号公報参照）、このようなサスペンジョンは、水を除去してシリコーンゴム粉末をえるための過渡的な状態であり、このサスペンジョン自体の保存安定性が乏しく、シリコーンゴム粉末が分離しやすく、また、一旦分離したシリコーンゴム粉末を再び分散させて均一なサスペンジョンとすることは非常に困難であった。

【０００３】

優れた保存安定性を有するシリコーンゴムサスペンジョンとしては、シリコーンゴム粉末、ＨＬＢの数値が１０未満である非イオン系界面活性剤、ＨＬＢの数値が１０以上である非イオン系界面活性剤、および水からなるシリコーンゴムサスペンジョン（特開平５－５９２８４号公報参照）が提案されているが、二種の非イオン系界面活性剤を用いなければならないという不利があり、また、このようなサスペンジョンを多量の水で希釈した場合には、シリコーンゴム粉末が容易に分離してしまうという問題があった。

【０００４】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者らは、上記問題を解決するために鋭意努力した結果、本発明に到達した。

すなわち、本発明の目的は、優れた保存安定性、希釈安定性、および再分散性を有するシリコーンゴムサスペンジョン、およびその製造方法を提供することにある。

【０００５】

【課題を解決するための手段】

本発明のシリコーンゴムサスペンジョンは、(Ａ)(ｉ)平均粒子径が０．１～１，０００μｍであるシリコーンゴム粉末の表面に、(ｉｉ)表面のシラノール基密度が２個／１００Å^{2}以上であり、かつ平均粒子径が１μｍ以下である非晶質シリカ微粉末を固着してなるシリコーンゴム粉末、(Ｂ)界面活性剤、および(Ｃ)水からなることを特徴とする。また、本発明のシリコーンゴムサスペンジョンの製造方法は、(ｉ)平均粒子径が０．１～１，０００μｍであるシリコーンゴム粉末と(ｉｉ)表面のシラノール基密度が２個／１００Å^{2}以上であり、かつ平均粒子径が１μｍ以下である非晶質シリカ微粉末の水分散液を加熱した後、該水分散液から水を除去することにより、(Ａ)前記(ｉ)成分の表面に前記(ｉｉ)成分を固着してなるシリコーンゴム粉末を調製し、次いで該(Ａ)成分を、(Ｂ)界面活性剤、および(Ｃ)水により分散させることを特徴とする。

