(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3553727号
(P3553727)
(45)発行日　平成16年8月11日(2004.8.11)　(24)登録日　平成16年5月14日(2004.5.14)

(51)Int.Cl.[7]　F I
C08J 3/12　C08J 3/12 CFHA
C08L 83/04　C08L 83/04

請求項の数 6　(全 12 頁)

(21)出願番号　特願平8-93287
(22)出願日　平成8年3月22日(1996.3.22)
(65)公開番号　特開平9-255793
(43)公開日　平成9年9月30日(1997.9.30)
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　橘　隆司
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

最終頁に続く

(54)【発明の名称】シリコーンゴム粉末およびその製造方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
ケイ素原子に、式：
－Ｒ[1]（ＯＲ[2]）[m]ＯＲ[3]
（式中、Ｒ[1]およびＲ[2]は同じか、または異なるアルキレン基であり、Ｒ[3]は水素原子またはアルキル基であり、ｍは２～１００の整数である。）
で表されるポリオキシアルキレン基が結合しているポリオルガノシロキサンを含有することを特徴とする不定形状のシリコーンゴム粉末。
【請求項２】
無機質充填剤を含有することを特徴とする、請求項１記載のシリコーンゴム粉末。
【請求項３】
無機質充填剤が、タルク、マイカ、および溶融シリカからなる群より選択される少なくとも一種であることを特徴とする、請求項２記載のシリコーンゴム粉末。
【請求項４】
ケイ素原子に、式：
－Ｒ[1]（ＯＲ[2]）[m]ＯＲ[3]
（式中、Ｒ[1]およびＲ[2]は同じか、または異なるアルキレン基であり、Ｒ[3]は水素原子またはアルキル基であり、ｍは２～１００の整数である。）
で表されるポリオキシアルキレン基が結合しているポリオルガノシロキサンを含有するシリコーンゴムを微粉砕することを特徴とする、請求項１記載のシリコーンゴム粉末の製造