【０００６】
【発明の実施の形態】
本発明のシリコーンゴムサスペンジョンおよびその製造方法を詳細に説明する。
(Ａ)成分は、(ｉ)成分の表面に(ｉｉ)成分を固着したことを特徴とするシリコーンゴム粉末である。この(ｉ)成分は、平均粒子径が０．１～１，０００μｍの範囲内であるシリコーンゴム粉末であり、好ましくは、０．１～２００μｍの範囲内、特に好ましくは、０．５～８０μｍの範囲内であるシリコーンゴム粉末である。これは、(ｉ)成分の平均粒子径が０．１μｍ未満であると、その表面に(ｉｉ)成分を固着しにくいためであり、また、この平均粒子径が１，０００μｍをこえると、得られるサスペンジョンの保存安定性、希釈安定性、および再分散性が低下するためである。この(ｉ)成分の形状としては、例えば、球状、偏平状、不定形状が挙げられ、特に、球状であることが好ましい。
【０００７】
(ｉ)成分を調製する方法としては、シリコーンゴム組成物を硬化させて調製したシリコーンゴムを微粉砕する方法、液状のシリコーンゴム組成物を粉霧させながら硬化する方法、液状のシリコーンゴム組成物を水または界面活性剤水溶液中に分散させて、これをミクロミキサー、タービン翼攪拌機、ホモミキサー、コロイドミル、ホモジナイザー等の攪拌装置や超音波振動機等の混合装置により均一なシリコーンゴム組成物の水系エマルジョンとした後、この組成物を硬化させる方法が挙げられ、特に、液状のシリコーンゴム組成物を水系エマルジョンとした後、この組成物を硬化させる方法が好ましい。
【０００８】
このシリコーンゴム組成物としては、例えば、一分子中に少なくとも２個のアルケニル基を有するオルガノポリシロキサン、一分子中に少なくとも２個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサン、および白金系触媒からなる付加反応硬化型のシリコーンゴム組成物；一分子中に少なくとも２個のシラノール基を有するオルガノポリシロキサン、一分子中に少なくとも２個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサン、および有機錫化合物、有機チタン化合物等の縮合反応用触媒からなるシリコーンゴム組成物や、一分子中に少なくとも２個のシラノール基を有するオルガノポリシロキサン、少なくとも３個のケイ素原子結合の加水分解性基を有するオルガノシランもしくはその部分加水分解縮合物、および縮合反応用触媒からなるシリコーンゴム組成物等の縮合反応硬化型のシリコーンゴム組成物；アルケニル基を有するオルガノポリシロキサン、および有機過酸化物からなる有機過酸化物硬化型のシリコーンゴム組成物；その他、紫外線硬化型のシリコーンゴム組成物が挙げられる。
【０００９】
このようなシリコーンゴム組成物には、この流動性を調節したり、得られるシリコーンゴム粉末の機械的強度を向上させるための任意の成分として、沈澱シリカ、ヒュームドシリカ、焼成シリカ、ヒュームド酸化チタン等の補強性充填剤；粉砕石英、ケイ藻土、アルミノケイ酸、酸化鉄、酸化亜鉛、炭酸カルシウム等の非補強性充填剤；およびこれらの充填剤をヘキサメチルジシラザン、トリメチルクロロシラン、ポリジメチルシロキサン等の有機ケイ素化合物により表面処理した充填剤を添加することができる。また、このようなシリコーンゴム組成物には、得られるシリコーンゴム粉末の表面特性を改善するために、アリルグリシジルエーテル、ビニルシクロヘキセンモノオキサイド等のアルケニル基含有エポキシ化合物；ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、３－アミノプロピルトリメトキシシラン、３－アミノプロピルトリエトキシシラン、３－（２－アミノエチル）アミノプロピルトリメトキシシラン、３－メルカプトプロピルトリメトキシシラン、３－グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、２－（３，４－エポキシシクロヘキシル）エチルトリメトキシシラン、３－メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、３－アミノプロピルメチルジメトキシシラン、３－グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン等のシランカップリング剤を添加することができる。また、このようなシリコーンゴム組成物には、必要に応じて、顔料、耐熱剤、難燃剤、光増感剤、および分子鎖片末端にのみケイ素原子結合水酸基を有するジオルガノポリシロキサンを添加することもでき

る。

【００１０】

また、(ｉｉ)成分は、表面のシラノール基密度が２個／１００Å^{2}以上であり、かつ平均粒子径が１μｍ以下である非晶質シリカ微粉末であり、特に好ましくは、この平均粒子径が０．１～０．００１μｍの範囲内である非晶質シリカ微粉末である。これは、表面のシラノール基密度が２個／１００Å^{2}未満であるか、または、平均粒子径が１μｍをこえる非晶質シリカ微粉末は、(ｉ)成分の表面に強固に固着することができないためである。(ｉｉ)成分は、(ｉ)成分の表面に固着するために、この平均粒子径は当然に(ｉ)成分の平均粒子径より小さいことが必要であり、実用的には、(ｉ)成分の平均粒子径の１／１０以下であることが好ましい。ここで、(ｉｉ)成分の表面のシラノール基密度は、例えば、(ｉｉ)成分を、１２０℃、１５ｍｍＨｇ以下の加熱減圧下で、３時間乾燥した後、この(ｉｉ)成分の表面のシラノール基とリチウムアルミニウムハイドライドとを反応させることにより発生した水素ガスを定量して求めたシラノール基量と、この(ｉｉ)成分の比表面積により求めることができる。この(ｉｉ)成分の形状としては、例えば、球状、偏平状、針状、不定形状が挙げられ、特に、球状であることが好ましい。このような(ｉｉ)成分としては、例えば、シリカゾル、乾式法、電弧法、および湿式法で得られる非晶質シリカ微粉末が挙げられ、特に、乾式法で得られるヒュームドシリカであることが好ましい。