方法。
【請求項５】
シリコーンゴムが、付加反応硬化型のシリコーンゴム組成物を硬化させたものであることを特徴とする、請求項４記載の製造方法。
【請求項６】
シリコーンゴム組成物が、
（Ａ）一分子中に少なくとも２個のケイ素原子結合アルケニル基を有するポリオルガノシロキサン　１００重量部、
（Ｂ）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ポリオルガノシロキサン｛（Ａ）成分中のアルケニル基１モルに対して、（Ｂ）成分中のケイ素原子結合水素原子が０．１～１０モルとなる量｝、
（Ｃ）ケイ素原子に、式：
$-R^1(OR^2)_mOR^3$
（式中、R^1およびR^2は同じか、または異なるアルキレン基であり、R^3は水素原子またはアルキル基であり、ｍは２～１００の整数である。）
で表されるポリオキシアルキレン基が結合しており、アルケニル基および水素原子が結合していないポリオルガノシロキサン　０．００１～２０重量部、
および
（Ｄ）白金系触媒（本組成物を硬化させるに十分な量）
からなることを特徴とする、請求項４記載の製造方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、シリコーンゴム粉末およびその製造方法に関し、詳しくは、親水性が優れ、柔らかな感触を有する不定形状のシリコーンゴム粉末、およびこのようなシリコーンゴム粉末を効率よく製造する方法に関する。
【０００２】
【従来の技術】
シリコーンゴム粉末は、例えば、化粧料、塗料、インキ、有機樹脂の添加剤として使用され、特に、滑らかな感触を付与するための化粧料用添加剤や、塗膜を艶消しするための塗料用添加剤として好適に使用される。このようなシリコーンゴム粉末としては、例えば、ジオルガノシロキサンブロックを１０重量％以上含有するシリコーンゴム粉末（特開昭５９－６８３３３号公報参照）、一分子中に少なくとも１個の不飽和炭化水素結合を含有するエポキシ化合物を遊離状態で含有するか、またはシリコーンゴムに化学結合するシリコーンゴム粉末（特開昭６４－５６７３５号公報参照）、エポキシ基、アルケニル基、アミノ基およびメルカプト基からなる群から選択される基を含有する有機ケイ素化合物を遊離状態で含有するか、またはシリコーンゴムに化学結合するシリコーンゴム粉末（特開昭６４－７０５５８号公報参照）、０．５～８０重量％のシリコーン油を含有するシリコーンゴム粉末（特開昭６４－８１８５６号公報）、ケイ素原子にアルコール性水酸基を間接的に化学結合するシリコーンゴム粉末（特開平３－２５００５０号公報参照）が挙げられる。しかし、このようなシリコーンゴム粉末は、流動性が乏しく、また、親水性が乏しいために、これを水性の化粧料や塗料に添加すると、均一に分散しなかったり、たとえ分散したとしても、保存中にシリコーンゴム粉末が分離してしまうという問題があった。
【０００３】
これらのシリコーンゴム微粉末は、シリコーンゴム組成物を界面活性剤水溶液中に乳化した後、この組成物を硬化させて製造されたものであるが、この界面活性剤として、ケイ素原子にポリオキシアルキレン基を結合するポリオルガノシロキサンを用いて製造されたシリコーンゴム粉末（特開平４－１８３７２６号公報参照）といえども、親水性は乏しい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、上記の課題を解決するために鋭意検討した結果、本発明に到達した。
すなわち、本発明の目的は、親水性が優れ、柔らかな感触を有する不定形状のシリコーンゴム粉末、およびこのようなシリコーンゴム粉末を効率よく製造する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】
本発明の不定形状のシリコーンゴム粉末は、ケイ素原子に、式：
$-R^1(OR^2)_mOR^3$
（式中、R^1およびR^2は同じか、または異なるアルキレン基であり、R^3は水素原子またはアルキル基であり、ｍは２～１００の整数である。）
で表されるポリオキシアルキレン基が結合しているポリオルガノシロキサンを含有することを特徴とする。
また、本発明の製造方法は、ケイ素原子に、式：
$-R^1(OR^2)_mOR^3$
（式中、R^1およびR^2は同じか、または異なるアルキレン基であり、R^3は水素原子またはアルキル基であり、ｍは２～１００の整数である。）
で表されるポリオキシアルキレン基が結合しているポリオルガノシロキサンを含有するシリコーンゴムを微粉砕することを特徴とする。
【０００６】
【発明の実施の形態】
はじめに、本発明のシリコーンゴム粉末を詳細に説明する。
本発明のシリコーンゴム粉末は、ケイ素原子に、式：
$-R^1(OR^2)_mOR^3$
（式中、R^1およびR^2は同じか、または異なるアルキレン基であり、R^3は水素原子またはアルキル基であり、ｍは２～１００の整数である。）
で表されるポリオキシアルキレン基が結合しているポリオルガノシロキサンを含有することを特徴とする。上式中のR^1はアルキレン基であり、例えば、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基が挙げられ、特に、エチレン基、プロピレン基であることが好ましい。また、上式中のR^2はR^1と同じか、または異なるアルキレン基であり、特に、エチレン基であることが好ましい。また、上式中のR^3は水素原子またはアルキル基であり、R^3のアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基が挙げられる。また、上式中のｍは２～１００の整数であり、特に、５～２０の整数であることが好ましい。このようなポリオルガノシロキサンの分子構造としては、例えば、直鎖状、一部分枝鎖を有する直鎖状、分枝鎖状、環状、樹脂状が挙げられ、特に、直鎖状や一部分枝鎖を有する直鎖状であることが好ましい。
【０００７】
このようなポリオキシアルキレン基としては、例えば、次のような基が挙げられる。
$-C_2H_4(OC_2H_4)_mOH$
$-C_2H_4(OC_2H_4)_mOCH_3$
$-C_2H_4(OC_2H_4)_n(OC_3H_6)_pOH$
$-C_2H_4(OC_2H_4)_n(OC_3H_6)_pOCH_3$
$-C_3H_6(OC_2H_4)_mOH$
$-C_3H_6(OC_2H_4)_mOCH_3$
$-C_3H_6(OC_2H_4)_n(OC_3H_6)_pOH$
$-C_3H_6(OC_2H_4)_n(OC_3H_6)_pOCH_3$
（式中、ｍは２～１００の整数であり、ｎは０または正の整数であり、ｐは正の整数であり、かつｎ＋ｐは２～１００の整数である。）
このようなポリオキシアルキレン基の中でも、シリコーンゴム粉末に優れた親水性、および柔らかな感触を付与することができることから、主鎖が（OC_2H_4）の繰り返し単位

のみからなるポリオキシエチレン基であることが好ましい。このようなケイ素原子にポリオキシアルキレン基を結合するポリオルガノシロキサンは、シリコーンゴム粉末に単に含有されているものであり、このシリコーンゴムを形成する硬化反応に関与しないポリオルガノシロキサンである。このシリコーンゴムを形成する硬化反応としては、例えば、アルケニル基とケイ素原子結合水素原子による付加反応、ケイ素原子結合水酸基とケイ素原子結合水素原子による縮合反応、有機過酸化物によるラジカル反応、紫外線照射によるラジカル反応が挙げられる。

【０００８】

このようなシリコーンゴム粉末を構成するシリコーンゴムのＪＩＳ　Ｋ　６３０１に規定されるＪＩＳ　Ａ硬さとしては、例えば、１０～５０であることが好ましく、特に、２０～４５であることが好ましい。また、このようなシリコーンゴム粉末の形状は、シリコーンゴム粉末を微粉砕して形成されるので不定形状である。さらに、このようなシリコーンゴム粉末の平均粒子径としては、例えば、５００μｍ以下であることが好ましく、特に、２５０μｍ以下であることが好ましい。

【０００９】

次に、本発明のシリコーンゴム粉末の製造方法を詳細に説明する。

本発明の製造方法は、ケイ素原子に、式：

$-R^1(OR^2)_mOR^3$

（式中、R^1およびR^2は同じか、または異なるアルキレン基であり、R^3は水素原子またはアルキル基であり、ｍは２～１００の整数である。）

で表されるポリオキシアルキレン基が結合しているポリオルガノシロキサンを含有するシリコーンゴムを微粉砕することを特徴とする。このシリコーンゴムを微粉砕する方法としては、例えば、シリコーンゴムをスタンプミル、ベルクラッシャー、ロールミル、ハンマーミル、ドラムミル、ジェットミル等の粉砕機により微粉砕する方法が挙げられる。シリコーンゴムを微粉砕する際には、このシリコーンゴムが発熱するので、水、液体窒素等により冷却しながら行うことが好ましい。

【００１０】

このようなシリコーンゴムを形成するシリコーンゴム組成物の硬化反応としては、例えば、アルケニル基とケイ素原子結合水素原子による付加反応、ケイ素原子結合水酸基とケイ素原子結合水素原子による縮合反応、有機過酸化物によるラジカル反応、紫外線照射によるラジカル反応が挙げられ、特に、付加反応であることが好ましい。付加反応により硬化するシリコーンゴム組成物としては、

（Ａ）一分子中に少なくとも２個のケイ素原子結合アルケニル基を有するポリオルガノシロキサン１００重量部、

（Ｂ）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ポリオルガノシロキサン｛（Ａ）成分中のアルケニル基１モルに対して、（Ｂ）成分中のケイ素原子結合水素原子が０．１～１０モルとなる量｝、

（Ｃ）ケイ素原子に、式：

$-R^1(OR^2)_mOR^3$

（式中、R^1およびR^2は同じか、または異なるアルキレン基であり、R^3は水素原子またはアルキル基であり、ｍは２～１００の整数である。）

で表されるポリオキシアルキレン基が結合しており、アルケニル基および水素原子が結合していないポリオルガノシロキサン　　０．００１～２０重量部、

および

（Ｄ）白金系触媒（本組成物を硬化させるに十分な量）

からなるシリコーンゴム組成物であることが好ましい。

【００１１】

（Ａ）成分は、このシリコーンゴム組成物の主成分であり、一分子中に少なくとも２個のケイ素原子結合アルケニル基を有するポリオルガノシロキサンである。（Ａ）成分の分子構造としては、例えば、直鎖状、一部分枝鎖を有する直鎖状、分枝鎖状、環状、樹脂状が

挙げられ、特に、直鎖状や一部分枝鎖を有する直鎖状であることが好ましい。（Ａ）成分中のアルケニル基としては、例えば、ビニル基、アリル基、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基が挙げられ、特に、ビニル基であることが好ましい。また、（Ａ）成分中のアルケニル基以外のケイ素原子に結合する基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基；フェニル基、トリル基、キシリル基等のアリール基；ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基；３，３，３－トリフロロプロピル基等のハロゲン化アルキル基等の置換もしくは非置換の一価炭化水素基；メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等のアルコキシ基；水酸基が挙げられ、特に、メチル基、フェニル基、３，３，３－トリフロロプロピル基であることが好ましい。

【００１２】

（Ｂ）成分は、このシリコーンゴム組成物の架橋剤であり、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ポリオルガノシロキサンである。（Ｂ）成分の分子構造としては、例えば、直鎖状、一部分枝鎖を有する直鎖状、分枝鎖状、環状、樹脂状が挙げられ、特に、直鎖状や一部分枝鎖を有する直鎖状であることが好ましい。（Ｂ）成分中の水素原子以外のケイ素原子に結合する基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基；フェニル基、トリル基、キシリル基等のアリール基；ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基；３，３，３－トリフロロプロピル基等のハロゲン化アルキル基等の置換もしくは非置換の一価炭化水素基；メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等のアルコキシ基；水酸基が挙げられ、特に、メチル基、フェニル基、３，３，３－トリフロロプロピル基であることが好ましい。

【００１３】

（Ｂ）成分の配合量は、（Ａ）成分中のアルケニル基１モルに対して、（Ｂ）成分中のケイ素原子結合水素原子が０．１～１０モルとなる量であり、特に、これが０．５～２．０モルとなる量であることが好ましい。これは、（Ａ）成分中のアルケニル基１モルに対して、（Ｂ）成分中のケイ素原子結合水素原子が０．１モル未満となる量である場合には、硬化が十分に進行しないためであり、また、これが１０モルをこえても、硬化が十分に進行しないためである。