【００１１】

(Ａ)成分を調製する方法としては、例えば、シリコーンゴム組成物、好ましくは、付加反応硬化型または縮合反応硬化型のシリコーンゴム組成物を界面活性剤水溶液中に均一に分散させた後、この組成物を硬化させて調製してなる(ｉ)成分の水分散液に(ｉｉ)成分を添加して、(ｉ)成分と(ｉｉ)成分の水分散液を調製して、この水分散液を加熱した後、この水分散液から水を除去する方法；(ｉ)成分と(ｉｉ)成分を必要により少量の水の存在下に高剪断下で混合する方法が挙げられ、特に、前者の方法が好ましい。(ｉ)成分と(ｉｉ)成分の水分散液を調製した後、これを加熱することにより、水中で(ｉ)成分の表面のシラノール基、ケイ素原子結合水素原子またはケイ素原子結合アルコキシ基と(ｉｉ)成分の表面のシラノール基との相互作用により、水を除去した後、(ｉ)成分の表面に(ｉｉ)成分を強固に固着することができる。(ｉ)成分と(ｉｉ)成分の水分散液を加熱する温度としては、例えば、４０～９５℃の範囲内であることが好ましく、特に、６０～９０℃の範囲内であることが好ましい。(ｉ)成分と(ｉｉ)成分の水分散液から水を除去する方法としては、例えば、風乾する方法、真空乾燥機、熱風循環式オーブン、スプレードライヤー等の周知の乾燥機を用いる方法が挙げられる。(ｉ)成分と(ｉｉ)成分を高剪断下で混合する装置としては、例えば、ヘンシェルミキサー、ボールミル、オングミル、スクリーンミル、ポットミル、乳鉢、アトライター、ハイブリダイザーが挙げられ、特に、ヘンシェルミキサー等の高速回転型攪拌混合機を用いることが効率的で好ましい。

【００１２】

(ｉｉ)成分の添加量としては、(ｉ)成分の表面に固着するに十分な量であればよく、例えば、(ｉ)成分１００重量部に対して０．０１～１００重量部の範囲内であることが好ましく、特に、０．１～３０重量部の範囲内であることが好ましい。また、(ｉ)成分の平均粒子径が０．１～１０μｍの範囲内である場合には、０．１１～１５重量部の範囲内であることが好ましく、(ｉ)成分の平均粒子径が１０～２００μｍの範囲内である場合には、０．０５～１０重量部の範囲内であることが好ましい。

【００１３】

このようにして調製された(Ａ)成分は、(ｉ)成分の表面に(ｉｉ)成分を強固に固着しており、(Ａ)成分が剪断力を受けた場合でも、(ｉ)成分の表面から(ｉｉ)成分が容易に剥落しないという特徴がある。(ｉ)成分の表面に、(ｉｉ)成分が強固に固着していることを確認する方法としては、(Ａ)成分を水や有機溶剤等の媒体中で高剪断下に攪拌して、(ｉ)成分と(ｉｉ)成分の分離の有無により確認することができる。

【００１４】

(Ｂ)成分は、(Ａ)成分の水中での分散性を向上させるための界面活性剤である。この(Ｂ)