【００１４】

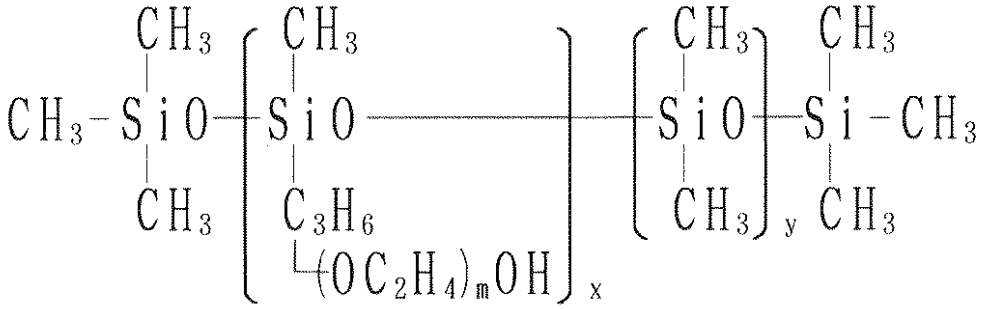
（Ｃ）成分は、このシリコーンゴム組成物を硬化して得られるシリコーンゴム粉末に優れた親水性、および柔らかな感触を付与するための成分であり、ケイ素原子に、式：

$-R^1(OR^2)_mOR^3$

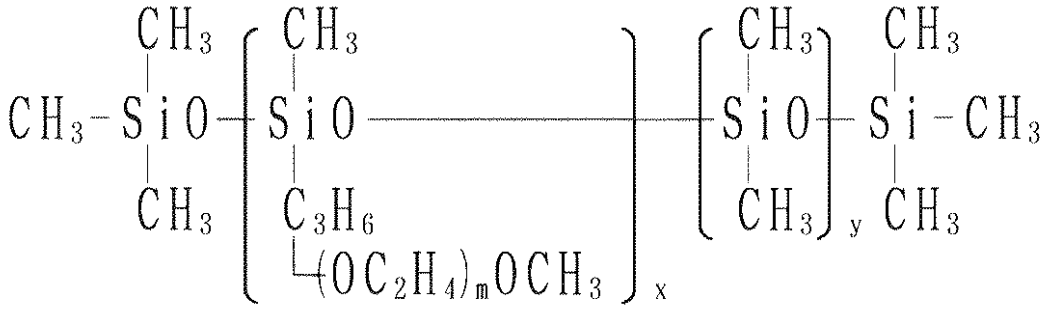
（式中、R^1およびR^2は同じか、または異なるアルキレン基であり、R^3は水素原子またはアルキル基であり、ｍは２～１００の整数である。）

で表されるポリオキシアルキレン基が結合しており、アルケニル基および水素原子が結合していないポリオルガノシロキサンである。（Ｃ）成分中のケイ素原子に結合するその他の基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基；フェニル基、トリル基、キシリル基等のアリール基；ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基；３，３，３－トリフロロプロピル基等のハロゲン化アルキル基等の置換もしくは非置換の一価炭化水素基；メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等のアルコキシ基；水酸基が挙げられ、特に、メチル基、フェニル基、３，３，３－トリフロロプロピル基であることが好ましい。（Ｃ）成分の分子構造としては、例えば、直鎖状、一部分枝鎖を有する直鎖状、分枝鎖状、環状、樹脂状が挙げられ、特に、直鎖状や一部分枝鎖を有する直鎖状であることが好ましい。このような（Ｃ）成分としては、例えば、次の一般式で表されるポリオルガノシロキサンが挙げられる。