成分としては、例えば、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルフェノール、ポリオキシアルキレンアルキルエステル、ポリオキシアルキレンソルビタンエステル、ポリエチレングライコール、ポリプロピレングライコール、ジエチレングライコールトリメチルノナノールのエチレンオキサイド付加物等のノニオン系界面活性剤；ヘキシルベンゼンスルホン酸、オクチルベンゼンスルホン酸、デシルベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、セチルベンゼンスルホン酸、ミリスチルベンゼンスルホン酸やそのナトリウム塩等のアニオン系界面活性剤；オクチルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ドデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、オクチルジメチルベンジルアンモニウムヒドロキシド、デシルジメチルベンジルアンモニウムヒドロキシド、ジオクタデシルジメチルアンモニウムヒドロキシド、牛脂トリメチルアンモニウムヒドロキシド、ヤシ油トリメチルアンモニウムヒドロキシド等のカチオン系界面活性剤が挙げられ、これら界面活性剤を２種以上混合して用いることもできる。

【００１５】

(Ｂ)成分の添加量は、(Ａ)成分を水に分散させるに十分な量であればよく、具体的には、(Ａ)成分１００重量部に対して０．１～１００重量部の範囲内であることが好ましく、特に、１～５０重量部の範囲内であることが好ましい。ここで、(ｉ)成分が界面活性剤水溶液中で調製されたシリコーンゴム粉末である場合には、この粉末に界面活性剤を含有もしくは付着している場合があるので、この(Ｂ)成分の添加量をこの(ｉ)成分に由来する界面活性剤の量を考慮して添加することが好ましい。

【００１６】

(Ｃ)成分の水は、(Ａ)成分を分散させるための媒体である。(Ｃ)成分の添加量は、(Ａ)成分が分散し得る量であり、任意量である。

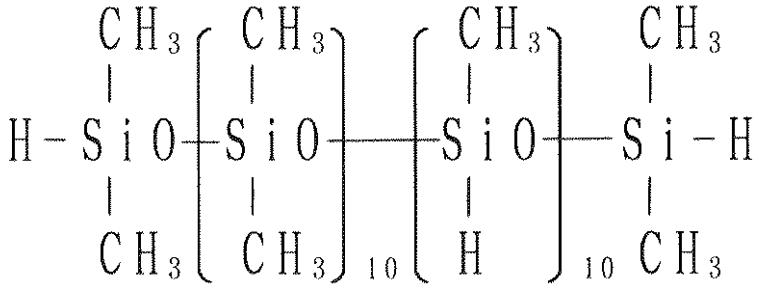
【００１７】

本発明のシリコーンゴムサスペンジョンには、その他任意の成分として、例えば、香料、染料、顔料、レベリング剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、増粘剤、防腐剤を添加することができる。また、このシリコーンゴムサスペンジョンを艶出し剤として使用する場合には、これにジメチルシリコーンオイル、メチルフェニルシリコーンオイル、アルキル変性シリコーンオイル、エポキシ変性シリコーンオイル、アミノ変性シリコーンオイル、フッ化アルキル変性シリコーンオイル等のシリコーンオイル；カルナウバワックス、モンタンワックス、キャンデリラワックス（カンデリラワックス）、セレシンワックス（オゾケライト）、ビーズワックス、ウールワックス（ラノリン）、固形パラフィンワックス、流動パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、ポリエチレンワックス等の天然または合成のワックス、ステアリン酸、硬化ヒマシ油、金属石鹸等の油脂、脂肪酸、およびその誘導体等のワックス状物質、ワックス状の合成樹脂類等のワックスおよび／またはワックス状物質を添加することができる。また、このシリコーンゴムサスペンジョンを水性化粧料として利用する場合には、これに保湿剤、収斂剤を添加してもよい。また、このシリコーンゴムサスペンジョンを水性洗浄剤として使用する場合には、フッ素樹脂粉末、ナイロン樹脂粉末、ポリエステル樹脂粉末、ポリエチレン樹脂粉末、アクリル樹脂粉末、エポキシ樹脂粉末、フェノール樹脂粉末、ポリウレタン樹脂粉末等の有機樹脂粉末；炭酸カルシウム、タルク、マイカ、ベントナイト、珪藻土、シリカ、マグネシウムシリケート等のケイ酸塩、アルミナ等の無機粉末等の研磨剤もしくは滑剤を添加することができる。

【００１８】

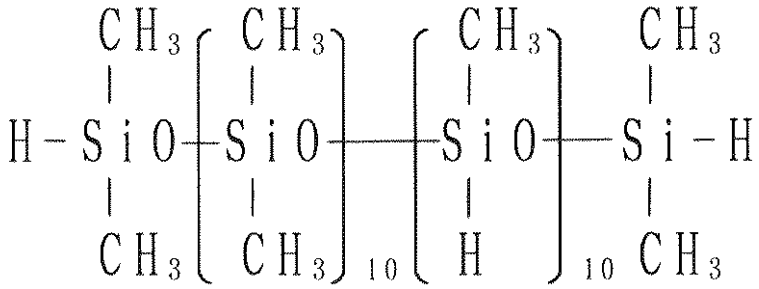
本発明のシリコーンゴムサスペンジョンは、優れた保存安定性、希釈安定性、および再分散性を有するので、長期間の保存が可能であり、例えば、水性塗料、水性化粧料、水性洗浄剤、水性艶出し剤に用いることができる。このような水性塗料は保存安定性が優れ、艶消しされ、柔らかな感触の塗膜を形成することができ、また、このような水性化粧料は洗浄性が優れ、使用感が良好であり、このような水性洗浄剤や艶出し剤は、基材に均一に塗り伸ばしでき、拭き取りが容易であり、洗浄性が優れ、基材に良好な艶を与えることができる。

【００１９】
【実施例】
本発明のシリコーンゴムサスペンジョンおよびその製造方法を実施例により詳細に説明する。なお、実施例中の粘度は２５℃において測定した値である。また、シリコーンゴム粉末の硬度は、これを作製するために用いたシリコーンゴム組成物を７０℃で２０分間熱気中で硬化させて得られたシリコーンゴムシートをＪＩＳ　Ｋ　６３０１に規定されたＪＩＳ　Ａ形硬度計により測定した値である。
［シリコーンゴム粉末の平均粒子径］
光学顕微鏡に接続した画像処理装置により測定した。
［シリコーンゴムサスペンジョンの保存安定性］
シリコーンゴムサスペンジョンを室温で１日間静置して、この保存安定性を観察した。シリコーンゴム粉末の分離がほとんど観察されない場合を○、シリコーンゴム粉末の一部が分離したものの、ほとんどのシリコーンゴム粉末が均一に分散している場合を△、ほとんどのシリコーンゴム粉末が分離している場合を×として評価した。
［シリコーンゴムサスペンジョンの希釈安定性］
シリコーンゴムサスペンジョンを２倍量の水に投入して、この希釈安定性を観察した。シリコーンゴム粉末が均一に希釈されている場合を○、シリコーンゴム粉末の一部が分離したものの、ほとんどのシリコーンゴム粉末が均一に希釈されている場合を△、ほとんどのシリコーンゴム粉末が分離した場合を×として評価した。
［シリコーンゴムサスペンジョンの再分散性］
シリコーンゴムサスペンジョンを室温で１週間静置した後、分離したシリコーンゴム粉末を振とうして、この再分散性を観察した。分離したシリコーンゴム粉末が均一に分散した場合を○、分離したシリコーンゴム粉末の一部は分散しないものの、ほとんどのシリコーンゴム粉末が均一に分散した場合を△、ほとんどのシリコーンゴム粉末が分散しない場合を×として評価した。
【００２０】
［参考例１］
分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン（ビニル基当量＝８０００）５０重量部と粘度が２０センチポイズである、式：
【化１】