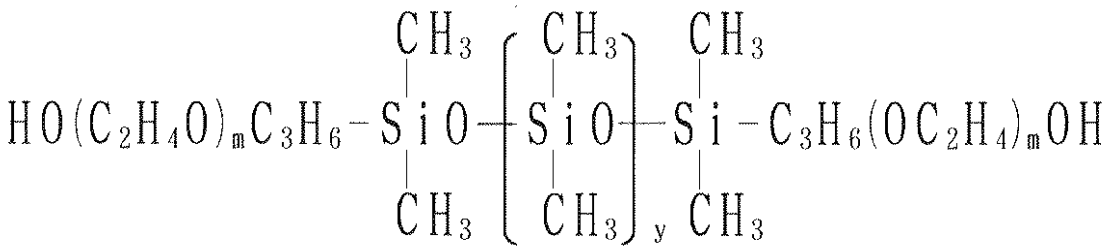
【化１】



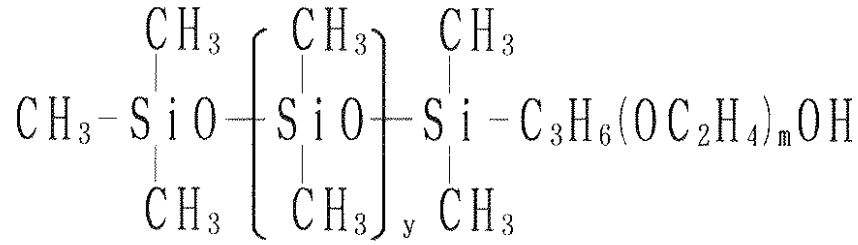
【化２】



【化３】



【化４】



（式中、ｍは２～１００の整数であり、ｘは正の整数であり、ｙは０または正の整数である。）

【００１５】

（Ｃ）成分の配合量は、（Ａ）成分１００重量部に対して０．００１～２０重量部であり、特に、０．０１～２０重量部であることが好ましい。これは、（Ａ）成分１００重量部に対して、（Ｃ）成分が０．００１重量部未満であると、得られるシリコーンゴム粉末に十分な親水性を付与することができないためであり、また、これが２０重量部をこえると、得られるシリコーンゴム粉末がべたついたりするようになるためである。

【００１６】

（Ｄ）成分の白金系触媒は、このシリコーンゴム組成物を硬化させるための触媒であり、例えば、塩化白金酸、塩化白金酸のアルコール溶液、白金のオレフィン錯体、白金のアルケニルシロキサン錯体、白金担持シリカ微粉末、白金担持活性炭微粉末、白金黒が挙げられる。

【００１７】
（Ｄ）成分の配合量は、このシリコーンゴム組成物を硬化させるに十分な量であり、例えば、（Ａ）成分と（Ｂ）成分の合計重量に対して、（Ｄ）成分中の白金金属が重量単位で０．１～１，０００ｐｐｍとなる量であることが好ましく、特に、これが１～５００ｐｐｍとなる量であることが好ましい。
【００１８】
このシリコーンゴム組成物には、その他任意の成分として、例えば、ヒュームドシリカ、沈降性シリカ、石英粉末、溶融シリカ、二酸化チタン、タルク、マイカ、カーボンブラック等の無機質充填剤、およびこれらの無機質充填剤をオルガノアルコキシシラン、オルガノクロロシラン、オルガノシラザン等の有機ケイ素化合物により表面処理してなる無機質充填剤；３－メチル－１－ブチン－３－オール、３，５－ジメチル－１－ヘキシン－３－オール、フェニルブチノール等のアルキンアルコール；３－メチル－３－ペンテン－１－イン、３，５－ジメチル－３－ヘキセン－１－イン等のエンイン化合物；１，３，５，７－テトラメチル－１，３，５，７－テトラビニルシクロテトラシロキサン、１，３，５，７－テトラメチル－１，３，５，７－テトラヘキセニルシクロテトラシロキサン、ベンゾトリアゾール等の付加反応抑制剤；防腐剤、抗菌剤、酸化防止剤、香料、顔料、染料を配合することができる。シリコーンゴム粉末の比重を調節するために、タルク、マイカ、および溶融シリカからなる群から選択される少なくとも一種の無機質充填剤を配合することが好ましく、このシリコーンゴム粉末の比重は０．９７～１．２０であることが好ましく、特に、０．９７～１．１０であることが好ましい。このため、これらの無機質充填剤の配合量としては、（Ａ）成分１００重量部に対して１００重量部未満であることが好ましく、特に、０．０１～２０重量部であることが好ましい。また、このシリコーンゴム組成物の取扱作業性を向上するために上記の付加反応抑制剤を配合することが好ましく、この配合量としては、シリコーンゴム組成物中に重量単位で１０～５０，０００ｐｐｍとなる量であることが好ましい。
【００１９】
本発明のシリコーンゴム粉末は、親水性が優れ、柔らかな感触を有するので、洗顔化粧料等のスクラブ剤として使用することができる他、例えば、水性塗料、水性化粧料、水性洗浄剤、水性艶出し剤に使用することができる。
【００２０】
【実施例】
本発明のシリコーンゴム粉末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、その親水性、およびその感触は次のようにして評価した。
［シリコーンゴム粉末の平均粒子径］
ふるい目の開きが異なる数種のメッシュを通過したシリコーンゴム粉末の重量から平均粒子径を求めた。
［シリコーンゴム粉末の最大粒子径］
電子顕微鏡により観察して求めた。
［シリコーンゴム粉末の粒度］
粒子径が５０～２５０μｍであるシリコーンゴム粉末の含有量（重量％）を求めた。
［シリコーンゴム粉末の親水性］
シリコーンゴム粉末を１００重量部、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、およびイオン交換水１０００重量部からなる水分散液を調製した。この水分散液を１週間室温で静置した後、この水分散液の外観を観察した。シリコーンゴム粉末が、この水分散液中で凝集しておらず、容易に再分散可能である場合を○、このシリコーンゴム粉末が、この水分散液中で凝集してしまい、再分散しない場合を×として評価した。
［シリコーンゴム粉末の感触］
上記の水分散液を手肌に塗った際に、このシリコーンゴム粉末が柔らかな感触を有する場

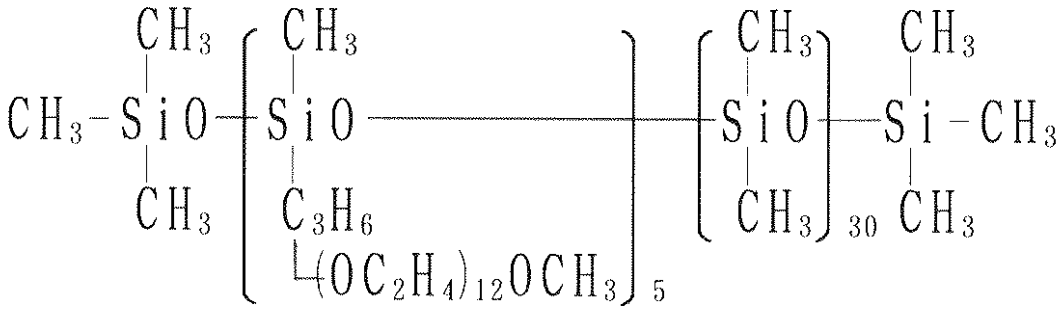
合を○、時折、ごわつくような異物感を有する場合を△、ごわつくような異物感を有し、強い刺激を感じる場合を×として評価した。

【００２１】

［実施例１］

粘度が１００センチストークスである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサン１００重量部、このビニル基１モルに対してケイ素原子結合水素原子が０．８５モルとなる量の分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ポリメチルハイドロジェンシロキサン、これらのシロキサンの合計量に対して白金金属が重量単位で５ｐｐｍとなる量の塩化白金酸のイソプロパノール溶液、式：

【化５】



で表されるポリオキシエチレン基含有ポリメチルシロキサン１重量部、および平均粒子径が約４μｍであり、ポリメチルハイドロジェンシロキサンにより処理されたマイカ１０重量部を均一に混合して付加反応硬化型のシリコーンゴム組成物を調製した。

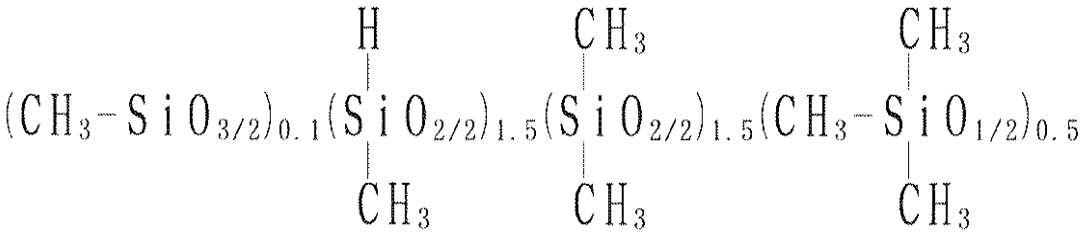
このシリコーンゴム組成物を１５０℃で３０分間加熱してシリコーンゴムを成形した。このシリコーンゴムのＪＩＳ　Ａ硬さおよび比重を測定した。次に、このシリコーンゴムを回転半径２０ｃｍのハンマーミルで微粉砕してシリコーンゴム粉末を調製した。このシリコーンゴム粉末の特性を表１に示した。

【００２２】

［実施例２］

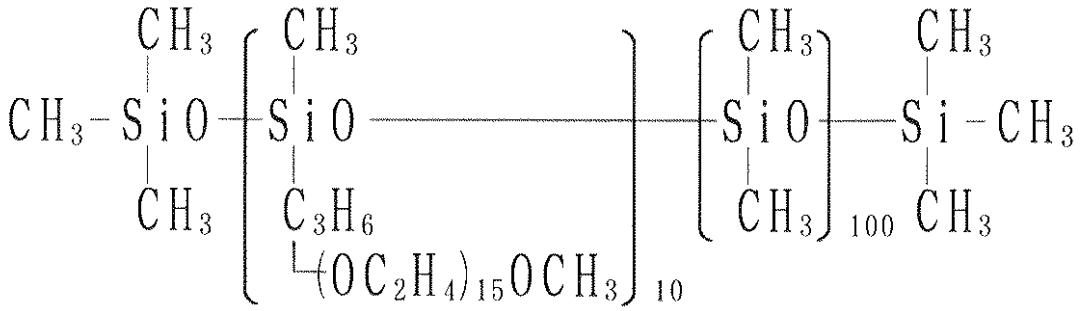
粘度が５００センチストークスである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサン１００重量部、このビニル基１モルに対してケイ素原子結合水素原子が０．９５モルとなる量の平均単位式：