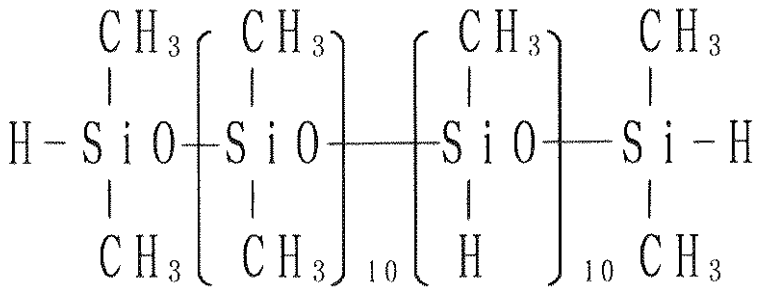


で表されるジメチルシロキサン・メチルハイドロジェンシロキサン共重合体１１重量部を均一に混合して組成物(Ｉ)を調製した。次に、このジメチルポリシロキサン５０重量部と塩化白金酸のイソプロパノール溶液（このジメチルポリシロキサンに対して白金金属が重量単位で２０ｐｐｍとなる量）を均一に混合して組成物(ＩＩ)を調製した。この組成物(Ｉ)６１重量部と組成物(ＩＩ)５０重量部を５℃で均一に混合した後、これを２５℃の純水（電気伝導度＝０．２μＳ／ｃｍ）２００重量部とポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル（ＨＬＢ＝１３．１）４重量部に速やかに混合して、ホモジナイザー（３００ｋｇｆ／ｃｍ^2）により均一な液状シリコーンゴム組成物の水系エマルジョンを調製した。この水系エマルジョンを３０℃で６時間静置して、シリコーンゴム粉末の水分散液を調製した。この水分散液を８０℃で１時間加熱した後、スプレードライヤーにより乾燥して、平均粒子径が４μｍである球状のシリコーンゴム粉末(Ａ)を調製した。

【００２１】
［参考例２］
参考例１で調製したシリコーンゴム粉末(Ａ)１００重量部とジメチルジクロロシランにより処理された疎水性非晶質シリカ粉末（表面のシラノール基密度＝１．２個／１００Å^2、一次平均粒子径＝１６ｍμ、比表面積＝１２０ｍ^2／ｇ）１０重量部をヘンシェルミキサーにより１０００ｒｐｍで２０分間混合して、表面を疎水性非晶質シリカ粉末で被覆したシリコーンゴム粉末(Ｂ)を調製した。
【００２２】
［参考例３］
分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン（ビニル基当量＝８０００）５０重量部と粘度が２０センチポイズである、式：
【化２】



で表されるジメチルシロキサン・メチルハイドロジェンシロキサン共重合体１１重量部とビニルシクロヘキセンモノオキサイド２重量部を均一に混合して組成物(ＩＩＩ)を調製した。次に、このジメチルポリシロキサン５０重量部と塩化白金酸のイソプロパノール溶液（このジメチルポリシロキサンに対して白金金属が重量単位で２０ｐｐｍとなる量）を均一に混合して組成物(ＩＩ)を調製した。この組成物(ＩＩＩ)６３重量部と組成物(ＩＩ)５０重量部を５℃で均一に混合した後、これを２５℃の純水（電気伝導度＝０．２μＳ／ｃｍ）２００重量部とポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル（ＨＬＢ＝１３．１）４重量部に速やかに混合して、ホモジナイザー（３００ｋｇｆ／ｃｍ^2）により均一な液状シリコーンゴム組成物の水系エマルジョンを調製した。この水系エマルジョンを３０℃で６時間静置して、シリコーンゴム粉末の水分散液を調製した。このシリコーンゴム粉末は平均粒子径が３μｍであり、この形状は球状であった。次に、この水分散液に非晶質シリカ粉末（表面のシラノール基密度＝４．２個／１００Å^2、一次平均粒子径＝２０ｍμ、比表面積＝２００ｍ^2／ｇ）５重量部を均一に分散させた後、８０℃で１時間加熱した。その後、これをスプレードライヤーにより乾燥して、表面を非晶質シリカ粉末で被覆したシリコーンゴム粉末(Ｃ)を調製した。
【００２３】
［参考例４］
分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン（ビニル基当量＝８０００）５０重量部と粘度が２０センチポイズである、式：
【化３】