【化６】



で表されるポリメチルシロキサン、これらのシロキサンの合計量に対して白金金属が重量単位で１０ｐｐｍになる量の塩化白金酸のイソプロパノール溶液、式：

【化７】



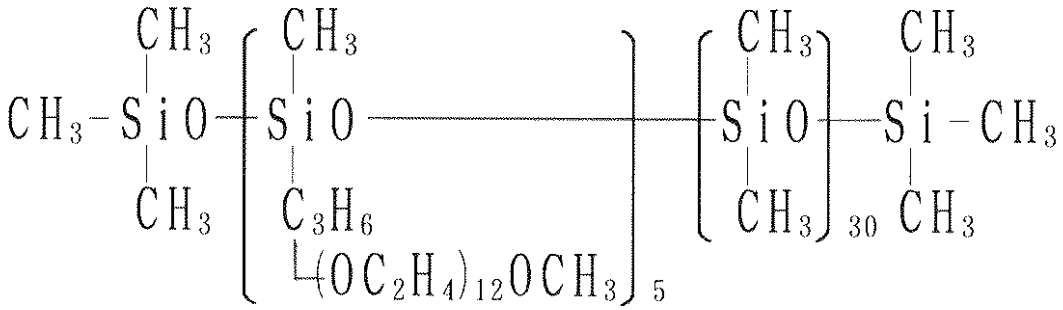
で表されるポリオキシエチレン基含有ポリメチルシロキサン０．５重量部、および平均粒子径が約０．５μｍであり、ポリメチルハイドロジェンシロキサンにより処理されたタルク１４重量部を均一に混合して付加反応硬化型のシリコーンゴム組成物を調製した。
このシリコーンゴム組成物を１５０℃で３０分間加熱して、シリコーンゴムを成形した。このシリコーンゴムのＪＩＳ　Ａ硬さおよび比重を測定した。次に、このシリコーンゴムを回転半径２０ｃｍのハンマーミルで微粉砕してシリコーンゴム粉末を調製した。このシリコーンゴム粉末の特性を表１に示した。

【００２３】

［実施例３］

粘度が５００センチストークスである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサン１００重量部、このビニル基１モルに対してケイ素原子結合水素原子が１．２モルとなる量の分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ポリメチルハイドロジェンシロキサン、これらのシロキサンの合計量に対して白金金属が重量単位で５ｐｐｍとなる量の塩化白金酸のイソプロパノール溶液、式：

【化８】



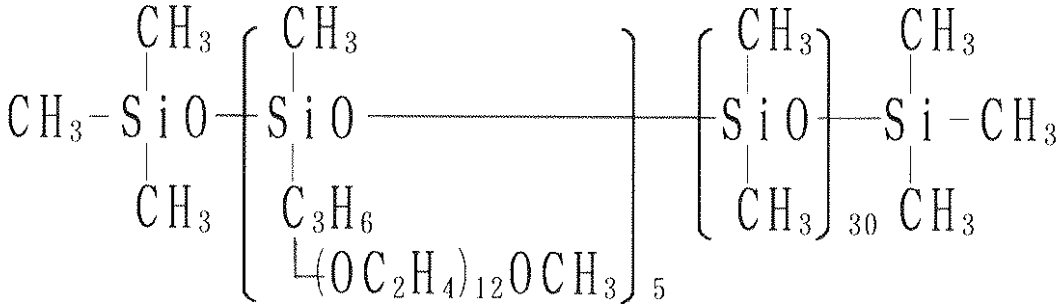
で表されるポリオキシエチレン基含有ポリメチルシロキサン１重量部、および平均粒子径が約４μｍであり、ポリメチルハイドロジェンシロキサンにより処理されたマイカ１０重量部を均一に混合して付加反応硬化型のシリコーンゴム組成物を調製した。
このシリコーンゴム組成物を１５０℃で３０分間加熱してシリコーンゴムを成形した。このシリコーンゴムのＪＩＳ　Ａ硬さおよび比重を測定した。次に、このシリコーンゴムを回転半径２０ｃｍのハンマーミルで微粉砕してシリコーンゴム粉末を調製した。このシリコーンゴム粉末の特性を表１に示した。

【００２４】

［実施例４］

粘度が１００センチストークスである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサン１００重量部、このビニル基１モルに対してケイ素原子結合水素原子が０．８５モルとなる量の分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ポリメチルハイドロジェンシロキサン、これらのシロキサンの合計量に対して白金金属が重量単位で１０ｐｐｍになる量の塩化白金酸のイソプロパノール溶液、式：

【化９】



で表されるポリオキシエチレン基含有ポリメチルシロキサン１重量部、および平均粒子径が約５μｍであり、ポリメチルハイドロジェンシロキサンにより処理された溶融シリカ１０重量部を均一に混合して付加反応硬化型のシリコーンゴム組成物を調製した。
このシリコーンゴム組成物を１５０℃で３０分間加熱して、シリコーンゴムを成形した。このシリコーンゴムのＪＩＳ　Ａ硬さおよび比重を測定した。次に、このシリコーンゴムを回転半径２０ｃｍのハンマーミルで微粉砕してシリコーンゴム粉末を調製した。このシリコーンゴム粉末の特性を表１に示した。

【００２５】

［比較例１］

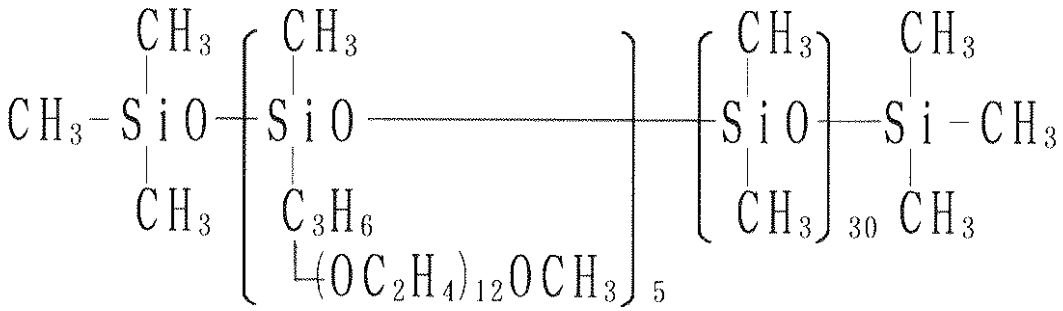
粘度が１００センチストークスである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサン１００重量部、このビニル基１モルに対してケイ素原子結合水素原子が１．２０モルとなる量の分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ポリメチルハイドロジェンシロキサン、これらのシロキサンの合計量に対して白金金属が重量単位で５ｐｐｍとなる量の塩化白金酸のイソプロパノール溶液、および平均粒子径が約４μｍであり、ポリメチルハイドロジェンシロキサンにより処理されたマイカ１０重量部を均一に混合して付加反応硬化型のシリコーンゴム組成物を調製した。
このシリコーンゴム組成物を１５０℃で３０分間加熱してシリコーンゴムを成形した。このシリコーンゴムのＪＩＳ　Ａ硬さおよび比重を測定した。次に、このシリコーンゴムを回転半径２０ｃｍのハンマーミルで微粉砕してシリコーンゴム粉末を調製した。このシリコーンゴム粉末の特性を表１に示した。

【００２６】

［比較例２］

粘度が１００センチストークスである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサン１００重量部、このビニル基１モルに対してケイ素原子結合水素原子が１．２０モルとなる量の分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ポリメチルハイドロジェンシロキサン、これらのシロキサンの合計量に対して白金金属が重量単位で５ｐｐｍとなる量の塩化白金酸のイソプロパノール溶液、および平均粒子径が約４μｍであり、ポリメチルハイドロジェンシロキサンにより処理されたマイカ１０重量部を均一に混合して付加反応硬化型のシリコーンゴム組成物を調製した。
この組成物を２５℃の純水（電気伝導度＝０．２μＳ／ｃｍ）２００重量部と式：

【化１０】



で表されるポリオキシエチレン基含有ポリメチルシロキサン４重量部に速やかに混合して

、ホモジナイザー（３００ｋｇｆ／ｃｍ^2）により均一な付加反応硬化型の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時間加熱したが、ゲル状物が多量に生成しているために、これをメッシュ（１５０メッシュ）により濾過した後、スプレードライヤーにより乾燥して、シリコーンゴム粉末を調製した。このシリコーンゴム粉末の特性を表１に示した。

【００２７】

【表１】

	本発明				比較例	
	実施例１	実施例２	実施例３	実施例４	比較例１	比較例２
シリコーンゴム粉末の物性 ＪＩＳ Ａ硬さ	３２	４０	３４	３６	５３	５３
比重	1.04	1.03	1.02	1.05	1.03	1.03
平均粒子径 （μｍ）	７４	７４	７４	７４	５３	１２
最大粒子径 （μｍ）	１８０	２１０	１５０	１８０	１００	２００
粒度 （％）	９２	９５	８８	８６	４２	８
シリコーンゴム粉末の親水性	○	○	○	○	×	×
シリコーンゴム粉末の感触	○	○	○	○	△	×

【００２８】

【発明の効果】

本発明のシリコーンゴム粉末は、親水性が優れ、柔らかな感触を有するという特徴があり、また、本発明の製造方法は、このようなシリコーンゴム粉末を効率よく製造できるという特徴がある。

フロントページの続き

(72)発明者　原島　朝雄
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　森川　聡

(56)参考文献　特開平０５－２６２９８７（ＪＰ，Ａ）
特開平０３－０６８６５８（ＪＰ，Ａ）
特開平０２－３０５８５８（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.^{7}，ＤＢ名)
C08J　3/12
C08L 83/04- 83/08
WPI/L(QUESTEL)