で表されるジメチルシロキサン・メチルハイドロジェンシロキサン共重合体１１重量部とビニルシクロヘキセンモノオキサイド５重量部を均一に混合して組成物(ＩＶ)を調製した。次に、このジメチルポリシロキサン５０重量部と塩化白金酸のイソプロパノール溶液（このジメチルポリシロキサンに対して白金金属が重量単位で２０ｐｐｍとなる量）を均一に混合して組成物(ＩＩ)を調製した。この組成物(ＩＶ)６６重量部と組成物(ＩＩ)５０重量部を５℃で均一に混合した後、これを２５℃の純水（電気伝導度＝０．２μＳ／ｃｍ）２００重量部とポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル（ＨＬＢ＝１３．１）４重量部に速やかに混合して、ホモジナイザー（３００ｋｇｆ／ｃｍ^2）により均一な液状シリコーンゴム組成物の水系エマルジョンを調製した。この水系エマルジョンを３０℃で６時間静置して、シリコーンゴム粉末の水分散液を調製した。このシリコーンゴム粉末の平均粒子径は４μｍであり、この形状は球状であった。次に、この水分散液に非晶質シリカ粉末（表面のシラノール基密度＝４．２個／１００Å^2、一次平均粒子径＝２０ｍμ、比表面積＝２００ｍ^2／ｇ）５重量部を均一に分散させた後、８０℃で１時間加熱した。その後、これを１２０℃のオーブンにより乾燥して、表面を非晶質シリカ粉末で被覆したシリコーンゴム粉末(Ｄ)を調製した。

【００２４】

［実施例１、２、比較例１、２］

参考例１～４で調製したシリコーンゴム粉末を用いて、シリコーンゴム粉末１００重量部に対して、界面活性剤としてのポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル（ＨＬＢ＝１３．１）が４重量部、水が１０００重量部となるように４種のシリコーンゴムサスペンジョンを調製した。これらシリコーンゴムサスペンジョンの保存安定性、希釈安定性、および再分散性を観察した。これらの結果を表１に示した。

【００２５】

【表１】

	比較例1	比較例2	実施例1	実施例2
シリコーンゴム粉末	A	B	C	D
シリコーンゴムサスペンション保存安定性	×	×	○	○
希釈安定性	×	×	○	○
再分散性	×	×	○	○

【００２６】

【発明の効果】

本発明のシリコーンゴムサスペンジョンは、(Ａ)成分、(Ｂ)成分、および(Ｃ)成分からなり、特に、(Ａ)成分として、表面に非晶質シリカ微粉末を固着したシリコーンゴム粉末を用いているので、優れた保存安定性、希釈安定性、および再分散性を有するという特徴があり、本発明の製造方法は、このようなシリコーンゴムサスペンジョンを製造できるという特徴がある。

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平０７－１０２０７５（ＪＰ，Ａ）
特開昭６３－３０９５６５（ＪＰ，Ａ）
特開平０５－００９４０９（ＪＰ，Ａ）
特開平０２－１１７９７９（ＪＰ，Ａ）
特開平０７－２１５８２８（ＪＰ，Ａ）
特開平０８－０１２５２４（ＪＰ，Ａ）
特開昭６３－３０１２８０（ＪＰ，Ａ）
特開昭６１－１５９４７４（ＪＰ，Ａ）
特開平０４－３４８１４３（ＪＰ，Ａ）
特開平０４－３５３５７６（ＪＰ，Ａ）
特開平０５－１７９１４４（ＪＰ，Ａ）
特開平０６－２９９０７３（ＪＰ，Ａ）
特開平０５－２２２２９２（ＪＰ，Ａ）
特開平０４－１８５６４９（ＪＰ，Ａ）
特開平０７－３１６３４５（ＪＰ，Ａ）
特開平０８－２６９４０１（ＪＰ，Ａ）
特開平０４－１７５３５１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.^{7}，ＤＢ名)

C08L 83/00- 83/16
C09D183/00-183/16
C09G 1/00- 1/18
A61K 7/00- 7/50
WPI/L(QUESTEL)